HAL open science

Étude, modélisation et mesure des forces d'adhésion à l'échelle microscopique.

Sébastien Alvo

To cite this version:

Sébastien Alvo. Étude, modélisation et mesure des forces d'adhésion à l'échelle microscopique.. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2012. Français. NNT : . tel-00772533

HAL Id: tel-00772533

https://theses.hal.science/tel-00772533

Submitted on 10 Jan 2013

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.

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ PIERRE ET MARIE CURIE

par

Sébastien ALVO

pour obtenir le diplôme de

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PIERRE ET MARIE CURIE

Spécialité : Mécanique – Robotique

Étude, modélisation et mesure des forces d'adhésion à l'échelle microscopique

---

Soutenance prévue le 16 Novembre 2012

JURY

M.	C. GAUTHIER	Professeur des Universités à l'Université de Strasbourg	Rapporteur
Mme	F. MARCHI	Maître de conférences, HDR, univ. Joseph Fourier, Grenoble	Rapporteur
M.	E. BARTHEL	Directeur de Recherche CNRS, laboratoire Surface du verre et Interfaces, Aubervilliers	Examinateur
M.	D. KONDO	Professeur des Universités à l'Université Pierre et Marie Curie	Examinateur
M.	M. GAUTHIER	Directeur de Recherche CNRS, institut FEMTO-ST, Besançon	Dir. de thèse
M.	S. RÉGNIER	Professeur des Universités à l'Université Pierre et Marie Curie	Dir. de thèse

Étude, modélisation et mesure des forces d'adhésion á l'échelle microscopique

Résumé

La manipulation d'objets de tailles microscopiques, dont le comportement est régi par des effets de surfaces, nécessite des modèles d'interaction fiables entre les micro-objets et les organes terminaux des robots. De nombreux paramètres entrent en considération dans la modélisation des forces d'adhésion. Il apparaît donc nécessaire de déterminer l'influence de chacun afin de maîtriser en particulier la force à exercer pour séparer deux objets en contact dite *force de pull-off*. De plus, à l'échelle microscopique, la mesure des efforts d'interaction au cours de la manipulation est complexe et n'est possible que dans certains cas particuliers.

L'approche générale proposée dans ce manuscrit repose sur trois étapes. Après une présentation du contexte de ces travaux, la première étape consiste à identifier les modèles et les moyens de mesure de la littérature (chapitre 1). Deux approches sont alors mises en avant pour modéliser les forces de pull-off. Les forces et les faiblesses des modèles sont étudiées plus en détail au chapitre 2 afin de développer, au cours de la seconde étape, un nouveau modèle de force d'adhésion (chapitre 3). Ce dernier met en avant le couplage entre les déformations et les forces d'adhésion et révèle des différences majeures entre les échelles microscopique et nanoscopique. Enfin, l'objectif de la troisième étape est de corréler ce modèle avec des observations expérimentales. L'analyse des résultats expérimentaux effectuée au chapitre 4 montre la difficulté de modéliser des interactions entre des micro-objets réels et met en avant un effet d'échelle s'appliquant aux forces électrostatiques.

Mots-clés : micromanipulation, force de pull-off, adhésion, déformations

Study, modeling and measurement of adhesion forces at the microscale

Abstract

The behavior of microsized objects is governed by surface effects. Reliable interaction models between micro-objects and robots end-effectors are required for micromanipulation. Numerous parameters are involved in adhesion forces modeling. The influence of each of these parameters must be determined in order to control forces and especially the one which is required to split to contacting objects : the *pull-off force*. Moreover, at the microscale, measurements of interaction forces during a manipulation task are complex and are only available in few cases.

The general approach of this work can be divided into three main steps. After a presentation of the micromanipulation context, models and measurement tools of the literature are depicted in the first step (chapter 1). Two modeling approaches are highlighted ; where strengths and weaknesses of models are focused in chapter 2 in order to develop a new adhesion forces model during the second step (chapter 3). This model highlights coupling between local deformations and adhesion forces and exposes major differences between microscale and nanoscale. Finally, the objective of the third step is the correlation of the proposed model with experiments. The analysis of experimental results is presented in the chapter 4. The results show the difficulties encountered for modeling interactions between real micro-objects and highlights a scale effect on electrostatic forces.

Keywords : micromanipulation, pull-off forces, adhesion, deformations

REMERCIEMENTS

Mes premiers pas dans un laboratoire de recherche ont été guidés par mes encadrants de master : Michaël Gauthier et Cédric Clévy. Merci à vous deux de m'avoir fait découvrir le monde scientifique et d'avoir renforcé mon envie de poursuivre dans cette voie. Mon sujet de thèse est ensuite né d'une collaboration entre mes deux encadrants : Stéphane Régnier à l'ISIR (Paris) et Michaël à FEMTO-ST (Besançon). Je tiens à vous remercier de m'avoir offert la chance de travailler dans ces conditions. La convergence quasi systématique de vos idées m'ont souvent guidé sur le bon chemin aussi bien sur le plan scientifique que humain. Comme dans toute thèse, il y a eu des moments difficiles mais de mon point de vue, votre collaboration a toujours eu une influence positive et je ne peux que souhaiter à d'autres doctorants d'être encadrés par un binôme comme le vôtre. Merci pour tout ce que vous m'avez apporté et tout ce qui continuera de mûrir dans ma tête.

Mes pensées vont ensuite à tous ceux sans qui les campagnes de mesures n'auraient pas été possibles.

- Un grand merci en particulier à **Patrick Rougeot** qui a passé des heures à modifier l'AP2M pour automatiser les campagnes de mesures. Tu as toujours su me conseiller et tu étais présent dans les moments de doute. Ma persévérance a été remarquée au cours de mes travaux mais sans toi elle n'aurait pas permis d'aller aussi loin.
- Merci à **Jérôme Dejeu** pour l'aide que tu m'as apportée en chimie, le temps que tu as passé à me former, ta vision "différente" des choses et les kilos de bonbons qui coloraient notre épicerie estivale.
- Thanks to **Gilgueng Hwang** for saving my life twice using gold coating at LPN, learning me to speak English and let me discover internship management. Stay geek, go, go, Samsung !
- Merci à **Christian Gauthier** et **Vincent Le Houerou** de m'avoir accueilli à l'Institut Charles Sadron et de m'avoir permis d'utiliser votre capteur et merci à **Damien Favier** d'avoir consacré ton temps à mes expériences durant ce séjour ;
- à **David Rostoucher** d'avoir ponctué le collage de dizaines de micro-billes de blagues dont tu as le secret ;

– à **David Guibert** d'avoir fabriqué et modifié, encore et encore, les différentes pièces d'interface des capteurs. Oublie les marques chinoises, le secret de la tranquillité est dans le Nexus.
– Merci à **Joel Agnus** et à **Rabah Zeggari** de m'avoir faire découvrir la salle blanche et ses technologies. Merci pour vos conseils, vos idées et votre aide lors de la fabrication des billes en or.
– Merci à **Joel Abadie** et **Stephane Oster** qui m'ont assisté pour les mesures avec le capteur à lévitation.

Merci à **Florence Marchi** et **Christian Gauthier** d'avoir rapporté mes travaux et à **Djimédo Kondo** et **Étienne Barthel** d'avoir accepté de faire partie du jury. J'ai apprécié votre franchise lors des questions. Plus généralement, merci à tous ceux qui ont participé aux discussions autour de ma thèse et qui ont contribué à donner une autre dimension à mes travaux et en particulier à **Pierre Lambert et Vincent le Houerou**.

Merci ensuite à tous ceux qui sont passés par le bureau H09 : **Abdenbi, Ahlem, Aude, Bruno** et ses photos d'art du MEB, **Cécile, Guillaume, Puco** le roi du "coffee ?" et des geeks, **Tiantian, Yan** (mao, lon, baobao) et **Zong** pour l'ambiance, les nombreux dérapages et tout ce qu'on a pu partager (je ne pense pas qu'aux boules coco) ; à **Charlie, Fengchun, Mitsu, Quôc Dinh, Xiao, Thibaud et Vincent** (free food !) pour tout ce qu'on a perdu (ou pas) en mangeant des panacottas et pour les non spoils de Dexter.

Mon année d'ATER n'aurait pas été la même sans **Arnaud, Aurélie, Baptiste** qui n'a jamais lâché la corde, **Héctor, Jean-Med, Juan Antonio, Mokrane** (cours tu vas l'avoir !), **Nathalie, Soukeyna** et les fans de **lion** et de **papillon** (pas de commentaires pour vous, ça vaut mieux pour tout le monde). Merci à tous pour les bons moments passés ensemble et pour m'avoir soutenu et conseillé dans les moments difficiles.

Mes dernières remerciements vont évidemment à ma famille qui m'a toujours encouragé et à mes amis. Un gros d'hô à **Bastien** pour les montagnes de nourriture (et par la même occasion, je ne remercie pas **Kanty** de ne pas avoir gagné au jeu bien que le mariage ré inverse la tendance), les sessions de parkour et tout le soutient que tu m'as apporté ; à **Yoann** pour le cadeau qui est resté six mois dans ta valise ; aux théories (on attend toujours ta thèse de sociologie **Max**) ; à tous mes correcteurs, même ceux qui m'ont fait faux bon avant la ligne d'arrivée ; à **Shuu** pour tes tests extrêmes et tout ce que tu m'as appris pendant la rédaction et à tous mes proches dont le soutien m'a porté le jour de la soutenance. Enfin, merci au saumon et au chaton pour le scotch.

Table des matières

Table des matières i

Liste des symboles v

1 Problématique de l'adhésion en microrobotique 1
1 Introduction générale : la micromanipulation 1
1.1 La micromanipulation 1
1.2 Différences entre physique du macromonde, du micromonde et du nanomonde 5
1.3 Enjeux scientifiques et applicatifs 6
1.4 Modélisation pour la micromanipulation 6
2 Problématique : modélisation du micromonde 8
2.1 Forces élémentaires 8
2.2 Vision top-down du micromonde 11
2.3 Modélisation des phénomènes physiques de l'échelle microscopique 11
3 Plan du manuscrit 12

2 Modélisation et identification expérimentale du micromonde 15
1 Mécanismes élémentaires de l'adhésion : application à des géométries simples 15
1.1 Forces de van der Waals 16
1.2 Forces capillaires 23
1.3 Forces électrostatiques 29
1.4 Approche bottom-up de l'adhésion 31
2 Déformations et adhésion : théories existantes 33
2.1 Déformation d'une sphère sans adhésion : théorie de Hertz . . . 33
2.2 Point de vue thermodynamique de l'adhésion : théorie de JKR . . 35
2.3 Considération mécanique de l'adhésion : théorie de DMT 37

2.4 Transition entre JKR et DMT : théorie de Maugis Dugdale 37
2.5 Prise en compte de la rugosité 39
2.6 Généralisation à des géométries polynômiales : modèle Hertz-n, JKR-n et DMT-n 40
2.7 Limites des modèles basés sur la théorie de Hertz 41
3 Modélisation et perception du micromonde 42
3.1 Mesures de forces de pull-off à l'échelle microscopique 42
3.2 Capteurs de forces à l'échelle micrométrique 45
4 Conclusion 49

3 Modélisation du micromonde par couplages d'effets multi-échelle 51
1 Nouvelle méthode de modélisation de l'adhésion 51
1.1 Principe de l'approche proposée 51
1.2 Principe de l'algorithme proposé 54
1.3 Application à deux volumes quelconques 54
2 Couplage des forces et des déformations 55
2.1 Application au cas sphère/plan 55
2.2 Résolution du problème dans deux cas limites 57
2.3 Analyse de l'erreur 58
2.4 Lien entre force d'adhésion et force de pull-off 59
2.5 Conclusion de l'étude générale 60
3 Application au couplage entre les forces de van der Waals et les déformations 60
3.1 Hypothèses géométriques supplémentaires 60
3.2 Effet d'échelle et forces de van der Waals 61
4 Application au couplage entre les forces capillaires et les déformations . 65
4.1 Considérations géométriques 65
4.2 Forces capillaires et effet d'échelle 67
4.3 Influence de l'humidité 69
5 Conclusion 73

4 Mesure des forces du micromonde 75
1 Approche expérimentale du problème 75
2 Mesure de forces à l'échelle microscopique 77
2.1 Moyens de mesure utilisés 77
2.2 Préparation des échantillons 82
2.3 Procédés de mesure et d'analyse 85
3 Résultats observés 87
3.1 Premières mesures de forces de pull-off 87
3.2 Forces électrostatiques 91
3.3 Plasticité 93
3.4 Synthèse et influence sur les modèles de micromanipulation . . . 98
4 Effet d'échelle sur les forces électrostatiques 99
4.1 Comparaison avec les forces de van der Waals 99
4.2 Conséquences de l'effet d'échelle pour la mesure des forces de pull-off 100
5 Conclusion 101

5 Conclusion et perspectives **103**
1 Conclusion générale 103
2 Perspectives 105

A Théories d'Hamaker et de Lifshitz **109**

B Calibration d'un microscope à forces atomiques utilisé en mode contact **111**
1 Détermination des modes propres d'un cantilever 111
1.1 Équation du mouvement d'un cantilever 111
1.2 Conditions aux limites 112
1.3 Solution de l'équation de mouvement 113
1.4 Résolution de l'équation aux pulsations 113
2 Calibration d'un AFM 115
2.1 Phase 1 : détermination des caractéristiques géométriques d'un cantilever sans masse embarquée 115
2.2 Phase 2 : détermination de la masse ajoutée à l'extrémité d'un cantilever 116
2.3 Phase 3 : détermination de la raideur d'un cantilever 116
2.4 Phase 4 : calibration d'un cantilever coaté 117
2.5 Phase 5 : conversion tension/force 117

C Analyse générale de l'impact de la déformation locale sur les forces d'adhésion **119**

D Résolution du problème de convergence du modèle itératif **121**
1 Rappel du problème 121
2 Cas $\tau \gg 1$ 121
2.1 Calcul du rayon de contact 121
2.2 Influence sur la force 122
3 Cas $\tau \ll 1$ 122
3.1 Calcul du rayon de contact 122
3.2 Influence sur la force 123

E Erreur relative entre la force issue du modèle itératif et ses asymptotes **125**
1 Cas "microscopique" 125
2 Cas "nanoscopique" 126

F Calcul de la force de van der Waals entre une sphère tronquée et un plan **127**

G Note à propos de l'ANOVA **129**

Bibliographie **140**

LISTE DES SYMBOLES

α_n	Coefficient d'amplitude du mode n
β_i	Densité atomique du solide Ω_i
δ	Enfoncement relatif de deux objets en contact sous l'effet d'une charge
ϵ_0	Énergie d'interaction de deux atomes à l'équilibre dans le vide
γ_i	Énergie de surface (exprimée en $\mathrm{mJ.m^{-2}}$) associée au matériau i pour les solides ou tension de surface (exprimée en $\mathrm{N/m}$) pour les liquides
ν_i	Coefficient de Poisson du matériau i
ϕ	Potentiel de Lennard Jones
Π_c	Énergie d'interaction entre deux solides
π_c	Énergie élémentaire d'interaction
ρ	Rayon de courbure du ménisque de capillarité (plan parallèle au substrat)
ρ'	Rayon de courbure du ménisque de capillarité (plan orthogonal au substrat)
$\rho(x)$	Masse volumique de la poutre (calibration AFM)
σ_i	Charge surfacique du solide Ω_i
σ_{rupt}	Contrainte de rupture du matériau
$\theta(x,t)$	Angle de la section x de la poutre avec l'axe horizontal
θ_i	Angle de contact formé par le ménisque capillaire et le solide Ω_i au niveau de la ligne triple
$\tilde{a}$	Rayon de contact estimé (cas général). $\tilde{a}$ est noté $\tilde{a}_n$ ou $\tilde{a}_m$ dans les cas spécifiques aux échelles nano- et microscopique. Un exposant vdw ou cap est ajouté si la déformation est causée par les forces de van der Waals ou capillaires.

$\tilde{F}$	Force d'adhésion estimée (cas général). Voir $\tilde{a}$ pour les notations dérivées.
ε	Déformation
ε_0	Permittivité du vide $\varepsilon_0 = 8{,}85\ \mathrm{F\ m^{-1}}$
ε_R	Permittivité relative du milieu
A	Coefficient d'Hamaker
$A(x)$	Aire de la section x de la poutre
a, a_n	Rayon de contact
a_c	Étendue du ménisque capillaire
a_{po}	Rayon de contact de deux objets au point d'équilibre instable précédant la rupture de contact
b	Largeur de la poutre
C	Courbure moyenne du ménisque de capillarité
C_{vdw}	Constante du potentiel de Lennard Jones, $C_{vdw} = 2\epsilon_0 {r_0}^6$
E^*	Module de Young modifié (deux matériaux en contact)
E_i	Module de Young du matériau i
F_L	Force de Laplace
f_n	$n^{\text{ième}}$ fréquence propre du cantilever
F_T	Tension à l'interface de la ligne triple
F_{po}	Forces de pull-off, force nécessaire pour séparer deux objets au contact
H	Pression relative de vapeur ou humidité relative
h	Épaisseur du plan, de la poutre (AFM)
$I(x)$	Moment d'inertie de la section x de la poutre
k_B	Constante de Boltzman $k_B = 1{,}381 \cdot 10^{-23}\ \mathrm{JK^{-1}}$
L	Longueur de la poutre
M	Masse de l'objet fixé à l'extrémité de la poutre
m	Masse de la poutre
P	Forces extérieures exercées ou précharge
$p(x,t)$	Effort extérieur appliqué en un point x de la poutre, à un instant t
P_{max}	Contrainte maximum dans un matériau
q_A	Charge de la particule A
R	Rayon de l'objet (sphère, cylindre…)

r, r_{ij}	Distance séparant deux atomes ou objets i et j
r^{rms}	Rayon moyen de rugosité
r^{rug}	Rayon de rugosité
r_0	Distance séparant deux atomes à l'équilibre dans le vide
r_1	Rayon de l'interface solide/liquide du ménisque de capillarité
r_c	Rayon de coupure des forces de van der Waals
r_k	Rayon de Kelvin
R_{gp}	Constante des gaz parfaits, $R_{gp} = 8{,}314\ \mathrm{J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}}$
T	Température
V_m	Volume molaire du liquide ($V_m = 0{,}018\ \mathrm{L/mol}$ pour l'eau)
$w(x)$	Déplacement suivant l'axe normal à la poutre de sa section x
w_{12}	Travail d'adhésion entre les matériaux 1 et 2
z	Distance au plan de référence

CHAPITRE 1

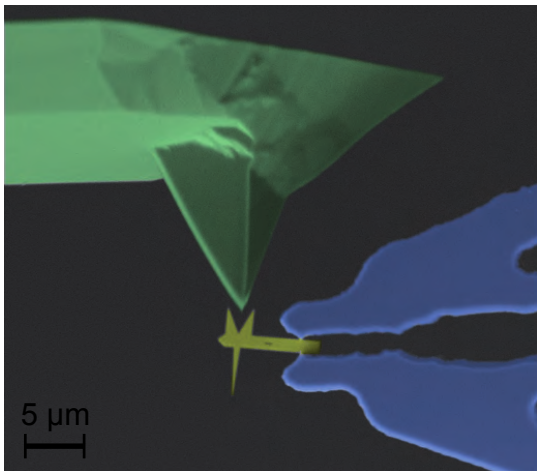
PROBLÉMATIQUE DE L'ADHÉSION EN MICROROBOTIQUE

Au delà d'une courte entrée en matière sur le contexte général de mes travaux portant sur la modélisation des phénomènes qui régissent le comportement des objets à l'échelle microscopique, cette introduction vise à présenter la démarche qui m'a amené à considérer le problème sous un angle original. Pour cela, j'ai tiré partie des avantages des modèles de force établis aux échelles macroscopiques et nanoscopiques afin de comprendre quels sont les effets prépondérants à l'échelle microscopique. J'exposerai dans la dernière partie de cette introduction les trois étapes de la démarche scientifique mise en œuvre lors de la modélisation des forces du micromonde et sur laquelle repose la structure de ce document : l'étude des stratégies de modélisation du micromonde proposées dans la littérature (chapitre 2), la modélisation du micromonde par couplages d'effets multi-échelles (chapitre 3), la mesure des forces d'interaction entre les micro-objets (chapitre 4).

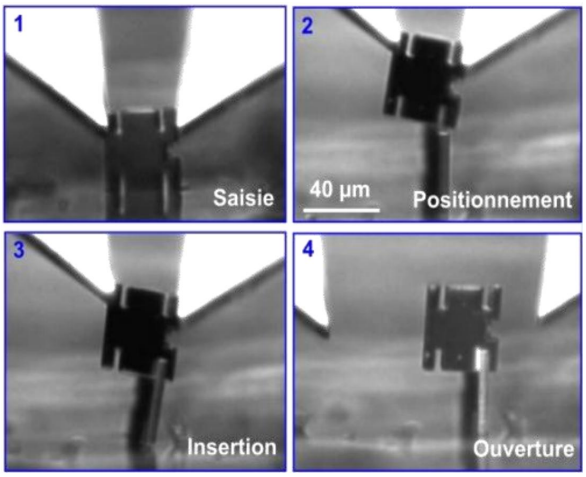
1 Introduction générale : la micromanipulation

1.1 La micromanipulation

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans le cadre général de la *micromanipulation*. Ce thème de recherche décrit l'ensemble des moyens qui visent à réaliser la manipulation d'objets de tailles comprises entre $1\ \mathrm{mm}$ et $1\ \mu\mathrm{m}$. En particulier, la microrobotique s'intéresse à ce problème sous l'angle de la conception et la commande de systèmes robotiques pour la manipulation dextre de micro-objets. Des exemples d'opérations réalisables par des robots de micromanipulation sont illustrés sur la figure 1.1.



(a) Assemblage d'une pointe de diamètre nanométrique (120 à 150 nm) sur une pointe AFM [BBPM12] (Projet NanoBits, Oldenburg, Germany).



(b) Étapes de l'assemblage de deux composants par un micropréhenseur dextre [HG08] (FEMTO-ST, Besançon, France).

FIGURE 1.1 – Exemple d'assemblage d'objets micrométriques.

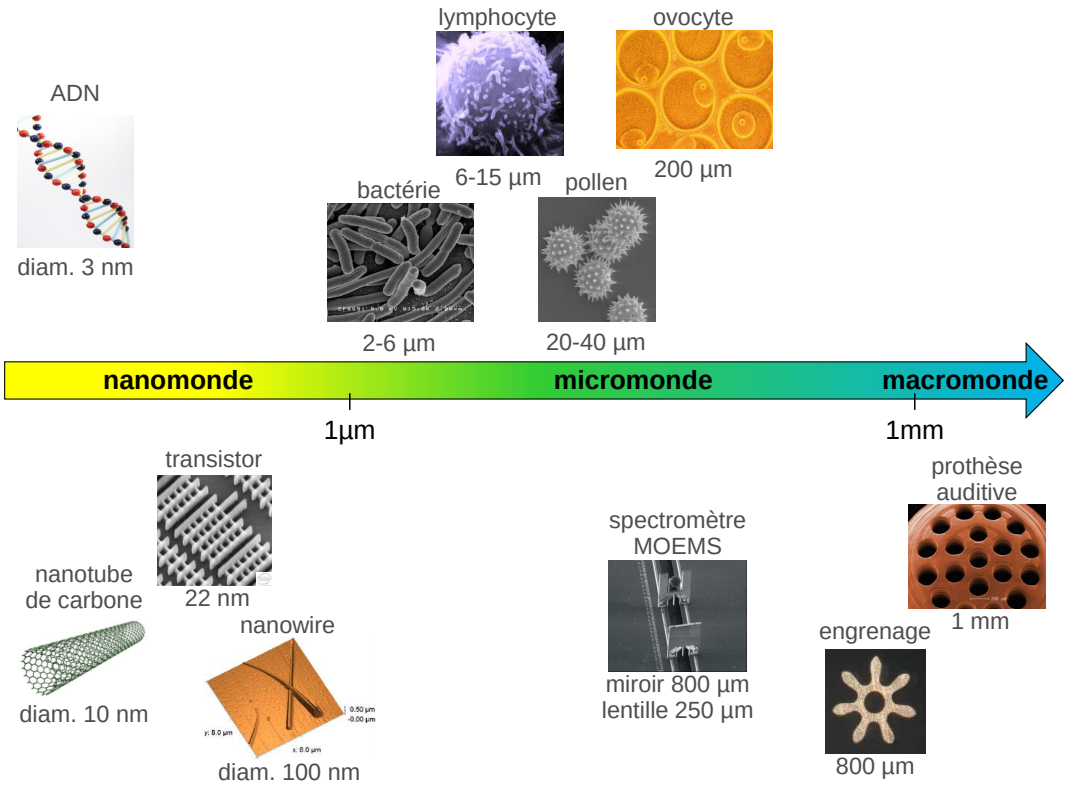
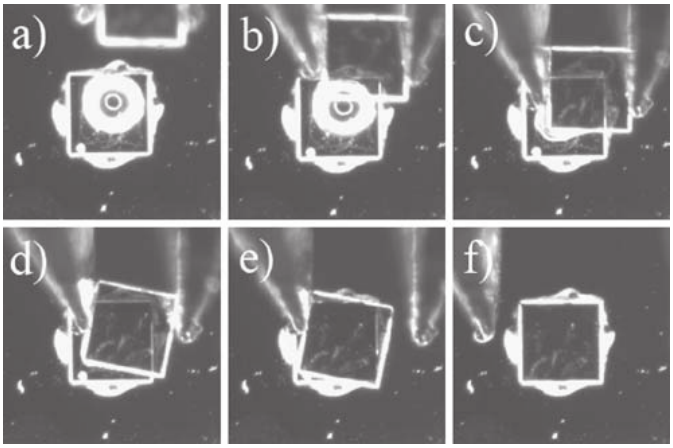


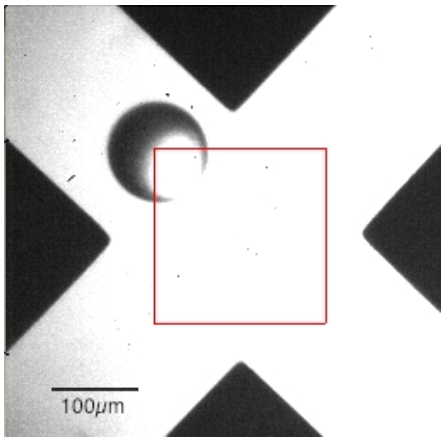
FIGURE 1.2 – Classification d'objets selon leur taille.

Le domaine d'étude est couramment appelé micromonde [1]. Cet ensemble est défini par comparaison avec le *macromonde* et le *nanomonde* qui contiennent respectivement les objets dont la taille est supérieure à $1\ \mathrm{mm}$ et inférieure à $1\ \mu\mathrm{m}$.

Les deux catégories de micro-objets usuellement étudiées sont reportées sur la figure 1.2). Les *objets biologiques* couvrent l'ensemble de la plage étudiée et nécessitent des conditions spécifiques (préhenseurs et environnement biocompatibles, efforts de serrage limités...). Les *objets artificiels* représentent l'autre catégorie d'objets à manipuler. Les moyens de réalisation de ces micro-objets sont délimités par une frontière forte située aux environs de $100\ \mu\mathrm{m}$; entre la fabrication mécanique basée sur des procédés dits conventionnels (enlèvement de matière par copeau) et la microfabrication issue de la micro-électronique (lithographie, gravure, épitaxie...). Les objets artificiels se distinguent par deux longueurs : leur taille caractéristique et la taille des détails qui les composent. Des nano-objets composés de seulement quelques dizaines d'atomes sont fabriqués par des procédés de microfabrication. Les technologies utilisées pour fabriquer des transistors de $22\ \mathrm{nm}$ sont par exemple assez matures pour entrer en phase de production industrielle. Cependant, ces nano-objets ne sont pas manipulables unitairement ; ils sont encapsulés dans des composants de taille micrométrique, voire millimétrique (processeurs, MOEMS...) pour être intégrés à des systèmes plus complets. La diminution de taille de ce type de composants est limitée par la capacité à les manipuler et non par leur fabrication.



(a) Utilisation d'une goûte d'eau pour relâcher et aligner un micro-objet (300 x300 x70 $\mu\mathrm{m}^3$). L'objet est placé sur la goûte (a-c), puis relâché (d-e) et il s'aligne sur la position désirée (f) [SZK08] (Aalto University, Espoo, Finlande).



(b) Quatre électrodes (pointes noires) contrôlent la position de la microbille de $100\ \mu\mathrm{m}$ par un effet de diélectrophorèse [KMGC12] (Institut FEMTO-ST, Besançon, France).

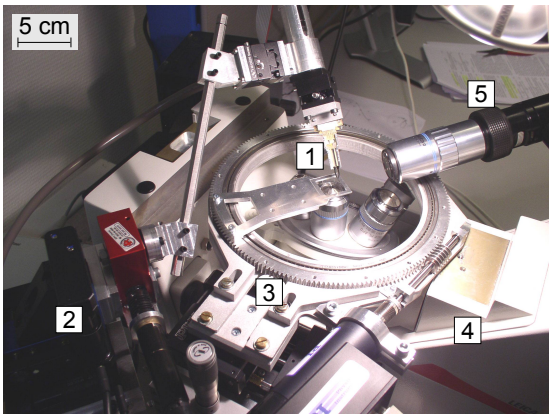
FIGURE 1.3 – Exemples de phénomènes utilisés en auto-assemblage à l'échelle micrométrique.

Il existe classiquement deux voies pour réaliser des assemblages dans les micro- et nanomondes que sont l'auto-assemblage et l'assemblage robotique [GR10]. Le positionnement final de l'objet en auto-assemblage est défini par un minimum d'énergie potentielle (point stable) d'un phénomène physique tel que la capillarité [Lam07,

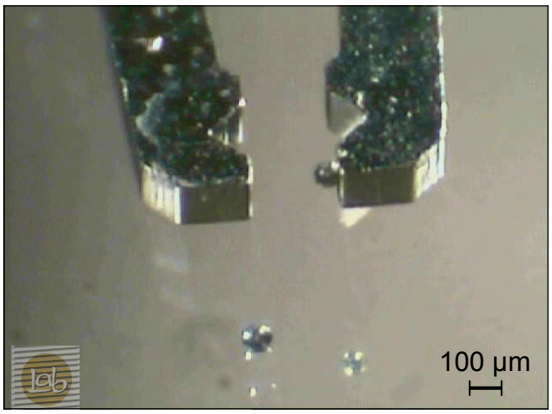
1. Le micromonde est composé des micro-objets dont la taille caractéristique se situe entre $1\ \mathrm{mm}$ et $1\ \mu\mathrm{m}$.

MAV+09, SLT+11] (Fig. 1.3a), la diélectrophorèse [Kha11] (Fig. 1.3b), le laser trapping [NB04], la vibration acoustique [VLD05], la magnétophorèse [STHH06] ou la fonctionnalisation chimique [Abb10]. Ces principes sont détaillés par K. F. Böhringer *et al.* [MAV+09, Böh13]. Ils peuvent être utilisés dans des domaines applicatifs variés comme la manipulation de particules [KGC09, PKB09], la séparation de cellules biologiques [Fur07] ou l'auto-alignement de nanotubes de carbone [SVD+05]. La génération dans l'espace d'un grand nombre de points stables est exploitée pour réaliser des assemblages de manière massivement parallèle. Toutefois, l'effort produit pour déplacer l'objet vers un point stable est faible comparativement aux efforts potentiellement engendrés par un préhenseur robotique [WG02]. Ainsi, une limitation naturelle apparaît pour des actions complexes d'assemblage telles que des insertions ou des clipsages.

D'un autre côté, les méthodes robotisées de micro-assemblage se sont développées. Ainsi, des systèmes de positionnement précis sont disponibles sur le marché. Ces systèmes sont couplés avec des préhenseurs (Fig. 1.4) dotés ou non de mesure d'effort de contact. Des stratégies de manipulation, de commande en position, force, asservissement visuel sont développées pour répondre à ce besoin de manipulation en environnement complexe.



(a) Robot de micromanipulation du projet ANR PRONOMIA (Institut FEMTO-ST, Besançon, France). La micropince (1) est l'organe terminal d'un bras robotisé 5 axes (2). Les micro-objets sont disposés sur une table robotisée 3 axes (3). La scène de manipulation est observée à l'aide d'un microscope inversé (4) et d'un vidéo-microscope (5).



(b) Micropince placée au dessus de deux billes de diamètre 50-100 µm (FEMTO-ST, Besançon, France).

FIGURE 1.4 – Robot et scène de micromanipulation.

La contribution de ce manuscrit se situe dans le cadre de cette seconde stratégie de micromanipulation : la manipulation robotique avec contact. Cette approche consiste en la prise, le déplacement et la dépose d'objets de taille microscopique. Contrairement à la manipulation sans contact, les objets sont soumis à des forces d'adhésion au contact. Celles-ci complexifient les tâches de micromanipulation.

L'état de l'art de la micromanipulation est relatif à la taille des micro-objets considérés. L'assemblage d'objets dont les dimensions sont supérieures à 100 µm peut être réalisé par des robots industriels. Entre 10 µm et 100 µm, des recherches récentes ont

proposé de nouveaux concepts qui ont montré leur efficacité en phase de transfert industriel. En dessous de $10\ \mu m$, **l'assemblage reste un challenge**. L'assemblage robotisé de capteurs microniques basés sur des nanotechnologies n'est par exemple pas encore réalisable. Notre travail s'inscrit dans cette recherche d'analyse de méthodes de micromanipulation avec contact.

1.2 Différences entre physique du macromonde, du micromonde et du nanomonde

L'appréhension du micromonde ne peut s'effectuer par simple homothétie des systèmes existants dans le macromonde, et nécessite une description particulière [Gau11]. La miniaturisation d'un principe peut s'avérer complexe dans la mesure où l'ensemble des phénomènes physiques mis en œuvre peuvent ne pas évoluer de façon identique lors de la réduction d'échelle. L'impact de la modification d'échelle sur les phénomènes physiques est couramment appelé *effet d'échelle*.

Les phénomènes physiques prédominants à nos échelles comme le poids ou l'inertie sont majoritairement *volumiques* : ils sont directement proportionnels au volume de l'objet considéré. Ainsi, entre un cube d'acier possédant une arête l de un centimètre et un cube d'arête $l' = \frac{l}{10}$ dix fois inférieure, la dimension caractéristique l est divisée par 10, tandis que sa masse passe de 7,9 grammes à 7,9 milligrammes et est divisée par $(\frac{l}{l'})^3 = 10^3$. Ainsi, à l'ouverture de la pince représentée sur la figure 1.4b, la microbille reste collée à l'un des doigts au lieu de tomber sous l'effet de son poids car à l'échelle micrométrique, les forces d'adhésion ne sont pas négligeables devant le poids. Une stratégie spécifique au micromonde est donc nécessaire pour manipuler des micro-objets de cette dimension.

Certains autres effets physiques utilisés en micromanipulation ne sont pas volumiques comme par exemple la force de tension de surface illustrée par la figure 1.3a. Celle-ci est de type linéique, son évolution est donc proportionnelle à l'échelle considérée. Ainsi, la tension de surface d'un cube de côté l est directement proportionnelle à cette longueur. Pour un cube de dimension dix fois inférieure l', la force de tension de surface est divisée uniquement par $\frac{l}{l'} = 10$. Cet effet diminue par conséquent beaucoup moins rapidement que le poids lors d'une miniaturisation.

Les phénomènes physiques prépondérants à l'échelle nanoscopique sont aussi bien différents de ceux observés à l'échelle microscopique. Contrairement aux micro-objets, les nano-objets sont fortement influencés par des effets thermiques. Des variations de température induisent une dilatation de l'environnement qui peut faire dériver la scène de manipulation [AM11]. Par ailleurs, le bruit thermique fait vibrer les nano-objets (mouvement Brownien) augmentant ainsi la difficulté de les localiser. Le bruit thermique est un phénomène aléatoire ; il peut donc uniquement être pris en compte à l'aide de lois statistiques [KOSF09]. Ces phénomènes sont propres à l'échelle nanoscopique.

Le comportement physique des objets est donc spécifique à leur taille. Les modèles de comportement utilisés aux échelles macroscopique et nanoscopique ne sont pas directement exploitables à l'échelle microscopique ; par conséquent, les tâches de micromanipulation doivent être abordées avec des modèles dédiés à cette échelle.

1.3 Enjeux scientifiques et applicatifs

Les champs d'application de la micromanipulation sont nombreux : assemblage de microcomposants mécaniques (packaging de systèmes électroniques, horlogerie, connecteurs) ou optiques (alignement de fibres optiques, manipulation de microlentilles [BRC+10]), biologie (manipulation et caractérisation mécanique de cellules)... Les robots de micromanipulation actuels ont une architecture adaptée aux tâches de micromanipulation télé-opérée [HG08] ou semi-automatique [TMLFPD10]. Ils ne sont cependant pas encore capables d'assembler des objets plus petits que $100\ \mu\mathrm{m}$ de façon entièrement automatisée.

Les robots industriels chargés de l'intégration des composants électroniques (dies) sont dédiés à des tâches uniques qui ne nécessitent généralement que trois degrés de liberté en translation. De tels robots sont optimisés soit pour avoir une haute cadence, soit pour avoir une grande précision. Les performances peuvent atteindre jusqu'à 10 000 pièces par heure (PPH) avec une précision de $10\ \mu\mathrm{m}$ (machine de Datacon, Autriche) ou 200 PPH avec une précision de $1\ \mu\mathrm{m}$ (machine de SET-SAS, France).

La recherche scientifique en micro-assemblage se concentre sur le développement de robots à haute précision dédiés aux tâches les plus complexes. L'assemblage est effectué en présence de forces d'adhésion entre les composants. Ce phénomène nécessite de nouvelles stratégies de micropréhension afin de vaincre ou d'exploiter l'adhésion [DRGB09, SK09, XHR09]. La recherche scientifique se concentre aussi sur l'assemblage de microstructures en trois dimensions. Cette tâche nécessite un positionnement spatial suivant six degrés de liberté afin de réorienter les composants avant leur assemblage. Des exemples de robots capables de telles performances sont développés de par le monde. Ils sont capables de construire des assemblages MEMS [2] complexes qui nécessitent quelques dizaines de minutes de fabrication ou d'effectuer des opérations de pick-and-place [3] avec des pièces en silicium de $40\ \mu\mathrm{m} \times 40\ \mu\mathrm{m} \times 5\ \mu\mathrm{m}$ au rythme de 1800 PPH [BDSNC07, TDLP09, HG08, PMD08].

Dans le futur, les microcomposants seront de plus en plus basés sur les nanotechnologies. Leur taille typique sera de l'ordre du micromètre. L'hybridation des technologies des micro-nano-systèmes est donc un challenge dans les dix prochaines années durant lesquelles les procédés de fabrication et la microrobotique prendront une place essentielle. L'exploitation de ces futurs micro-nano-composants nécessite des efforts de développement aussi bien technologiques que scientifiques. Aujourd'hui cette problématique de l'échelle basse des dimensions micrométriques (avec une taille caractéristique autour du micromètre) se situe dans un no man's land scientifique entre nanoscience et microscience et est peu abordée du point de vue de la recherche.

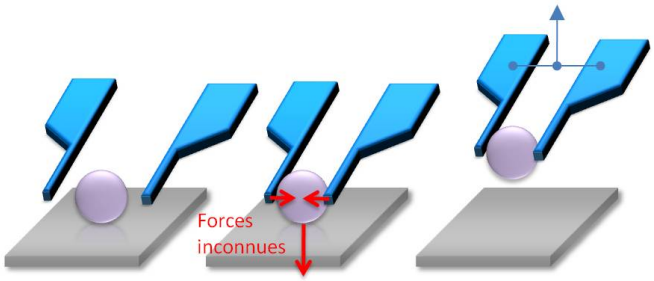
1.4 Modélisation pour la micromanipulation

Les modèles d'interaction entre les micro-objets et les organes terminaux des robots sont nécessaires à l'élaboration de stratégies fiables de micromanipulation. La mauvaise connaissance des forces du micromonde est donc un obstacle au développement

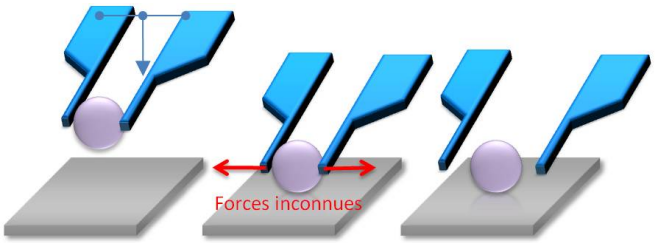
2. Un MEMS (de l'anglais microelectromechanical system) est un microsystème électromécanique. Il peut parfois intégrer des composants optiques et être ainsi appelé MOEMS.
3. Opération de prise et de dépose d'un objet.

de robots de micromanipulation et de leur contrôle. Ce dernier ne peut par exemple pas être synthétisé de façon optimale. Un des éléments essentiels est la maîtrise de la force nécessaire pour rompre le contact entre deux objets appelée *force de pull-off*.

Bien que les dernières avancées technologiques soient très encourageantes à une échelle supérieure à notre problématique [BHG10, RCL10a, RCL10b], les micropréhenseurs ne sont généralement pas asservis en force. Des forces pouvant aller jusqu'à mille fois la force d'adhésion [HG10] sont donc couramment appliquées afin de garantir la séparation de deux micro-objets (Fig. 1.5).



(a) Saisie du micro-object



(b) Phase de dépose

FIGURE 1.5 – Forces inconnues dans une tâche de micromanipulation. (a) Durant la phase de saisie du micro-object, celui-ci doit être maintenu entre les doigts de l'organe terminal. (b) Les forces d'adhésion entre le micro-object et l'outil doivent être connues afin de pouvoir le relâcher.

L'objectif est la manipulation d'objets de taille inférieure à 10 microns. Une solution originale apparaît pour des petites séries ou des opérations de laboratoire autour de la télé-opération avec retour d'efforts. Un opérateur exploite une interface haptique dans le monde macroscopique pour produire des déplacements dans le monde microscopique. En retour, il perçoit des efforts d'interaction, qui peuvent être par exemple les efforts de serrage ou la physique du micromonde. À l'échelle microscopique, la mesure des efforts d'interaction au cours de la manipulation est complexe et il n'en existe que des preuves de concept [XR12, BRC+10]. Ainsi, un outil de simulation réaliste en temps réel de ces forces peut améliorer la manipulation télé-opérée avec un retour haptique [BXHR10].

De la même façon, la modélisation de ces forces à l'échelle microscopique est nécessaire pour l'automatisation des tâches de micro-assemblage. De nouvelles stratégies de manipulation et de commande pourraient être testées ou optimisées à l'aide de simu-

lateurs s'appuyant sur ces modèles sans avoir recours à de nombreuses expérimentations.

Enfin, une meilleure connaissance des forces d'adhésion favorise le pré dimensionnement (dimensions, rugosité [DBP+10], fonctionnalisation chimique [DRGB09, DGRB09]...) des micro-objets. En effet, les forces d'adhésion agissent au niveau des surfaces en contact lors des phases de manipulation et d'assemblage ; ces forces sont donc très fortement dépendantes des propriétés de surface des micro-objets. La génération de surfaces minimisant ou exploitant les phénomènes d'adhésion est aussi une clef de la manipulation robotisée répétable.

La modélisation et la simulation des forces du micromonde apparaissent comme un verrou important pour le développement de la microrobotique.

2 Problématique : modélisation du micromonde

La modélisation du micromonde passe nécessairement par la compréhension des phénomènes élémentaires qui régissent la physique à cette échelle. Les mécanismes à l'origine des forces du micromonde sont présentés dans cette section et sont étudiés plus en détail au chapitre 2. La littérature distingue deux approches : soit les forces sont considérées individuellement, soit elles sont prises en compte à travers une méthode énergétique globale. Ces deux approches correspondent respectivement à une vision nanométrique et macrométrique du problème d'adhésion.

2.1 Forces élémentaires

La force d'adhésion peut être perçue comme la résultante de forces élémentaires. Cette première approche, se base sur les connaissances atomiques pour expliquer les phénomènes observés à l'échelle microscopique ; elle est qualifiée d'approche bottom-up. La modélisation des forces d'adhésion par cette dernière conduit à l'étude des mécanismes des trois forces à l'origine de l'adhésion : les forces de van der Waals, capillaires et électrostatiques.

2.1.1 Forces de van der Waals

Les charges positives (protons) et négatives (électrons) d'un atome s'équilibrent globalement mais les électrons ne gravitent pas de manière symétrique autour du noyau. Ce déséquilibre crée un moment dipolaire dont l'orientation varie à chaque instant. Les variations du champ dues à un atome A créent sur un second atome B à proximité un moment dipolaire induit. Celui-ci influence le comportement des électrons de B. Les variations du champ ainsi perturbé créent de façon symétrique un moment dipolaire induit sur le premier atome A.

Ces inductions entre dipôles instantanés sont à l'origine des forces de London qui, dans le cas de molécules non polarisées, correspondent aux forces de van der Waals [4]. Elles ont d'abord été exposées par Israelachvili [Isr74] pour un couple d'atomes. Il est

4. Des composantes supplémentaires sont à ajouter dans le cas d'interactions entre deux molécules polaires (force de Keesom) ou entre une molécule polaire et un dipôle induit (force de Debye).

usuel de faire l'hypothèse que pour un groupe d'atomes, la force de van der Waals totale est la somme des forces de van der Waals de chaque paire d'atomes. Cette sommation par paire revient à négliger tout phénomène d'induction mutuelle mettant en jeu trois atomes ou plus.

L'une des difficultés majeures est la connaissance de ces forces à l'échelle microscopique et plus particulièrement leur influence sur la géométrie du problème. Ces forces ont un rôle prédominant et peuvent être exploitées pour de la manipulation avec un doigt adhésif [RRG01]. Pour s'en affranchir, la dynamique des systèmes peut être exploitée [HRB03]. Un autre moyen consiste à minimiser le contact en utilisant des pointes issues de la microscopie à force atomique. Les efforts de contact sont ainsi maîtrisés et le système est capable de saisir et relâcher un objet à l'échelle microscopique [XHR09, XR12].

2.1.2 Forces capillaires

La présence de liquide entre deux objets crée un ménisque capillaire à l'origine de deux phénomènes : (i) la courbure du ménisque induit une différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur de celui-ci créant ainsi une force dite *force de Laplace* F_L ; (ii) la ligne triple (interface liquide-gaz-solide) est le siège d'une deuxième force dite de *tension de surface* F_T. Les forces capillaires apparaissent plus généralement en présence d'une interface entre deux fluides. En milieu liquide, des bulles de gaz peuvent par exemple être exploitées pour contrôler la position d'un microrobot [LGL11].

Les forces capillaires dépendent de l'hydrophilie des matériaux utilisés. S'ils sont hydrophiles, les forces capillaires sont une cause d'adhésion des micro-objets contrairement aux matériaux hydrophobes qui repoussent l'eau du ménisque et induisent des forces de répulsion. De plus, en milieu ambiant, les forces capillaires dépendent soit du volume de liquide introduit, soit de l'humidité du milieu. Ces deux cas correspondent à deux types de micromanipulation distinctes. Dans le premier cas, les forces capillaires sont prédominantes et ont l'avantage d'ajouter de la compliance entre l'objet manipulé et le préhenseur. Elles sont utilisées pour la préhension [Lam07, PFL10] (Fig. 1.6) ou la manipulation [SLT+11] (Fig. 1.3a) de micro-objets. Les travaux présentés dans ce manuscrit se placent dans le second cas, pour lequel le liquide en surface des objets provient de la condensation de l'humidité présente dans l'air ambiant. Le contrôle de l'environnement de manipulation est alors un point essentiel pour maintenir les forces capillaires constantes au cours des tâches de micromanipulation.

2.1.3 Forces électrostatiques

La dernière force élémentaire est due à la différence de potentiel entre les objets. Deux objets porteurs de charges électriques exercent l'un sur l'autre une force à distance dite force électrostatique. Cette force dépend de la densité de charge des deux objets et s'affaiblit quand la distance qui les sépare augmente.

La distribution de charges des objets étudiés dépend de leur conductivité. Les charges électriques peuvent se déplacer librement sur l'ensemble de la surface des objets composés de matériaux conducteurs. Lors du contact de tels objets, leurs charges

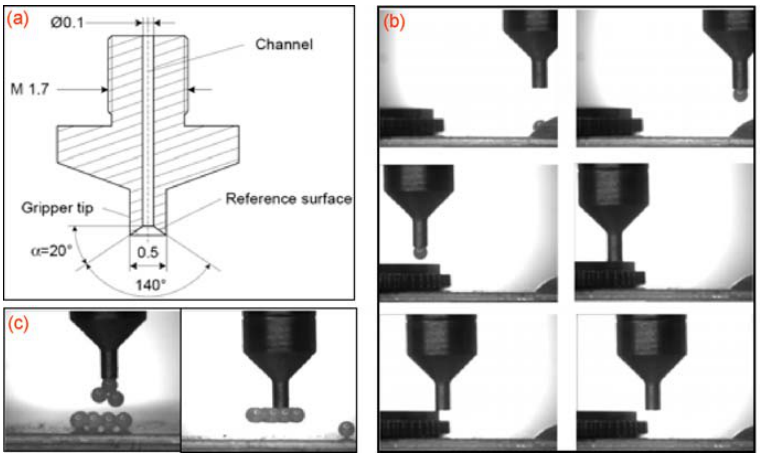


FIGURE 1.6 – Un préhenseur capillaire (a) est utilisé pour manipuler une bille de 500 µm (b) ou un ensemble de billes (c) [PFL10] (Dept. PME, Delft, Pays-Bas).

s'équilibreront annulant ainsi les forces électrostatiques[5]. Ces forces n'ont donc pas d'influence sur la force d'adhésion entre des objets conducteurs.

À l'inverse, les charges électriques se déplacent difficilement dans les objets non conducteurs ou semi conducteurs. Le contact de deux objets n'est plus suffisant pour assurer l'équilibre des charges. Les forces électrostatiques peuvent être observées aussi bien entre des micro-objets distants que lors de leur séparation.

Deux mécanismes influent sur la densité de charges des micro-objets. Le premier, la triboélectrification, ajoute des charges de surface par l'action du frottement. Ce phénomène est présent lors des différentes étapes de manipulation. Le second est d'origine électrochimique et ajoute des charges d'origine chimique sur la surface des objets. Ces charges sont fortement liées aux atomes de surface car elles proviennent de leur réaction avec le milieu environnant. Elles peuvent être ajoutées de manière contrôlée dans le cas d'une fonctionnalisation chimique des surfaces [DRGB09] ou n'être que la conséquence du processus de fabrication, de nettoyage ou d'oxydation des objets utilisés.

Un principe électrique, la diélectrophorèse, est aussi exploité pour effectuer des opérations de micromanipulation sans contact. Le phénomène de la diélectrophorèse se produit lorsqu'un champ électrique non uniforme est appliqué sur une particule diélectrique. Cette particule est couramment assimilée à un dipôle électrique dont les deux pôles génèrent un champ électrique induit. Ceci donne naissance à deux forces de Coulomb dont la résultante est non nulle. Dans le cas de l'utilisation d'un champ électrique alternatif, la valeur efficace de cette force s'appelle la force de diélectrophorèse. Ce phénomène est utilisé dans de nombreuses applications biologiques (tri de particules et de cellules biologiques [WLM+09, ZLA08]) et pour la manipulation de nano-objets comme des nano-tubes de carbone [KPH06].

5. La différence de potentiel est en réalité non nulle à cause de l'équilibrage des potentiels de Fermi. Cependant, la force induite par ce potentiel est négligeable à l'échelle micrométrique et n'est donc pas prise en compte lors de notre étude [Cha99].

2.2 Vision top-down du micromonde

Après avoir abordé la force d'adhésion par une démarche bottom-up dans la section précédente, nous allons maintenant la considérer comme la conséquence d'une énergie d'adhésion au contact. Cette seconde approche se base sur un bilan énergétique global du problème et suppose que les modèles utilisés à l'échelle macrométrique -ainsi que leurs hypothèses- sont toujours valides à l'échelle micrométrique. Cette approche est donc qualifiée de *top-down*.

Des modèles basés sur une vision macroscopique du problème d'adhésion sont couramment utilisés à l'échelle microscopique. Les plus utilisés sont par exemple ceux de Johnson (modèle JKR) [JKR71] et de Derjaguin (modèle DMT) [DMT75]. Ces modèles seront détaillés dans le chapitre 2. Les forces d'adhésion peuvent en effet être modélisées par des méthodes énergétiques issues de la mécanique des milieux continus. Cependant, ces modèles basés sur une formulation unique ne permettent pas de différencier l'impact des différents phénomènes (forces de van der Waals, capillaires, électrostatiques) sur l'adhésion. Ces différentes sources ont des effets d'échelle différents, leur quantification est donc essentielle lorsque l'adhésion à l'échelle du micromonde est étudiée.

À l'échelle macroscopique, les forces d'adhésion sont essentiellement perceptibles entre les objets les plus déformables. Les modèles d'adhésion de la littérature sont établis à partir d'expériences réalisées sur des matériaux déformables, possédant un faible module de Young (polymères) et sont, par conséquent, corrélés uniquement aux expériences faites sur ces matériaux [CGMS09]. Ils sont cependant moins fidèles pour des matériaux possédant des modules de Young importants (métaux). Ces modèles prédisent par exemple que les forces d'adhésion appliquées à une bille de taille millimétrique sont plus importantes que son poids. Elles devraient donc suffire à maintenir la bille en dessous d'un plan, ce qui est contraire à l'expérience. Ces modèles ne semblent ainsi pas adaptés à tous les types d'objets.

2.3 Modélisation des phénomènes physiques de l'échelle microscopique

Le micro-assemblage et la micromanipulation au sens large butent sur un verrou scientifique fort pour l'assemblage télé-opéré ou automatisé à l'échelle du micromètre. L'un des points clefs de ce verrou est la méconnaissance des phénomènes régissant le comportement des objets à cette échelle. L'ensemble des travaux publiés exploite les modèles macroscopiques ou nanoscopiques sans comprendre et analyser les hypothèses induites par ces modèles. Ainsi, les modèles classiques de forces de pull-off utilisés aux échelles macrométrique et nanométrique ne conviennent pas pour appréhender le comportement d'objets de taille micrométrique.

La richesse intrinsèque des modèles développés aux échelles voisines peut être exploitée en analysant leur domaine de validité. En particulier, les travaux étudiant les déformations locales des solides à l'échelle macroscopique et le calcul des forces élémentaires (forces de van der Waals, capillaires et électrostatiques) restent valables à l'échelle microscopique. Nous montrerons par exemple dans la suite de ce manuscrit que les déformations locales influencent les forces élémentaires et créent des couplages

spécifiques à l'échelle micrométrique. Le premier enjeu est la proposition de modèles de forces de contact ou de pull-off (chapitre 3) qui exploitent les avantages des approches bottom-up et top-down afin de proposer un modèle adapté à l'échelle microscopique (Fig. 1.7).

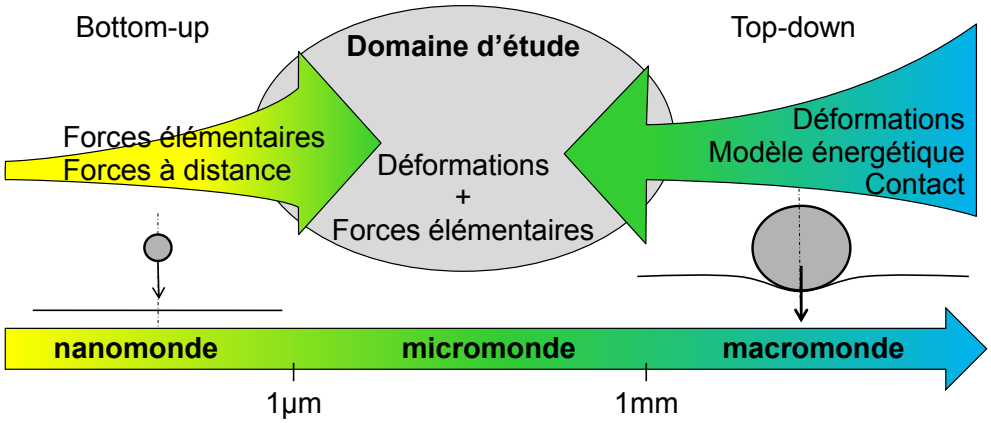


FIGURE 1.7 – Les phénomènes prépondérants sont très différents aux échelles nano- et macroscopique. L'échelle microscopique hérite des caractéristiques des deux échelles qui la bornent.

Un autre aspect est la validation expérimentale de ces modèles. Ainsi, cette modélisation prend toute sa signification si elle est corrélée à des mesures nombreuses et non sur des cas particuliers exploités dans la littérature. L'objectif est ainsi de dégager une tendance expérimentale. Elle est basée sur la recherche de conditions particulières pour effectuer ces mesures, le choix de différents capteurs de forces selon les conditions limites recherchées et l'utilisation d'outils statistiques pour dégager des mesures représentatives des phénomènes mis en jeu.

3 Plan du manuscrit

La micromanipulation nécessite des modèles de forces d'adhésion fiables à l'échelle microscopique. Or, les modèles existants sont mal adaptés à cette échelle ; nous proposons dans ce manuscrit d'améliorer la compréhension des mécanismes régissant le comportement des micro-objets. Cette problématique a donné naissance au projet Nanorol [6] dont les objectifs ont structuré mon travail (Fig. 1.8). Pour y répondre, une démarche en trois étapes est proposée : une *analyse* de l'état de l'art, la *modélisation* des forces du micromonde et l'*observation* des phénomènes à l'origine de l'adhésion. Les deux premiers points correspondent au premier sous projet de Nanorol et ont été réalisés à l'ISIR (Paris). Le troisième utilise la structure mise en place pour réaliser l'un des objectifs du projet : une station de mesure de forces ouverte aux chercheurs et aux ingénieurs souhaitant expérimenter ou analyser des tâches de nano- ou de micromanipulation. J'ai utilisé cette station basée à l'institut FEMTO-ST (Besançon) pour réaliser

6. Nanorol est un projet de quatre ans (2008-2012) financé par l'ANR (ANR N^o PSIROB07 184846) et basé sur la collaboration entre l'institut FEMTO-ST (Beançon, France) et l'ISIR (Paris, France).

la major partie des mesures de forces. Cette introduction montre que cette démarche s'inscrit à la confluence des démarches classiques exprimées dans la littérature : les approches bottom-up et top-down.

Le deuxième chapitre est une analyse fine de la bibliographie relative à la modélisation des phénomènes physiques à l'échelle microscopique. En particulier, cette thèse présente en détail le calcul de ces forces ainsi que les hypothèses sous-jacentes à ces modèles. Les limites de l'extension vers l'échelle microscopique des théories établies et validées dans la littérature aux échelles nano- et macroscopique sont particulièrement décrites. Ce chapitre se termine par une étude des moyens de mesure utilisés pour la validation expérimentale de ces théories. Cette première partie montre clairement les limites actuelles tant au niveau de la modélisation que des moyens de mesure associés à cette échelle.

Le couplage d'effets prédominants dans les interactions entre objets submillimétriques est illustré dans le chapitre 3. L'influence des déformations sur les différentes composantes à l'origine des forces d'adhésion est étudiée. L'exemple des forces de van der Waals et celui des forces capillaires est particulièrement décrit pour appréhender l'effet de couplage physique des phénomènes. Ce chapitre révèle des différences majeures entre les échelles microscopique et nanoscopique. Il ouvre une nouvelle piste pour une modélisation couplée et induit des phénomènes pour l'échelle considérée.

Le chapitre 4 est une synthèse des expériences que j'ai réalisées au cours de mes travaux. Il détaille tout d'abord les procédés de mesure spécifiques à l'échelle micrométrique. Puis, l'analyse des résultats montre la difficulté de modéliser des interactions entre des micro-objets réels et met en avant un effet d'échelle s'appliquant aux forces électrostatiques.

Enfin, un dernier chapitre de conclusion et de perspectives clôture ce document.

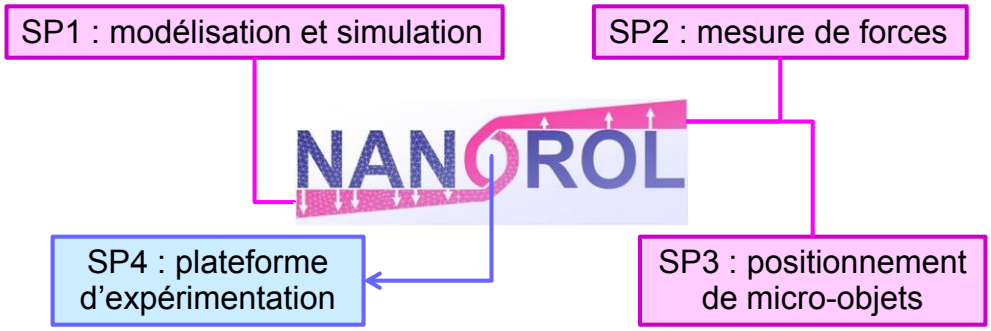


FIGURE 1.8 – Structure du projet ANR Nanorol.

CHAPITRE 2

MODÉLISATION ET IDENTIFICATION EXPÉRIMENTALE DU MICROMONDE

Dans le cadre de la micromanipulation, les modèles de force d'adhésion ne sont pas suffisants pour comprendre le comportement des micro-objets. Ce chapitre propose d'analyser ces modèles afin de comprendre leurs origines et leurs faiblesses. Les hypothèses sur lesquelles ils sont fondés ainsi que les développements déjà réalisés dans la littérature seront exploités au chapitre 3 afin d'élaborer de nouveaux modèles d'adhésion. Les deux grandes méthodes de modélisation des phénomènes d'adhésion à l'échelle microscopique sont développées ici. La première, exposée dans la partie 1, utilise une approche bottom-up et considère que l'adhésion est causée par un ensemble de forces connues à l'échelle nanoscopique. La seconde, présentée dans la deuxième partie, propose une approche appelée top-down dans laquelle l'adhésion est modélisée à partir d'un bilan énergétique global. L'un des enjeux de la modélisation à l'échelle microscopique est l'identification expérimentale et la corrélation modèle/mesures. Une troisième partie expose les moyens de perception usuels et montre la complexité des mesures à cette échelle.

1 Mécanismes élémentaires de l'adhésion : application à des géométries simples

Du point de vue nanoscopique, trois phénomènes élémentaires influencent l'adhésion à l'échelle microscopique : les forces de van der Waals, les forces électrostatiques et les forces capillaires [Fea95]. Les modèles associés à ces trois forces sont développés dans cette partie. L'exemple d'une interaction entre une sphère et un plan est explicité pour exposer les propriétés de ces modèles.

1.1 Forces de van der Waals

Les champs dus au moment dipolaire d'un atome sont à l'origine des forces de van der Waals. Cette partie développe le calcul de ces forces dans le cas d'une géométrie sphère-plan.

1.1.1 Potentiel de Lennard-Jones

Les forces de van der Waals sont calculées à partir de potentiels énergétiques. En considérant que l'interaction est causée par une auto induction dû au moment dipolaire des atomes, la modélisation de l'énergie d'interaction conduit à un potentiel d'interaction en $1/r^6$:

$$\phi(r) = -\frac{C_{vdw}}{r^6}, \tag{2.1}$$

avec C_{vdw} une constante physique dépendante des atomes considérés et disponibles dans la littérature [Ber97, YTA00, AFC96, Pol05]. Ce potentiel représente l'énergie d'interaction de deux atomes (ou molécules) séparé(e)s d'une distance r (voir figure 2.1a). Il génère une force attractive et tend par conséquent à faire fusionner les deux atomes considérés en un seul. Ce modèle doit donc être complété par un potentiel répulsif afin de maintenir les atomes à une distance à laquelle leurs nuages électroniques ne s'interpénètrent pas.

Deux alternatives existent pour modéliser la répulsion. La première consiste à ajouter un terme fortement répulsif lorsque deux atomes sont très proches. Lorsque les atomes sont éloignés, la force qui en dérive doit de plus décroître assez rapidement avec la distance pour être négligée devant la partie de la force qui dérive du potentiel en $1/r^6$. L'ajout d'un potentiel en $1/r^{12}$ remplit ces conditions et est très largement utilisé. Le potentiel d'interaction est alors appelé potentiel de Lennard-Jones et s'écrit :

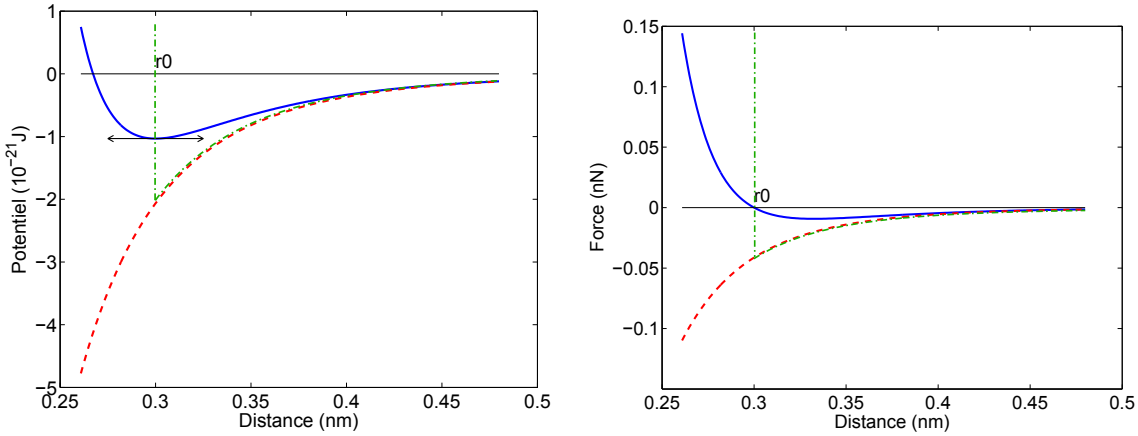
$$\phi(r) = \epsilon_0 \left(\frac{r_0}{r}\right)^{12} - 2\epsilon_0 \left(\frac{r_0}{r}\right)^{6}, \tag{2.2}$$

où les paramètres r_0 et ϵ_0 sont respectivement la distance qui sépare les deux atomes à l'équilibre [1] et leur énergie d'interaction. La théorie de Lifshitz (voir annexe A) modélise ces interactions de manière plus complète mais son utilisation se révèle être très complexe [Par06] et l'utilisation du potentiel de Lennard-Jones lui est généralement préférée.

La seconde alternative conserve aussi la partie du potentiel en $1/r^6$ et reprend l'idée de la distance d'équilibre r_0 ; toutefois, la partie en $1/r^{12}$ y est remplacée par une contrainte imposant que la distance minimale entre deux objets soit r_0. Nous avons choisi d'utiliser ce modèle dans ce manuscrit pour les calculs des forces de van der Waals.

L'une des conséquences de la décroissance rapide des forces de van der Waals avec la distance est l'apparition d'un rayon de coupure r_c. Ce rayon est la distance à partir de laquelle il est possible de considérer que deux atomes ou molécules n'interagissent plus. Il varie en fonction des atomes considérés mais reste de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Le rayon de coupure r_c est utilisé pour simplifier le calcul des

1. l'équilibre est atteint lorsque la force dérivant du potentiel s'annule



(a) Énergie potentielle. (b) Forces correspondantes.

FIGURE 2.1 – (a) Comparaison du potentiel de Lennard-Jones (traits pleins) et du potentiel en $1/r^6$ classique (pointillés) ou avec un seuil à r_0 (points et tirets) ; (b) forces qui dérivent du potentiel.

forces de van der Waals. En effet, la présence ou l'absence de matière à une distance supérieure à r_c n'a pas d'influence sur le calcul des forces de van der Waals. L'espace situé hors de la sphère de rayon r_c qui entour un atome n'a donc aucune influence sur le comportement de ce dernier. Cette propriété est exploitée pour simplifier le calcul numérique des forces de van der Waals (voir partie 1.1.7).

1.1.2 Discussion à propos du modèle de forces de van der Waals

Force à distance et limite au contact

Les forces de pull-off sont dues aux forces d'adhésion au contact. Les forces de van der Waals sont l'une de ses composantes et doivent par conséquent être calculées dans le cas où les objets sont en contact. Or, de par leur principe et leur formulation, les forces de van der Waals sont des forces qui n'existent qu'à distance. La notion de forces de van der Waals entre des objets en contact nécessite donc d'être explicitée. Du point de vue macroscopique, le point de contact est un point supposé appartenir aux deux solides en contact. Cette conception du contact n'est pas compatible avec le concept des forces de van der Waals et doit être reformulée. Du point de vue nanoscopique, chaque objet est constitué d'un nombre fini d'atomes qui ne peuvent pas s'interpénétrer. Il existe donc nécessairement une distance séparant deux objets considérés comme étant au contact. Seul ce modèle de contact est compatible avec les modèles de forces.

Si la distance qui sépare deux atomes est inférieure à leur distance d'équilibre dans le vide r_0, le potentiel de Lennard-Jones prévoit une force de répulsion prépondérante devant la force d'attraction. Cependant, ces distances sont mal connues et sont, suivant les cas rencontrés dans la littérature, situées entre $0{,}2$ nm et $0{,}4$ nm [Isr74]. Nous considèrerons donc dans la suite de ce document que deux objets en contact sont en fait espacés d'une distance $r_0 = 0{,}3$ nm. Lors de l'identification des modèles, la valeur de certains paramètres doit être adapté afin de minimiser l'écart avec les mesures expérimentales. Or, la majorité des paramètres est connue avec une faible incertitude.

La valeur de r_0 est moins bien identifiée, elle est donc généralement utilisée dans la littérature pour adapter les modèles aux observations expérimentales [CHK06].

Hypothèses de travail

La sommation par paires décrite par la théorie d'Hamaker définit l'énergie d'interaction Π_c entre deux solides Ω_1 et Ω_2 due aux forces de van der Waals comme la somme des énergies d'interaction de chaque couple d'atomes appartenant aux deux solides :

$$\Pi_c = \sum_i \sum_j \phi(r_{ij}), \tag{2.3}$$

où les atomes de Ω_1 (resp. Ω_2) sont indicés par i (resp. j) et où r_{ij} est la distance entre ces atomes. Si la distribution atomique est supposée uniforme et constante sur l'ensemble des solides Ω_1 et Ω_2, la densité atomique β_i du solide Ω_i peut donc être définie. L'équation (2.3) peut être transformée pour obtenir un modèle quasi-continu :

$$\Pi_c = \int_{\Omega_1}\int_{\Omega_2} \beta_1(r_i)\beta_2(r_j)\phi(r_{ij})d\Omega_2 d\Omega_1 = \beta_1\beta_2 \int_{\Omega_1}\int_{\Omega_2} \phi(r_{ij})d\Omega_2 d\Omega_1. \tag{2.4}$$

L'hypothèse d'uniformité du matériau est parfaitement vérifiée dans le cas d'un matériau cristallin non déformé, mais est discutable dans le cas de matériaux amorphes. Pour les matériaux amorphes les plus réguliers comme le verre, l'erreur due à la simplification de l'équation (2.4) reste acceptable [Sau06]. De même, il est possible de montrer que les variations de volume dues aux déformations ont un effet négligeable sur le calcul de l'énergie d'interaction [Sau06]. L'hypothèse d'uniformité des matériaux n'est utilisée que pour la simplification de l'équation (2.4).

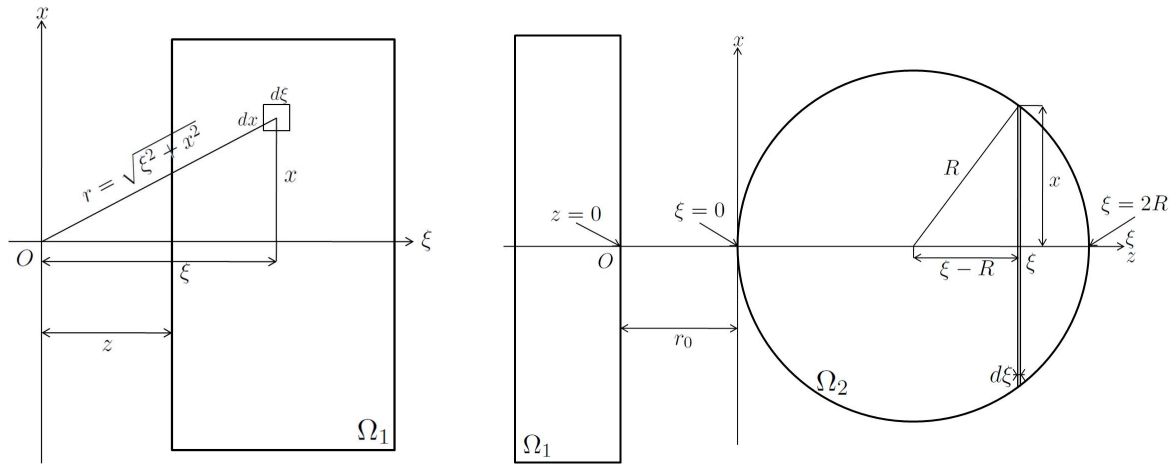
1.1.3 Intégration du potentiel de Lennard-Jones entre une molécule et un plan infini

L'objectif est de calculer l'énergie d'interaction Π_c (éq. (2.4)) entre une sphère et un plan. Ce calcul se fait en deux temps. L'énergie élémentaire d'interaction π_c entre une molécule et un objet Ω_1 est d'abord calculée puis celle-ci est exploitée pour le calcul de l'énergie globale d'interaction Π_c.

Dans la suite de cette partie, le plan Ω_1 est supposé *infini* et *rigide*. La première partie du calcul consiste à déterminer l'énergie d'interaction π_c associée à une molécule placée à une distance z du plan Ω_1 (voir Fig. 2.2a). Le plan est ainsi découpé en une somme d'éléments différentiels en forme de couronne de rayon x, situés à une distance ξ de la molécule, et de section $dxd\xi$. L'énergie s'écrit donc :

$$\begin{aligned}
\pi_c(z) &= \beta_1 \int_{\Omega_1} \frac{-C_{vdw}}{r^6} d\Omega_1, \\
&= \beta_1 \int_{\xi=z}^{+\infty}\int_{x=0}^{+\infty} \frac{-C_{vdw}}{\sqrt{\xi^2+x^2}^6} 2\pi x dx d\xi, \\
&= -\frac{\pi C_{vdw}\beta_1}{6z^3}.
\end{aligned} \tag{2.5}$$

La molécule considérée est une partie quelconque d'un objet pouvant interagir avec le plan Ω_1. Cette expression ne dépend que de la distance entre la molécule et le plan grâce à l'hypothèse du plan infini. Elle n'est donc pas influencée par la géométrie du solide Ω_2 et peut être exploitée pour modéliser l'interaction d'un objet quelconque avec un plan rigide.



(a) L'énergie d'interaction de van der Waals π_c est d'abord calculée entre une molécule et un plan infini...

(b) ... avant d'être intégrée sur l'ensemble de la sphère pour calculer l'énergie globale d'interaction Π_c.

FIGURE 2.2 – Éléments géométriques utilisés pour calculer l'énergie d'interaction d'une sphère et d'un plan. Les forces de van der Waals dérivent de cette énergie.

L'hypothèse du plan infini a une influence réduite car les forces de van der Waals peuvent être rapidement négligées (pour une distance supérieure à leur rayon de coupure r_c). L'hypothèse de plan rigide a tendance à minimiser la surface de contact avec la sphère et donc la force globale calculée. Ces hypothèses simplifient l'étude analytique et peuvent être évitées en utilisant une modélisation par la méthode des éléments finis. Elles sont toutefois utilisées dans un premier temps pour étudier les tendances des modèles.

1.1.4 Intégration du potentiel entre une sphère et un plan infini

Les hypothèses d'homogénéité des milieux émises au début de cette partie autorisent l'utilisation du principe de sommation par paires. Or, les atomes ou molécules qui ne sont pas en surface de l'objet sont séparés du plan par le matériau qui compose Ω_2 et non par le milieu extérieur. Cet écrantage des forces de van der Waals n'est pas pris en compte par la sommation d'Hamaker. Cependant, la décroissance rapide des forces de van der Waals avec la distance d'interaction limite l'influence de cette nouvelle hypothèse.

L'énergie d'interaction peut donc être calculée à partir de l'équation (2.5). Dans l'exemple traité ici, le solide Ω_2 est une sphère de rayon R, à l'équilibre et en contact avec le plan (voir Fig. 2.2b). L'hypothèse formulée dans la section 1.1.2 impose que la

sphère soit à une distance r_0 du plan. L'énergie d'interaction est donc :

$$\begin{aligned} \Pi_c &= \beta_1\beta_2 \int_{\Omega_2} -\frac{\pi C_{vdw}}{6z^3} d\Omega_2, \\ &= -\frac{\pi C_{vdw}\beta_1\beta_2}{6} \int_{\xi=0}^{2R} \frac{\pi(R^2-(\xi-R)^2)}{(r_0+\xi)^3} d\xi, \\ &= -\frac{\pi^2 C_{vdw}\beta_1\beta_2}{6} \left[ln\left(\frac{r_0}{2R+r_0}\right) + \frac{2R(R+r_0)}{r_0(2R+r_0)} \right]. \end{aligned} \tag{2.6}$$

Il apparaît ainsi que l'énergie d'interaction est proportionnelle au coefficient d'Hamaker défini par :

$$A = \pi^2 C_{vdw}\beta_1\beta_2. \tag{2.7}$$

Les forces de van der Waals qui s'exercent entre une sphère et un plan dérive du potentiel de l'équation (2.6) et s'écrivent alors :

$$\begin{aligned} F_{sp}^{vdw} &= -\frac{d\Pi_c}{dr_0}, \\ &= -\frac{2R^3 A}{3r_0^2(2R+r_0)^2}. \end{aligned} \tag{2.8}$$

Cette équation reste valable dans le cas particulier où la distance entre la sphère et le plan vaut $r_0 = 0{,}3$ nm. Cette distance correspond à l'espace entre deux objets en contact [Isr74]. À partir de cette définition du contact, les forces de van der Waals peuvent donc être explicitées pour des objets en contact. La notion de forces de van der Waals peut donc être étendue aux solides en contact. La définition du contact, et notamment la détermination de la valeur de r_0, restent cependant des problèmes ouverts.

De plus, tout objet de taille micrométrique en contact avec un plan vérifie $R \gg r_0$. La force d'interaction éq. (2.8) peut alors être simplifiée à l'échelle microscopique par :

$$\boxed{F_{sp}^{vdw} = -\frac{AR}{6r_0^2}.} \tag{2.9}$$

Cette équation n'est pas seulement valable au contact mais pour toute sphère séparée d'un plan par une distance négligeable devant son rayon. Elle ne dépend que de la nature des matériaux et de la taille de la sphère.

1.1.5 Cas d'autres géométries

Les calculs précédents peuvent être effectués de la même manière avec d'autres géométries [DBK+05, FXB99]. Les équations du tableau 2.1 s'appuient sur la même formulation du problème et sur des hypothèses sous jacentes. Celles-ci doivent être scrupuleusement vérifiées pour une exploitation de ces dernières. La force d'interaction entre deux sphères peut par exemple être régie par une loi en $1/z^2$ pour des sphères proches alors qu'elle suit une loi en $1/z^7$ lorsque les sphères sont éloignées.

TABLE 2.1 – Forces de van der Waals entre des objets à géométrie simples.

Objets	Hypothèse	Force
plan/plan[ab]	$z \ll h$ (épaisseur du plan)	$F = -\frac{A}{6\pi z^3}$ (par unité de surface)
sphère/plan[bc]	$z \ll R$	$F = -\frac{AR}{6z^2}$
sphère/sphère[ab]	$z \ll R$	$F = -\frac{AR}{12z^2}$
sphère (particule)/plan[b]	$R \ll z$	$F = -\frac{2AR^3}{3z^4}$
sphère/sphère (particules)[b]	$R \ll z$	$F = -\frac{96AR^6}{9z^7}$

a. [Isr10]
b. [Par06]
c. [CR08]

1.1.6 Influence de la rugosité sur les forces de van der Waals

Les forces de van der Waals exercées sur deux points d'un solide décroissent fortement avec la distance. Ainsi, la géométrie de la surface des solides en contact influe sensiblement sur les forces de van der Waals. La rugosité doit donc être prise en compte lors des calculs.

H. Rompf a proposé un modèle dans lequel il considère une sphère de rayon R en contact avec une aspérité de rayon r^{rug} [Rum90]. Dans ce modèle, la taille caractéristique r^{rug} des aspérités doit être supérieure au rayon de coupure des forces de van der Waals pour être prise en compte.

Plus récemment, Y. I. Rabinovich *et al.* a proposé un modèle qui tient compte de la rugosité dans son ensemble [RAA+00]. Il utilise pour cela la hauteur moyenne des rugosités considérées comme sphériques $r^{rms} = 0.673 r^{rug}$:

$$F_{sp}^{rug} = -\frac{AR}{6r_0^2}\left[\frac{1}{1+R/(1.48r^{rms})} + \frac{1}{(1+1.48r^{rms}/r_0)^2}\right]. \tag{2.10}$$

Ce modèle a été complété par E. R. Beach *et al.* qui a ajouté un second niveau de rugosité aux formes sphériques (Fig. 2.3) [BTDH02]. Il peut être étendu de deux manières : soit en décrivant les rugosités comme des fractales (voir partie 2.5), soit à partir d'un modèle probabiliste basé sur une mesure du profil d'altitude des surfaces. Les trois types de modèles de rugosité (aspérité sphériques, fractales et probabilistes) sont comparées par M. Savia et al. [SZ10].

Les forces de van der Waals sont fortement influencées par les interactions à courte distance et donc par la géométrie de la zone de contact. Par conséquent, la prise en compte de la rugosité joue un rôle déterminant dans le calcul des forces de van der Waals. La prédiction des forces implique une connaissance de cette rugosité. Cette dernière peut par ailleurs être contrôlée au cours de la phase de fabrication des micro-objets par des procédés dits de nanostructuration des surfaces [DBP+10, FG12]. La rugosité peut ainsi être considérée comme un des paramètres utilisables pour contrôler les forces d'adhésion et fiabiliser les procédés de micromanipulation.

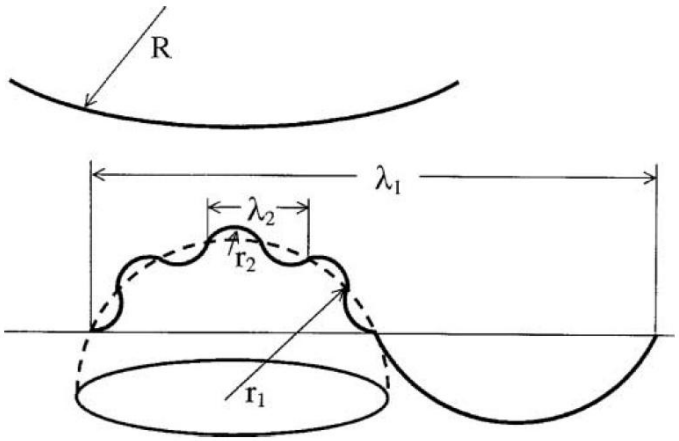


FIGURE 2.3 – Deux niveaux de rugosité peuvent être pris en compte dans le calcul des forces de van der Waals. Le premier niveau est représenté par des sphères de rayon r_1 et est observable par une analyse rapide de la surface des matériaux. Le second prend en compte les sphères de rayon r_2 et n'est observable qu'après une analyse plus fine d'une rugosité de la surface. Figure issue de [BTDH02].

1.1.7 Prise en compte des forces de van der Waals dans les modèles numériques

Le calcul numérique des forces de van der Waals nécessite un nombre d'opérations très important. Il peut cependant être simplifié à l'aide d'hypothèses géométriques ou en utilisant la notion de rayon de coupure présentée dans la partie 1.1.1.

Considération volumique des forces de van der Waals

Les modèles analytiques sont basés sur des hypothèses fortes concernant la géométrie des solides considérés. Les modèles numériques ne souffrent pas de cette limite. Le principe de sommation par paires utilisé pour les modèles analytiques peut à nouveau l'être pour les modèles numériques. La force de van der Waals totale peut donc être calculée comme la somme des forces dues aux couples d'atomes des deux solides. Le calcul complet des forces d'adhésion est réalisable numériquement pour des objets de petites tailles (comportant peu d'atomes), en utilisant des simulateurs de dynamique moléculaire. Cependant, cette méthode se révèle insuffisante dans le cas d'objets plus grands car elle demande une grande quantité de calculs.

L'utilisation de modèles numériques présente l'avantage de fournir un accès direct à la géométrie du problème et favorise ainsi la prise en compte de géométries complexes telles que des surfaces rugueuses. S. Cho *et al.* [CP04] propose de modéliser les forces d'adhésion comme une force volumique dérivant du potentiel de Lennard-Jones. Cependant, il ne considère que des sphères souples. Dans son modèle, le plan ne subit pas de déformations afin de simplifier les calculs.

R. A. Sauer utilise la distance caractéristique d'interaction des forces de van der Waals pour définir un rayon critique d'action r_c [Sau06]. Le calcul des forces d'adhésion se trouve donc réduit car seuls les atomes du solide Ω_1 se trouvant à une distance inférieure à r_c, auront une influence sur ceux de Ω_2. L'intersection des zones se trou-

vant respectivement à une distance inférieure à r_c de Ω_1 et Ω_2, appelées respectivement $\bar{\Omega}_1$ et $\bar{\Omega}_2$ sur la figure 2.4a, définit donc la zone d'influence des forces de van der Waals. Le calcul de la part de ces forces dans la force d'adhésion est donc simplifié sans pour autant perdre en précision. Malgré la diminution du temps de calcul induite, la résolution d'un tel problème nécessite un temps de calcul important.

Considération surfacique des forces de van der Waals

Le coût de calcul peut être réduit par l'utilisation d'un modèle surfacique des forces de van der Waals. Dans le cas d'objets de taille micrométrique, la distance d'interaction caractéristique des forces de van der Waals r_c est petite devant la taille des objets étudiés. À l'échelle de l'objet, les forces de van der Waals semblent donc s'appliquer simplement sur une couche mince située dans la zone de contact. La répartition volumique des forces peut donc être remplacée par une distribution surfacique équivalente [SL07] (Fig. 2.4b). Ce type de modèle nécessite moins de calculs que le précédent car une partie des calculs est traitée en amont de la résolution. Les contraintes surfaciques imposées par R. A. Sauer restent cependant dépendantes de la distance entre les surfaces [SL07]. Ce modèle, bien que simplifié, est donc plus complexe et plus difficile à résoudre qu'un modèle éléments finis classique.

En se basant sur le même principe, X. Q. Feng propose d'utiliser des éléments élastiques pour ajouter les contraintes autour de la zone de contact [FLZY09]. Le comportement de ces éléments tient compte du rayon de coupure des forces de van der Waals et de la distance d'interaction entre les surfaces.

Le calcul des forces de van der Waals peut donc être effectué par des méthodes analytiques dans le cas de géométries simples. La méthode de résolution par éléments finis présente l'avantage de pouvoir être adaptée à d'autres géométries mais, même simplifiée, reste complexe.

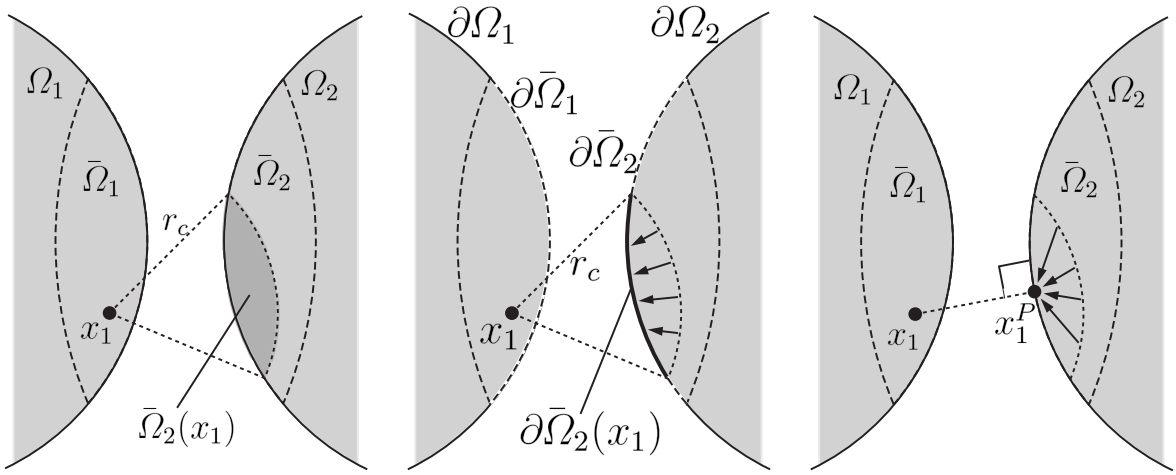
1.2 Forces capillaires

Les modèles de forces capillaires sont d'abord développés dans le cas général puis dans le cas particulier de la géométrie sphère/plan. Cette partie s'appuie principalement sur les travaux de P. Lambert [Lam05, LCDR08].

1.2.1 Étude du cas général

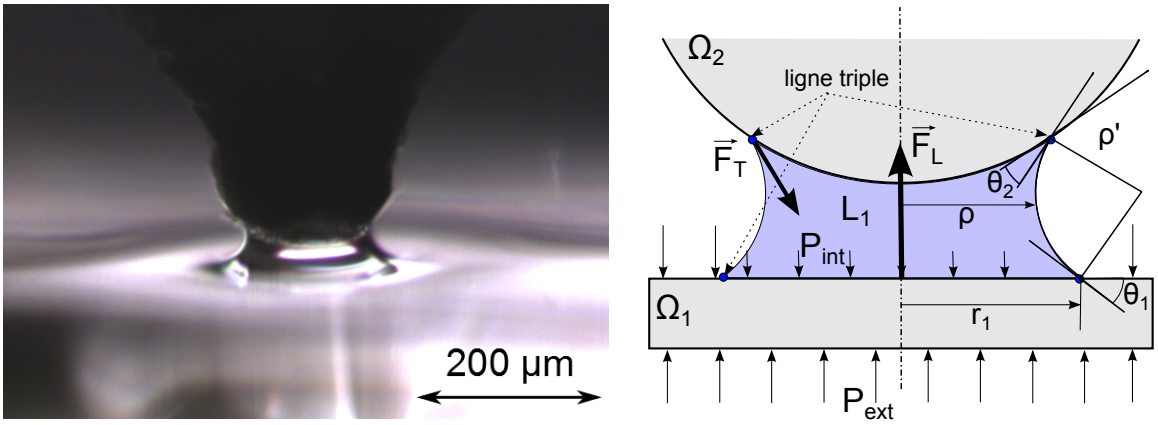
Les ménisques capillaires (Fig. 2.5a) sont à l'origine de deux forces. La première, la force de Laplace F_L est due à la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque L_1 (Fig. 2.5b). La seconde, F_T est la tension à l'interface de la ligne triple i.e. à l'interface liquide/solide/gaz. Les forces capillaires sont obtenues en écrivant l'équilibre des forces appliquées à un solide Ω_1 :

$$F^{cap} = F_L + F_T. \tag{2.11}$$



(a) Interaction volumique. (b) Interaction surfacique. (c) Interaction ponctuelle.

FIGURE 2.4 – Équivalence entre l'intégration volumique et l'intégration surfacique pour le calcul des forces de van der Waals. (a) Tout point situé à une distance supérieure au rayon de coupure r_c des forces de van der Waals a une influence négligeable sur le calcul de l'énergie d'interaction. En s'appuyant sur cette hypothèse, la géométrie du problème peut être simplifiée soit en prolongeant les volumes à l'infini, soit en les réduisant au volumes $\bar{\Omega}_1$ et $\bar{\Omega}_2$. Ainsi, les surfaces opposées aux surfaces de contact n'entrent plus en compte dans le calcul des forces de van der Waals. (b) L'intégration sur l'ensemble du volume Ω_2 peut par conséquent être transformée en une intégration sur son contour $\partial\Omega_2$. Le même principe peut aussi être appliqué lors de l'intégration sur le contour $\partial\Omega_2$. Le calcul de l'énergie d'adhésion devient alors une double intégration surfacique. (c) De même, les volumes peuvent être associés à des points de la surface. Figures issues de [SL08].



(a) Ménisque capillaire entre une pointe et une goutte de liquide. (b) Forces exercées par un ménisque capillaire.

FIGURE 2.5 – (a) Un ménisque capillaire se forme lorsqu'un objet (ici la pointe d'un capteur de forces) est amené à proximité d'une goutte de liquide. (b) Ménisque capillaire entre une sphère et un plan. Les forces capillaires sont la somme des forces de Laplace F_L due à la pression dans le ménisque et des forces de tension de surface s'exerçant sur la ligne triple F_T.

La force de Laplace F_L est due à la différence de pression $\Delta P = P_{int} - P_{ext}$ entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque qui s'applique sur la surface de l'interface solide/liquide $A_{SL} = \pi {r_1}^2$. Cette pression ΔP s'exprime[2] en fonction de la courbure moyenne C du ménisque et de la tension de surface γ :

$$\Delta P = 2C\gamma. \tag{2.12}$$

La force de Laplace s'écrit donc :

$$\begin{aligned} F_L &= \Delta P A_{SL} = \Delta P \pi {r_1}^2, \\ &= 2\pi {r_1}^2 \gamma C, \end{aligned} \tag{2.13}$$

Elle dépend donc de la courbure moyenne du ménisque qui s'exprime en fonction des rayons de courbure principaux ρ et ρ' qui sont respectivement dans un plan parallèle et orthogonal au substrat (voir Fig. 2.5b) :

$$C = \frac{1}{2}\operatorname{div}(\vec{n}) = \frac{1}{2}\left(\frac{1}{\rho'} + \frac{1}{\rho}\right). \tag{2.14}$$

La force de tension de surface F_T s'applique uniquement sur la ligne triple. Dans le cas d'un problème axisymétrique, la ligne triple se situe à une distance r_1 du centre du ménisque et la tension à son interface est :

$$F_T = \oint \gamma \sin(\theta_1) ds = 2\pi r_1 \gamma \sin(\theta_1), \tag{2.15}$$

où les angles de contact θ_1 et θ_2 ainsi que la tension de surface γ sont des caractéristiques dépendantes des matériaux utilisés.

De plus, à l'échelle micrométrique, la variation de pression gravitationnelle peut être négligée devant la pression capillaire. La pression est ainsi constante dans le liquide rendant le courbure de l'interface constante (éq. (2.12)). Ceci se traduit par un profil de ménisque circulaire (dans un plan passant par l'axe de symétrie du problème) [dLDR99, LTA93]. La forme générale des ménisques micrométriques est alors connue à une variable près. La valeur des forces capillaires peut être déduite de la seule connaissance du volume d'eau du ménisque ou de la courbure ρ'.

1.2.2 Forces capillaires en milieu ambiant : eau adsorbée et rayon de Kelvin

Cette étude se situe dans le contexte de la micromanipulation en milieu ambiant. Dans ces conditions, l'humidité présente dans l'air [AG97, dBdB07, But08] et l'eau adsorbée par les surfaces [AK07, LCG+00] suffisent à la formation de ménisques de capillarité. Au cours d'une expérience, M. Luna *et al.* a placé des échantillons en or dans une enceinte à $35\%HR$[3] après les avoir nettoyés à l'aide d'une flamme pour retirer toute trace d'eau de leur surface [LCG+00]. Il observe alors une couche d'eau dont la

2. L'équilibre des contraintes normales à l'interface imposent que $\Delta P = \gamma \operatorname{div}(\vec{n})$ avec $\vec{n}$ la normale extérieure à la surface. Or la courbure moyenne vaut $C = \frac{1}{2}\operatorname{div}(\vec{n})$, donc $\Delta P = 2C\gamma$.

3. Le taux d'humidité relative est le rapport de pression partielle d'eau sur la pression de vapeur saturante. Il représente donc le pourcentage de saturation en eau de l'air.

structure est irrégulière et répartie en îlots de $0{,}2\ \mathrm{nm}$ de haut. Cette épaisseur est légèrement supérieure à la taille caractéristique d'une molécule d'eau ; elle correspond donc à une monocouche d'eau adsorbée par la surface d'or. À $65\%HR$, toute la surface est recouverte d'eau et les molécules sont globalement alignées avec la structure d'or.

L'eau du ménisque ne provient donc pas toujours d'un volume de liquide déposé entre les deux objets. Dans le cas où l'apparition du ménisque est due à l'humidité ambiante, le rayon de courbure ρ' est égale au rayon de Kelvin [dBdB07, But08] :

$$r_k = \frac{\gamma V_m}{R_{gp} T \ln(P/P_{vsat})}, \tag{2.16}$$

avec $R_{gp} = 8{,}314\ \mathrm{J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}}$ la constante des gaz parfaits, V_m le volume molaire du liquide ($V_m = 0{,}018\ \mathrm{L/mol}$ pour l'eau), T la température et $P/P_{vsat} = H$ la pression relative de vapeur ou humidité relative. La figure 2.6 représente le rayon de Kelvin dans le cas de l'eau à $20\ ^\circ\mathrm{C}$ pour lequel il vaut :

$$r_k = -0,53 \cdot 10^{-9} / \ln(H). \tag{2.17}$$

Cette équation n'est plus valable quand la taille du ménisque est du même ordre de grandeur que celle d'une molécule d'eau.

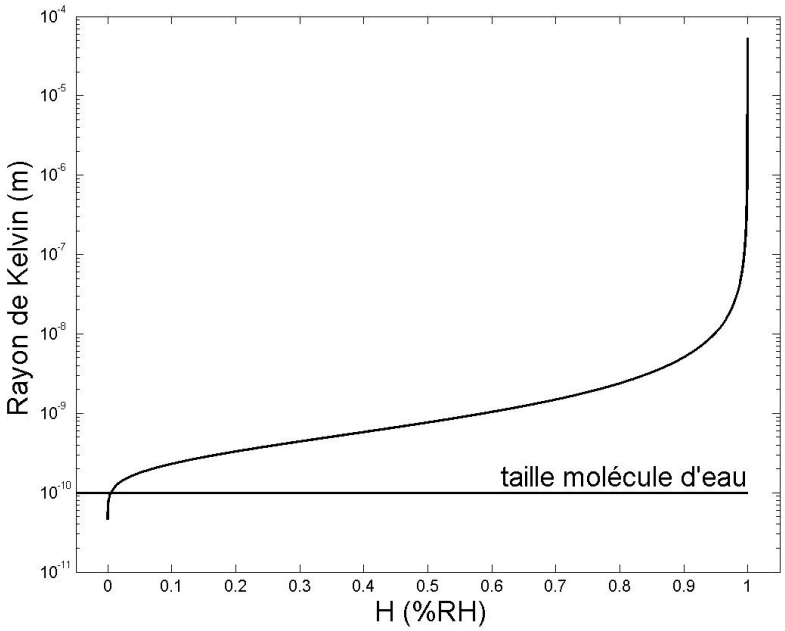


FIGURE 2.6 – Dépendance de la taille du rayon de Kelvin à l'humidité ambiante. La ligne horizontale représente la limite en dessous de laquelle le rayon de Kelvin n'a plus de sens physique car il devient plus petit que la taille d'une molécule d'eau.

Les rayons de Kelvin prévus par l'équation (2.16) sont plus petits que la taille d'une molécule d'eau pour les faibles humidités. Or, cette théorie est fondée sur une vision continue du liquide qui constitue le ménisque. Elle n'a pas de sens physique et ne

s'applique donc pas dans ces conditions. Au delà de 10 à 20% d'humidité, la quantité d'eau présente est suffisante pour que le ménisque puisse être considéré comme un milieu continu. La théorie du rayon de Kelvin est alors valide.

Dans le cas où le ménisque est dû à l'humidité ambiante, $\rho' = r_k$ éq.(2.16) donc, la géométrie exacte du ménisque est connue. Par conséquent les forces capillaires peuvent être déterminées. Toutefois, la géométrie du ménisque est fortement dépendante des angles de contact θ_1 et θ_2. La résolution analytique du problème est complexe et peut être remplacée par une résolution numérique. L'algorithme proposé par P. Lambert [Lam05] cherche à résoudre le problème en supposant que le ménisque passe par un point donné P de la surface du solide Ω_2 (voir Fig. 2.7). En faisant l'hypothèse que le ménisque est circulaire, la tangente à la surface en P et l'angle de contact θ_2 donnent la direction de la seconde courbure principale du ménisque ρ' (voir partie gauche de Fig. 2.7). La distance entre P et le centre de courbure est le rayon de Kelvin r_k. Cette distance est donc calculée à partir d'une mesure de l'humidité ambiante et établit l'emplacement du centre de courbure ω'. Il est ainsi possible de reconstruire l'ensemble du ménisque à partir de la connaissance de la position d'un point P de la ligne triple. Comme illustré sur la partie droite de la figure 2.7, si cette position est inconnue, il est possible de la retrouver en balayant le profil du solide Ω_2 avec le point P. Lorsque l'angle formé par le ménisque capillaire et le solide Ω_1 est égal à θ_1 alors le point P est obtenu. Les forces capillaires se déduisent ensuite de la position de ce point et en exploitant les expressions des forces de Laplace éq. (2.13) et de tension de surface éq. (2.15).

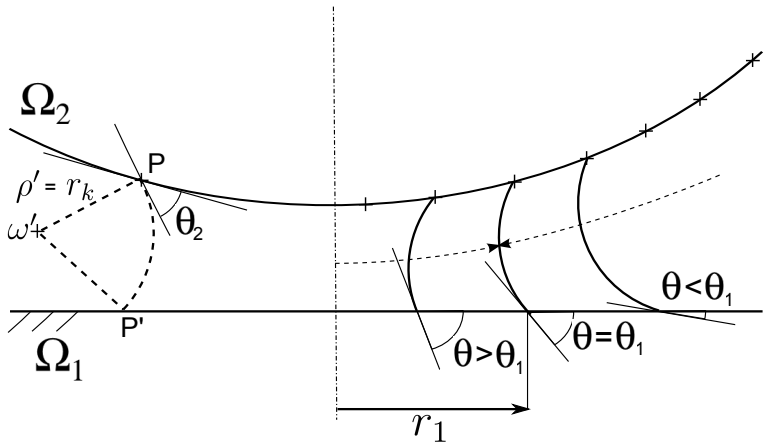


FIGURE 2.7 – Principe de l'algorithme de recherche du ménisque capillaire de P. Lambert [Lam05]. À gauche, le ménisque est construit à partir d'un point P. L'angle de contact θ_2 et l'humidité déterminent la position du centre de courbure ω'. À droite, la position du point P qui satisfait les conditions de l'angle de contact θ_1 est recherché par itérations successives.

La méthode de résolution numérique est toutefois limitée à des géométries axisymétriques. Le problème peut être résolu de façon analytique dans certains cas particuliers alors que le calcul numérique présente l'avantage d'être aisément adaptable à toutes les géométries axisymétriques. La méthode de résolution numérique pallie donc le manque de méthode analytique générique. La démarche est ici exposée sur

l'exemple d'objets rigides mais peut être étendue aux objets déformés. La résolution numérique possède cependant un défaut : elle n'établit pas de dépendance entre les résultats et les variables d'entrée. Cette méthode n'est donc pas adaptée pour améliorer la compréhension des phénomènes d'adhésion. Pour comprendre finement les phénomènes, le calcul analytique est développé sur l'exemple d'une sphère et d'un plan.

1.2.3 Calcul simplifié des forces capillaires entre une sphère et un plan

Le calcul des forces capillaires peut être simplifié en une expression analytique simple dans le cas de ménisques créés par condensation de l'humidité ambiante entre une sphère et un plan. Dans des conditions usuelles d'humidité, le rayon de courbure principale du ménisque $\rho' = r_k$ est de l'ordre de quelques nanomètres (Fig. 2.6). Sa valeur est donc négligeable face à celle de l'autre rayon de courbure principale du ménisque ρ. L'algorithme présenté au paragraphe précédent n'est donc plus nécessaire au calcul de la courbure moyenne du ménisque (éq. (2.14)) qui peut donc être simplifié. La différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque s'exprime alors en fonction de l'humidité à partir de l'équation (2.13) :

$$\Delta P = 2C\gamma = \gamma / r_k. \tag{2.18}$$

Le rayon du ménisque capillaire r_1 (défini en figure 2.7) doit être calculé pour déterminer les forces capillaires. Comme dans l'algorithme présenté précédemment, ce dernier doit être établi de manière géométrique à partir de la connaissance du rayon de Kelvin r_k, des angles de contact θ_1 et θ_2 et du profil de la sphère. Ce problème précédemment résolu par une méthode numérique peut être simplifié en supposant que proche du contact, l'angle d'inclinaison de la sphère est négligeable devant l'angle de contact θ_2. Dans le cas d'une sphère non déformée, la surface devient [4] :

$$A_{SL} = \pi {r_1}^2 = 4\pi R r_k \cos\theta. \tag{2.19}$$

La force de Laplace entre une sphère non déformée et un plan est donc :

$$F_L = \Delta P A_{SL} = 4\pi R \gamma \cos\theta. \tag{2.20}$$

Cette force peut être comparée avec celle qui s'exerce sur la ligne triple, $F_T = 2\pi r_1 \gamma \sin\theta$ (éq. (2.15)). À l'échelle microscopique, le rayon de la sphère est grand devant celui du ménisque. Donc, si l'angle de contact n'est pas proche de $\pm\pi/2$, la force de Laplace est prédominante et les forces capillaires sont alors :

$$F_c = F_L = 4\pi R \gamma \cos\theta. \tag{2.21}$$

La force de capillarité calculée pour une sphère non déformable ne dépend donc pas de l'humidité ambiante. Cette propriété est simplement due à la géométrie particulière de notre problème. Dans le cas d'un contact sphère/plan l'augmentation de l'humidité entraine bien une augmentation de la taille du ménisque capillaire mais cette augmentation est contre balancée par une diminution de la pression dans le ménisque. Dans un cas réel, les défauts de forme et la rugosité des objets induisent, pour les forces capillaires qui les lie, une dépendance à l'humidité.

4. Le calcul est développé dans un cas plus général au chapitre 3, section 4.1.

1.2.4 Condensation capillaire entre solides rugueux

La taille caractéristique des ménisques capillaires varie de quelques dixièmes de nanomètre pour des ménisques créés par la condensation à quelques centaines de micromètres pour des ménisques créés par la présence d'une goutte d'eau. Or, la taille caractéristique des pics de rugosité présents à la surface des objets se trouve dans cet intervalle. L'effet de la rugosité sur les forces capillaires doit être pris en compte.

Trois régimes de forces capillaires entre deux solides rugueux peuvent être distingués [BCCC98] :

- à humidité faible, les forces capillaires sont dominées par une mono aspérité ;
- à humidité moyenne, la rugosité doit être prise en compte dans son ensemble ;
- à forte humidité, la forme globale des objets domine.

Les cas de forte ou faible humidité peuvent être traités directement par le calcul du rayon de Kelvin traité dans le paragraphe précédent en considérant respectivement un contact entre les deux objets ou entre deux rugosités. Le cas d'une humidité moyenne peut être traité, comme le suggère H. J. Butt [But08], en considérant qu'un ménisque se crée entre toutes les rugosités espacées d'une distance inférieure à $2r_k$. Ce modèle nécessite donc la connaissance du profil de rugosité [KPA+06]. Or, la mesure de ce dernier est complexe et il varie d'un objet à l'autre. Ce cas intermédiaire n'est donc pas souhaitable lors des expériences. Le cas des fortes humidités est idéal pour contourner la prise en compte de la rugosité et est étudié par Lambert et al. [Lam05, PFL10]. De notre côté, afin d'obtenir des mesures de force de pull-off répétables, nous avons choisi de mener nos expériences dans un environnement contrôlé avec une faible humidité (voir chapitre 4). Dans ces conditions, la rugosité a une influence sur les forces capillaires mais ces dernières ont une influence limitée sur la forces de pull-off.

1.3 Forces électrostatiques

1.3.1 Origines des forces électrostatiques

Une force appelée électrostatique résulte de l'action d'une charge A sur une charge B. Suivant le signe de ces charges, de valeur respective q_A et q_B, cette force peut être attractive ou répulsive. La loi de Coulomb (Fig. 2.8) exprime la force exercée par la charge A sur la charge B en fonction de leur valeur respective et de la distance $r = \|\overrightarrow{AB}\|$ qui les sépare :

$$\overrightarrow{F}_{A/B} = \frac{1}{4\pi\varepsilon_0\varepsilon_R}\frac{q_A q_B}{r^2}\overrightarrow{u}_{AB}, \tag{2.22}$$

où $\varepsilon_0 = 8{,}85\ \mathrm{F\ m^{-1}}$ est la permittivité du vide, ε_R est la permittivité relative du milieu séparant A et B et $\overrightarrow{u}_{AB}$ est le vecteur unitaire parallèle à $\overrightarrow{AB}$.

La force exercée par la charge A sur la B n'est pas influencée par la présence d'autres charges. Le principe de superposition est donc applicable aux forces électrostatiques. Ces forces pourront donc être sommées par paires, de la même manière que les forces de van der Waals dans la partie 1.2 de ce chapitre.

Il convient donc de connaitre la distribution de charges dans les objets étudiés pour pouvoir calculer la force qu'ils exercent l'un sur l'autre. Le type de distribution dépend des matériaux : les charges sont réparties en surface des matériaux conducteurs

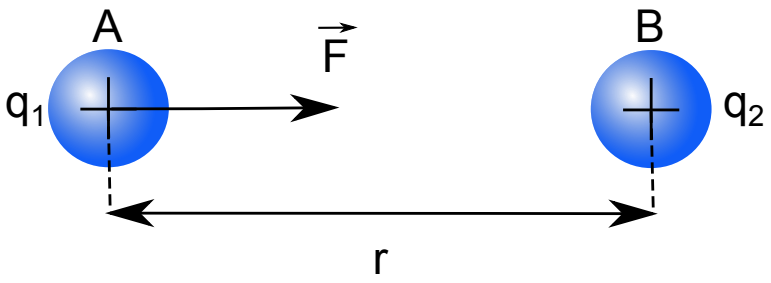


FIGURE 2.8 – Force électrostatique entre deux particules A et B de charge respective q_1 et q_2 séparées par une distance r.

alors qu'elles peuvent se déplacer dans une couche plus épaisse dans les matériaux semi-conducteurs. Les charges libres piégées sur des matériaux isolants sont plus complexes à appréhender. Elles sont localisées aléatoirement dans l'ensemble du volume. La mauvaise circulation des charges empêche l'équilibre des charges avec les objets en contact.

1.3.2 Cas particulier de la géométrie sphère plan

Les forces électrostatiques entre une sphère de rayon R et un plan supposé infini, de charges surfaciques respectives σ_2 et σ_1, peuvent être calculées à partir de l'équation (2.22). Comme pour les forces de van der Waals, le calcul débute par la force F^{es}_{p/q_2} exercée par le plan sur une charge q_2. Dans la suite du calcul, cette charge est associée à un élément différentiel de surface $\mathrm{d}S_2$ ($q_2 = \sigma_2 \mathrm{d}S_2$) et la force correspondante est intégrée sur l'ensemble de la sphère afin d'obtenir la force électrostatique F^{es}_{sp}. En se basant sur les notations de la figure 2.9, la force exercée par le plan sur la charge q_2 est égale à :

$$\begin{aligned} \vec{F}^{es}_{p/q_2} &= \frac{1}{4\pi\varepsilon_0\varepsilon_R}\int_{S_1}\frac{q_2\sigma_1}{r^2+z^2}\frac{\overrightarrow{M_1M_2}}{\sqrt{r^2+z^2}}\mathrm{d}S_1, \\ &= \frac{\sigma_1 q_2}{2\varepsilon_0\varepsilon_R}\vec{e_z}. \end{aligned} \tag{2.23}$$

Cette expression ne dépend pas de la position de la charge q_2. La force électrostatique exercée par le plan sur la sphère est égale à :

$$F^{es}_{sp} = \frac{2\pi R^2\sigma_1\sigma_2}{\varepsilon_0\varepsilon_R}. \tag{2.24}$$

Elle est donc directement proportionnelle à la charge totale de la bille et ne dépend pas de sa distance au plan.

La modélisation d'une force F^{es}_{sp} indépendante de la distance au plan provient de l'hypothèse d'un plan infini rarement validée expérimentalement. Ainsi, lors de nos expériences, une dépendance de cette force à la distance d'interaction est observée (voir chap. 4). Ce modèle ne reflète donc pas le comportement exact des micro-objets mais donne, en première approximation, une évaluation des forces électrostatiques.

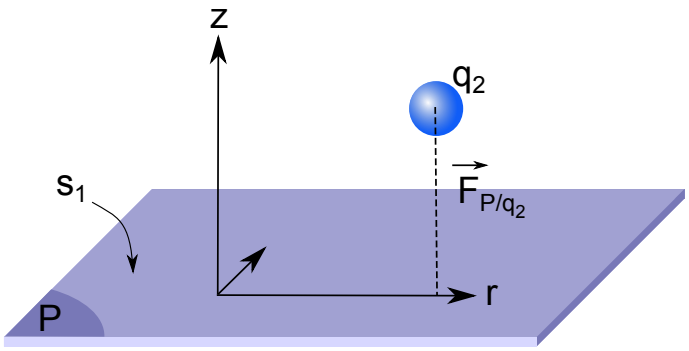


FIGURE 2.9 – Forces électrostatiques entre une particule de charge q_2 et un plan de charge surfacique σ_1.

1.3.3 Forces électrostatiques, rugosité et modélisation par éléments finis

La complexité de la prédiction des forces électrostatiques réside dans la difficulté à connaître la distribution de charges dans des cas concrets de micromanipulation. Ces conditions limites du problème électrostatique ne sont connues que pour le cas particulier des matériaux conducteurs et d'une différence de potentiel imposée. Les charges sont alors uniformément réparties sur les surfaces des deux objets. Or, des matériaux non conducteurs sont couramment utilisés dans le cadre de la micromanipulation. Dans ce cas, les charges sont réparties aléatoirement et ont tendance à se concentrer localement. Cet aspect aléatoire de la distribution de charges est une difficulté réelle pour construire des modèles proches de la réalité expérimentale. Une solution proposée par J. Dejeu *et al.* consiste à contrôler les charges en surface à l'aide de fonctionnalisations de surface dépendantes du pH [DGRB09].

Dans un cas où la distribution de charges est connue, les forces peuvent être obtenues par une simple intégration dans le cas de géométries basiques ou par l'exploitation de modèles éléments finis pour des géométries plus complexes. M. Sausse Lhernould étudie par exemple l'influence de la rugosité d'un plan sur les forces appliquées à une pointe conique à extrémité sphérique [LDRL07]. Elle met en évidence l'effet négligeable de la rugosité loin du contact. Cependant, son influence s'amplifie lorsque les deux objets s'approchent du contact, même dans le cas de rugosités de taille nanoscopique (Fig. 2.10). Or, l'étude des forces d'adhésion se fait au contact et doit donc prendre en compte la rugosité pour le calcul des forces électrostatiques.

Comme évoqué précédemment (partie 1.2.4), la mesure de la rugosité est complexe et vient s'ajouter aux problèmes de mesure des densités de charges. Lors des expériences que nous présenterons au chapitre 4, nous verrons qu'il est préférable de mesurer les forces d'adhésion entre des objets conducteurs afin de s'affranchir des variations dues aux forces électrostatiques.

1.4 Approche bottom-up de l'adhésion

Les forces d'adhésion à l'échelle microscopique peuvent être expliquées par des phénomènes d'origine nanoscopique. Cette approche de l'étude est appelée bottom-up. Les forces d'adhésion sont alors uniquement dues aux trois types de forces ex-

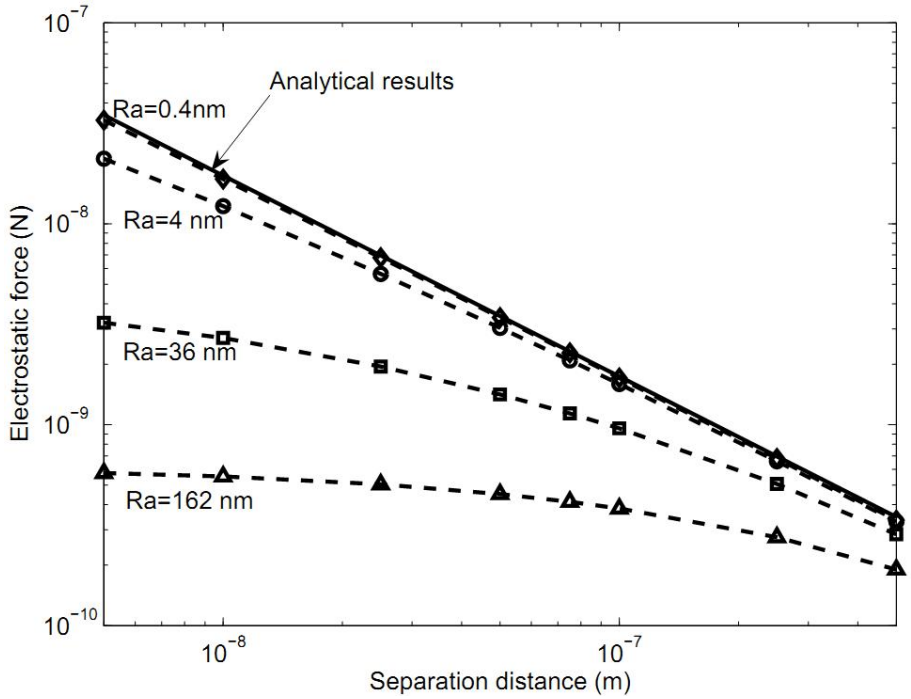


FIGURE 2.10 – Forces électrostatiques en fonction de la distance séparant une sphère de diamètre $50\ \mu\mathrm{m}$ et un plan de rugosité R_a. Un potentiel de $0{,}5\ \mathrm{V}$ est appliqué entre les deux objets. Figure issue de [LDRL07].

posées précédemment : les forces de van der Waals, capillaires et électrostatiques. En l'absence d'autre phénomène, la somme de ces trois forces est donc a priori la force d'adhésion.

Les valeurs des différentes constantes physiques sont connues et peuvent être trouvées dans la littérature (Table 2.2). Les forces électrostatiques dépendent de conditions aux limites et peut être évaluées à l'aide de mesures présentées dans le chapitre 4. Les trois forces peuvent donc être calculées, par exemple, dans le cas d'une sphère en verre de diamètre $10\ \mu\mathrm{m}$ afin d'estimer la force de pull-off :

$$F_{sp}^{vdw} = 0{,}6\ \mu\mathrm{N}, \tag{2.25}$$

$$F_{sp}^{cap} = 2{,}6\ \mu\mathrm{N}, \tag{2.26}$$

$$F_{sp}^{es} = 0{,}4\ \mu\mathrm{N}. \tag{2.27}$$

Or, les forces de pull-off observées pour ce type de micro-objet varient de 0,1 à $20\ \mu\mathrm{N}$ (voir chapitre 4). Les variations de forces peuvent en partie être expliquées par le caractère aléatoire des forces électrostatiques ou la rugosité. Cependant, les forces calculées ci-dessus restent trop faibles pour expliquer les forces de pull-off observées. Le calcul de ces forces n'est donc pas suffisant ; d'autres paramètres doivent être pris en compte afin de modéliser l'adhésion.

Par ailleurs, la seconde partie de ce chapitre est consacrée à un phénomène important qui n'a pas été pris en compte dans les modèles précédents. À l'échelle macroscopique, la déformation des objets est l'un des principaux phénomènes à considérer

TABLE 2.2 – Constantes physique du verre (SiO_2 à 96%)

Constante d'Hamaker	$A = 6{,}5 \cdot 10^{-20}$ J [YTA00, Ber97]
Distance au contact (vdW)	$r_0 = 0{,}3$ nm
Angle de contact	$\theta = 55^o$ [Lam05]
Tension de surface de l'eau	$\gamma = 72$ mN m^{-1} [Lam05]
Énergie de surface du verre	$w_{SiO_2} = 360$ mJ m^{-2} [Del08]
Module de Young modifié (éq. (2.33))	$E^* = 35{,}3$ GPa

pour le calcul des forces d'adhésion. Or, les forces de van der Waals et électrostatiques sont calculées à partir d'intégrations volumiques ou surfaciques et les forces capillaires à partir du profil des objets. Leurs calculs se basent donc sur la géométrie initiale des objets. Par conséquent, les forces calculées ne sont plus valables lorsqu'un objet est déformé. Le couplage des forces et des déformations ne peut donc pas directement être pris en compte en utilisant les modèles présentés dans cette partie.

Bien que cette approche nécessite d'être étendue aux objets déformables, l'expression des forces d'adhésion sous leur forme élémentaire présente tout de même un avantage intéressant. En effet, les formulations utilisées pour le calcul des forces restent valables quel que soit le type de géométrie du problème. Les calculs de forces peuvent donc être effectués à l'aide d'outils numériques plutôt qu'analytiques dans le cas d'objets à géométrie complexe.

2 Déformations et adhésion : théories existantes

Les théories présentées dans cette partie sont couramment utilisées pour modéliser les contacts mécaniques sans frottement. Elles ont été conçues et vérifiées pour des objets (principalement des billes) de taille millimétrique mais se révèlent insuffisantes pour expliquer le comportement d'objets de taille micrométrique. Elles sont cependant couramment utilisées en micromanipulation pour connaître les ordres de grandeur des forces d'adhésion. Contrairement aux modèles bottom-up présentés dans la section 1 page 15, les phénomènes physiques sont pris en compte à travers une méthode énergétique globale. Les mécanismes de ces modèles sont analysés dans cette partie afin d'exploiter à nouveau leurs principes qui seront combinés avec ceux issus de l'approche bottom-up au chapitre 3. Cette partie présente l'évolution des modèles basés sur l'étude des déformations depuis le modèle de Hertz de 1878 jusqu'au modèles multi-aspérités récents.

2.1 Déformation d'une sphère sans adhésion : théorie de Hertz

À l'échelle macroscopique, la forme des objets en contact joue un rôle prépondérant dans le calcul des forces d'adhésion. Il convient donc de connaître le profil de déformation des objets étudiés. Dans un premier temps le contact étudié a lieu entre une sphère et un plan. La résolution du problème de la déformation de ces objets sous l'effet d'une

force extérieure est complexe. Il peut être résolu numériquement mais cette méthode ne donne pas d'accès direct aux paramètres qui influent sur l'adhésion. Une résolution analytique est possible mais les équations ne peuvent être intégrées que sous certaines hypothèses.

Le cas le plus simple est traité par la théorie de Hertz pour laquelle les objets sont soumis uniquement à une charge extérieure. Cette théorie est basée sur l'hypothèse d'une distribution de contrainte elliptique à l'intérieur de la zone de contact. Elle effectue le calcul du rayon de contact a entre un plan et une sphère de rayon R due à l'application d'une force F sur celle-ci (voir Fig. 2.11).

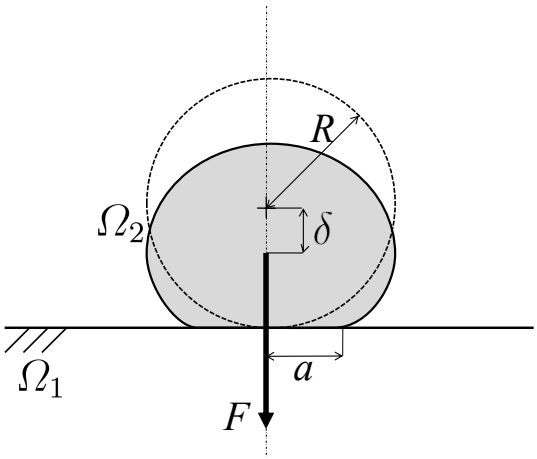


FIGURE 2.11 – Le contact sphère-plan à l'échelle micrométrique. Du point de vue de la théorie de Hertz, la charge F cause les déformations de la sphère et du plan. Les théories de JKR et DMT prennent en compte les déformations. Après annulation de la précharge, une force d'adhésion F subsiste et maintient la sphère déformée au contact du plan. Elle peut être séparée du plan par l'application d'une force opposée à F appelée force de pull-off F_{po}.

La théorie de Hertz peut être approximée à partir d'un raisonnement énergétique. La géométrie du problème impose que l'enfoncement δ de la sphère dans le plan soit de l'ordre de :

$$\delta \sim \frac{a^2}{R}. \tag{2.28}$$

La déformation ε est le rapport entre le déplacement et la longueur caractéristique déformée. En supposant que les déformations sont concentrées dans la zone de contact, elles peuvent être estimées par :

$$\varepsilon \sim \frac{\delta}{a}. \tag{2.29}$$

La somme du travail des forces extérieures $W_{ext} = F\delta$ est égale à l'énergie de déformation $W_{def} \sim E\varepsilon^2 V_{def}$ avec V_{def} le volume déformé approximé par a^3 :

$$F\delta \sim E\varepsilon^2 a^3 = E\delta^2 a, \tag{2.30}$$

$$\Longleftrightarrow F \sim \frac{Ea^3}{R}. \tag{2.31}$$

Le développement complet de la théorie de Hertz donne une expression du rayon de contact cohérente avec cette analyse énergétique [Her82] :

$$a^3 = \frac{3}{4}\frac{RF}{E^*}, \tag{2.32}$$

où le module de Young généralisé E^* est défini en fonction des caractéristiques mécaniques des milieux (E_i et ν_i) et vaut :

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}. \tag{2.33}$$

Cette théorie a été établie en prenant comme convention que la force de précharge F est positive. Par convention, la valeur numérique de la force de pull-off est négative (voir Fig. 2.11).

La théorie de Hertz fournit une bonne approximation du profil de déformation. Elle a cependant été élaborée pour une géométrie particulière (sphère/sphère et par extension sphère/plan) et est difficilement adaptable à d'autres types d'objets. La première limite de ce modèle est qu'il ne traite pas le problème avec des géométries quelconques. La seconde limite de cette théorie est l'absence de prise en compte des effets d'adhésion. Or, ces forces ont été constatées expérimentalement et jouent un rôle prépondérant dans la manipulation d'objets de taille micrométriques. Le modèle de Hertz peut donc servir de base pour calculer les déformations mais doit être complété pour prendre en compte les effets d'adhésion.

2.2 Point de vue thermodynamique de l'adhésion : théorie de JKR

La théorie de JKR [JKR71] complète la théorie de Hertz en prenant en compte les forces d'adhésion. Par l'action de ces dernières, un rayon de contact a subsiste lorsque la précharge F est annulée. Cette théorie introduit ainsi la force de pull-off, nécessaire pour séparer les deux objets en contact. Cette force déjà introduite dans ce document et couramment utilisée en micromanipulation est normale aux surfaces de contact et se distingue des phénomènes de peeling qui séparent des objets en leur appliquant des forces transverses.

Afin de prendre en compte l'adhésion, le travail d'adhésion w_{12} est introduit. Il représente l'énergie à fournir par unité de surface pour séparer deux matériaux. Dans le vide, cette énergie est notée :

$$w_{12} = 2\sqrt{\gamma_1\gamma_2} \tag{2.34}$$

avec γ_i l'énergie de surface [5]associée au matériau i. La théorie de JKR fait l'hypothèse que cette énergie ne s'applique que dans la zone de contact.

Le travail d'adhésion peut être intégré au calcul énergétique simplifié de la théorie de Hertz :

$$W_{adh} \sim -w_{12}a^2 \sim -w_{12}R\delta. \tag{2.35}$$

Ce dernier modifie l'équation (2.31) liant la force et le rayon de contact en :

$$F + w_{12}R \sim Ea^3/R. \tag{2.36}$$

5. γ_i est appelée énergie de surface (exprimée en $\mathrm{mJ.m^{-2}}$) pour les solides.

La force $F + w_{12}R$ peut être interprétée comme la force générant la déformée du point de vue de la théorie de Hertz.

Lors du développement complet de la théorie de JKR, l'état d'équilibre est obtenu en deux étapes. Le modèle est d'abord défini en supposant que le contact est non adhésif et donc décrit par la théorie de Hertz. Un chargement F_1 est imposé jusqu'à obtenir un rayon de contact a et un enfoncement $\Delta = a^2/R$ (voir Fig. 2.12). Puis F_1 est diminué jusqu'à F en supposant que a reste constant. En écrivant l'équilibre entre les énergies de surface, de déformation et potentielles, le rayon de contact s'écrit :

$$a^3 = \frac{3R}{4E^*}\left(F + 3\pi R w_{12} + \sqrt{6\pi R w_{12} F + (3\pi R w_{12})^2}\right). \tag{2.37}$$

Il est possible de montrer [6] que l'équation (2.37) s'annule quand la force correspond à celle à appliquer pour séparer la sphère du plan. La force de pull-off vaut donc :

$$F_{JKR} = -\frac{3}{2}\pi R w_{12}. \tag{2.38}$$

Le signe de F_{JKR} est une convention qui indique que cette force est opposée aux forces d'adhésion. Lors de grandes précharges, les forces d'adhésion ne sont pas dominantes [7]. Ce modèle se rapproche alors de celui de Hertz.

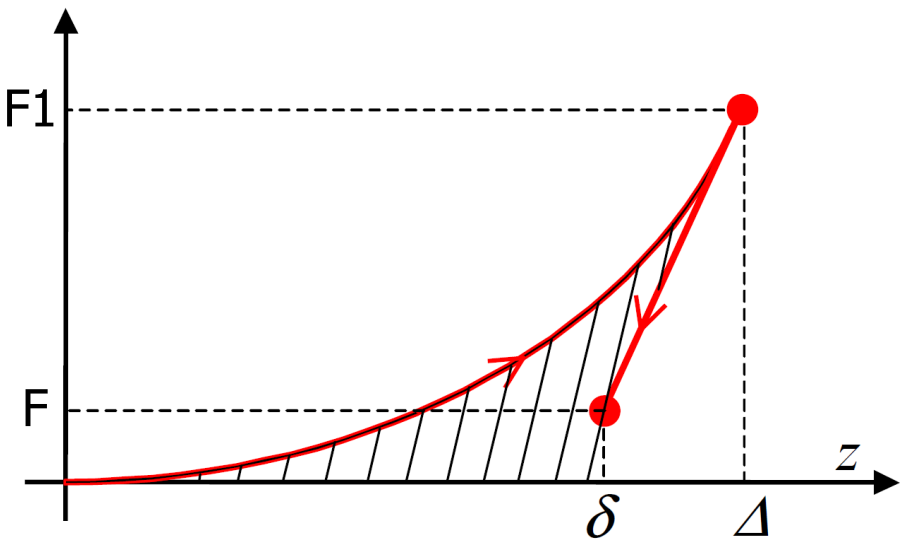


FIGURE 2.12 – L'adhésion est modélisée en deux phases. Le contact est d'abord non adhésif et suit la théorie de Hertz puis un déplacement rigide est utilisé pour parvenir à la charges et l'enfoncement finaux F et δ.

Ces résultats proviennent d'un raisonnement proche de ceux utilisés en thermodynamique mais peuvent aussi être obtenus en utilisant la théorie de l'élasticité comme le

6. En partant du constat que l'équation (2.37) n'est plus valable quand la partie sous la racine carrée devient négative car le rayon de contact doit rester réel.

7. Si $F \gg 3\pi R w_{12} = 2|F_{JKR}|$, l'équation (2.37) liant le rayon de contact et la force appliquée à la bille peut être simplifiée en $a^3 = \frac{3}{4}\frac{RF}{E^*}$ qui est l'équation établie par la théorie de Hertz (2.32).

montre I. N. Sneddon [Sne65]. Il s'est pour cela appuyé sur les travaux de Boussinesq auxquels il a ajouté l'hypothèse selon laquelle la contrainte est finie à la limite de la zone de contact.

Cette théorie peut être utilisée dans le cas de grandes énergies de surface, pour des objets de taille importante ou pour des matériaux souples. Les valeurs admissibles pour utiliser cette théorie sont données par un critère explicité dans la section 2.4. Le principal défaut de ce modèle est qu'il prévoit une distribution de contraintes qui tend vers l'infini au bord de la zone de contact.

La théorie de JKR ne se limite pas au calcul de la force de pull-off ; elle décrit aussi l'état de déformations des objets durant leur charge et leur décharge. Les travaux actuels dans ce domaine s'étendent vers les études de plasticité [CGMS09] et la mécanique des fractures [Bar11].

2.3 Considération mécanique de l'adhésion : théorie de DMT

La théorie de DMT [DMT75] s'inscrit plus dans la continuité de celle de Hertz en s'appuyant sur un raisonnement purement mécanique. Le profil de déformation est considéré comme hertzien mais cette théorie prend, en plus, en compte les forces d'adhésion. Ces dernières sont introduites dans le modèle par une contrainte supplémentaire due aux forces de van der Waals. Or, ces forces n'agissent qu'à courte distance (voir partie 1.1.1, page 16) et deviennent négligeables au delà d'une dizaine de nanomètres. La théorie de DMT fait donc l'hypothèse qu'elles n'agissent que dans une zone limitée entourant le contact. Ainsi, les forces d'adhésion ne s'appliquent que dans une zone annulaire comprise entre les cercles de rayon a et c.

En se basant sur ces hypothèses, il est possible d'obtenir les équations de DMT qui diffèrent légèrement des précédentes :

$$a^3 = \frac{3R}{4E^*}(F + 2\pi R w_{12}), \tag{2.39}$$

$$F_{DMT} = -2\pi R w_{12}. \tag{2.40}$$

Ce raisonnement conduit à un profil de contraintes différent de celui proposé par la théorie de JKR. La contrainte n'est plus infinie aux limites de la zone de contact. Les forces d'adhésion sont supposées ne pas avoir d'influence sur les déformations ; le profil de déformation des objets reste donc celui proposé par la théorie de Hertz. Cette hypothèse n'est vérifiée que pour des objets avec des modules de Young importants (voir section 2.4 ci-dessous pour un critère objectif).

2.4 Transition entre JKR et DMT : théorie de Maugis Dugdale

Les modèles de JKR et de DMT sont en accord avec les forces de pull-off mesurées expérimentalement entre des objets de taille millimétrique. Le choix du modèle à utiliser nécessite cependant d'être ajusté en fonction du matériau étudié. La théorie de Maugis [Mau92] propose d'unifier ces théories en considérant un coefficient de transition entre les modèles de JKR et de DMT. Ce coefficient, initialement introduit par Tabor, est :

$$\lambda = \frac{2\sigma_0}{\left(\frac{\pi w_{12} K^2}{R}\right)^{1/3}}, \qquad \text{avec } K = \frac{4}{3}E^*, \tag{2.41}$$

avec σ_0 la contrainte due aux forces extérieures dans la zone d'adhésion (pour $r \in [a, c]$). Cette théorie prend en compte deux types de contraintes. Les premières, étudiées par I. N. Sneddon sont dues au contact entre les deux objets [Sne65]. Elles sont localisées dans le disque de contact ($r < a$) et ne prennent pas en compte l'adhésion. Les secondes sont similaires aux contraintes utilisées dans la théorie de DMT : elles sont causées par les forces de van der Waals et sont localisées dans la zone entourant le disque d'adhésion ($r \in [a, c]$).

En faisant l'hypothèse que la zone où sont concentrées les contraintes d'adhésion est petite comparée à la surface de contact ($d = c - a << a$), D. Maugis considère la contrainte σ_0 comme une constante qui, pour un potentiel de Lennard-Jones (voir section 1.1.1), vaut :

$$\sigma_0 = 1,03\frac{w_{12}}{r_0}. \tag{2.42}$$

La contrainte appliquée à la surface de la sphère est représentée sur la figure 2.13. Elle est à l'origine de la force de pull-off qui s'exprime alors par :

$$F_{MD} = 2\sigma_0 a^2 \left(m^2 \arctan\left(\sqrt{m^2-1}\right) + \sqrt{m^2-1}\right), \tag{2.43}$$

avec $m = c/a$. Les valeurs de a et de m sont déterminées en utilisant les équations suivantes :

$$\begin{aligned} &\tfrac{\lambda a^2}{2}\left(\tfrac{K}{\pi w_{12}R^2}\right)^{2/3}\left((m^2-2)\arctan\left(\sqrt{m^2-1}\right)+\sqrt{m^2-1}\right) \\ &+\tfrac{4\lambda^2 a}{3}\left(\tfrac{K}{\pi w_{12}R^2}\right)^{1/3}\left(\sqrt{m^2-1}\arctan\left(\sqrt{m^2-1}\right)-m+1\right) \quad = \quad 1, \end{aligned} \tag{2.44}$$

$$F = \frac{Ka^3}{R} - \lambda a^2\left(\frac{K}{\pi w_{12}R^2}\right)^{1/3}\left(\sqrt{m^2-1}+m^2\arctan\left(\sqrt{m^2-1}\right)\right). \tag{2.45}$$

Ces équations peuvent être approximées (avec moins de 1% d'erreur) par celles proposées par R. W. Carpick *et al.* [COS99] :

$$F_{MD} = \frac{\pi w_{12}R}{4}\left[-7+\left(\frac{4.04\lambda^{1.4}-1}{4.04\lambda^{1.4}+1}\right)\right], \tag{2.46}$$

$$a_0 = \left(\frac{\pi w_{12}R^2}{K}\right)^{1/3}\left[1.54+0.279\left(\frac{2.28\lambda^{1.3}-1}{2.28\lambda^{1.3}+1}\right)\right], \tag{2.47}$$

où a_0 est le rayon de contact obtenu pour une charge nulle. Ces expressions sont plus simples à utiliser que celles de Maugis. De plus, l'écart entre les résultats obtenus par les deux théories est inférieur à 1%.

Lorsque le coefficient de Taybor λ tend vers 0 (dans la pratique, $\lambda < 0.1$ convient), les forces de pull-off calculées avec les théories de Maugis et de DMT sont identiques. Lorsque λ tend vers l'infini ($\lambda > 5$ en pratique), la théorie de Maugis tend à se rapprocher de celle de JKR. Plus généralement, les zones de validité des théories de Hertz, de JKR, de DMT et de Maugis ont été déterminées par Johnson [JG97] (Fig. 2.14). Les objets les plus rigides soumis à de faibles forces suivent la théorie de Bradley ou de DMT (s'ils sont déformables) ; les objets les plus souples suivent celle de JKR et les

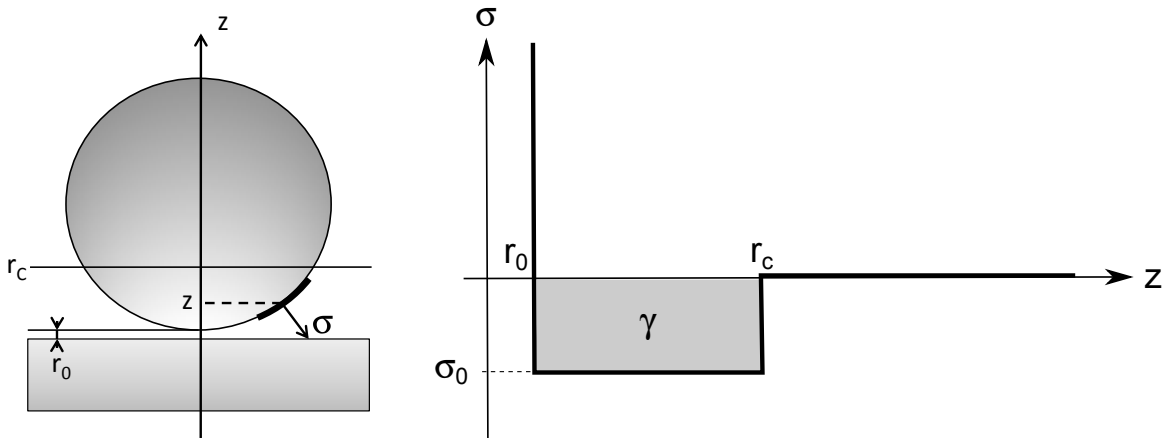


FIGURE 2.13 – Distribution de la contrainte due aux forces de van der Waals en un point de la surface de la sphère en fonction de sa distance z au plan. r_0 est la distance minimale séparant deux surfaces, la contrainte n'est donc pas définie pour $z < r_0$. La théorie de Maugis fait l'hypothèse qu'elle est constante si z est inférieur au rayon de coupure r_c des forces de van der Waals. Après cette distance, la contrainte est négligeable. Cette distribution simplifiée est utilisée dans le modèle de Maugis.

objets intermédiaires suivent celle de Maugis. La théorie de Hertz est applicable aux objets qui subissent de fortes charges, quelle que soit la valeur du coefficient d'élasticité. La figure 2.14 met en évidence que les matériaux déformables soumis à des forces du même ordre de grandeur que la force de pull-off ($\overline{F} \simeq 1$) ne doivent pas être modélisés par la théorie de Hertz mais plutôt par les théories de JKR, DMT ou Maugis. L'étude des forces d'adhésion à l'échelle microscopique s'inscrit dans le cadre de ces trois théories. Le cas de micro-objets en verre est représenté sur la figure 2.14.

2.5 Prise en compte de la rugosité

Toutes les billes de taille microscopique sont compatibles avec les conditions d'au moins un des modèles présentés précédemment. Cependant, ces derniers considèrent des géométries parfaites. Les modèles nécessitent donc d'être modifiés pour prendre en compte la rugosité. Chaque aspérité peut être modélisée par une sphère de faible rayon. Le contact sphère/plan peut donc être considéré comme un contact multi-sphères. La force de pull-off peut alors être calculée en se basant sur les modèles proposés précédemment, en sommant les forces d'adhésion dues à chaque point de contact. Les profils de rugosité sont difficilement mesurables, un modèle basé sur le nombre exact de rugosités et sur leur taille n'est donc pas envisageable.

Les aspérités peuvent être caractérisées par leur amplitude, leur courbure et leur densité. Chacune a des caractéristiques différentes. Fuller [FT75] propose de considérer que toutes les aspérités ont une courbure moyenne et que leur amplitude suit une loi de probabilité gaussienne. Il est alors possible de calculer le nombre d'aspérités en contact et donc la force de pull-off.

B. N. J. Persson considère une surface rugueuse fractale (Fig. 2.15a) et propose un modèle de déformations qui s'appuie sur cette structure [Per06, YPIR08]. À une échelle supérieure à la taille du contact, la surface de contact entre deux objets semble

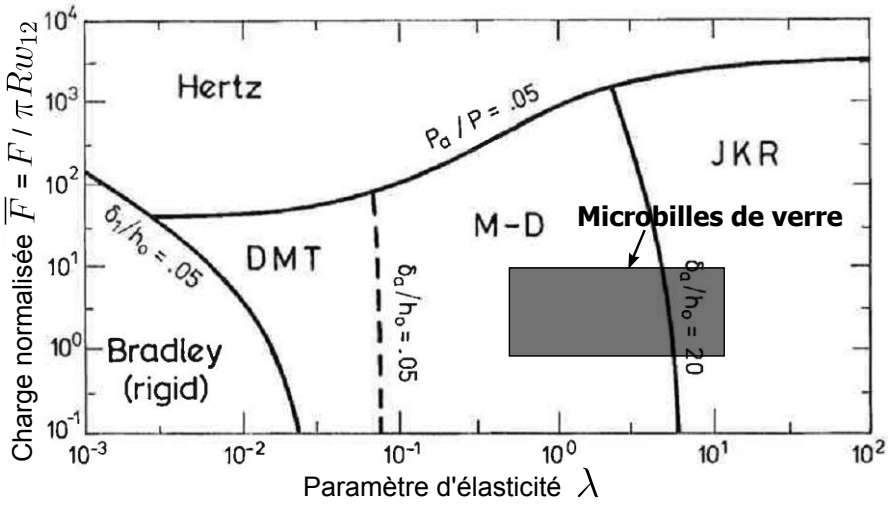


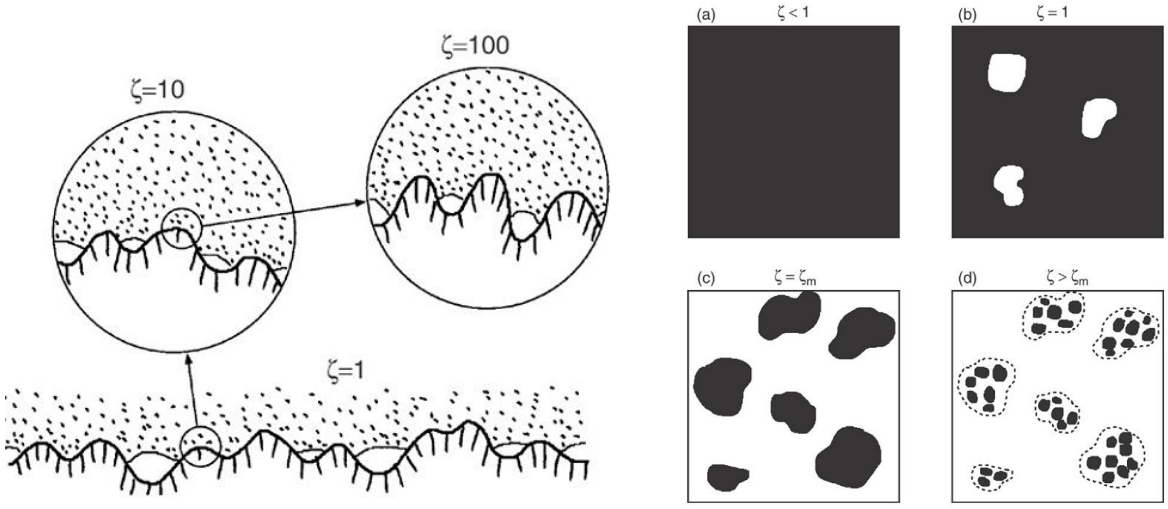
FIGURE 2.14 – Zone de validité des modèles d'adhésion en fonction de la charge normalisée $\overline{F} \simeq F/F_{po}$ et du paramètre d'élasticité λ. La zone grisée est celle d'une bille de verre micrométrique (rayon compris entre 100 nm et 100 µm) dont les caractéristiques mécaniques sont données dans le tableau 2.2. Figure issue de l'article de Johnson [JG97].

occuper toute la zone de contact (2.15b.a). Toutefois, en observant ces surfaces avec un grossissement plus important, il apparaît que seules certaines zones sont réellement en contact (2.15b.b). Ce second niveau de détail a une structure similaire (en terme de densité) à la rugosité observée à la surface de la bille mais à une échelle plus petite. Le modèle de rugosité proposé ici prend en compte d'autres niveaux de rugosité construits de la même façon aux échelles inférieures (Fig. 2.15b). Ce modèle de rugosité est donc fractal. Il présente l'avantage de décrire la surface avec un grand niveau de précision en ne faisant intervenir que deux paramètres. Ce modèle complète donc les précédents sans remettre en cause leur principe.

Les forces d'adhésion sont fortement influencées par la géométrie du contact, et donc par la rugosité. Elle doit être prise en compte dans les modèles de force. La géométrie exacte du contact (nombre et taille des rugosités en contact, position relative...) ne peut pas être prédite mais ses effets peuvent être estimés à l'aide d'un nombre réduit de paramètres supplémentaires.

2.6 Généralisation à des géométries polynômiales : modèle Hertz-n, JKR-n et DMT-n

Contrairement aux modèles basés sur une vision bottom-up de l'adhésion, les modèles présentés précédemment tiennent compte de la déformation des objets. Cependant, ils ne s'appliquent qu'à des contacts sphériques. L'ensemble des résultats obtenus précédemment s'appuient sur la géométrie initiale du problème et fait l'hypothèse des petites déformations. L'application de ce type de théorie à d'autres surfaces est donc complexe car elle nécessite de re-développer l'ensemble des calculs pour la nouvelle géométrie considérée.



(a) Rugosité fractale. (b) Surface de contact fractale.

FIGURE 2.15 – Deux objets (volume moucheté et hachuré) dont la rugosité est fractale sont en contact. À l'échelle macroscopique ($\zeta < 1$), ces deux objets semblent être en contact. Cependant, en observant leur interface avec un grossissement plus important ($\zeta = 1$), il apparaît que certaines rugosité ne sont pas en contact. Cette remarque est généralisable à toute surface en contact, quel que soit le grossissement utilisé (par exemple sur la figure 2.15a entre $\zeta = 1$ et $\zeta = 10$). Figures issues de [Per06].

En généralisant la théorie de Maugis, Z. Zheng montre[8] comment l'appliquer à des objets axisymétriques dont le profil est un monôme de degré n [ZY07]. Le profil d'une sphère est par exemple décrit par un monôme de degré 2 et n'est donc plus qu'un cas particulier de cette théorie. Les modèles dits de Hertz-n, JKR-n et DMT-n sont des généralisations à des surfaces plus complexes des modèles présentés dans les sections précédentes. Ces modèles décrivent par ailleurs la mécanique du contact entre des plans ($n \to \infty$) et entre une pointe et un plan ($n = 1$) présentés précédemment par K. Kendall [Ken71] et D. Maugis *et al.* [MB81].

La plupart des micro-objets à manipuler ont des géométries simples qui peuvent être modélisés par des polynômes. Les modèles présentés ici peuvent de plus être complétés par le modèle de rugosité exposé dans la partie 2.5. Ce modèle développé à partir d'une démarche top-down semble complet mais présente cependant plusieurs limites.

2.7 Limites des modèles basés sur la théorie de Hertz

La théorie de Hertz et de ses dérivées possèdent trois limites : l'absence de prise en compte de géométries complexes, la nature des forces modélisées et l'absence de prise en compte de la plasticité.

8. Pour cela, Z. Zheng choisit comme solution une combinaison linéaire des solutions du problème de Sneddon qui ne considère pas l'adhésion en dehors de la zone de contact et du problème de Lowengrub qui ne prend pas en compte les déformations dans la zone de contact. Ce deux solutions sont contraintes par une condition de non singularité à la limite du contact : la relation de Griffith liant le travail des forces d'adhésion et l'énergie de déformation.

Les forces d'adhésion entre des objets à géométrie axisymétrique peuvent être modélisées à l'aide de ces modèles. Ils sont assez aboutis pour modéliser l'adhésion entre des micro-objets simples mais pas pour prédire les forces d'adhésion entre des objets de forme complexe. De plus, les résultats obtenus à l'échelle microscopique ne sont pas toujours en accord avec les expériences. Plus généralement, le couplage entre les forces à l'origine de l'adhésion et la déformation est pris en compte trop en amont du modèle pour être modifiable. La résolution du problème analytique complet est donc difficile. Seul un modèle où le calcul des déformations et des forces d'adhésion peuvent être effectués indépendamment peut tenir compte des forces de différentes origines sans avoir à redévelopper de nouveaux modèles pour chaque géométrie.

Les modèles qui s'appuient sur la théorie de Hertz sont uniquement basés sur les forces de van der Waals et peuvent être améliorés en prenant en compte d'autres forces. Cet ajout est complexe car les contraintes induites par ces forces ne sont pas compatibles avec les hypothèses sur lesquelles reposent les modèles actuels. Par exemple, les forces de van der Waals sont prises en compte sur une faible distance alors que les forces électrostatiques ont une influence à plus longue distance. Les forces électrostatiques ne peuvent donc pas être prises en compte comme une contrainte supplémentaire à ajouter à celle induite par les forces de van der Waals.

3 Modélisation et perception du micromonde

Les modèles présentés précédemment ont deux vocations en micromanipulation. Ils peuvent tout d'abord servir à dimensionner les robots de micromanipulation lors de leur phase de conception. Ils peuvent dans un second temps aider à élaborer et optimiser des modèles de commande qui seront utilisés lors de la manipulation [BHG10]. Dans les deux cas, les modèles de force de pull-off ne peuvent pas être exploités pour la micromanipulation sans validation à l'échelle microscopique. La perception du micromonde est donc un élément primordial pour la validation de ces modèles et leur exploitation.

3.1 Mesures de forces de pull-off à l'échelle microscopique

3.1.1 Synthèse des mesures de la littérature

La synthèse de la littérature à propos des forces de pull-off à l'échelle microscopique est complexe à réaliser car elle ne converge pas vers un résultat uniforme. Ce problème est spécifique à cette échelle car les mesures réalisées à l'échelle nanoscopique dans des conditions similaires (par exemple, les mesures réalisées avec des pointes AFM) suivent les prédictions des modèles d'adhésion.

Tout d'abord, les micro-objets utilisés sont très différents suivant les articles. Leur taille ainsi que leur forme ou les matériaux qui les constituent varient d'une expérience à l'autre. Les articles de synthèse de J. A. S. Cleaver *et al.* [CT04] et de L. O. Heim*et al.* [HBPB99] montrent que les matériaux les plus couramment étudiés sont le polystyrène [RCB00, TD05], le verre et les dérivés de silicium [HBPB99, JPCH02] et l'or [HEPB02] mais que des matériaux plus rares sont aussi testés (mica [FI81], titane et composés d'aluminium [JPGV03]...). D'autres auteurs recouvrent les micro-objets d'une couche

de matériau supplémentaire (amines [DRGB09], polymères [XVRL05]...) ; la fonctionnalisation qui en résulte domine l'adhésion et crée même dans certains cas des forces fortement répulsives [DRGB10]. La diversité des mesures empêche donc une comparaison globale de l'ensemble des mesures de la littérature.

Ensuite, les modèles de force de pull-off ne peuvent être cohérents avec l'expérience que s'ils s'appuient sur des mesures répétables. Or, les expériences que nous avons réalisées (voir chapitre 4) ainsi que certains articles de la littérature [RH05, And00] montrent que les répétabilités observées ne sont pas toujours suffisantes pour identifier des modèles. De plus, la répétabilité des mesures n'est que rarement étudiée à l'échelle micrométrique. Par soucis de lisibilité, beaucoup d'auteurs présentent des graphes qui ne comportent que des valeurs moyennes sans en donner l'écart type. Ce type de données devrait systématiquement être étudié à l'aide d'outils d'analyse statistique (analyse de la variance) afin de déterminer si leur variation est significative comparée à leur incertitude. Les modèles de forces à l'échelle micrométrique ne pourront donc être améliorés qu'à la seule condition d'identifier les causes de la variabilité des mesures.

Enfin, la synthèse de la littérature est complexifiée par les conclusions parfois contradictoires des auteurs. Par exemple, L. O. Heim [HEPB02] et M. Reitsma [RCB00] ont des conclusions opposées pour l'influence de la précharge (charge appliquée avant la mesure de la force de pull-off). D'autres auteurs [And08, XVRL05, YLP08] considèrent que la dynamique de l'adhésion (temps de mise en contact, temps de relaxation des matériaux, vitesse de retrait...) influence la force de pull-off. Ces différences sont encouragées par la grande diversité des mesures réalisées et des paramètres à prendre en compte mais aussi par l'importante dispersion observée lors des mesures de forces à l'échelle micrométrique.

La littérature met en évidence un grand nombre de paramètres influant sur les forces de pull-off. Chaque article étudie l'influence d'au moins un de ces paramètres. Cependant, à notre connaissance, aucun ne dresse une liste exhaustive de tous les paramètres expérimentaux (les paramètres de rugosité sont par exemple très rarement reportés). Chaque série de mesures des forces de pull-off peut ainsi être perçue comme un ensemble de points restreints dans l'espace atteignable des paramètres et ne peut que rarement être reproduite par manque de données sur les conditions expérimentales. Ces conditions expliquent la grande diversité des résultats observés dans la littérature et la complexité d'identifier les tendances des modèles.

3.1.2 Difficultés expérimentales

L'interprétation des mesures expérimentales demeure complexe car seule la force d'adhésion globale peut être mesurée sans qu'il soit possible de dissocier l'influence de chacune de ses composantes (forces de van der Waals, électrostatiques et capillaires). Or, ces différentes composantes sont sensibles aux conditions expérimentales (humidité, température, densité de charges électriques) qui induisent par conséquent des variations de la force de pull-off. Les mesures présentées au chapitre 4 montrent par exemple que les charges qui se trouvent à la surface des matériaux sont probablement responsables du manque de répétabilité observé. Les expériences doivent donc

être effectuées dans des conditions spécifiques qui minimisent l'influence de certains paramètres afin de caractériser les forces d'adhésion.

De plus, les moyens de perception utilisés à l'échelle macroscopique ne sont pas toujours adaptés à l'échelle microscopique. Il est par exemple possible de mesurer les déformations locales d'objets macroscopiques par des principes d'interférométrie [GLS01]. Cependant, les dispositifs mis en place nécessitent d'être modifiés pour pouvoir être utilisés avec des objets micrométriques. Ainsi, les lasers les plus couramment utilisés sont des lasers à hélium-néon de longueur d'onde $632{,}8\ \mathrm{nm}$ (rouge). Cette longueur d'onde n'est pas compatible avec l'observation des déformations d'objets micrométriques. À l'échelle macroscopique, les franges d'interférence sont observées à l'aide de caméra. L'utilisation d'une méthode de mesure à plus faible longueur d'onde nécessite de changer de moyen de mesure. L'accès à l'information relative aux déformations locales est donc plus complexe à l'échelle microscopique. L'ensemble du profil de déformation d'objets micrométriques est tout de même accessible par d'autres méthodes d'interférométrie basées sur des mesures d'angles [AR06].

La modélisation des forces de pull-off nécessite d'identifier préalablement les causes de perturbation. Elles doivent être isolées afin d'observer uniquement l'effet d'un paramètre sur la force de pull-off. L'effet de chaque paramètre sur ces forces n'est, à notre connaissance, pas encore identifié. Le passage de l'étape de mesures à l'identification de modèle est pour le moment un problème ouvert. Les mesures peuvent, cependant être utilisées pour réaliser un objectif moins ambitieux en mettant en évidence les tendances des modèles.

3.1.3 Mesures massivement parallèles

Les mesures massivement parallèles sont faites sur des objets macroscopiques dont la surface est constituée d'un nombre connu de micro/nano-objets aux caractéristiques identiques (Fig. 2.16). Elles présentent un compromis entre la mesure à l'échelle micro/nanoscopique et les mesures à l'échelle macroscopique. Si le contact avec l'un des objets est rompu à cause d'un effet local, les autres ne seront pas influencés. Du point de vue des capteurs, ces structures filtrent donc les perturbations. Par conséquent, les mesures massivement parallèles fournissent des résultats répétables car les défauts locaux sont masqués par le grand nombre de contacts [AMS07].

Ce type de mesure retranscrit bien le comportement global des micro-objets mais empêche d'observer leur comportement individuel. La répartition sur chacun des micro-objets de la force globale mesurée ne représente pas l'observation d'un seul objet. La mesure massivement parallèle n'est donc pas idéale pour la caractérisation des forces de pull-off d'une application en microrobotique. Elle n'est cependant pas à exclure si l'application est assez flexible pour se contenter de mesures statistiques. Le dimensionnement de préhenseurs et l'assemblage de micro-objets à l'aide de préhenseurs compliants sont des exemples de telles applications.

Comme le confirment les difficultés rencontrées lors des mesures (voir chapitre 4), il n'est pas toujours possible d'obtenir une meilleure estimation de la force que celle donnée par ce type de mesures statistiques. La mesure massivement parallèle présente dans ce cas l'avantage de donner directement accès à la force moyenne à partir d'une seule mesure.

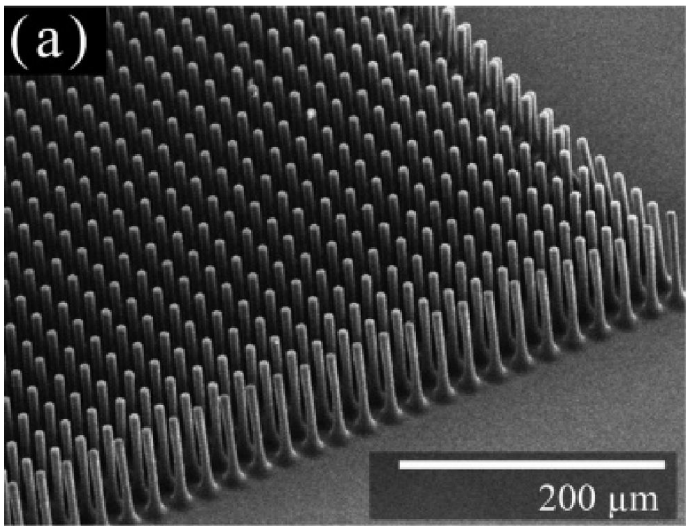


FIGURE 2.16 – Photographie (microscope électronique à balayage) d'une matrice de micro-pilliers de 6 µm de diamètre. Image issue de [AMS07].

3.2 Capteurs de forces à l'échelle micrométrique

La force n'est pas une grandeur physique directement mesurable, seuls ses effets sont observables. Les capteurs de forces utilisent un corps d'épreuve pour transformer la force en une grandeur mesurable (déformation, déplacement, fréquence de résonance...). Les capteurs de force se distinguent donc par le corps d'épreuve et par le moyen de mesure utilisé. Trois capteurs adaptés à la mesure de forces à l'échelle micrométrique sont présentés dans cette partie : le microscope à forces atomiques, le tuning fork et le capteur à lévitation magnétique, une solution développée à l'institut FEMTO-ST.

3.2.1 Microscope à forces atomiques

Le premier microscope à forces atomiques (Atomic Force Microscope en anglais ou AFM) fut construit en 1986 par G. Binnig *et al.* pour observer la structure de la surface des matériaux [BQ86]. Ses capacités de microscope ne cesseront d'être améliorées pour qu'en 1996, R. Erlandsson *et al.* repoussent ses limites en observant la périodicité d'un cristal de silicium (111) [EOM96]. Une autre utilisation de ce capteur se développe en parallèle de ces recherches. En 1991, W. A. Ducker *et al.* [DSP91] détournent l'AFM de sa fonction de microscope pour en faire un capteur de forces. L'évolution des capacités de l'AFM est décrite dans un panorama de F. J. Giessibl [Gie03].

Le corps d'épreuve de l'AFM est une poutre (cantilever) dont la mesure de la déformation est généralement obtenue par un laser qui se réfléchit sur celle-ci (Fig.2.17). La déflexion de cette poutre entraîne une variation de la position du point d'impact du laser sur une photodiode quatre quadrants. Les signaux recueillis sont proportionnels à la déflexion du cantilever et sont une mesure indirecte de celle-ci. Cette tension est ensuite traduite en force à partir de la connaissance de la raideur du cantilever. Cette dernière est essentielle à la mesure de force et s'obtient lors de la calibration du capteur

décrite en annexe B. L'AFM peut aussi être utilisé pour observer la topographie d'un matériau en scannant sa surface avec une pointe fixée à l'extrémité du cantilever. La raideur n'a dans ce cas pas besoin d'être déterminée avec autant de précision que pour la mesure de force. Un second type d'AFM mesure les déformations de la poutre par un principe piezorésistif plutôt qu'avec un laser. Le corps d'épreuve du capteur est inchangé mais intègre des jauges de déformation. Ce moyen de mesure est couramment utilisé avec d'autres corps d'épreuve (doigts de microrobot, indenteur...).

La pointe du cantilever peut aussi être remplacée par une sphère. Ce dispositif est utilisé pour l'étude des forces d'adhésion au contact en effectuant un cycle d'approche/retrait du substrat (Fig. 2.18). Lors de la phase d'approche, les forces à distance sont observables à partir du saut au contact (pull-in) qu'elles provoquent. Cette propriété est rendue possible par la faible raideur du cantilever (typiquement, de $10\ \mathrm{mN/m}$ à plusieurs dizaines de $\mathrm{N/m}$). La force nécessaire à rompre le contact (force de pull-off) est ensuite mesurée lors de la phase de retrait.

L'AFM n'est pas développé à l'origine pour faire des mesures de forces. Son corps d'épreuve très simple induit des mouvements parasites (rotation). Ces mouvements sont compensés dans les autres capteurs qui utilisent des mécanismes flexibles à parallélogrammes déformables [9]. L'AFM est cependant le capteur de force le plus utilisé à l'échelle micrométrique. Sa résolution et sa plage de mesure en font un capteur parfaitement adapté à cette échelle.

3.2.2 Tuning fork

Les tuning forks (Fig. 2.19) sont des diapasons en quartz utilisés massivement dans l'industrie horlogère. Récemment, ils ont été utilisés comme des capteurs d'effort à l'échelle nanométrique, principalement pour l'imagerie et la manipulation sous microscopie à sonde locale [KG95, Gie00, CGARB09, AM11].

Deux méthodes sont utilisées pour mesurer la force exercée sur la pointe d'un tuning fork. Celles-ci sont issues des méthodes dynamiques de mesure de force par AFM : la modulation en amplitude et la modulation en fréquence. Pour la première, le tuning fork oscille à sa fréquence de résonance. La force est alors calculée grâce à la mesure du changement d'amplitude des oscillations. Pour la deuxième, un contrôleur de phase (PLL) et d'amplitude est utilisé pour trouver le changement de fréquence de résonance. De cette façon, le gradient de force peut être obtenu [Gie97, SJ04]. La sélection d'une des deux méthodes dépend principalement du temps de réponse du diapason. A l'échelle microscopique, le facteur de qualité d'un tuning fork est trop élevé ($10^3 - 10^4$) pour que le capteur puisse être utilisé en modulation d'amplitude. Les temps de réponse des tuning fork sont donc meilleurs en modulation en fréquence à cette échelle [AGHR09].

Le tuning fork peut aussi être utilisé comme capteur et actionneur à l'échelle micrométrique. N. Venant *et al.* associent ce capteur à une pointe d'AFM pour manipuler un micro-objet et contrôler en temps réel la force exercée sur ce dernier [VNM+10].

9. Les Surface Forces Apparatus (SFA), couramment utilisés pour mesurer les forces d'adhésion entre des cylindres de rayons millimétriques, utilisent par exemple une structure à parallélogrammes déformables [IA78].

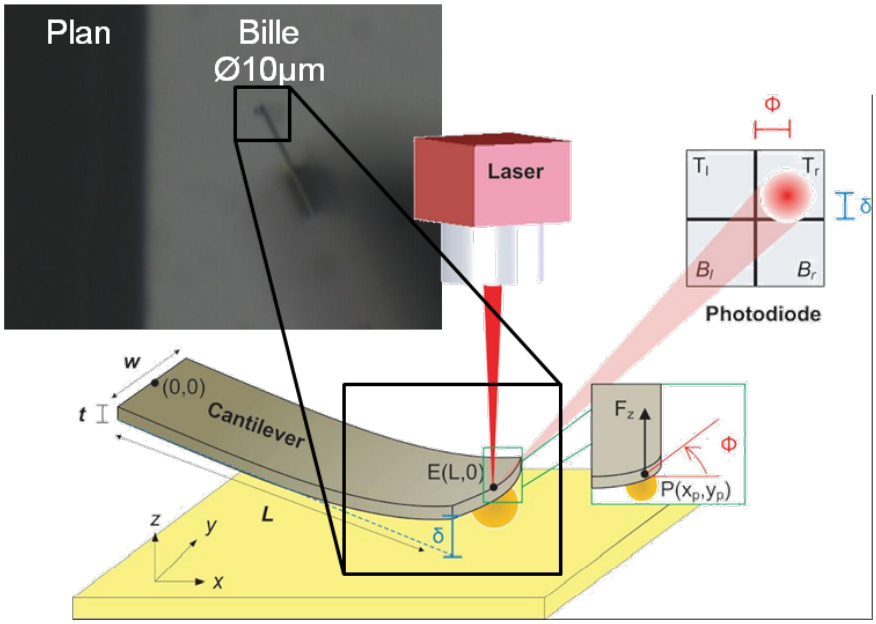


FIGURE 2.17 – Principe de fonctionnement d'un AFM. La déflexion de la poutre modifie le point d'impact du laser sur la photodiode. Ce capteur reflète alors la position de la poutre et, par la connaissance de la raideur de cette dernière, la force appliquée. Le problème de collage du micro-objet sur la poutre est traité au chapitre 4. Figure issue de [Bol10].

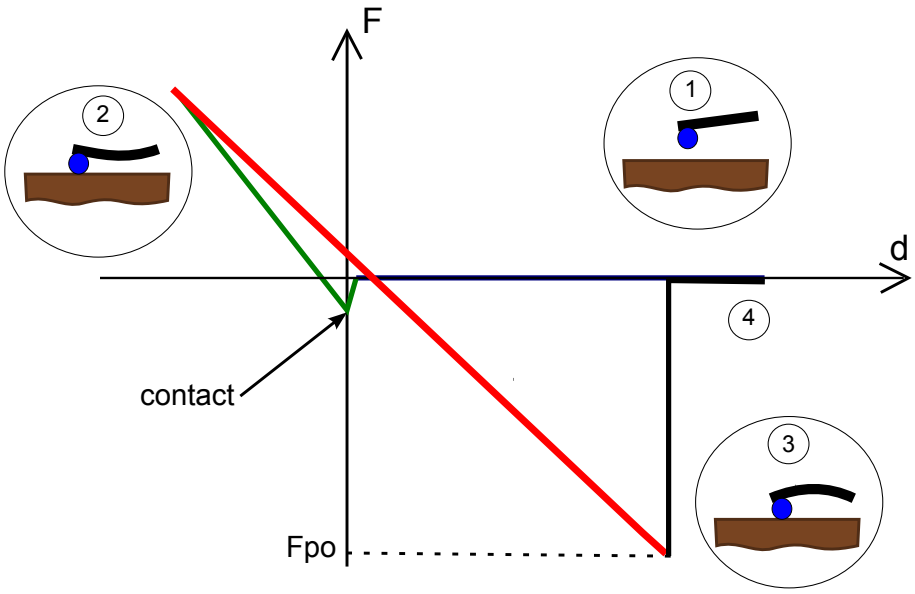


FIGURE 2.18 – Cycle de mesure de force en fonction de la distance entre le micro-objet fixé sur l'AFM et un plan. La zone 1 (en bleu) est la phase d'approche, le substrat et le micro-objet ne sont pas encore en contact. La charge débute après le pull-in en zone 2 (en vert) puis la décharge se termine par la rupture du contact (zone 3 en rouge). Le pull-off n'intervient pas à force nulle à cause des forces d'adhésion. Enfin, le micro-objet est éloigné du substrat avant la mesure suivante (zone 4 en noir).

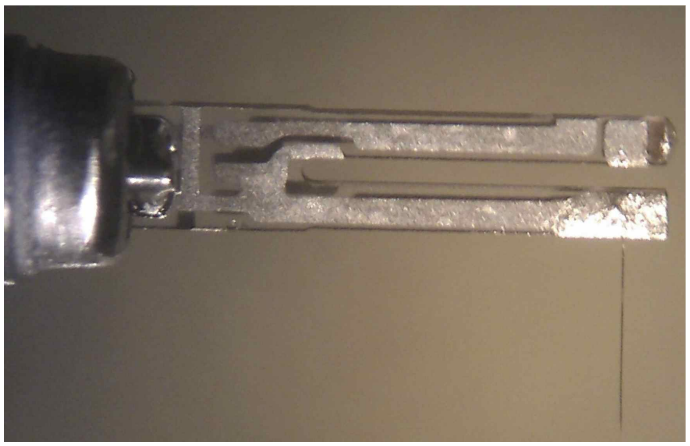


FIGURE 2.19 – Photographie d'un tuning fork avec pointe. Comme avec l'AFM, la pointe est utilisée comme objet de taille nanoscopique pour scanner un objet à étudier ou le manipuler.

3.2.3 Capteur de force à lévitation magnétique

Le principe du capteur à lévitation magnétique est basé sur la détection du déplacement d'un corps d'épreuve soumis à une force de rappel imposée de manière originale [BAP03, APO+11]. En effet, le corps d'épreuve de ce capteur est une tige maintenue en lévitation grâce à deux aimants qui induisent une force de rappel lorsque la tige s'écarte de sa position d'équilibre stable (Fig. 2.20 et 2.21). L'identification du système indique qu'il est équivalent à un ressort amorti de très faible raideur (de 10 à $30\ \mathrm{mN/m}$ soit la limite basse des poutres utilisées par les AFM). Le capteur optique [10] utilisé pour mesurer la position de la tige a une grande résolution ($12\ \mathrm{nm}$) et une zone de travail étendue ($300\ \mu\mathrm{m}$). Le capteur de forces à lévitation magnétique peut en théorie mesurer des forces allant jusqu'à $6\ \mu\mathrm{N}$ avec des résolutions de $0{,}24\ \mathrm{nN}$. De telles performances ne peuvent en pratique pas être atteintes à cause des perturbations dues à l'environnement (principalement les vibrations).

Dans le cas de mesures de forces à distance, la tige est isolée du support du capteur et ne subit donc aucune vibration. Le saut au contact (pull-in) peut donc être observé sans perturbation. Pour les mesures de forces de pull-off, un objet est placé sur la tige et le second lui fait face et est déplacé à l'aide d'une table de micropositionnement. Ce dernier est déplacé vers la tige jusqu'au contact puis éloigné. La force de pull-off est alors calculée à partir de la position de la tige à l'instant où les objets se séparent.

Pour ce type de mesures, la tige est reliée mécaniquement au support du capteur. Le capteur peut donc être perturbé par les vibrations dues à la table de micropositionnement et à l'environnement extérieur. Or, le corps d'épreuve du capteur est constitué de la tige à laquelle sont fixés deux aimants. Il a donc une masse importante par rapport à celle de l'objet étudié et son mouvement n'est amorti que par les frottements avec l'air. Son inertie n'est par conséquent pas négligeable et peut fortement perturber la mesure en présence de vibrations. Les performances du capteur de force à lévitation magné-

10. Stil microforces. Online http://www.stilsa.com/catalog2/pdf/STILSA_Initial_CCS_CHR.pdf

tique sont donc diminuées dans le cas de mesures au contact telles que les mesures de forces de pull-off.

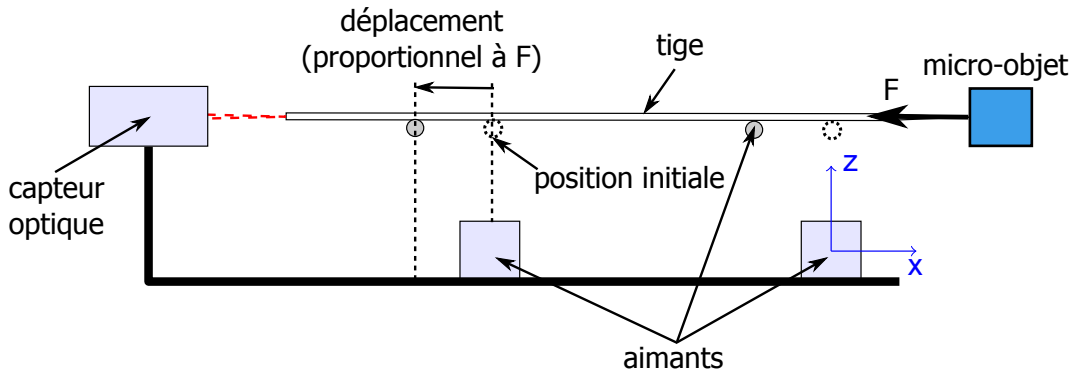


FIGURE 2.20 – Principe de fonctionnement du capteur à lévitation magnétique. Les aimants créent un point de stabilité pour la tige (pointillés). En s'en éloignant, cette dernière subit une force de rappel de très faible raideur.

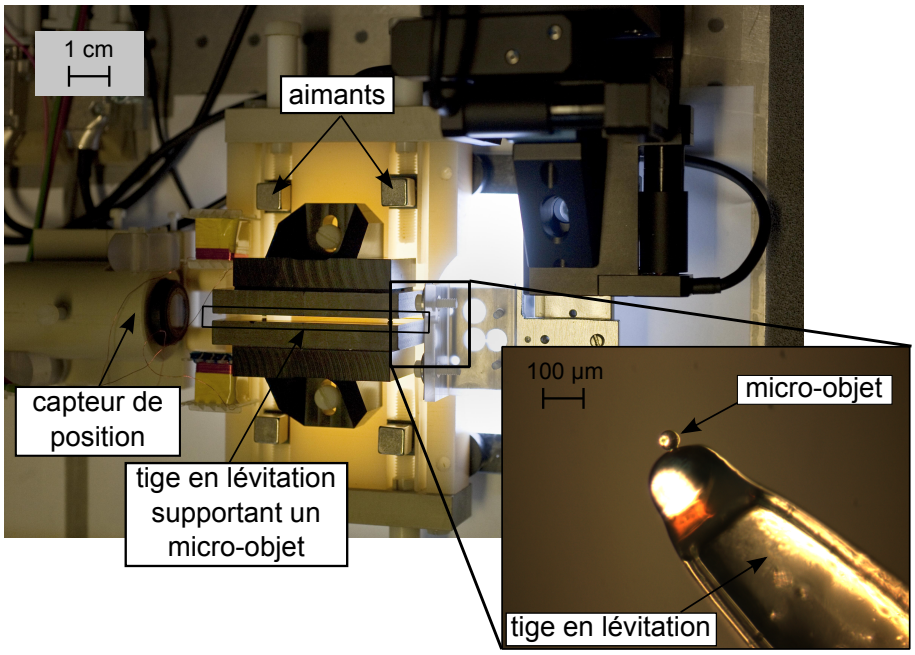


FIGURE 2.21 – Capteur à lévitation magnétique développé à l'institut FEMTO-ST.

4 Conclusion

Les modèles d'adhésion fiables sont nécessaires pour améliorer les tâches de micro-manipulation. Les modèles présentés et développés dans ce chapitres 2 ont été validés aux échelles nano- ou macroscopiques mais rarement à l'échelle microscopique où les modèles nécessitent encore d'être complétés.

D'une part, les modèles de JKR, DMT et Maugis sont couramment utilisés pour calculer les forces de pull-off à l'échelle macroscopique à l'aide de méthodes énergétiques globales. Leur efficacité est bien établie à cette échelle mais, à l'échelle microscopique, ces modèles sont mal corrélés aux expériences. Ils présentent l'avantage de prendre en compte l'impact des déformations sur la force de pull-off mais sont difficiles à adapter à des géométries complexes.

D'autre part, les modèles atomiques basés sur la théorie d'Hamaker (pour le calcul des forces de van der Waals) ou les modèles électrostatiques peuvent être étendus de l'échelle nanoscopique vers l'échelle microscopique. Les forces de van der Waals liant deux micro-objets peuvent par exemple être aisément calculées quelque soit la géométrie des objets considérés. Cependant, bien qu'elles aient démontré leur efficacité à l'échelle nanoscopique, ces théories sous-estiment les forces de pull-off à l'échelle microscopique.

Les mesures de forces de pull-off de la littérature ne convergent pas vers un résultat consistant. La diversité des mesures est en grande partie due au nombre important de paramètres qui influencent les forces d'adhésion. Ceci traduit une réelle difficulté à percevoir les phénomènes du micromonde et à appréhender le comportement des micro-objets. De nouveaux modèles sont donc nécessaires pour comprendre le comportement des objets à l'échelle micrométrique. Ils devront pouvoir tirer partie aussi bien des avantages des modèles macrométriques que de la flexibilité des modèles nanométriques.

CHAPITRE 3

MODÉLISATION DU MICROMONDE PAR COUPLAGES D'EFFETS MULTI-ÉCHELLE

Le chapitre précédent met en évidence l'inadéquation des modèles de forces utilisés aux échelles nano- et macroscopiques à l'échelle microscopique. Celui-ci porte sur le développement d'une nouvelle classe de modèle, en adéquation avec le comportement observé des micro-objets. Après une réflexion sur les modèles existants, un nouveau modèle est proposé dans la première partie de ce chapitre. Ce dernier tire partie aussi bien des avantages des modèles macrométriques que de la flexibilité des modèles nanométriques en couplant les déformations au contact des micro-objets et les forces élémentaires. Les forces de van der Waals et capillaires sont d'abord traitées avec un formalisme général dans la deuxième partie du chapitre puis les calculs sont développés dans le cas d'un contact sphère/plan afin d'illustrer la méthode proposée. Cet exemple est exploité pour mettre en évidence l'influence du couplage de la force et des déformations. Il fait ainsi apparaître des effets d'échelle qui dissocient le comportement des objets micro- et nanométriques.

1 Nouvelle méthode de modélisation de l'adhésion

1.1 Principe de l'approche proposée

1.1.1 Critique des méthodes actuelles

Après avoir explicité les différents phénomènes dans le chapitre 2, ce chapitre s'attache à leur modélisation. Les modèles analytiques ont des expressions simples mais sont peu adaptés aux géométries les plus complexes. Seuls les modèles numériques pourront, par exemple, prendre en compte les caractéristiques des géométries réelles.

Les théories classiques de la physique lient aussi bien des champs scalaires (pression, température...) que des champs vectoriels (vecteur de champ magnétique, vitesse d'un fluide...) ou matriciels (tenseur de contrainte, de déformations...). Ces

champs sont régis par des équations de propagation qui ne peuvent être résolues analytiquement que dans des cas particuliers. Or, les modèles numériques les plus répandus, les modèles par éléments finis, sont fondés sur des équations élémentaires de propagation de champ [1]. Ils sont donc particulièrement bien adaptés pour traiter les problèmes physiques trop complexes pour être résolus analytiquement.

Cependant, certaines interactions prédominantes dans le micromonde se prêtent mal à la résolution par éléments finis. Les forces de van der Waals illustrent bien cette problématique. Une manière de les intégrer dans un modèle par éléments finis, consiste, par exemple, à identifier un phénomène physique analogue, pour en déduire le champ à considérer. Ces forces correspondent, de par leur nature, à des interactions entre dipôles (voir chapitre 1, page 8). Or, un dipôle de moment dipolaire $\overrightarrow{d}$ est à l'origine d'un champs électrique $\overrightarrow{E}$ proportionnel à $1/r^3$ donc un dipôle placé dans un champ électrique possède une énergie potentielle :

$$E_{d/d} = -\overrightarrow{d}.\overrightarrow{E} \sim \frac{1}{r^3}. \tag{3.1}$$

L'énergie potentielle des forces de van der Waals est proportionnelle à $1/r^6$. L'analogie avec le modèle de champ des dipôles électrique n'est donc pas possible. L'hypothèse de rigidité des dipôles [2] émise pour obtenir l'équation (3.1) est la cause de la différence entre les modèles de van der Waals et dipôle/dipôle. En effet, les dipôles à l'origine des forces de van der Waals sont des dipôles instantanés ; leur direction n'est donc pas fixe et dépend des champs extérieurs. Ils ne peuvent pas, par conséquent, être considérés comme rigides.

Les forces de van der Waals ne peuvent pas non plus être associées au champ généré par un quadrupôle. Il n'existe pas, à notre connaissance, de phénomène physique analogue qui conduirait à un champ de van der Waals. Les modèles par éléments finis autorisent en revanche de travailler avec tout type de champ défini par l'utilisateur. Il est donc possible de générer un champ dépendant de $1/r^6$ pour modéliser les forces de van der Waals.

Cependant, nous verrons dans la suite de ce chapitre que les forces de van der Waals dépendent des déformations au contact qu'elles génèrent elles-mêmes. Leur valeur est donc amenée à évoluer au cours de la résolution du problème contrairement aux champs électrostatiques, généralement induits par des sources fixes. La prise en compte des forces de van der Waals dans un modèle éléments finis est par conséquent plus complexe que pour les forces considérées habituellement. Le calcul d'une solution s'en trouve alors complexifié et la convergence du problème n'est donc pas assurée, surtout dans le cas de géométries complexes. Avant d'envisager d'utiliser un tel outil, il convient d'évaluer l'ordre de grandeur des forces à l'aide de modèles analytiques plus simples à mettre en œuvre.

1. Les équations élémentaires de propagation de champ sont résolues dans le cas général d'une maille, en fonction des conditions aux limites. Le résultat est ensuite appliqué à chaque maille du problème puis propagé dans tout le maillage.

2. Un dipôle est dit rigide si son moment dipolaire ne dépend pas du champ électrique extérieur.

1.1.2 De la possibilité de modéliser l'adhésion dans le micromonde

La modélisation des forces d'adhésion à l'échelle microscopique est complexe car elles sont influencées par un grand nombre de paramètres (nature des matériaux, humidité ambiante, rugosité...). De plus, les différents phénomènes peuvent être couplés et ne sont donc pas tous observables indépendamment. La validation expérimentale des modèles nécessite donc de nombreux tests dans des environnements contrôlés afin de découpler le plus grand nombre de paramètres possibles. En outre, même dans le cas où les modèles physiques sont parfaitement connus et facilement modélisables, les conditions aux limites ne sont pas toujours connues et sont difficilement quantifiables. Cette difficulté est par exemple rencontrée lors de la modélisation des forces électrostatiques.

Les difficultés rencontrées pour modéliser les forces d'adhésion ont amené de nombreux scientifiques à proposer des stratégies de micromanipulation pour lesquelles ces efforts sont systématiquement négligeables. Ainsi la conception et l'optimisation de ces stratégies ne nécessitent pas de modèles de forces d'adhésion. Il est possible d'envisager, par exemple, des méthodes de manipulation sans contact mais ces dernières produisent des efforts trop limités et ne sont donc pas adaptées pour le micro-assemblage (voir chap. 1). Une autre solution consiste à travailler en milieu liquide où les forces d'adhésion sont plus faibles [Gau11]. En effet, dans de telles conditions, aucun effet capillaire n'intervient au contact et l'environnement est parfaitement contrôlé sans nécessiter d'enceinte climatique. Cependant, la manipulation en milieu liquide pose d'autres problèmes tels que la conception de robots immergeables et l'intégration de capteurs. De plus, l'immersion des micro-objets n'est pas toujours envisageable. La manipulation en milieu ambiant demeure pertinente et impose une connaissance des forces d'adhésion.

Ainsi la manipulation d'objets, avec contact, dans un milieu ambiant semble être une solution prometteuse de micromanipulation. La compréhension des forces de contact est un challenge essentiel pour la conception, la modélisation et l'analyse de ces stratégies de micromanipulation. L'ordre de grandeur de ces forces doit être évalué pour prédire le comportement des objets au cours des tâches de micromanipulation. Pour cela, les phénomènes influençant les forces d'adhésion ainsi que leurs rôles relatifs doivent être identifiés. Une solution peut ainsi être envisagée pour maîtriser les phénomènes qui ne semblent pas prévisibles et les modèles de force peuvent être partiellement validés en mesurant les phénomènes répétables. Un potentiel électrique commun peut par exemple être imposé aux micro-objets conducteurs afin de neutraliser les forces électrostatiques et de n'observer que les autres forces.

La modélisation des forces d'adhésion est rendue complexe par le nombre de paramètres influents. L'influence de chaque phénomène nécessite donc une étude préalable afin de déterminer lesquelles sont réellement prédominants et dans quelles conditions. Mes travaux proposent donc tout d'abord de comprendre ces phénomènes pour ensuite construire une base physique initiale sur laquelle de futurs travaux s'appuieront pour simuler les forces d'adhésion.

1.2 Principe de l'algorithme proposé

Les modèles basés sur des théories énergétiques globales ont l'avantage de prendre en compte l'impact des déformations sur la force de pull-off mais sont cependant difficiles à adapter à des géométries complexes. Les modèles utilisant des forces élémentaires sont plus flexibles mais ne tiennent pas compte des déformations. Pour exploiter ces méthodes à l'échelle microscopique, nous proposons de prendre en compte les déformations dans un modèle basé sur le calcul des forces élémentaires. Dans ce chapitre, l'influence des déformations ainsi que celle de chaque force élémentaire sont étudiées indépendamment. Les effets prépondérants peuvent ainsi être identifiés. Ce type d'étude n'est possible qu'avec des méthodes analytiques car lors d'une étude expérimentale, les forces élémentaires ne peuvent pas être découplées.

Les forces élémentaires appliquées entre deux objets dépendent de leur géométrie et de la distance entre ceux-ci. Certaines, comme les forces de van der Waals décroissent très rapidement avec la distance. Dans ce cas, seules les molécules proches l'une de l'autre engendrent une force sensible ; elles sont donc particulièrement influencées par la géométrie de la zone de contact. Les forces élémentaires semblent modifier suffisamment la zone de contact pour amplifier sensiblement la force d'interaction. Notre modèle est construit sur ce principe d'interdépendance entre la force d'interaction et la zone de contact.

Le couplage entre la force d'adhésion et les déformations peut être modélisé par un algorithme qui exploite séquentiellement deux modèles (Fig. 3.1). Le premier calcule la force d'adhésion en fonction de la géométrie du problème. Les déformations sont alors estimées à partir du second modèle en fonction de la force exercée sur l'objet. Le couplage des deux modèles donne alors lieu à un modèle itératif dont la solution représente un équilibre entre deux phénomènes. D'un côté, les forces d'adhésion déforment localement les deux objets alors que de l'autre leur élasticité tend à les ramener vers une position où ils ne sont pas déformés.

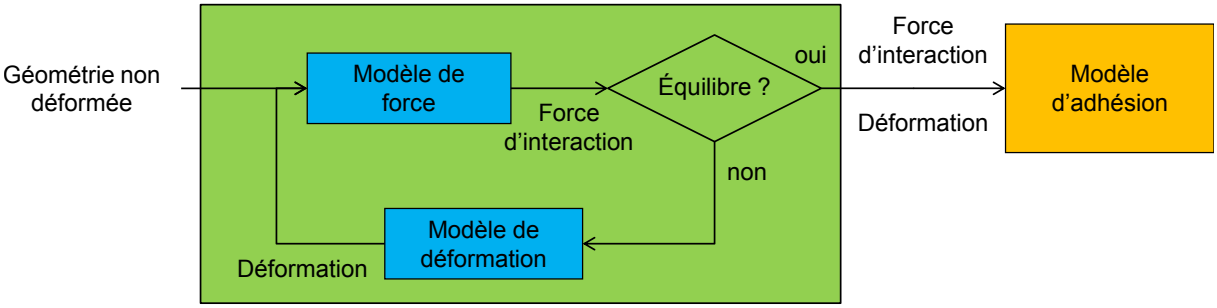


FIGURE 3.1 – Algorithme proposé pour le calcul des forces d'adhésion entre deux objets. Cet algorithme présente l'avantage de prendre en compte les déformations et d'assurer la propriété fondamentale de flexibilité des modèles de forces élémentaires.

1.3 Application à deux volumes quelconques

Le modèle exposé précédemment peut s'appliquer à des objets de géométrie quelconque subissant des forces d'adhésion d'origines diverses. L'évolution de l'algorithme

peut être appréhendée en s'appuyant simplement sur des hypothèses générales concernant les forces et les déformations. Afin d'illustrer le fonctionnement de l'algorithme, le $n^{\text{ième}}$ pas de calcul est considéré : la force d'interaction F_n est calculée à partir de la géométrie G_n (voir éq. (3.2)).

Les forces d'adhésion sont fortement dépendantes de la géométrie de la zone de contact. Dans la suite, nous montrerons que celles-ci sont proportionnelles à la surface de contact : $F_n \propto S_n$. Si la force F_n est supérieure à la force précédente F_{n-1}, la surface de contact S_{n+1} croît. Par conséquent, la force produite au pas suivant de l'algorithme augmente ($F_{n+1} > F_n$). La force et la déformation vont donc croître à chaque pas de l'algorithme.

$$\cdots S_n \Longrightarrow F_n > F_{n-1} \overset{deformation}{\longrightarrow} S_{n+1} > S_n \Longrightarrow F_{n+1} > F_n \cdots \tag{3.2}$$

Ce raisonnement est limité à la description d'un seul pas de calcul (voir annexe C) mais peut être étendu pour déterminer la force d'adhésion F_∞ dans un cas moins général. De plus, un raisonnement similaire peut être mené pour les forces dépendantes du périmètre de la surface de contact telles que les forces capillaires. Le principe décrit précédemment est donc le fondement d'une classe de modèles applicables à de nombreuses géométries et des forces d'adhésion de plusieurs origines. Dans la suite de ce document, cette méthode est illustrée en développant les calculs pour le cas sphère/plan.

2 Couplage des forces et des déformations

Le principe générique de couplage des forces et des déformations peut être utilisé pour calculer ou simuler l'adhésion entre des objets de géométries quelconques. Pour les raisons énoncées précédemment, il est appliqué dans cette partie à un contact entre une sphère et un plan. Pour cette classe d'objets, les expressions analytiques peuvent être calculées. Dans le cas de géométries plus complexes (forme quelconque ou prise en compte de la rugosité), les calculs des forces et des déformations peuvent être faits numériquement (intégration numérique ou modèle éléments finis). À partir de ces résultats, les phénomènes prépondérants et ceux qui sont négligeables sont analysés pour simplifier le problème d'adhésion.

2.1 Application au cas sphère/plan

2.1.1 Équations fondamentales du couplage

Le modèle proposé précédemment repose sur deux sous-modèles dont le premier évalue la force d'adhésion en fonction de la géométrie. Dans un premier temps, cette force est considérée comme la somme de la force calculée sans déformation F_0 et d'un terme proportionnel à la surface de contact de rayon a_n :

$$F_n = F_0 + k_2 a_n^2. \tag{3.3}$$

Cette forme est en fait une formulation générale des forces de van der Waals et des forces capillaires entre une sphère et un plan (voir section 3 et 4 de ce chapitre). L'indice

n indique que la force est calculée au $n^{\text{ième}}$ cycle de l'algorithme du modèle. À l'étape $n = 0$, les objets ne sont pas encore déformés donc la surface de contact est nulle ($a_0 = 0$). La force F_0 est alors obtenue sur la base de la géométrie initiale sans tenir compte des déformations.

Le second sous-modèle prévoit la déformation des objets en fonction de la force appliquée. Le rayon de contact a_{n+1} est définit en fonction de la force d'adhésion F_n calculée à l'étape précédente. L'exemple du contact sphère/plan est choisi pour illustrer cette théorie ; le lien entre le rayon de contact et la force est donné par la théorie de Hertz éq. (2.32), page 35 :

$$a_{n+1}^3 = -\frac{1}{k_3} F_n \qquad \text{avec } k_3 = \frac{4E^*}{3R}. \tag{3.4}$$

Les équations (3.3) et (3.4) suffisent à l'étude de l'exemple du contact sphère/plan. Dans le cas général, les liens entre la force et la géométrie ne sont pas explicites mais peuvent cependant être déterminés numériquement à l'aide de modèles éléments finis. Ces équations sont donc utilisées pour illustrer le concept du modèle itératif mais peuvent être généralisées à d'autres géométries plus complexes ou par exemple à la rugosité.

2.1.2 Équilibre et convergence des équations de couplage

La force et la déformation de l'étape $n+1$ de l'algorithme de la section 1.2 de ce chapitre peuvent être exprimées en fonction de l'état précédent du système. La substitution de la force éq. (3.3) dans le modèle de déformation de Hertz éq. (3.4) fait apparaître une suite :

$$-k_3 a_{n+1}^3 = F_0 + k_2 a_n^2, \tag{3.5}$$

$$\iff \quad a_{n+1}^3 + K_2 a_n^2 + K_0 = 0, \qquad \text{où } K_2 = \frac{k_2}{k_3} \text{ et } K_0 = \frac{F_0}{k_3}. \tag{3.6}$$

Par convention, les forces d'adhésion F_n (et en particulier F_0) sont négatives. K_0 est ainsi négatif. De plus, le principe du modèle fait que la surface de contact va croître au fil des itérations. L'équation (3.3) impose donc que K_2 soit lui aussi négatif.

L'étude[3] de la fonction $f : x \mapsto x^3 + K_2 x^2 + K_0$ montre que la suite (3.6) converge vers son unique point fixe positif a tel que :

$$a^3 + K_2 a^2 + K_0 = 0. \tag{3.7}$$

La résolution de l'équation (3.7) donne le rayon de contact des deux objets à l'équilibre. La force d'adhésion est ensuite obtenue par l'équation (3.4). Le modèle proposé à la section 1.2 peut donc, dans le cas d'un contact sphère/plan, être réduit à la résolution d'une équation d'ordre 3. Ce type de problème peut être résolu très facilement avec des méthodes numériques. Cependant, l'influence des différents paramètres n'apparaîtrait plus explicitement. Des solutions analytiques existent (voir les méthodes de Bézout ou de Cardan) mais sont complexes et ne facilitent pas non plus l'analyse. Deux cas limites sont étudiés pour appréhender cet algorithme de couplage.

3. La fonction f est continue or $f(0) = K_0 < 0$ et $\lim_{x \to +\infty} f(x) = +\infty$ donc d'après le théorème des valeurs intermédiaires, f a au moins une racine réelle positive. De plus, f est décroissante et strictement négative entre 0 et $-\frac{2}{3}K_2$ puis strictement croissante donc elle possède une racine unique.

2.2 Résolution du problème dans deux cas limites

L'équation (3.7) ne possède pas de solution explicite simple dans le cas général. Il est cependant possible d'obtenir une solution dans deux cas asymptotiques appelés "cas microscopique" et "cas nanoscopique" par analogie avec leur application aux forces de van der Waals. Cette partie établit ces solutions asymptotiques $\tilde{a}$ ainsi que leur lien avec les forces d'adhésion $\tilde{F}$.

2.2.1 Cas "microscopique"

L'équation (3.7) peut être modifiée pour faire apparaître des variables adimensionnelles (en la normalisant par K_2) :

$$\left(\frac{a}{K_2}\right)^3 + \left(\frac{a}{K_2}\right)^2 + \frac{K_0}{{K_2}^3} = 0. \tag{3.8}$$

Une grandeur sans dimension, caractéristique du problème, apparaît :

$$\tau = \frac{{K_2}^3}{K_0} = \frac{{k_2}^3}{F_0 {k_3}^2}. \tag{3.9}$$

En fonction de son ordre de grandeur, une partie de l'équation normalisée (3.8) peut être négligée. Ainsi, si τ est grand devant 1, il est possible de montrer (annexe D) que la solution de l'équation (3.8) est triviale et qu'elle peut être estimée par :

$$\tilde{a}_m = -K_2 \quad \text{si } \tau \gg 1. \tag{3.10}$$

La force d'adhésion peut alors être simplifiée en :

$$\tilde{F}_m = k_2 {K_2}^2, \quad \text{de (3.4)} \tag{3.11}$$

$$= \frac{{k_2}^3}{{k_3}^2} = \tau F_0 \quad \text{si } \tau \gg 1. \tag{3.12}$$

La force $\tilde{F}_m$ est ainsi une combinaison du paramètre k_2 qui caractérise la force d'interaction (3.3) et du paramètre k_3 (3.4) qui dépend des caractéristiques géométriques et mécaniques.

2.2.2 Cas "nanoscopique"

De même, l'équation (3.7) peut être normalisée par K_0 :

$$\left(\frac{a}{\sqrt[3]{K_0}}\right)^3 + \underbrace{\frac{K_2}{\sqrt[3]{K_0}}}_{\tau^{1/3}} \left(\frac{a}{\sqrt[3]{K_0}}\right)^2 + 1 = 0. \tag{3.13}$$

Il apparaît cette fois que si τ est petit devant 1, la solution de l'équation (3.7) est :

$$\tilde{a}_n = -{K_0}^{1/3} \quad \text{si } \tau \ll 1. \tag{3.14}$$

La force peut alors s'écrire (voir calculs en annexe D) :

$$\tilde{F}_n = F_0 \quad \text{si } \tau \ll 1. \tag{3.15}$$

Dans ces conditions, la force $\tilde{F}_n$ est identique à celle établie sur un objet supposé rigide F_0.

2.2.3 Influence des déformations

Les deux forces asymptotiques représentent les parts de la force d'adhésion dues aux parties déformées et non déformées des objets. Si aucun des deux termes de la force issue du modèle itératif n'est a priori prédominant, la force d'adhésion peut être approximée par la somme des deux valeurs asymptotiques :

$$F_{defo} = \tilde{F}_n + \tilde{F}_m = F_0 + k_2 {K_2}^2. \tag{3.16}$$

La force issue du modèle rigide s'écrit $F_R = F_0$. L'écart relatif entre les deux forces est donc :

$$\begin{aligned} \Delta F &= \left| \frac{F_{defo} - F_R}{F_R} \right|, & (3.17)\\ &= \left| \frac{k_2 {K_2}^2}{F_0} \right|, & (3.18)\\ &= \tau. & (3.19) \end{aligned}$$

Cet accroissement τ représente donc l'accroissement de la force due à la déformation et est négligeable quand $\tau \ll 1$. Cette estimation de l'influence des déformations montre que celles-ci sont sensibles lorsque τ est proche ou supérieur à 1.

Le modèle itératif de couplage des forces d'adhésion et des déformations peut donc s'écrire de façon analytique lorsque τ n'est pas proche de 1. En dehors de cette zone, l'effet des déformations sur la force d'adhésion est soit prépondérant ($\tau \gg 1$) soit négligeable ($\tau \ll 1$). Dans la zone où aucune des deux composantes de la force n'est dominante, le modèle reste valable mais nécessite de résoudre l'équation (3.7) numériquement. L'écart entre les formulations asymptotiques et la solution exacte issue de la résolution numérique doit être évalué.

2.3 Analyse de l'erreur

L'objectif de cette partie est d'étudier l'écart entre la force estimée $\tilde{F}$ et la force F calculée directement à partir du modèle itératif, sans simplification. L'erreur relative faite en approximant le modèle par ses asymptotes peut être évaluée par :

$$Q_F = \left| \frac{\Delta F}{F} \right| \simeq \left| \frac{F - \tilde{F}}{\tilde{F}} \right|. \tag{3.20}$$

Cette erreur détermine la limite de validité des forces $\tilde{F}$ en fonction des besoins de l'utilisateur. Une erreur de 100% donne par exemple l'ordre de grandeur de la force et peut être suffisante pour un dimensionnement alors qu'une erreur inférieure à 10% est plus adaptée pour une corrélation avec des données expérimentales.

L'expression de la force F n'est pas connue mais l'erreur peut tout de même être évaluée (calculs en annexe E). On peut ainsi montrer que l'erreur relative Q_F vérifie :

$$\begin{aligned} Q_F &= \frac{1}{\tau} \qquad \text{si } \tau \gg 1, & (3.21)\\ Q_F &= \tau^{1/3} \qquad \text{si } \tau \ll 1. & (3.22) \end{aligned}$$

Ces équations illustrent une dissymétrie sur les domaines de validités des approximations asymptotiques. Ainsi, si l'on considère que la formulation asymptotique est valide pour une erreur relative $Q_F < 10\%$, ceci se traduit par :

- dans le cas microscopique $\tau > 1/Q_F = 10$,
- dans le cas nanoscopique $\tau < Q_F^3 = 10^{-3}$.

À partir du point central $\tau = 1$, il suffit d'augmenter ce paramètre d'une décade $\tau = 10$ sur une échelle logarithmique pour atteindre la zone de validité de la formulation de $\tilde{F}_m$ avec $Q_F < 10\%$. Dans la cas nanoscopique, il est nécessaire, en revanche, de diminuer de trois décades ($\tau = 10^{-3}$) le paramètre τ pour atteindre la zone de validité de la formulation de $\tilde{F}_n$.

Nous verrons par la suite que le domaine de validité de la formulation asymptotique microscopique est en effet plus facilement atteinte que la formulation asymptotique nanoscopique.

2.4 Lien entre force d'adhésion et force de pull-off

L'étude précédente concerne les forces d'adhésion et peut être étendue afin de calculer les forces de pull-off. Un raisonnement similaire doit pour cela être mené en tenant compte des forces extérieures P exercées sur la sphère. L'équation donnant la force à la $n^{\text{ième}}$ itération de l'algorithme (3.3) s'écrit alors :

$$F_n = \underbrace{F_0 + k_2 a_n^2}_{F_{int}} + \underbrace{P}_{F_{ext}}. \tag{3.23}$$

De la même manière qu'à la section 2.1.1, cette force est liée au rayon de contact par les équations de Hertz (éq. (2.32), page 35). Une équation similaire à l'équation (3.7) donnant le rayon de contact a est ensuite obtenue par convergence de l'algorithme :

$$a^3 + K_2 a^2 + K_0 = -P/k_3. \tag{3.24}$$

Lorsqu'une force P est exercée pour séparer deux objets en contact, le rayon de contact a diminue à mesure que la force augmente puis, pour $P = F_{po}$, le système est en équilibre instable et le contact se rompt ; le rayon de contact et la force tendent alors vers zéro. La force de pull-off est donc atteinte pour un extremum de la courbe représentant la force P en fonction du rayon de contact a :

$$\frac{\partial P}{\partial a} = 0. \tag{3.25}$$

Le rayon de contact a_{po} des deux objets au point d'équilibre instable précédant la rupture de contact peut être obtenu par cette définition associée à l'équation (3.24) :

$$\frac{\partial P}{\partial a} = 0 \iff -k_3\left(3a_{po}^2 + 2K_2 a_{po}\right) = 0, \tag{3.26}$$

$$\iff a_{po} = -\frac{2}{3}K_2. \tag{3.27}$$

En exploitant l'équation (3.24), la force de pull-off est obtenue :

$$F_{po} = -k_3\left(a_{po}^3 + K_2 a_{po}^2 + K_0\right), \tag{3.28}$$

$$= -k_3 K_0 - \frac{4}{27} k_3 K_2^3, \tag{3.29}$$

$$= -F_0 - \frac{4}{27}\tilde{F}_m \qquad \text{de (3.6) et (3.12).} \tag{3.30}$$

L'expression de la force de pull-off est donc directement liée à celle de la force d'adhésion. Elle est composée, comme pour la force d'adhésion, d'un terme F_0 dû à l'adhésion entre les solides rigides et d'un terme $\tilde{F}_m$ dû aux déformations. Les déformations ont donc une influence prépondérante sur la force de pull-off quand $\tau \gg 1$.

2.5 Conclusion de l'étude générale

La force de pull-off a un comportement similaire à celui des forces d'adhésion et peut être déduite de l'étude de ces dernières. L'étude de l'influence des déformations sur les forces à l'origine de l'adhésion est fortement liée à la valeur du paramètre τ, caractéristique du problème. Les parties suivantes montrent que ce paramètre est proportionnel au rayon de la sphère considérée. Il a donc une influence directe sur l'effet d'échelle.

Dans la suite de ce chapitre, le modèle itératif est appliqué aux cas des forces de van der Waals et des forces capillaires. Ces deux études sont menées indépendamment afin de déterminer l'influence des déformations sur chacune de ces forces. Les modèles généraux intégrant plusieurs types de forces pourront donc être simplifiés en fonction des résultats de ces études.

3 Application au couplage entre les forces de van der Waals et les déformations

La théorie générale développée précédemment est maintenant appliquée au cas des forces de van der Waals. Cette dernière est déterminée pour des objets déformés afin de vérifier les hypothèses de la partie 2.1.1. Puis, la signification physique de la valeur caractéristique τ du problème est explicitée. Elle fait apparaître un effet d'échelle. L'influence des déformations sur ces forces peut être étudiée.

3.1 Hypothèses géométriques supplémentaires

À ce stade de l'étude, seule une partie du modèle itératif de la section 1.2 est déterminée. Le lien entre la force exercée sur la microsphère et ses déformations est établi à partir des équations de Hertz (2.32) exposées page 35. Cependant, pour que le modèle soit complet, les forces de van der Waals doivent être calculées en fonction du profil de la sphère déformée. Le modèle présenté dans cette partie cherche à évaluer l'influence des déformations sur les forces de van der Waals. Ce travail s'appuie sur les tendances du modèle qui peuvent être mises en avant à partir d'un modèle simplifié des déformations.

Les forces de van der Waals s'affaiblissent rapidement quand la distance d'interaction augmente. Elles agissent donc principalement dans la zone de contact. Plus cette dernière est étendue, plus l'influence du reste de l'objet sur la force totale est négligeable. Si un objet a subi d'importantes déformations, les forces de van der Waals sont proches de celles calculées en considérant seulement les surfaces en contact. A contrario, si un objet n'est que faiblement déformé, les forces calculées uniquement à partir de la surface de contact sont négligeables devant celles calculées sur l'objet non déformé.

Dans le cadre de cette étude, l'objectif sous-tendu est la détermination des tendances du modèle sur l'exemple du contact entre une sphère et un plan. Cette géométrie est simplifiée en tenant compte de l'importance de la répartition des forces de van der Waals. La sphère déformée peut ainsi être vue comme une sphère tronquée de rayon R dont le chapeau aurait été retiré (Fig. 3.2). Cette hypothèse n'a pas de réalité physique et ne sous entend pas un comportement rigide parfaitement plastique des matériaux ; elle est utilisée uniquement pour le calcul des forces. La hauteur tronquée δ est égale à l'enfoncement de la sphère après déformation et peut être calculée avec les équations de Hertz (2.28). La surface plane de la sphère tronquée est à une distance r_0 du plan. L'intégration de l'énergie d'interaction (2.5) peut être calculée sur un domaine Ω_2 décrit par la figure 3.2. Le volume Ω_2 s'étend de $\xi = \delta$ à $2R$. En faisant l'hypothèse que les sphères ne sont pas de taille atomique ($R \gg r_0$) et que les déformations sont faibles devant le rayon R ($\delta \ll R$), une nouvelle expression des forces de van der Waals peut être calculée (détails en annexe F) :

$$F_{s'p}^{vdw} = -\frac{AR(r_0 + 2\delta)}{6r_0^3}, \tag{3.31}$$

$$= -\frac{A}{6r_0^2}R - \frac{A}{3r_0^3}{a_n}^2. \tag{3.32}$$

Le premier terme de cette équation est identique à l'équation (2.9) qui exprime la force entre une sphère de rayon R non déformée et un plan. Le second correspond à la force due à un cylindre de rayon a_n et est donc directement lié à la partie déformée de la sphère. La force totale peut donc être vue comme la somme d'un terme dû à la géométrie non déformée et d'un terme dû aux déformations.

3.2 Effet d'échelle et forces de van der Waals

3.2.1 Calcul des constantes du problème

La force d'adhésion (3.32) calculée précédemment s'écrit sous la forme générale $F = F_0 + k_2{a_n}^2$ proposée dans l'équation (3.3) de la section 2.1.1. Les résultats obtenus dans le cas général peuvent donc être utilisés pour calculer les constantes du problème (3.6) :

$$K_0 = -\frac{AR^2}{8r_0^2E^*}, \tag{3.33}$$

$$K_2 = -\frac{AR}{4r_0^3E^*}. \tag{3.34}$$

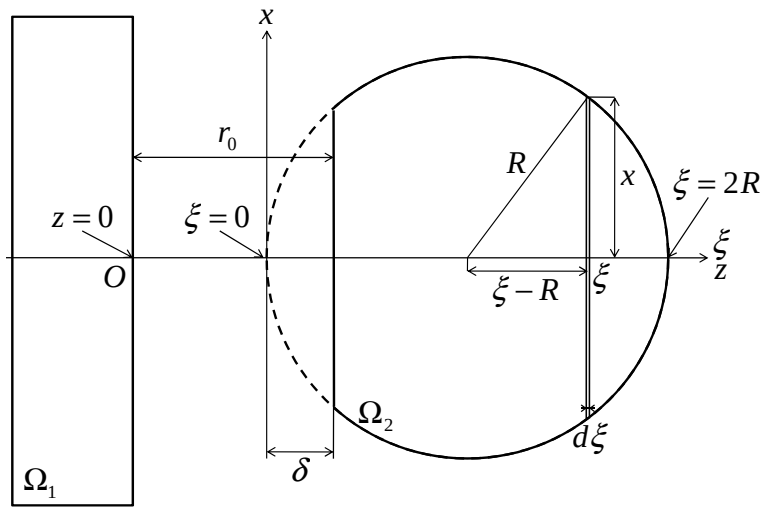


FIGURE 3.2 – Intégration des forces de van der Waals entre une sphère tronquée et un plan infini.

D'après l'équation (3.9), la grandeur caractéristique du problème est égale à :

$$\tau^{vdw} = \frac{{K_2}^3}{K_0} = \frac{A^2 R}{8 r_0^7 E^{*2}}, \tag{3.35}$$

$$= \frac{R}{R_c^{vdw}}, \tag{3.36}$$

$$\text{avec} \quad R_c^{vdw} = \frac{8 r_0^7 E^{*2}}{A^2}. \tag{3.37}$$

À partir de ces expressions, l'étude générale menée à la section précédente peut maintenant être interprétée physiquement dans le cas des forces de van der Waals.

La convergence du modèle vers une des deux solutions mises en évidence à la section 2.2 dépend de l'ordre de grandeur de τ^{vdw}. Elle est donc directement liée au rapport entre le rayon R de la bille et le rayon critique R_c^{vdw}. Ce dernier ne dépend que des caractéristiques physiques des matériaux qui sont données, pour des objets en verre dans le tableau 3.1. Dans ce cas, le rayon critique vaut alors $R_c^{vdw} = 0{,}5$ µm. Les critères de convergence vers les modèles asymptotiques (τ^{vdw} grand ou petit devant 1) sont des critères liés à la taille des objets. Le couplage des forces de van der Waals et des déformations est donc soumis à un effet d'échelle qui implique que les micro-objets et les nano-objets ont des comportements physiques différents.

3.2.2 Force d'adhésion à l'échelle microscopique

D'une façon similaire à l'étude des valeurs caractéristiques du problème, les conclusions du modèle général peuvent être réinterprétées. Les figures 3.3a et 3.3b représentent le rayon de contact a (3.10) et les forces de van der Waals F (3.12) et montrent

TABLE 3.1 – Propriétés mécaniques du verre

Module de Young[a]	$E = 68$ GPa
Coefficient de Poisson[a]	$\nu = 0{,}19$
Module de Young modifié (éq. (2.33))	$E^* = 35{,}3$ GPa
Coefficient d'Hamaker	$A = 6{,}5 \times 10^{-20}$ J
Distance minimum entre atomes	$r_0 = 0{,}3$ nm

a. source : www.matweb.com pour SiO_2 96%

qu'à l'échelle microscopique (pour $\tau \gg 1$), ils tendent vers leur asymptote respectives :

$$\tilde{a}_m^{vdw} = \frac{AR}{4r_0^3 E^*}, \tag{3.38}$$

$$\tilde{F}_m^{vdw} = \frac{A^3 R^2}{48 r_0^9 E^{*2}}. \tag{3.39}$$

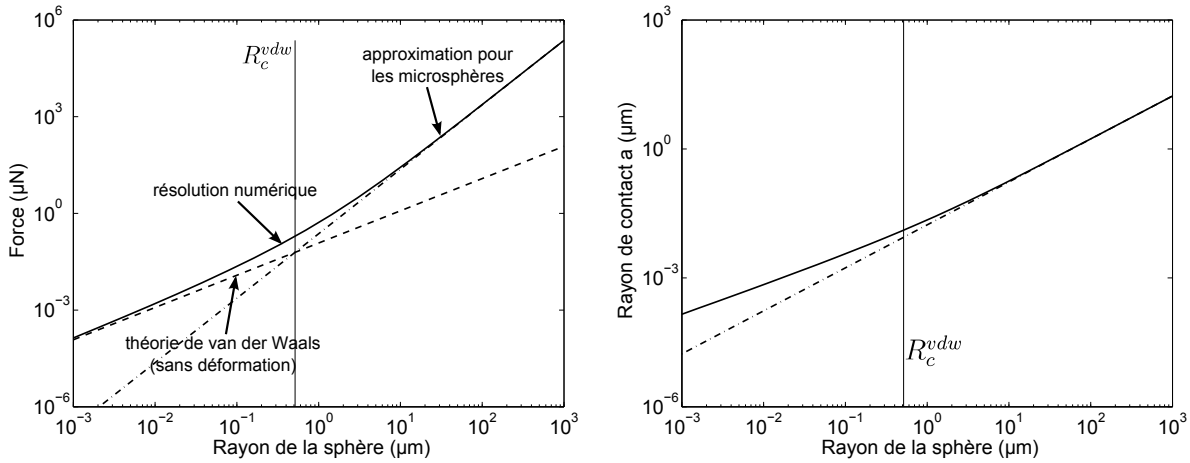
Leurs valeurs dépendent donc des caractéristiques physiques des matériaux et de la taille des micro-objets. Contrairement aux énergies de surface utilisées dans les théories de type JKR/DMT, celles-ci sont déterminées par des méthodes indépendantes de l'adhésion. Le coefficient d'Hamaker est par exemple obtenu par des méthodes optiques, en mesurant la réponse des matériaux à un large spectre de fréquence [Ber97]. La force d'adhésion est proportionnelle au rayon de la sphère dans les modèles classiques de la littérature présentés au chapitre 2 (JKR, DMT, van der Waals) alors que l'équation (3.39) prévoit une dépendance quadratique. Celle-ci est fortement liée aux hypothèses géométriques formulées dans la partie 3.1. L'utilisation d'un profil de déformation plus réaliste conduirait probablement à une dépendance en R^n avec n compris entre 1 et 2. Ce calcul peut être réalisé numériquement en utilisant par exemple le profil de déformations prévu par la théorie de Hertz.

La valeur de r_0 varie suivant les références bibliographiques mais est toujours comprise entre $0{,}1$ et $0{,}4$ nm. Ce paramètre intervient à la puissance 9 dans l'expression de la force d'adhésion. Cette plage de variation de r_0 peut donc engendrer de fortes différences pour le modèle de force. Les tendances de ce modèle peuvent néanmoins être utilisées dans un premier temps pour valider l'influence des déformations sur l'adhésion. Le paramètre r_0 est un paramètre du modèle à identifier à partir des observations expérimentales.

$\tau^{vdw} \gg 1$ est équivalent à $R \gg R_c^{vdw}$. Ce critère est lié à la taille des objets et sa validation ne dépend que de l'erreur admissible pour l'utilisateur. Dans le cas d'une bille de verre, le rayon critique est calculé au paragraphe précédent et vaut $R_c^{vdw} = 0{,}5$ µm. L'écart relatif Q_F entre la force approximée $\tilde{F}_m^{vdw}$ et la solution exacte F du modèle analytique est $Q_F = R_c^{vdw}/R$ (3.21). Or,

$$Q_F \leq k \Longleftrightarrow R \geq \frac{1}{k} R_c^{vdw}, \tag{3.40}$$

donc l'erreur commise Q_F en choisissant la formulation approximée est par exemple inférieure à $k = 10\%$ si les sphères utilisées ont un rayon supérieur à $R = R_c^{vdw}/0,10 = 5$ µm (Fig. 3.4). Les billes de verre de taille micrométrique vérifient donc le critère $R \gg R_c^{vdw}$.



(a) Comparaison des forces calculées avec la théorie classique de van der Waals et celle couplée à la déformation aux échelles nano- et microscopiques.

(b) Variations du rayon de contact a en fonction du rayon de la sphère R.

FIGURE 3.3 – Ligne en pointillés : théorie de van der Waals classique éq. (2.9). Ligne points et tirets : approximation pour les billes de taille microscopique éq. (3.39) et (3.38). Ligne pleine : la solution numérique du modèle couplant les forces de van der Waals et les déformations.

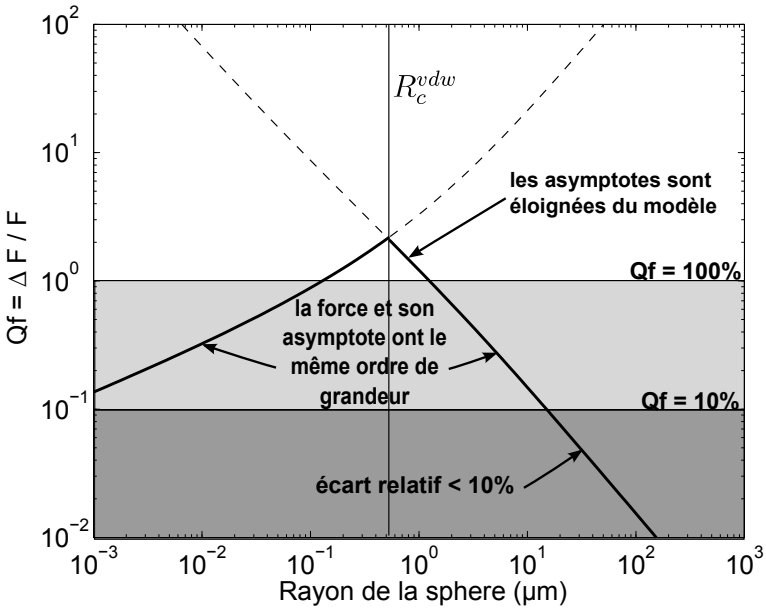


FIGURE 3.4 – Écart relatif Q_F entre la force approximée $\tilde{F}$ et la force F issue de la résolution numérique du modèle couplant les forces de van der Waals et les déformations (trait plein). À l'échelle nanoscopique ($\tau^{vdw} \ll 1$), F peut être assimilé aux forces de van der Waals entre les objets non déformés. À l'échelle microscopique ($\tau^{vdw} \gg 1$), F converge vers la force $\tilde{F}_m^{vdw}$ de l'équation (3.39).

3.2.3 Découplage de la force et des déformations à l'échelle nanoscopique

Une étude similaire peut être menée pour les billes de taille nanométrique. Elles vérifient $R \ll R_c^{vdw}$ donc d'après l'équation (3.14), le rayon de contact devient :

$$\tilde{a}_n^{vdw} = -{K_0}^{1/3}. \tag{3.41}$$

Les forces de van der Waals sont données par l'équation (3.15) (voir Fig. 3.3a) :

$$\tilde{F}_n^{vdw} = \frac{4E^*}{3R} K_0, \tag{3.42}$$

$$= \frac{AR}{6r_0^2} = F_{sp}^{vdw}. \tag{3.43}$$

Cette force est exactement l'expression des forces de van der Waals entre une sphère et un plan, tous deux indéformables. Le rayon de contact n'est donc pas suffisamment grand pour avoir un impact sur son comportement. Les déformations n'ont, par conséquent, pas d'influence sur les forces de van der Waals à cette échelle. Les deux phénomènes ne sont alors pas couplés.

D'après l'équation (3.22), l'erreur commise en utilisant la formulation de van der Waals pour des objets rigides est $Q_F = \tau^{1/3} = (R/R_c)^{1/3}$. Comme montré précédemment, la convergence est donc moins rapide qu'à l'échelle micrométrique. En effet, sur l'exemple d'un objet en verre illustré par la figure 3.4, l'erreur est inférieure à 10% lorsque le rayon est inférieur à $R_c^{vdw}/1000 = 5$ Å. Cette valeur n'est jamais atteinte. Les deux forces sont cependant du même ordre de grandeur à partir d'un écart relatif de 100%. Dans notre exemple, cette valeur est obtenue lorsque le rayon est inférieur à $R_c^{vdw} = 0{,}5$ µm. L'influence des déformations est donc, d'après ce modèle, perceptible à l'échelle nanoscopique mais n'est réellement prépondérante qu'à l'échelle microscopique.

Cet exemple s'appuie sur les valeurs obtenues dans le cas de billes en verre mais le raisonnement reste valide pour d'autres matériaux en adaptant simplement l'échelle à la valeur du rayon critique R_c.

4 Application au couplage entre les forces capillaires et les déformations

La théorie générale est appliquée au cas des forces capillaires dans cette partie. L'estimation de ces forces pour un contact sphère/plan déformé est nécessaire afin de vérifier sa compatibilité avec la forme générale des forces d'adhésion proposée dans la partie 2.1.1. L'influence des déformations est ensuite étudiée en tenant compte de la valeur de la constante τ caractéristique du problème.

4.1 Considérations géométriques

Comme précédemment, cette étude est proposée dans des conditions où les déformations restent faibles. De plus, nous faisons l'hypothèse que les ménisques capillaires

gardent des tailles raisonnables par rapport aux tailles des objets étudiés. Ces hypothèses ne restreignent pas notre étude puisqu'elles excluent seulement les objets dont la taille est inférieure à une dizaine de nanomètres. Ces hypothèses se traduisent simplement par le fait que le rayon de contact a et le rayon du ménisque capillaire a_c (voir Fig. 3.5) sont petits devant le rayon de la bille R. Par conséquent, l'angle entre la surface de la sphère déformée et le plan est faible dans la zone où se trouve le ménisque capillaire. La géométrie du problème peut donc être simplifiée (Fig. 3.6).

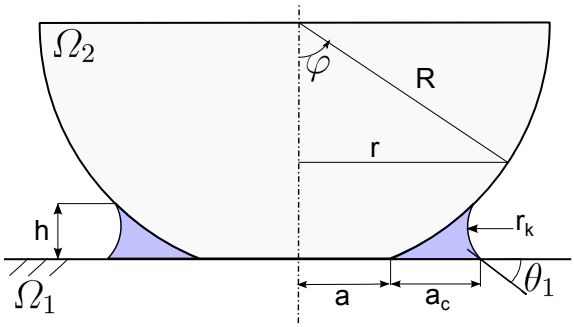


FIGURE 3.5 – Ménisque capillaire entre une sphère déformée et un plan. La surface de contact est supposée sèche.

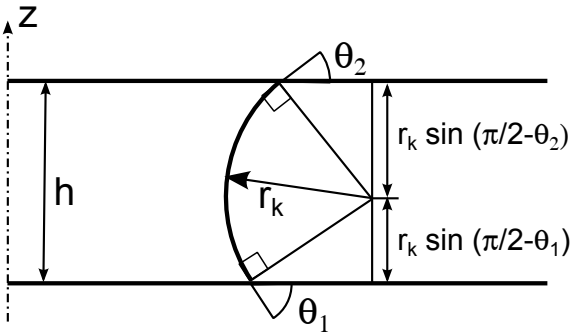


FIGURE 3.6 – Proche du contact, la surface de la sphère peut être considérée comme parallèle au plan.

Dans le cadre de la micromanipulation, le liquide du ménisque de capillarité provient de l'humidité ambiante. La hauteur du ménisque est donc entièrement déterminée par le rayon de Kelvin r_k et les angles de contact θ_1 et θ_2 selon :

$$h = r_k \left(\cos\theta_1 + \cos\theta_2\right). \tag{3.44}$$

Dans le cas où les deux objets sont issus du même matériau, $\theta_1 = \theta_2 = \theta$ donc :

$$h = 2r_k \cos\theta. \tag{3.45}$$

Le lien entre la hauteur h et les déformations est ensuite donné par la géométrie du problème. Comme pour les forces de van der Waals, la distance z_s entre la sphère et le plan peut être déterminée précisément à l'aide d'outils numériques ou approximée à partir d'une simplification de la géométrie. Dans un premier temps la simplification géométrique est utilisée afin d'observer les tendances du modèle. La géométrie de la sphère tronquée est de nouveau plus utilisée. En dehors de la zone de contact, le profil de la sphère déformée est supposé proche de celui de la sphère avant déformation translaté de l'enfoncement δ (voir Fig. 3.5) :

$$z_s(\varphi) = \begin{cases} 0 & \text{pour} \quad \varphi \in \left[0, \frac{a}{R}\right], \\ R\left(1 - \cos\varphi\right) - \delta & \text{pour} \quad \varphi \in \left[\frac{a}{R}, \frac{\pi}{2}\right]. \end{cases} \tag{3.46}$$

Tout point de la sphère vérifie :

$$r = R\sin\varphi = R\sqrt{1 - \cos^2\varphi},$$

$$\Longleftrightarrow \cos\varphi = \sqrt{1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2}. \tag{3.47}$$

La hauteur h peut donc être calculée en fonction du rayon de contact a et de l'étendue du ménisque capillaire a_c en utilisant l'équation (3.46) :

$$h = R\left(1-\sqrt{1-\left(\frac{a+a_c}{R}\right)^2}\right)-\delta, \tag{3.48}$$

$$\simeq \frac{(a+a_c)^2}{2R}-\delta. \tag{3.49}$$

La hauteur et la position du ménisque ((3.45) et (3.49)) lient donc le rayon de Kelvin r_k aux déformations de la bille :

$$(a+a_c)^2 = 4Rr_k\cos\theta + 2R\delta. \tag{3.50}$$

Le profil du ménisque capillaire peut donc être déterminé à partir d'une considération simplifiée des déformations. Ce profil est la base du calcul des forces capillaires.

4.2 Forces capillaires et effet d'échelle

4.2.1 Calcul des constantes du problème

Le calcul des forces capillaires entre une sphère déformable et un plan est similaire à celui effectué au chapitre 2. Seule l'aire de l'interface solide/liquide est modifiée par la surface de contact des objets. L'hypothèse que le ménisque capillaire ne se forme qu'autour du contact entre la sphère et le plan est effectuée. L'interface solide/liquide est ainsi déplacée dans la couronne entourant le contact. Son aire devient alors :

$$A_{SL} = \pi\left(a+a_c\right)^2 - \pi a^2. \tag{3.51}$$

Les forces capillaires qui s'exercent entre une sphère déformée et un plan peuvent être déduites des expressions de la force de Laplace (2.13) et de la pression capillaire dans le ménisque (2.18) :

$$F^{cap} = -\frac{\gamma}{r_k}A_{SL}, \tag{3.52}$$

$$= -\frac{\gamma}{r_k}\pi\left(4Rr_k\cos\theta + 2R\delta - a^2\right) \quad \text{de (3.50).} \tag{3.53}$$

L'expression ces forces est ensuite réduite en utilisant la théorie de Hertz liant δ et a (2.28) :

$$F^{cap} = -4\pi R\gamma\cos\theta - \frac{\pi\gamma}{r_k}a^2. \tag{3.54}$$

Cette force possède une forme générale $F = F_0 + k_2a^2$ avec :

$$F_0 = -4\pi R\gamma\cos\theta, \tag{3.55}$$

$$\text{et} \quad k_2 = -\frac{\pi\gamma}{r_k}. \tag{3.56}$$

Par conséquent, la solution de la partie 2.2 s'applique et dépend de la valeur caractéristique du problème :

$$\tau^{cap} = \frac{{k_2}^3}{F_0 {k_3}^2}, \tag{3.57}$$

$$= \frac{9\pi^2\gamma^2 R}{64\cos\theta E^{*2} {r_k}^3}, \tag{3.58}$$

$$= \frac{R}{R_c^{cap}}. \tag{3.59}$$

Le rayon critique s'écrit :

$$R_c^{cap} = \frac{64\cos\theta E^{*2} {r_k}^3}{9\pi^2\gamma^2}. \tag{3.60}$$

Il apparaît donc un rayon critique comme dans l'étude des forces de van der Waals. Il dépend ici des conditions extérieures (l'humidité intervient à travers r_k) et non plus des seules caractéristiques physiques des matériaux (Fig. 3.7).

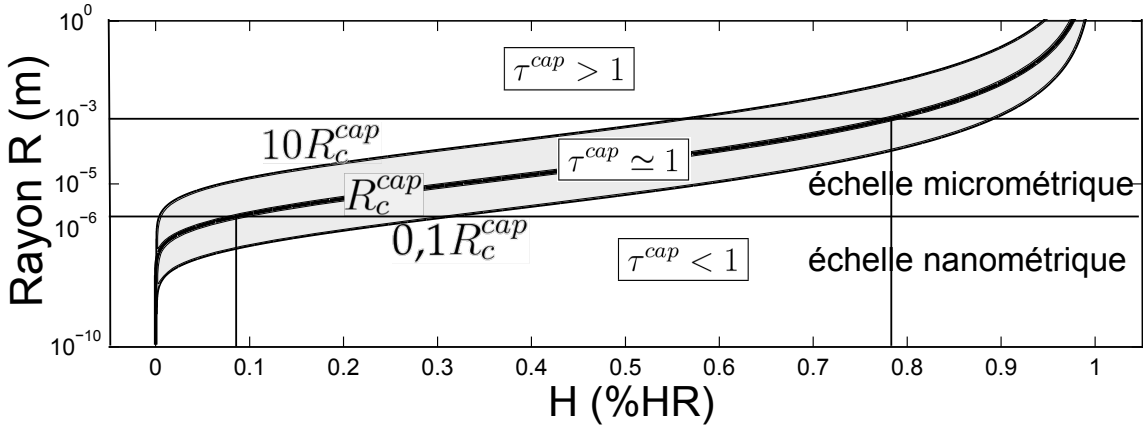


FIGURE 3.7 – La comparaison du rayon de la sphère et du rayon critique R_c^{cap} est effectuée en fonction de l'humidité H afin de déterminer la valeur de τ^{cap} et du modèle de force associé. Les valeurs utilisées pour calculer R_c^{cap} sont données dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2 – Constantes physiques intervenant dans le calcul des forces capillaires.

Angle de contact Si/eau [a]	$\theta = 55°$
Tension de surface de l'eau [a]	$\gamma = 72$ mN m^{-1}
Module de Young modifié [b]	$E^* = 35{,}3$ GPa

a. source : [Lam05]
b. voir Tab. 3.1

4.2.2 Calcul des forces capillaires

La valeur de τ^{cap} dépend du rayon de la sphère et de l'humidité. Elle ne peut par conséquent pas être estimée aussi simplement qu'avec les forces de van der Waals. Cependant, il existe deux cas limites.

D'après l'équation (3.21), si R est supérieur à $10R_c$, l'erreur effectuée en utilisant la force $\tilde{F}$ est inférieure à 10% et l'hypothèse $\tau \gg 1$ est vérifiée. Dans le cas des forces capillaires, cette hypothèse est valable pour de "grands" rayons et de "faibles" humidités (voir Fig. 3.7 pour une estimation). La force d'adhésion due aux effets capillaires est alors donnée par l'équation (3.12) :

$$F_m^{cap} = -\frac{9\pi^3\gamma^3 R^2}{16{E^*}^2{r_k}^3} \qquad \text{si} \quad R \gg R_c^{cap}. \tag{3.61}$$

Le cas de très faibles humidités n'est pas compatible avec les hypothèses utilisées pour le rayon de Kelvin (voir chap. 2 sec. 1.2.2). Le modèle ne peut pas être exploité pour des humidités relatives de moins de 10%. Le cas où $\tau^{cap} \gg 1$ est donc limité aux billes dont la taille s'approche du millimètre (voir Fig. 3.7 et 3.8a) dans un environnement sec ($H < 40\%$). Cette propriété correspond au premier cas limite de l'étude du comportement des objets microscopiques.

Le second cas apparaît dans des conditions plus franches. En effet, τ^{cap} est inférieur à 1 lorsque le rayon de la sphère est faible ou que le taux d'humidité est élevé. La figure 3.7 montre par exemple que cette condition est vraie quel que soit le rayon (inférieur à $1\ \mathrm{mm}$) quand l'humidité est supérieure à 80%. Elle est aussi vraie quelle que soit le taux d'humidité pour des rayons de taille nanométrique. Ce cas est donc très similaire à celui des forces de van der Waals (section 3.2.3) où la force d'adhésion tend vers la force calculée sans déformation :

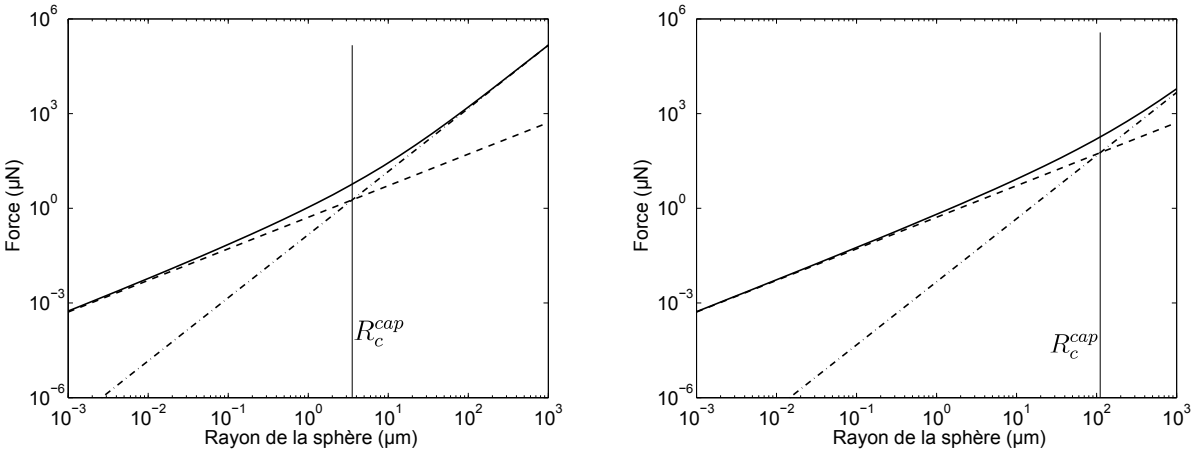
$$F_n^{cap} = F_0 = -4\pi R\gamma\cos\theta \qquad \text{si} \quad R \ll R_c^{cap}. \tag{3.62}$$

L'effet des déformations est donc une fois de plus négligeable à l'échelle nanoscopique comme mis en évidence sur les figures 3.8a et 3.8b).

Contrairement à l'étude réalisée avec les forces de van der Waals, aucun des deux cas limites ne correspond spécifiquement aux forces capillaires à l'échelle microscopique. Il convient donc d'utiliser le modèle issu de la résolution numérique de l'équation (3.7).

4.3 Influence de l'humidité

À l'échelle nanoscopique, τ est petit devant 1 quelque soient les conditions d'humidité. Par conséquent, d'après les résultats de la section 2.2.3, l'écart entre les forces qui prennent en compte ou non les déformations est faible (voir Fig. 3.9a). Les déformations ont peu d'influence sur les forces capillaires à cette échelle. De plus, la géométrie particulière du problème conduit à une constatation forte : la force entre une sphère et un plan rigide ne dépend pas de l'humidité (voir sec. 1.2.3, page 28). Le taux d'humidité dans l'air ambiant n'a pas d'influence sur les forces d'adhésion à l'échelle nanoscopique mais les forces capillaires ne sont pas pour autant négligeables.



(a) Humidité relative de $H = 20\%HR$ (air très sec).

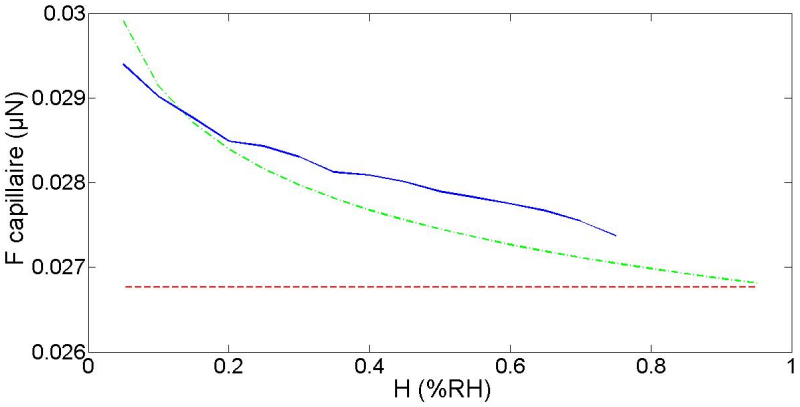
(b) Humidité relative de $H = 60\%HR$ (valeur normale d'humidité en milieu ambiant).

FIGURE 3.8 – Forces capillaires en fonction du rayon R de la sphère. Ligne en pointillés : théorie capillaire classique éq. (2.21). Ligne points et tirets : approximation dans le cas où $\tau \gg 1$ éq. (3.61). Ligne pleine : la solution numérique du modèle couplant les forces capillaires et les déformations.

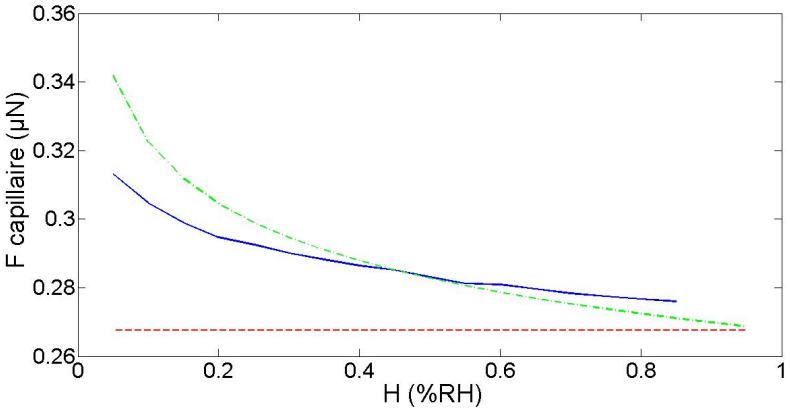
L'échelle microscopique est trop proche de la zone $\tau = 1$ pour tendre vers un cas limite. Cependant, les variations des forces capillaires suivent la même tendance que le cas limite $\tau \gg 1$ qui les surestime (Fig. 3.9c). Cette tendance peut s'expliquer en observant la forme des ménisques et plus particulièrement le disque compris entre les rayons a et $a + a_c$ sur lequel s'exerce la pression capillaire. La section 1.2.3 du chapitre 2 montre que dans le cas d'une sphère et d'un plan rigide, l'augmentation de l'humidité relative induit simultanément une augmentation de la surface du ménisque A_{SL} et une diminution de la pression capillaire ΔP. Ces deux phénomènes sont parfaitement compensés conduisant à une force capillaire $F^{cap} = A_{SL}\Delta P$ constante. La figure 3.10 schématise les surfaces de l'interface liquide/solide de ménisques pour le cas d'une forte humidité et d'une faible humidité.

Dans le cas d'une forte humidité, le ménisque occupe une surface importante. Le rayon a_c du ménisque est grand devant les déformations engendrées a. Ainsi, la surface du ménisque sur un objet déformé est proche de celle d'un ménisque sur un objet rigide. Dans le cas d'une humidité importante, les forces capillaires sur un objet déformable sont donc proches de celles d'un objet rigide.

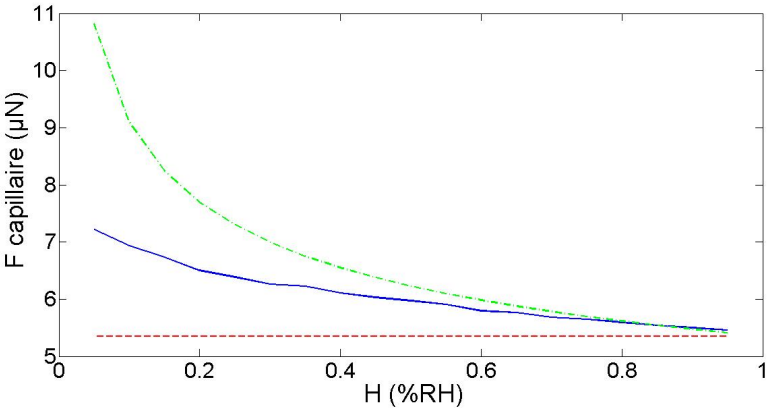
En revanche, dans le cas d'une faible humidité, les rayons a et a_c ont des valeurs similaires et la surface du disque contenu entre les rayons a et $a + a_c$ est sensiblement plus grande que la surface du disque de rayon a_c. Ainsi, la pression capillaire s'exerce sur une surface plus importante dans le cas déformable que dans le cas rigide. Dans le cas d'une faible humidité, la force d'adhésion est donc sensiblement supérieure à celle du cas non déformable. Il est à noter que pour des humidités trop faibles (inférieures à 10%), le rayon de Kelvin a peu de sens physique et qu'un ménisque n'apparait sans doute pas sur la surface. Dans ce cas les forces capillaires sont nulles.



(a) Forces capillaires pour une sphère de 100 nm



(b) Forces capillaires pour une sphère de 1 µm



(c) Forces capillaires pour une sphère de 20 µm

FIGURE 3.9 – Forces capillaires entre des sphères de 0,1 , 1,0 et 20 µm et un plan en fonction de l'humidité. Pointillés : force sans déformation ; trait plein : force issue d'une résolution numérique ; points et tirets : force calculée par le modèle analytique.

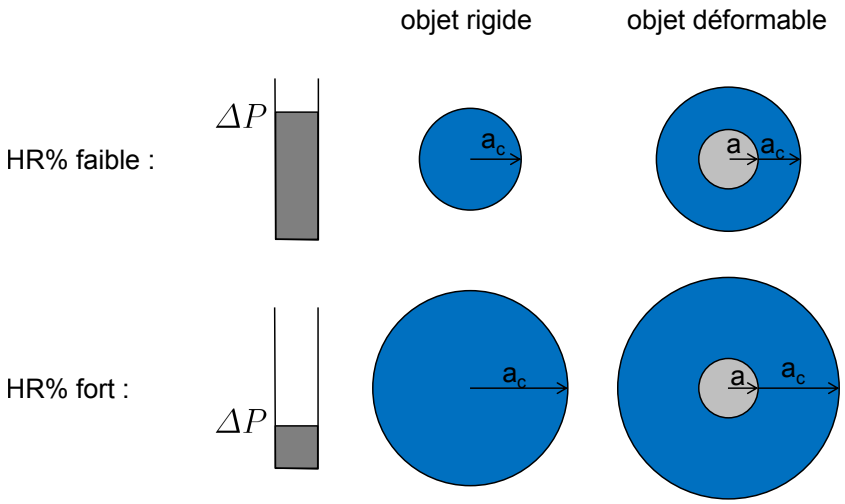
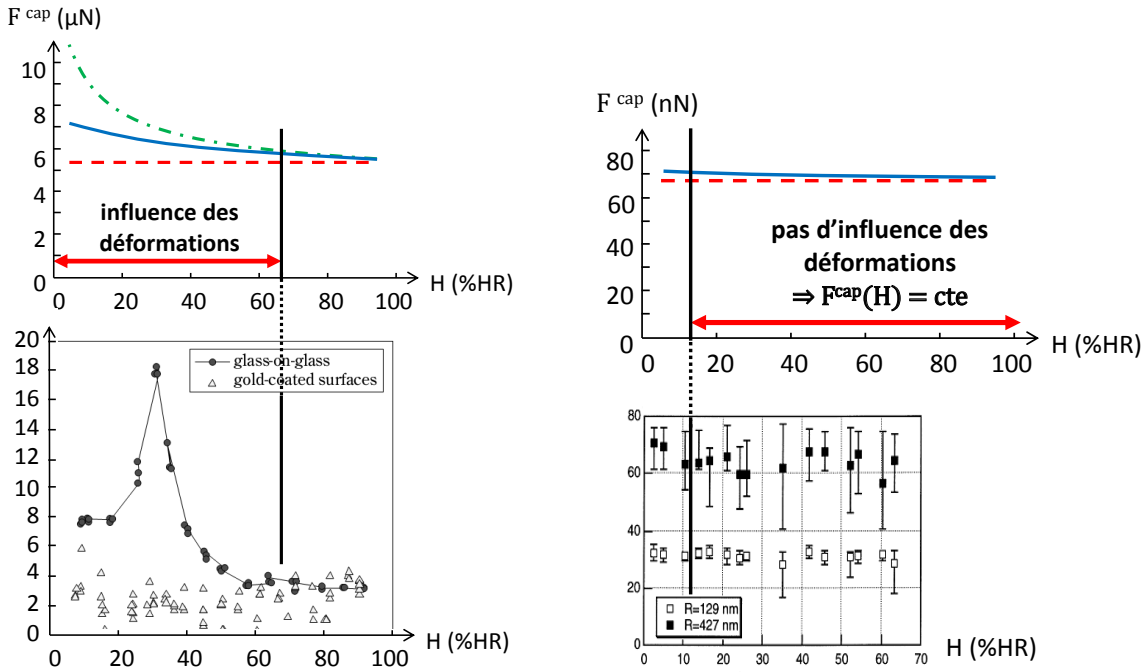


FIGURE 3.10 – Surfaces de l'interface liquide/solide de ménisques capillaires pour le cas d'une humidité forte et d'une humidité faible.



(a) Cas d'une bille de silice de rayon $R = 10$ µm. Mesures de forces issues de [CT04].

(b) Cas d'une bille de silice de rayon $R = 130$ nm. Mesures de forces issues de [And00].

FIGURE 3.11 – Forces capillaires entre une bille de silice et un plan en fonction de l'humidité. Ligne en pointillés : théorie capillaire classique éq. (2.21). Ligne points et tirets : approximation dans le cas où $\tau \gg 1$ éq. (3.61). Ligne pleine : la solution numérique du modèle couplant les forces capillaires et les déformations.

L'influence de l'humidité sur les forces capillaires est résumée par la figure 3.11 qui lie le modèle analytique aux mesures de la littérature. Dans le cas microscopique, le modèle prévoit une décroissance des forces capillaires jusqu'à une valeur critique à partir de laquelle l'humidité n'a plus d'influence significative sur la force (Fig. 3.11a). À l'échelle nanoscopique, cette valeur critique est atteinte à partir d'une humidité faible (10%HR) ; le modèle prévoit donc que les forces capillaires ne dépendent pas de l'humidité à cette échelle (Fig. 3.11b). Ainsi, les forces capillaires semblent plus importante pour de faibles humidités. Ce résultat contre-intuitif est toutefois en cohérence avec quelques mesures expérimentales reportées dans la littérature qui mentionnent cette diminution des forces capillaires avec l'augmentation de l'humidité relative [CT04, PFP+05].

5 Conclusion

Après une analyse des méthodes de modélisation des forces du micromonde, il est apparu nécessaire d'identifier les phénomènes physiques prépondérants. Un modèle basé sur le couplage de forces élémentaires et des déformations est proposé. Suite à son développement dans le cas général, il est appliqué aux forces de van der Waals ainsi qu'aux forces capillaires. Il met en évidence un effet d'échelle montrant que les déformations ont une influence à l'échelle microscopique alors qu'elles n'en ont pas à l'échelle nanométrique. Le principe de modélisation illustré sur des géométries sphère-plan pourra être étendu à des géométries complexes moyennant probablement des outils de simulation numériques. Ceux-ci pourraient ainsi confirmer sur des géométries plus réalistes les conclusions de l'étude analytique.

CHAPITRE 4

MESURE DES FORCES DU MICROMONDE

Les chapitres précédents montrent que les modèles de forces de la littérature ne sont pas identifiés à l'échelle micrométrique. Des caractéristiques propres de cette échelle doivent être prises en compte par un nouveau modèle. La validation expérimentale de ce modèle doit être effectuée. Ce chapitre commence par une réflexion sur la démarche expérimentale à adopter pour mesurer les forces d'adhésion à l'échelle microscopique. La seconde partie décrit les capteurs et les enjeux attachés à leur utilisation. Les principales causes de perturbation des forces de pull-off sont ensuite identifiées à partir de l'analyse des mesures que j'ai réalisées à l'institut FEMTO-ST de Besançon et à l'Institut Charles Sadron de Strasbourg au cours de mes travaux. Enfin, ces expériences mettent en évidence la prédominance des forces électrostatiques à l'échelle micrométrique. Une étude comparative avec les forces de van der Waals fait apparaître la prédominance des forces électrostatiques à l'échelle microscopique. Cette caractéristique induit de nombreuses difficultés de mesures. Une nouvelle spécificité du micromonde est mise en avant du point de vue expérimental.

1 Approche expérimentale du problème

Un verrou majeur de recherche pour la dissémination de la microrobotique dans l'industrie est le manque de modèles physiques représentant les interactions entre un micro-objet et le bras manipulateur. Pour répondre à ce besoin, ce manuscrit s'attache à proposer et valider des modèles microphysiques directement corrélés à notre champ applicatif.

Le précédent chapitre propose la recherche de modèles construits en couplant les forces élémentaires et la déformation locale au contact. Ce chapitre porte sur une analyse expérimentale des forces d'adhésion à l'échelle microscopique. À cette échelle, la mesure de forces est une opération complexe pour laquelle la préparation des ex-

périences est aussi importante que le choix du capteur. Contrairement aux mesures effectuées à l'échelle macroscopiques, la manipulation des objets est le premier défi à relever. En plus du choix du capteur, une attention particulière doit être portée sur la façon de réaliser et d'interpréter les mesures.

Les premières expériences ont dévoilé que les forces de pull-off sont trop disparates pour pouvoir identifier un modèle. La figure 4.1 illustre ce phénomène avec une série de cent mesures effectuées avec la même bille et dans les mêmes conditions. Même si les conditions environnementales ne sont pas contrôlées lors de toutes les expériences, leur stabilité est vérifiée par la mesure de la pression, de la température et de l'humidité au cours des expériences. Les variations observées lors des premières expériences ne peuvent donc pas leur être imputées. Des variations similaires sont observées lors de toutes les expériences avec des objets en silicium. Le premier enjeu est donc d'identifier les causes de non répétabilité afin de travailler dans des conditions où leur influence est minimisée. De plus, le contrôle des phénomènes à l'origine de cette dispersion est essentiel à l'amélioration de la répétabilité des tâches de micro-assemblage. La connaissance et la maîtrise des paramètres expérimentaux (contrôle de l'environnement, procédé de mesure, calibration des capteurs...) est donc une clef pour proposer des mesures exploitables et au delà, comprendre le comportement des objets du micromonde.

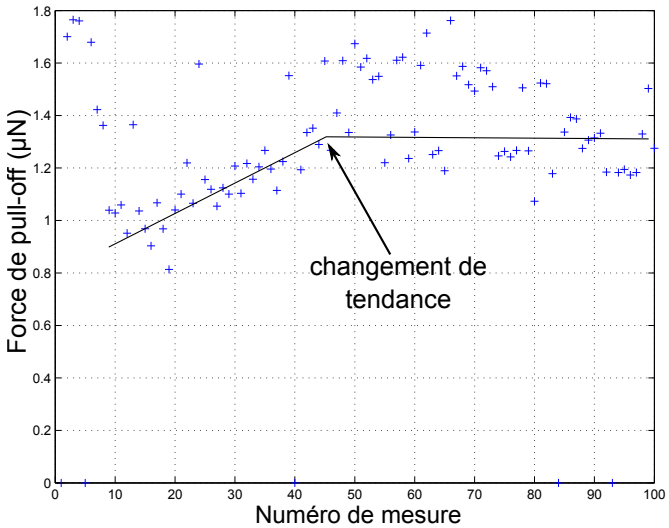


FIGURE 4.1 – Forces de pull-off entre une bille de verre de diamètre $10\ \mu m$ et un plan. Les cent mesures de forces présentées sur ce graphique sont mesurées dans les mêmes conditions et au même point du plan. Le comportement des forces de pull-off change après la 40eme mesure. Cette remarque peut être interprétée par un changement de nature chimique des matériaux en contact (voir section 3.1.2).

Bien que les corrélations avec des modèles apparaissent extrêmement difficiles, des pistes sont proposées dans la troisième partie de ce chapitre pour améliorer la connaissance des phénomènes mis en jeu. Après avoir identifié les causes de non répétabilité des mesures de forces, l'influence des paramètres de mesure sera étudiée. Une attention particulière sera portée sur l'influence du lieu de contact et du nombre de mesures effectuées avec un même objet. Ainsi, la dégradation des micro-objets au cours des ma-

nipulations est mise en évidence. L'influence du temps et du niveau de précharge est aussi étudiée, ainsi que celle des objets utilisés (matériau, rugosité, taille...).

Au delà d'une meilleure maîtrise des opérations de micromanipulation, les mesures de forces peuvent être exploitées pour mieux comprendre les différences entre les phénomènes du micromonde et ceux du nano et du macromonde. La dernière partie de ce chapitre s'attache à étudier plus particulièrement les forces électrostatiques et leur influence en fonction de l'échelle. Celles-ci apparaissent comme l'une des principales causes de perturbation à l'échelle micrométrique alors qu'elles n'ont qu'une faible influence aux autres échelles.

2 Mesure de forces à l'échelle microscopique

Cette partie détaille l'ensemble des procédés utilisés pour mesurer les forces d'adhésion à l'échelle microscopique. Les capteurs utilisés lors des expériences sont tout d'abord présentés. Ce type de mesures nécessite une préparation rigoureuse des échantillons qui est ensuite exposée. Enfin, les données obtenues doivent être analysées à l'aide d'outils statistiques décrits à la fin de cette partie.

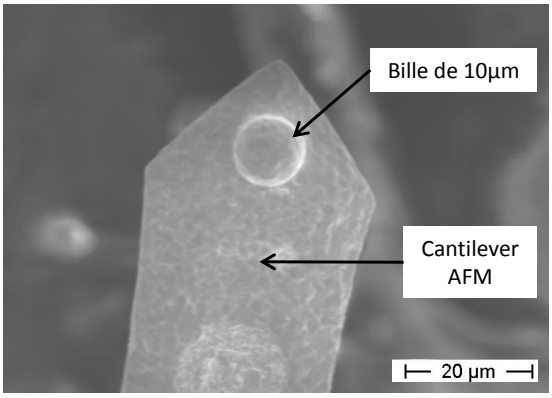
2.1 Moyens de mesure utilisés

Les tests évoqués précédemment sont réalisés avec trois capteurs aux caractéristiques différentes : un microscope à force atomique, un capteur à lévitation magnétique et un nano-indenteur. Les avantages et les inconvénients de chaque capteur sont exploités en fonction des mesures. Une synthèse des caractéristiques principales de ces trois capteurs est présentée dans le tableau 4.1.

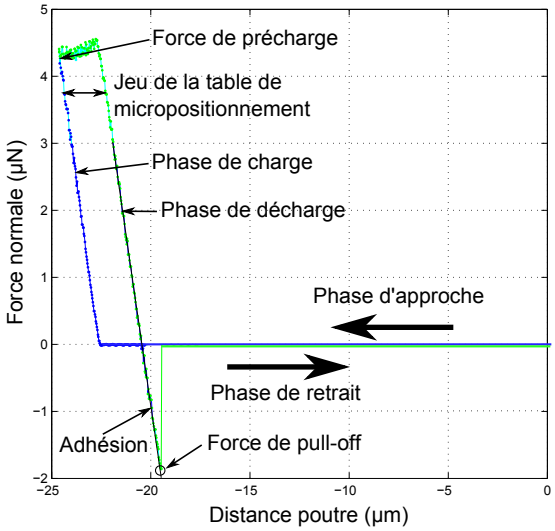
2.1.1 Mesure de forces par microscope à force atomique

Le capteur le plus utilisé au cours de mes travaux est un microscope à force atomique (modèle SMENA-B de marque NT-MDT). Dans le cas présent, les billes utilisées pour la mesure de force d'adhésion sont collées sur le cantilever (Fig. 4.2a, la procédure est décrite à la section 2.2.1). Le plan est placé sous la bille et leur position relative est contrôlée par une table de micropositionnement. La raideur des cantilevers utilisés est trop faible pour éviter le phénomène de pull-in (saut au contact). Le choix de la raideur du levier est un compromis entre une faible raideur permettant d'avoir une résolution maximale et une forte raideur afin que la force soit mesurable dans la zone de linéarité du capteur. Dans les cas présentés dans ce chapitre, la raideur des cantilevers est généralement comprise entre $0{,}2$ et $0{,}3\ \mathrm{N/m}$.

La mesure des forces de pull-off se déroule en quatre phases automatisées. Les deux micro-objets sont tout d'abord approchés pour être mis en contact puis une force de précharge est progressivement appliquée. Cette force est ensuite diminuée jusqu'à la rupture du contact (pull-off) puis les deux objets sont éloignés avant la mesure suivante. Lors de la phase de décharge, les forces d'adhésion maintiennent les micro-objets en contact au delà du point initial de contact (voir phase d'adhésion de la figure 4.2b). Le contact se rompt ensuite brusquement lorsque la force exercée par le cantilever atteint la valeur de la force de pull-off. Ce point d'équilibre est instable et le



(a) Une microbille de 10 µm de diamètre est collée à l'extrémité d'un cantilever d'AFM afin de mesurer des forces de pull-off.



(b) Courbe d'approche retrait. Le plan est d'abord approché de la bille fixée sur le cantilever. La force de pull-off est observée durant la phase de retrait. La perte de contact entraîne alors une brusque variation de la force appliquée au cantilever.

dernier point d'équilibre stable donne par définition une mesure de la force de pull-off.

Deux types de forces attractives sans contact peuvent être observées entre des micro-objets : les forces de van der Waals et les forces électrostatiques. Elles peuvent toutes les deux être mesurées au moment du saut au contact (pull-in) qui marque la fin de la phase d'approche des deux objets. La force correspondante est définie comme la plus forte force attractive observée avant le contact et dépend de la raideur du capteur utilisé. La prédominance de l'une des deux forces à distance peut être déterminée en observant leur distance d'interaction. La distance d'interaction des forces électrostatiques est très supérieure à celle des forces de van der Waals. Elle est typiquement de quelques micromètres pour les premières contre quelques dizaines de nanomètres pour les secondes (voir partie 4.1).

La calibration de la raideur du cantilever est une étape cruciale du processus de mesure de force et nécessite une attention particulière. Elle est réalisée à partir des modes de vibration du cantilever qui ne nécessitent que de mesurer la réponse du capteur à une excitation en fréquence. Ces méthodes sont simples à mettre en œuvre car les cantilevers sont généralement fixés sur des tables de déplacement piézoélectriques. Les modes propres sont ensuite liés à la raideur du cantilever par les équations développées dans l'annexe B. Cette annexe explicite aussi la mesure de la raideur de poutres en V ou revêtues d'un dépôt (coating) avec une masse à leur extrémité.

L'AFM est un capteur adapté à la mesure de force à l'échelle microscopique. Sa structure compliante est proche de celle des organes terminaux de micropinces utilisées en micromanipulation et recrée de façon similaire les conditions d'utilisation. Le niveau de précharge maximum, la résolution et la force d'adhésion détectable sont liés au choix du cantilver mais les modèles commerciaux couvrent l'ensemble de la gamme

de force désirée. La détection de forces à distance dont l'intensité est faible devant celle des forces d'adhésion n'est en revanche pas possible avec ce capteur. La principale difficulté lors du choix du cantilever est, a priori, la méconnaissance des forces d'adhésion avant les premiers tests. Or, la fixation des micro-objets sur ces derniers nécessite un long temps de manipulation. De nombreux tests sont donc nécessaires avant de pouvoir débuter une importante campagne de mesures.

2.1.2 Mesure de forces par capteur à lévitation magnétique

Le capteur de forces par lévitation magnétique (Fig. 4.2) a été développé à l'institut FEMTO-ST. Son fonctionnement est décrit plus en détail à la section 3.2.3 du chapitre 2. Il a l'avantage d'avoir une très faible raideur (de 10 à $30\ \mathrm{mN/m}$) et une grande résolution ($12\ \mathrm{nm}$) et peut par conséquent être utilisé pour détecter de faibles forces comme les forces de pull-in. Des forces allant jusqu'à plusieurs micronewton peuvent être mesurées avec des résolutions de $0{,}24\ \mathrm{nN}$ grâce à sa zone de travail étendue ($300\ \mu\mathrm{m}$). L'inertie du capteur et les perturbations dues à l'environnement empêchent cependant d'atteindre de telles performances (voir section 3.2.3, page 48).

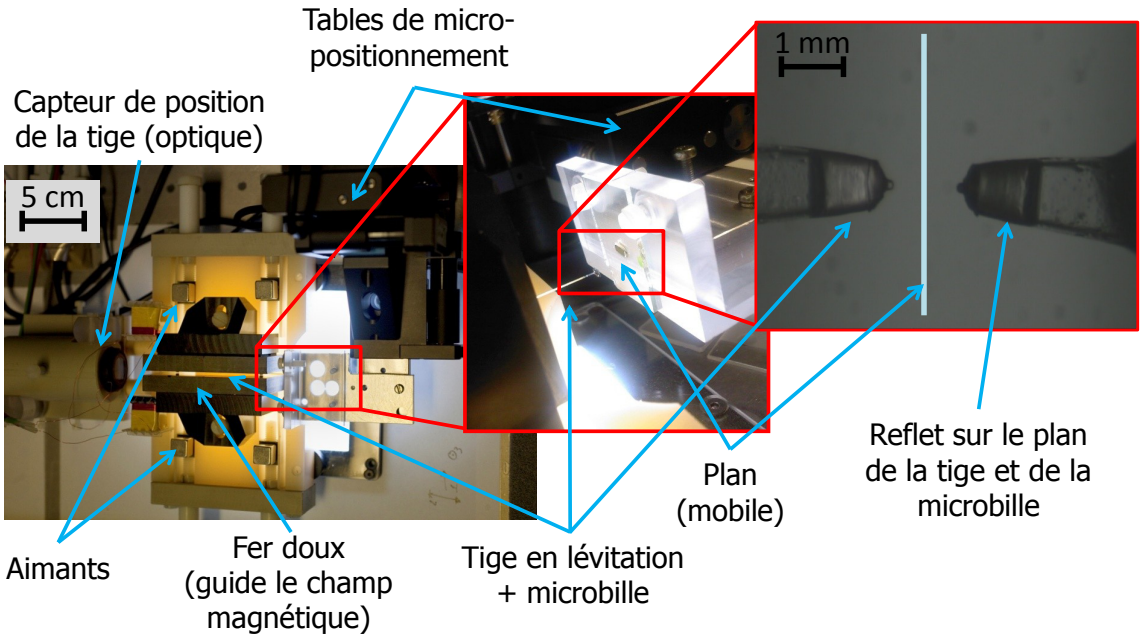


FIGURE 4.2 – Capteur de forces à lévitation magnétique.

Le principe de lévitation évite que les vibrations soient transmises à l'objet étudié avant qu'il n'entre en contact avec le plan. Il empêche pour la même raison l'évacuation des charges électriques embarquées. Les objets ne sont donc pas au même potentiel avant d'entrer en contact. Cette contrainte implique que les forces de pull-in observées avec ce capteur sont en grande partie dues aux forces électrostatiques. Lors de contacts successifs, les deux objets ne sont pas non plus nécessairement au même potentiel. En effet, lors de leur séparation, des charges peuvent être arrachées d'une surface par triboélectrification. Ce principe de mesure possède l'avantage de donner accès à la charge globale des objets avant la mesure des forces d'adhésion mais n'assure pas la neutralité des objets lors des mesures. Un autre capteur doit être utilisé en complément

du capteur à lévitation magnétique pour effectuer des mesures dans des conditions électriquement neutres et ainsi éviter les perturbations dues aux forces électrostatiques.

Le processus de mesure associé a ce capteur est lent et sa mise en place est délicate. Lors des expériences menées avec ce capteur, une microbille est collée sur la tige en lévitation à l'aide d'une station dédiée (voir section 2.2.1). L'opération prend plusieurs minutes et n'est pas réversible. Celle-ci nécessite donc de préparer autant de tiges que d'objets à tester et de recalibrer le capteur entre chaque série de mesures. Le second objet (un plan) est fixé sur une table micrométrique motorisée (voir Fig. 4.2). Cette dernière est approchée jusqu'au contact de la microbille puis éloignée jusqu'à la séparation des deux objets. Ce plan peut être facilement retiré (pour le remplacer par un autre ou le nettoyer) et le point de contact de la bille sur le plan peut être aisément modifié à tout moment de l'expérience grâce à deux autres tables micrométriques. La rupture du contact de deux micro-objets peut être due aux vibrations du support qui induisent une accélération suffisante pour vaincre les forces d'adhésion. Afin d'éviter de confondre ce phénomène avec la rupture du contact due aux forces de rappel de la tige, la table micrométrique doit se déplacer lentement ($1\ \mu\mathrm{m/s}$) afin de limiter au maximum les vibrations et l'influence de l'inertie de la tige.

Chaque série de mesures doit être précédée d'une phase de calibration. La tige en lévitation est éloignée de sa position d'équilibre puis lâchée sans vitesse initiale. Le capteur optique mesure ses oscillations libres. À partir de celles-ci, la raideur et l'amortissement du système sont déduits. Ces valeurs dépendent de la masse de la tige et de la position des aimants qui la maintiennent en lévitation ; elles doivent être recalculées à chaque fois que la tige est démontée.

2.1.3 Mesure de forces par nano-indenteur

Plusieurs séries d'expériences ont été menées avec le nano-indenteur de l'Institut Charles Sadron, Université de Strasbourg. Ce nano-indenteur fabriqué par CSM-instruments possède une résolution de $0{,}001\ \mu\mathrm{N}$ et fait partie d'une station de mesure robotisée comprenant un AFM, un microscope optique et un scratch pour les mesures de friction (Fig. 4.3). La station se trouve dans une enceinte régulée en pression, température et humidité qui assure la stabilité de l'environnement au cours des mesures de forces de pull-off.

Lors des expériences, un plan est fixé au plateau robotisé placé sous le capteur. Ce dernier est capable de positionner le plan étudié sous chacun des quatre instruments de mesure avec une répétabilité de $1\ \mu\mathrm{m}$. La microbille est fixée sur le nano-indenteur (voir Fig. 4.3). Les vitesses d'approche et de retrait ainsi que la précharge à appliquer sont programmées et sont maintenues constantes au cours d'une série de mesures.

Le nano-indenteur est un capteur très rigide comparé au capteur à lévitation magnétique et à l'AFM. Lorsque les deux objets sont très proches du contact (moins de $1\ \mu\mathrm{m}$), le saut au contact n'intervient pas et les forces à distance peuvent donc être observées dans une position d'équilibre stable. Les forces à distance présentes avant le contact peuvent donc être mesurées plus précisément avec le nano-indenteur qu'avec les deux autres capteurs ; ces derniers peuvent seulement les estimer à partir de la dernière position stable observée. De plus, la résolution du nano-indenteur est suffisante

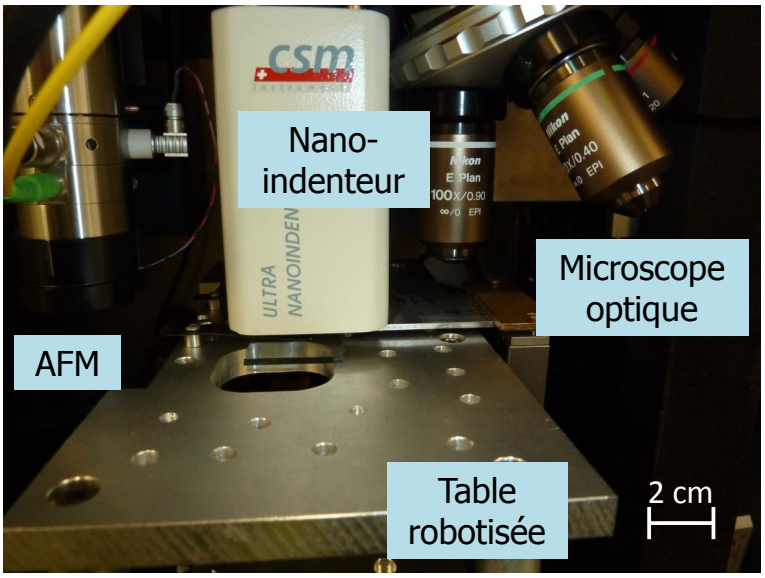


FIGURE 4.3 – Station de mesure de forces de l'Institut Charles Sadron. Les microbilles sont fixées au nano-indenteur et la plan est placé sur la table robotisée.

pour détecter ces forces. Ces caractéristiques font que ce capteur est le plus adapté pour mesurer les forces à distance proches du contact.

Au contact, la grande rigidité du nano-indenteur n'est plus un avantage. En effet, elle impose d'appliquer aux objets des précharges beaucoup plus importantes que celles atteignables avec les autres capteurs. La précharge minimale applicable est de $30\ \mu\mathrm{N}$ et peut donc produire des déformations plastiques. À titre de comparaison, la précharge maximale appliquée avec un levier d'AFM (de raideur $0{,}2\ \mathrm{N/m}$) est de $1{,}5\ \mu\mathrm{N}$. Cet aspect présente tout de même l'avantage d'étendre l'étude de l'influence de la précharge sur la force de pull-off à une gamme de précharge plus importante.

TABLE 4.1 – Synthèse des caractéristiques des capteurs de forces utilisés. Les valeurs données pour l'AFM n'indiquent pas les limites de ce capteur mais sont données à titre indicatif pour la raideur des poutres utilisées au cours de ces travaux.

Capteur	AFM	Capteur à lévitation magnétique	Nano-indenteur
Résolution (nN)	~ 10	0,24	1
Précharge max. ($\mu\mathrm{N}$)	1 à 20	9	> 200
Raideur typique ($\mathrm{Nm^{-1}}$)	0,05 à 20	0,01 à 0,03	NC (élevée)
Commentaire	rotation parasite de la pointe	sensible aux perturbations extérieures	précharge minimale de $30\ \mu\mathrm{N}$

2.2 Préparation des échantillons

La qualité des mesures ne dépend pas que du choix du capteur et de sa calibration ; d'autres précautions doivent être prises afin d'augmenter la probabilité d'observer des mesures répétables. En effet, à l'échelle microscopique, la moindre perturbation peut faire changer d'un ordre de grandeur la force d'adhésion. Les techniques mises en œuvre pour améliorer la qualité des mesures sont détaillées dans cette partie en commençant par les procédés de préparation des échantillons (collage, coating et nettoyage) avant de terminer par les méthodes d'analyse de données utilisées.

2.2.1 Collage des microbilles

Le principe de mesure de forces d'adhésion impose de fixer l'un des deux objets à l'extrémité de l'organe terminal du capteur choisi. Une station manuelle de micromanipulation (Fig. 4.4) est dédiée à cette tâche à l'institut FEMTO-ST. Elle est composée :

- d'une série de tables de micropositionnement (déplacement suivant trois directions) sur lesquelles est attaché l'organe terminal du capteur,
- d'un plateau sur lequel sont disposés les micro-objets à coller et une goûte de colle,
- de microscopes.

La colle choisie est un polymère qui réticule sous l'effet de la lumière UV [1]. L'assemblage n'est figé qu'après plusieurs secondes d'exposition à une telle source de lumière et peut donc être repositionné correctement en cas de difficulté. Cette colle possède une bonne tenue dans le temps et sa viscosité facilite grandement l'opération d'assemblage. De plus, elle commence à fondre à basse température (environ $50\ ^\circ\mathrm{C}$) ; les assemblages sont donc réversibles. Cependant, cette particularité n'est pas utilisée car les résidus de colle pourraient perturber les mesures. Ces résidus peuvent tout de même être éliminés à l'aide de solvants mais une telle opération n'est envisageable que pour recycler un support de capteur car les micro-objets sont généralement perdus au cours de l'opération.

Le collage est réalisé en quatre étapes. Après avoir localisé l'objet à coller, l'organe du capteur est trempé dans une goûte de colle située à proximité (Fig. 4.5b). Ensuite, les forces capillaires exercées par la couche de colle sont utilisées pour détacher l'objet du plateau support (Fig. 4.5d). Enfin, l'assemblage est figé par une exposition à une source de lumière ultraviolette.

2.2.2 Dépôt d'une couche de matériau

Les micro-objets issus de l'industrie sont généralement constitués de silicium. De l'or est aussi couramment déposé sur leurs surfaces pour ses propriétés électriques mais aucun micro-objet n'est simplement constitué d'or. Cette étude se focalise sur des billes recouvertes d'or pour cette raison.

L'or est déposé sur les micro-objets après les avoir collés sur l'organe terminal du capteur en utilisant une méthode de dépôt de couche mince [2] par évaporation. L'Elec-

1. Colle Dymax 628-VLV, data sheet : http://www.dymax.com/pdf/pds/628-vlv.pdf
2. Le dépôt de couche mince est plus couramment nommé *coating* dans le domaine des micro-nanotechnologies

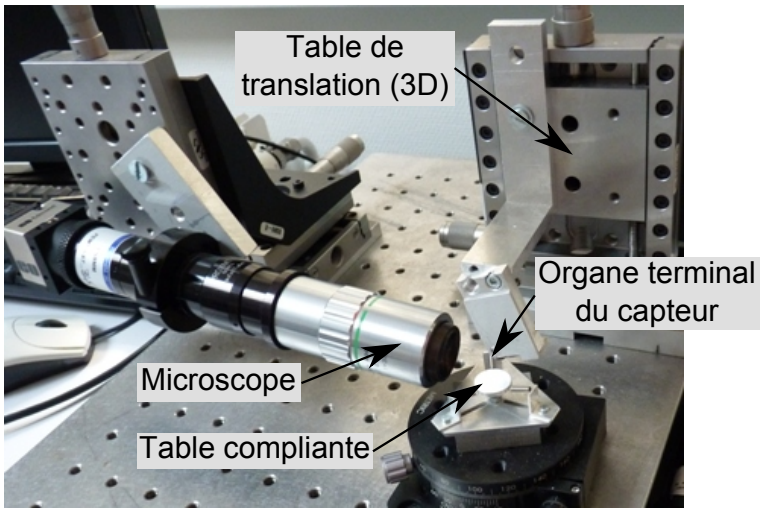


FIGURE 4.4 – Station de collage.

tron Beam Physical Vapor Deposition (EBPVD), consiste à faire s'évaporer le matériau à déposer à partir d'un faisceau concentré d'électrons. Comparé aux autres procédés de dépôt, l'EBPVD induit de faibles contraintes internes dans les couches déposées et une rugosité plus fine. Il garantit une structure externe régulière et ajoute, dans le cas de l'or, une rugosité sous forme d'îlots de $40\ \mathrm{nm}$ superposés au dessus de la structure de l'objet support (Fig. 4.6).

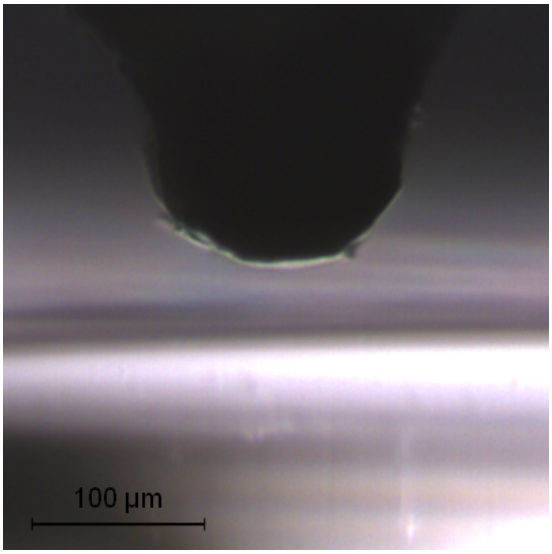
Une première couche en titane de 15 à $20\ \mathrm{nm}$ est déposée avant la couche d'or sur le micro-objet et favorise l'accroche de l'or. Le dépôt d'or est réalisé de façon à être le plus proche possible d'une structure cristalline. L'épaisseur déposée est limitée car la croissance de la couche d'or introduit rapidement des contraintes. Des billes avec des couches d'or de $120\ \mathrm{nm}$ (Fig. 4.6) et de $350\ \mathrm{nm}$ sont utilisées pour les mesures de forces d'adhésion.

2.2.3 Nettoyage des micro-objets

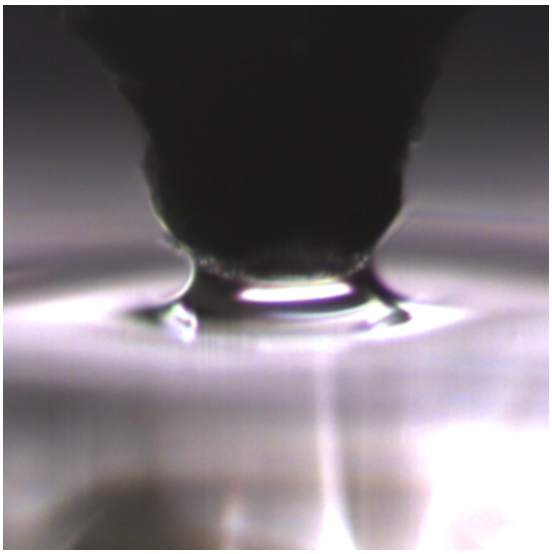
Les procédés de micromanipulation sont très sensibles à leur environnement. À l'échelle microscopique, une particule (poussière, débris...) présente dans l'air peut avoir une taille comparable à celle de la partie fonctionnelle d'un micro-objet. Leur présence dans la zone de contact peut soit augmenter la surface de cette zone, soit réduire le contact à une interaction molécule/plan. Les mesures de force d'adhésion peuvent ainsi être des mesures objet/particule/objet et ne pas être représentatives de l'interaction entre les deux micro-objets. Ces derniers doivent donc être nettoyés et utilisés dans un environnement de mesure contrôlé (vide, salle blanche ou flux laminaire).

De plus, certains matériaux s'oxydent au contact de l'air. Par conséquent, les composés chimiques en contact sont modifiés et influencent les forces d'adhésion. Le nettoyage doit assurer l'intégrité chimique des objets.

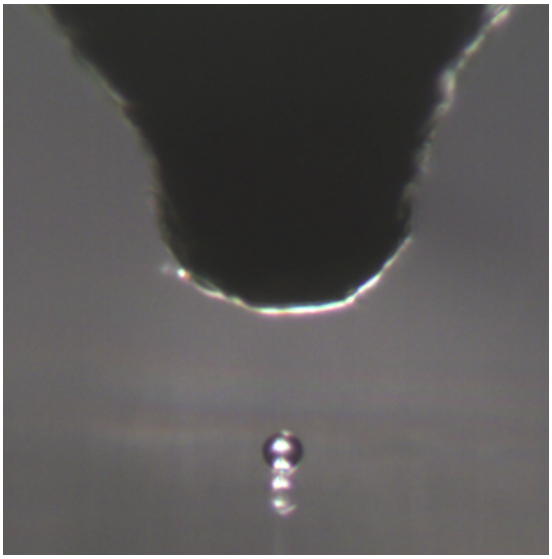
Les objets en silicium ou borosilicate sont nettoyés avec une solution de piranha (acide sulfurique (H_2SO_4) et peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) chauffé à $100\ ^\circ\mathrm{C}$). Celle-ci attaque les résidus organiques et les particules et neutralise les charges piégées sur les surfaces. Cette solution ne peut pas être utilisée sur des objets dont les surfaces sont



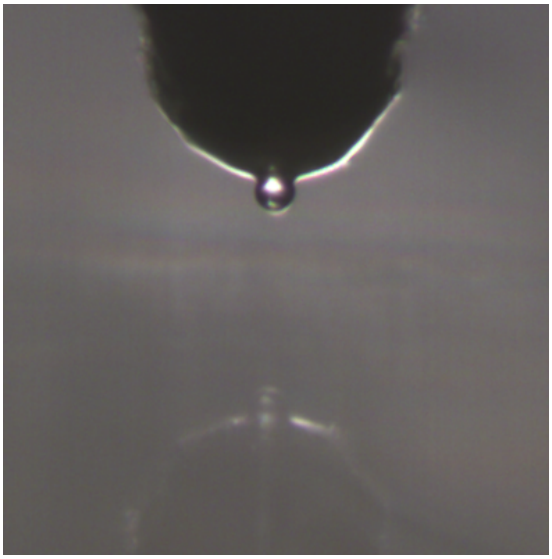
(a) L'extrémité du capteur (ici une pointe de nano-indenteur) est placée au dessus d'une goute de colle...



(b) ...puis trempée dedans afin de la recouvrir d'une couche de colle.



(c) L'extrémité du capteur et la microbille sont ensuite alignées.



(d) Un contact avec la bille suffit à l'attraper. La colle est ensuite réticulée pour figer l'assemblage.

FIGURE 4.5 – Étapes du collage d'une bille sur un capteur. Dans cet exemple, l'organe du capteur est une pointe destinée à faire des mesures avec un nano-indenteur mais le procédé de collage reste le même avec un cantilever d'AFM.

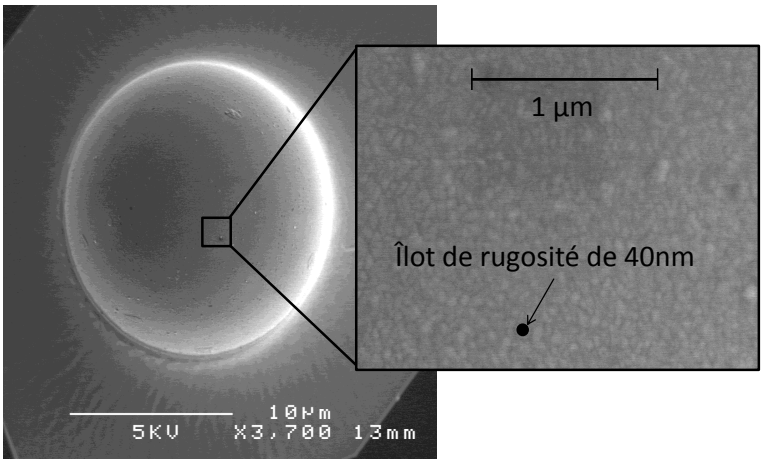


FIGURE 4.6 – Bille de borosilicate de 17 µm de diamètre recouverte d'une couche d'or. Le coating ajoute une rugosité sous forme d'îlots de 40 nm au dessus de la structure initiale de la bille.

modifiées (dépôt d'or ou surfaces fonctionnalisées) car elle risque de dégrader leurs propriétés. Ces objets nécessitent d'autres méthodes de nettoyage plus adaptées. Des solvants comme le cyclohexane peuvent par exemple être utilisés. Les colles servant à fixer les micro-objets aux cantilevers ne supportent généralement pas ces nettoyages ; les échantillons doivent par conséquent être maintenus dans des environnements sains depuis l'étape de fabrication jusqu'à la mesure.

2.3 Procédés de mesure et d'analyse

Le nombre de paramètres du problème est important et nécessite, en plus des précautions mentionnées précédemment, d'établir un plan d'expérience. La grande quantité de données doit être traitée à l'aide d'outils d'analyse statistiques. Ces deux éléments essentiels à l'analyse des mesures sont présentés dans la suite.

2.3.1 Plan d'expérience

Une mesure est utile à la modélisation si elle peut être reliée aux phénomènes physiques originaux. Si tous les phénomènes influençant la grandeur mesurée pouvaient être contrôlés et maintenus à des valeurs constantes, l'écart entre deux mesures réalisées dans les mêmes conditions serait uniquement dû aux bruits de mesures. Or, une partie de ces phénomènes n'est pas contrôlable ; il est donc nécessaire de faire de nombreuses mesures afin d'estimer sa répétabilité. Cette notion est au cœur de toutes les campagnes de mesures et est pleinement inscrite dans le plan d'expérience. De plus, la mesure de la répétabilité aide à détecter les erreurs de mesures et les mesures perturbées par un phénomène local (rugosité anormale, poussière, concentration de charges...). Elle est aussi nécessaire pour établir une corrélation entre les modèles et les expériences.

L'un des paramètres non contrôlables est lié au point de contact entre la sphère et le plan. L'influence de différents points de contact peut être testée en modifiant la position relative de la sphère et du plan entre deux séries de mesures. La répétabilité

est estimée pour chaque série et leur écart montre l'influence du point de contact. Il est recommandé de débuter les mesures par des séries de dix mesures de forces en dix points distincts du plan afin d'observer le comportement des micro-objets. Ces nombres peuvent ensuite être adaptés afin d'optimiser les temps de mesure [3]. Les variations de la force d'adhésion peuvent parfois être importantes ; cette démarche doit être appliquée à toutes les expériences. Par ailleurs, le choix des points du plan peut être aléatoire tant que les distances interpoints garantissent l'indépendance des mesures. Par analyse, les effets locaux potentiellement induits par les mesures semblent n'avoir aucune influence au delà de $100\ \mu\mathrm{m}$. Cette distance est utilisée lors de nos mesures.

Le contact est autant influencé par la bille que par le plan. Des campagnes de mesures doivent dans un premier temps être menées avec plusieurs objets similaires puis, dans un second temps, avec des objets de tailles différentes. L'objectif des expériences est la validation des théories exposées au chapitre 3 et en particulier l'observation des effets d'échelle. La dispersion des premières mesures doit être observée afin de déterminer l'écart minimum pour lequel les forces d'adhésion de deux objets de taille différentes peuvent être distinguées.

Les forces d'adhésion sont aussi influencées par la nature des matériaux en contact. Les premières séries de mesures, accomplies avec des objets en verre (borosilicate), ont amené à effectuer des tests sur des matériaux conducteurs. La seconde moitié des expériences est réalisée avec des microbilles et des substrats recouverts d'or (section 2.2.2).

Les théories développées dans les chapitres précédents s'appuient principalement sur l'hypothèse selon laquelle les micro-objets ne subissent que des déformations élastiques. Cette hypothèse est vérifiée pour de faibles précharges et doit être validée expérimentalement. Les différences entre l'AFM et le nano-indenteur sont exploitées pour tester l'effet de deux précharges avec des ordres de grandeur différents.

L'humidité et la température n'ont pas assez d'influence sur les forces d'adhésion pour être utilisées comme principe de micropréhension. Ces paramètres doivent donc être stables durant les mesures afin de conserver des conditions expérimentales similaires. Les mesures sont réalisées en environnement contrôlé (flux laminaire ou chambre à vide).

Cette étude comporte plusieurs milliers de cycles de mesures et a nécessité l'intervention à temps partiel de plus de dix personnes appartenant à quatre laboratoires différents, que je tiens à remercier. L'ensemble des mesures ne sont pas présentées dans ce chapitre ; seuls des exemples représentatifs sont choisis pour illustrer les phénomènes observés.

2.3.2 Analyse des mesures

À l'échelle microscopique, les rapports signaux/bruits sont défavorables. Le bruit et la variance des mesures de forces rendent leur exploitation brute délicate. L'analyse des données nécessite des outils statistiques. Ces derniers, classiques, apparaissent comme une clef pour comprendre les phénomènes mesurés.

3. Une mesure de force par AFM dure de deux à trois minutes et il n'est souvent pas possible de voir qu'une expérience n'est pas concluante avant d'avoir extrait et analysé les résultats. L'optimisation du nombre de mesures est donc importante.

Les mesures de forces peuvent être sujettes à d'importantes variations dues à des effets locaux. Les mesures sont donc effectuées par séries, dans des conditions identiques. Ces effets ponctuels sont masqués et une meilleure estimation de la force de pull-off est obtenue en tenant compte de la moyenne et de l'écart type (pour la répétabilité) des mesures.

D'un point de vue statistique, les mesures ne donnent pas accès à la force de pull-off mais à sa loi de distribution. Plus l'échantillon à partir duquel elle est calculée contient de mesures, mieux elle le représente. Cependant, ces lois peuvent être estimées à partir d'un nombre réduit de mesures sans que l'influence soit significative sur la précision de l'estimation. Au cours des expériences, l'un des premiers objectifs est la détermination de ce nombre afin de réduire le temps d'expérimentation.

Tout comme une mesure unique, la moyenne des mesures effectuées est entachée d'une erreur. L'intervalle de confiance dans lequel se trouve la force moyenne est une information essentielle pour comparer deux populations de mesures puis établir des liens avec des modèles de forces. Ces intervalles peuvent être déterminés par un outil d'analyse statistique : l'analyse de la variance, appelée ANOVA. Si les intervalles de confiance de deux séries de mesures se recoupent, alors il existe une probabilité non nulle que ces deux séries suivent la même loi statistique. Elles ne peuvent donc pas être distinguées. Si un paramètre est modifié entre ces deux séries de mesures, ce paramètre est supposé n'avoir aucune influence sur l'expérience [4]. Au fil des expériences présentées dans ce chapitre, l'ANOVA met en évidence l'influence de chaque paramètre testé (taille des micro-objets, matériaux, humidité...) sur les mesures de force de pull-off.

3 Résultats observés

Les moyens de mesures présentés précédemment sont détaillés dans cette partie afin de mesurer les forces de pull-off entre des sphères de taille micrométrique et un plan. Ces mesures illustrent des phénomènes caractéristiques de cette échelle et mettent en évidence les stratégies à utiliser afin de fiabiliser les tâches de micromanipulation.

3.1 Premières mesures de forces de pull-off

3.1.1 Mesures de répétabilité

Les modèles de force exposés au chapitre 3 prennent en compte la géométrie de la bille mais pas sa position par rapport au plan. Dans le cas d'un plan présentant une rugosité importante, cette position peut jouer un rôle dans l'adhésion. Il n'est cependant pas possible avec les moyens de mesures actuels de cartographier les rugosités des deux micro-objets pour prédire la géométrie exacte du contact. Il est donc nécessaire de faire des mesures de forces pour différents points de contact afin d'obtenir des mesures les plus représentatives possibles. Les mesures de la figure 4.7 représentent

4. L'analyse de la variance conclut que les deux séries d'expériences ne peuvent pas être distinguées (avec 5% de chances de se tromper) et non qu'elles sont identiques. Cette hypothèse est cependant choisie pour pouvoir tirer des conclusions de l'ANOVA. Cette démarche est expliquée en détail dans l'annexe G

la force de pull-off entre une bille de borosilicate et un plan de silice. Cette force est mesurée dix fois de suite en trois points du plan. L'expérience est menée trois fois de suite afin d'observer d'éventuels changements.

En dehors des premières mesures effectuées au lieu 3, chaque groupe de dix mesures présente une répétabilité inférieure à $50\ \mathrm{nN}$ soit 10% de la valeur moyenne observée. Les mesures effectuées consécutivement en un même lieu sont donc répétables. Leurs valeurs sont cependant différentes lorsque le lieu de contact sur le plan change. Un palier d'amplitude différente est observé pour chaque série de dix mesures. Lors de nouvelles mesures accomplies aux mêmes points que précédemment, la valeur moyenne de la force de pull-off est modifiée. Cet écart peut être dû à la répétabilité des tables de micropositionnement auxquelles est fixé le plan ou à un changement de nature des surfaces. Cette seconde hypothèse est développée dans la partie 3.1.2.

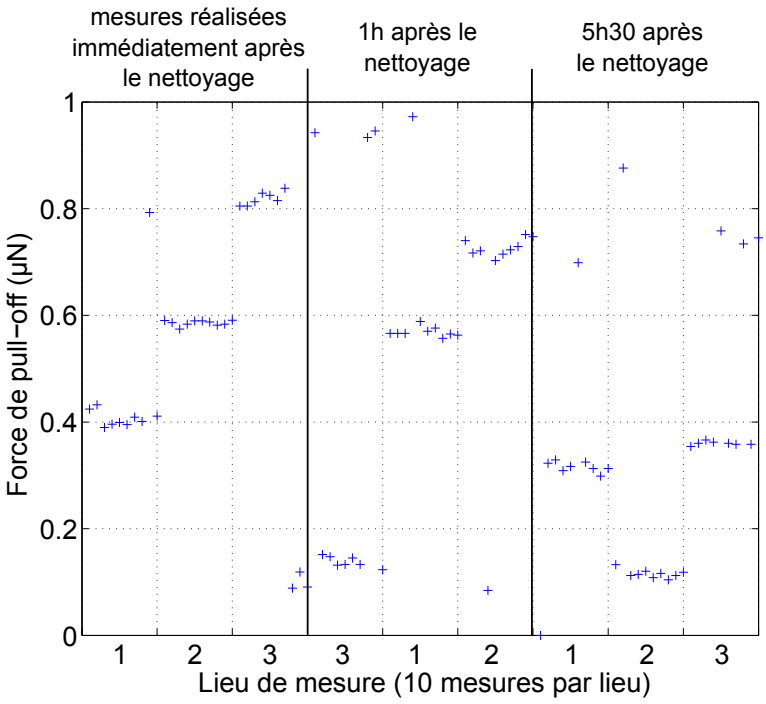


FIGURE 4.7 – Forces de pull-off entre une sphère de borosilicate de diamètre $100\ \mu\mathrm{m}$ et un plan de silice (mesures réalisée par capteur à lévitation magnétique). 10 mesures sont opérées en 3 points du plan (lieu 1, 2 et 3). L'expérience est menée trois fois : la seconde série de mesures est réalisée 1h après la première et la troisième est réalisée 5h30 après le début des expériences.

3.1.2 Perturbations induites par le nettoyage

Au cours du nettoyage, le silicium en surface est transformé en silice SiO^- sous l'effet de la forte acidité du piranha. Des charges chimiquement liées à la surface sont donc créées et peuvent ainsi induire des forces électrostatiques supplémentaires. Au contact de l'air, la silice SiO^- s'oxyde en SiO_2 et modifie par conséquent la structure externe des objets. Les charges supplémentaires disparaissent et les forces correspondantes s'atténuent. Cette transformation chimique peut expliquer l'instabilité des mesures réalisées

immédiatement après le nettoyage des micro-objets (voir figure 4.1 présentée au début de ce chapitre). Ce phénomène est malheureusement difficile à identifier car son temps caractéristique d'évolution et ses effets sont similaires à ceux induits par une contamination par l'environnement.

Afin de d'étudier l'influence de temps d'exposition à l'air libre, plusieurs séries de mesures sont réalisées immédiatement après le nettoyage et cinq heures plus tard (Fig. 4.7 et 4.8). L'influence du nettoyage n'apparait pas clairement. Dans un cas (Fig. 4.7), les forces de pull-off sont plus importantes durant les deux heures qui suivent le nettoyage alors que dans l'autre cas (Fig. 4.8), elles sont plus faibles. Un autre phénomène, sensible au processus de nettoyage, entre donc en jeu dans la modélisation des forces de pull-off.

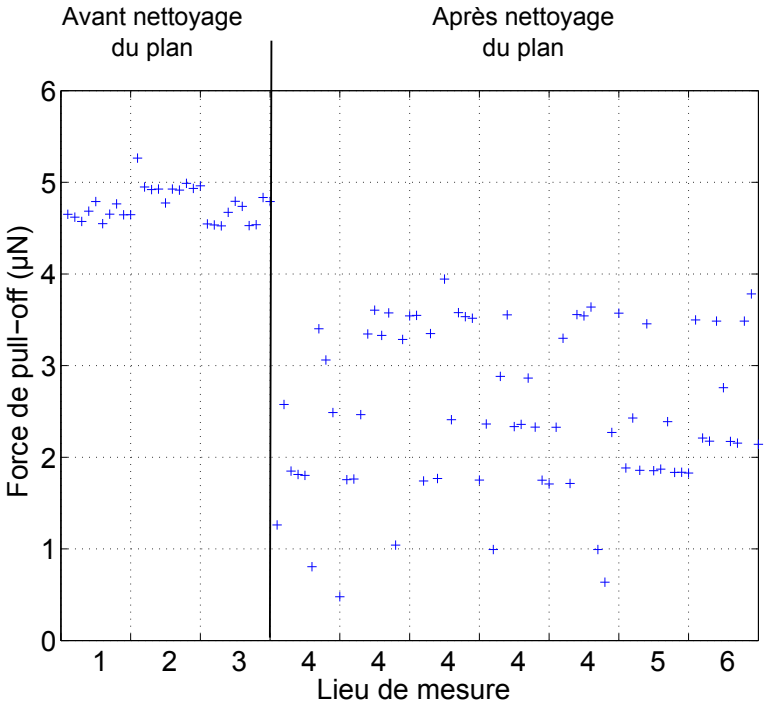


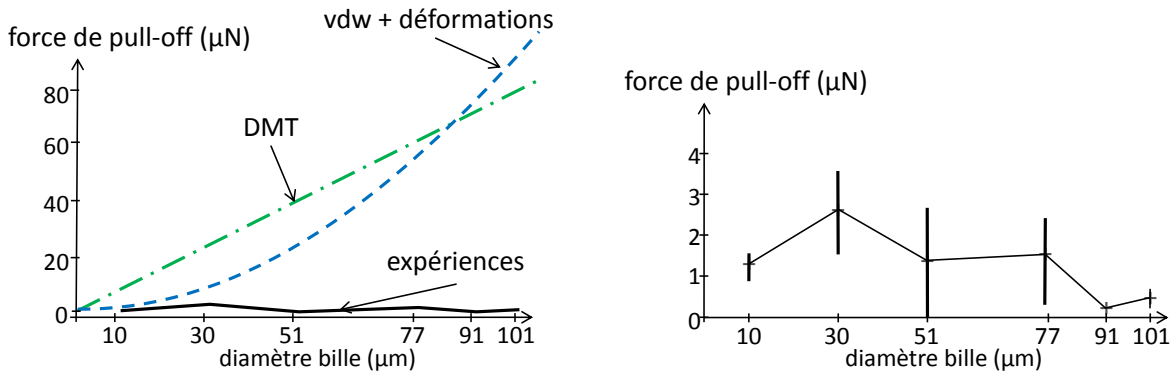
FIGURE 4.8 – Forces de pull-off entre une sphère de borosilicate de diamètre $30\ \mu m$ et un plan de silice (mesures réalisées par capteur à lévitation magnétique). Avant le nettoyage du plan (5h auparavant), les mesures sont répétables et aucune différence de force n'est perçue entre les différents lieux de mesure. Après le nettoyage du plan, les forces mesurées sont significativement plus faibles et fortement non répétables. La répétabilité est six fois meilleure lors des premières mesures, elle passe de $0{,}5\ \mu N$ à $3\ \mu N$.

Dans le cadre de la micromanipulation, les perturbations dues à des changements chimiques ne sont pas un problème prédominant car elles n'affectent aucun des deux cas d'applications industrielles potentielles. Dans le cas où la fabrication et l'assemblage des micro-objets sont deux parties d'un même process. Le temps de manipulation est alors court comparé au temps d'oxydation (plusieurs minutes dans le cas de la silice) ; ses effets ne sont donc pas perceptibles. Dans le cas où les objets sont stockés après leur fabrication. L'oxydation est donc déjà terminée au moment de leur manipu-

lation ; leur structure est donc stabilisée. Par la suite, des objets naturellement oxydés en surface sont choisis.

3.1.3 Influence de la bille choisie

Les modèles de forces présentés au chapitre 3 dépendent tous de la taille de la bille. Si la dispersion des mesures précédentes est plus faible que les variations dues au changement de diamètre, les mesures sont alors exploitables pour l'identification des modèles. Les répétabilités obtenues avec plusieurs billes doivent donc être comparées aux valeurs moyennes mesurées. L'ensemble des mesures effectuées entre un plan de silice et des billes de borosilicate (dont le diamètre varie de 10 à 101 µm) est représenté sur la figure 4.9. Les résultats ne font apparaître aucune tendance ni aucune dépendance entre la force de pull-off et la taille des billes. La variance des mesures faites avec les billes de 91 et 101 µm est inférieure aux autres mais cette remarque n'est pas due au nombre de mesures car il est respectivement similaire à celui des billes de 51 et 10 µm. Cette différence semble être reliée aux micro-objets utilisés.



(a) Forces de pull-off théoriques (lignes discontinues) et expérimentales (trait plein) entre des billes de borosilicate et un plan de silice ou de silicium.

(b) Plusieurs centaines de mesures de forces par taille de bille sont représentée. Les valeurs moyennes (croix entourées) sont reliées pour faciliter l'identification d'une éventuelle tendance.

FIGURE 4.9 – Le diamètre des billes varie de 10 à 101 µm. Contrairement à la prédiction du modèle de force de DMT (ligne point et tirets) ou du modèle itératif proposé au chapitre précédent (tirets), l'influence du rayon de la sphère sur la force de pull-off n'apparaît pas à travers ces mesures.

Dans les exemples présentés dans cette partie, la force de pull-off n'est pas assez prévisible pour que sa valeur puisse être estimée par un modèle. Les différences entre les micro-objets et leur rugosité ne suffisent pas à expliquer les forces observées car l'adhésion entre deux micro-objets peut être tour à tour répétable ou sembler totalement aléatoire. Par conséquent, leur manipulation par des procédés robotiques ne peut pas être fiable. Des mesures complémentaires sont menées afin d'identifier la cause de ces phénomènes.

3.2 Forces électrostatiques

Les forces électrostatiques semblent à l'origine des perturbations observées. Cette partie démontre tout d'abord leur présence avant d'évaluer leur impact sur les forces d'adhésion.

3.2.1 Observation de forces électrostatiques

Les matériaux utilisés précédemment sont isolants, globalement neutres et non soumis à un potentiel. Si les micro-objets sont soumis à des forces électrostatiques, elles sont donc dues à des charges ajoutées en surface sous l'effet de la friction ou de réactions chimiques (nettoyage, oxydation ...). Afin de mettre en évidence leur impact sur les forces de pull-off, les expériences de la figure 4.10 sont réalisées avec des micro-objets non conducteurs et isolés électriquement. Durant cette expérience, la force de pull-off diminue à chaque mesure mais revient à sa valeur initiale lorsqu'une nouvelle série de mesures démarre en un nouveau lieu du plan. La décroissance est donc réversible et suggère par conséquent qu'elle n'est pas relative à la contamination des surfaces par l'environnement ou des déformations plastiques. En revanche, une distribution aléatoire de charges en surface pourrait expliquer ce phénomène. À chaque nouvelle mesure, les charges des deux surfaces s'équilibrent ou s'éloignent de la zone de contact. La force due à la différence de potentiel peut chuter entre deux mesures consécutives. La distribution de charges des autres zones du plan n'est pas encore à l'équilibre avec la charge de la bille ; le phénomène se reproduit après déplacement du plan.

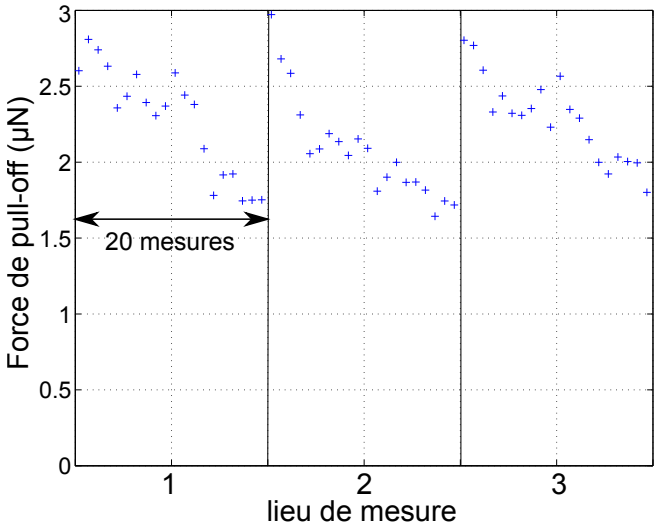


FIGURE 4.10 – Forces de pull-off entre une sphère de borosilicate de diamètre 10 µm et un plan de silice. Chaque groupe de 20 mesures de force de pull-off est effectué en 3 points différents du plan. Un comportement similaire est observé en chaque point sans pour autant induire une décroissance globale de la force. Le phénomène est donc réversible.

Les forces électrostatiques peuvent aussi être observées avant le contact, durant la phase d'approche du cantilever. L'AFM et le capteur à lévitation magnétique sont des

capteurs possédant de faibles raideurs (0,2 et 0,02 N/m) avec lesquels il est fréquent d'observer des phénomènes de pull-in. Or, contrairement aux forces de van der Waals, les forces électrostatiques agissent à longue portée. Ainsi, si la microbille est attirée alors qu'elle est encore éloignée du plan (distance supérieure à 100 nm), seules les forces électrostatiques peuvent en être la cause [5]. Or, au cours des expériences réalisées avec le capteur à lévitation magnétique, des sauts au contact (pull-in) depuis une distance jusqu'à 1 µm ont été observés. La mesure des forces de pull-in à longue distance (> 100 nm) est par conséquent une signature des forces électrostatiques (Fig. 4.11).

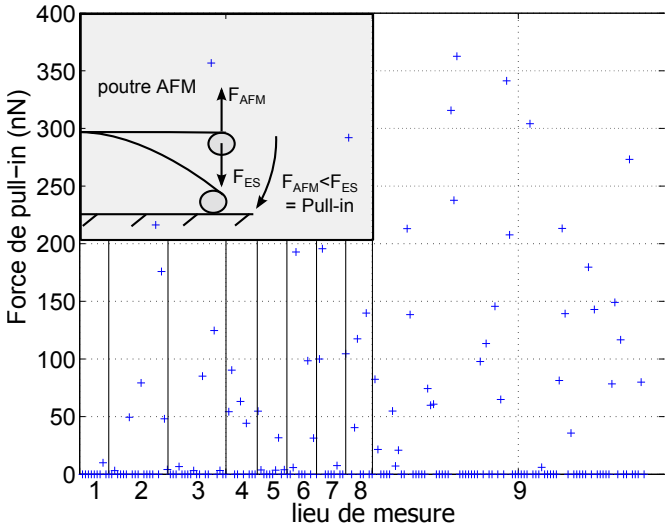


FIGURE 4.11 – Forces de pull-in entre une bille en borosilicate de diamètre 10 µm et un plan. Les forces non détectées par le capteur sont considérées comme nulles. Les mesures sont effectuées en 9 lieux différents du plan. Les 100 dernières le sont au même point.

3.2.2 Évaluation des forces électrostatiques et de la charge électrique

Les charges présentes à la surface des micro-objets ne peuvent pas être évacuées ou stabilisées si les matériaux ne sont pas conducteurs. Elles restent dans la zone de contact après la séparation des micro-objets [GSR+96] et perturbent la mesure suivante. Or, les expériences montrent que les forces électrostatiques ne sont pas répétables : la configuration des charges lors de la séparation des micro-objets est supposée ni homogène, ni reproductible. Les forces électrostatiques peuvent donc être considérées comme des perturbations de la force de pull-off. De plus, la force de pull-off à caractériser est du même ordre de grandeur que la force de pull-in due aux forces électrostatiques (Fig. 4.11). Par conséquent, la force de pull-off entre deux micro-objets non conducteurs ne peut pas être prédite avec un niveau de précision acceptable. Il est cependant possible d'évaluer l'ordre de grandeur de ces deux forces.

L'évaluation du maximum des forces électrostatiques peut être suffisante, dans un premier temps, pour évaluer l'influence de ces forces et en particulier obtenir un majorant de cette perturbation. Les forces de pull-in mesurées avec une bille en verre de

5. Les forces magnétiques peuvent également induire des effets à distance. Dans le cas étudié, les matériaux utilisés n'ont toutefois pas de propriété magnétique pour causer un phénomène de pull-in.

diamètre $10\ \mu\mathrm{m}$ (Fig. 4.11) sont inférieures à $400\ \mathrm{nN}$. Dans la suite de cette étude, cette valeur est supposée représentative de l'ordre de grandeur typique des forces électrostatiques pour cette classe d'objets.

À l'instant précédent le phénomène de pull-in, quand la bille est en équilibre instable, elle se trouve suffisamment proche du plan pour pouvoir considérer que ce dernier est infini. À partir de l'hypothèse d'une distribution surfacique de charges σ homogène, sa valeur est donnée par l'équation (2.24) et vaut pour une bille de verre de diamètre $10\ \mu\mathrm{m}$:

$$\sigma = \sqrt{\frac{F_{es}\epsilon_0}{2\pi R^2}} = 0{,}15\ 10^{-3}\mathrm{C/m}^2. \tag{4.1}$$

En supposant que cette distribution de charges est liée au matériau du micro-objet et est indépendante de sa taille, cette valeur de σ peut être exploitée pour étudier des effets d'échelle sur les forces électrostatiques (voir partie 4, page 99).

3.2.3 Conséquences sur les tâches de micromanipulation

Les forces électrostatiques sont l'une des principales sources de perturbation des forces d'adhésion. Leur contrôle est donc nécessaire à la maîtrise des tâches de micromanipulation. Une étude complète des interactions entre des micro-objets soumis à une différence de potentiel a été menée par [LDRL07]. Notre choix s'est orienté vers le cas où aucune tension n'est appliquée entre les micro-objets. Les forces électrostatiques de cette étude dépendent donc uniquement de la conductivité des matériaux. Plus un matériau est conducteur, plus les charges présentes sur sa surface sont équilibrées aisément et moins la part des forces d'adhésion due aux forces électrostatiques est importante. Le contrôle des forces électrostatiques passe donc par l'utilisation de matériaux conducteurs.

Les figures présentées dans la suite de ce chapitre (Fig. 4.12 et 4.13) illustrent le comportement des forces généralement observé avec des microbilles recouvertes d'or. La part aléatoire des forces de pull-off apparaît alors moins importante. Dans le cas de matériaux fortement conducteurs comme l'or, les charges sont équilibrées dès le premier contact, avant la première mesure de force de pull-off. L'influence des forces électrostatiques semble donc négligeable. Contrairement aux mesures effectuées avec des micro-objets en silicium, celles accomplies avec des objets recouverts d'or sont assez répétables pour être corrélées avec un modèle de forces d'adhésion. Ces objets semblent pertinents dans des procédés de micromanipulation industriels. Les objets à manipuler n'ont pas besoin d'être entièrement fonctionnalisés ou recouverts d'un matériau conducteur. Cette contrainte peut être opérée uniquement sur des parties spécifiques à la préhension pour améliorer la répétabilité de la force de pull-off et mieux maîtriser la tâche de lâcher.

3.3 Plasticité

3.3.1 Déformations plastiques à l'échelle microscopique

La force de pull-off est fortement liée à la surface de contact et dépend à la fois des déformations élastiques et plastiques. L'effet des déformations élastiques est développé au chapitre précédent mais celui des déformations plastiques est plus complexe

à étudier car il n'est pas réversible. Or, la surface de chaque micro-objet est unique ; par conséquent les expériences ne peuvent pas être répétées dans des conditions identiques. Cependant, l'effet global des déformations plastiques peut être prédit.

Deux cas extrêmes décrivent le contact entre deux micro-objets. Dans un premier cas, le contact peut être limité à un contact mono-aspérité si la taille de cette dernière est assez importante [DBP+10]. L'aire de contact est alors plus faible que celle prédite en considérant les deux objets lisses. Cette aspérité subit donc une pression importante et possède des chances plus importantes de subir des déformations plastiques. Dans le second cas, pour des aspérités plus petites et plus nombreuses, la surface de contact est répartie sur plusieurs d'entre elles. Elles ont alors une probabilité plus faible de subir des déformations plastiques. Si cette hypothèse est vérifiée, seule une faible proportion de la surface de contact est modifiée. Les plus grands changements du profil de contact dus aux déformations plastiques sont donc localisés sur les défauts les plus importants de la zone de contact.

Expérimentalement, il existe plusieurs moyens de détecter ces déformations plastiques. Tout d'abord, les déformations plastiques augmentent la surface de contact de manière non réversible. Si une telle déformation apparaît entre deux mesures consécutives, une augmentation de la force de pull-off a une forte probabilité d'être observée. De plus, la force de pull-off observée après un contact entre deux aspérités doit être plus faible qu'avec un autre type de contact à cause de la plus faible surface de contact. Une mesure de force de pull-off faible et suivie d'une augmentation globale de cette force est un indice fort pour suggérer la présence de déformations plastiques durant les mesures.

3.3.2 Observation expérimentales

Une série de mesures de forces de pull-off entre une sphère en or de $30\ \mu\mathrm{m}$ de diamètre et un plan en or est présentée sur la figure 4.12. Les premières mesures ont des valeurs faibles et rapidement croissantes lors des premiers cycles de mesure puis se stabilisent. Ce phénomène suggère que la bille est déformée plastiquement lors des premiers cycles de mesure (cas du contact mono-aspérité). Un phénomène similaire a été observé avec une bille en or de $10\ \mu\mathrm{m}$ (Fig. 4.13). Les forces de pull-off sont mesurées en dix lieux différents du plan mais les dix mesures accomplies aux lieux 5 et 9 (Fig. 4.13) ont des comportements différents : les forces mesurées sont plus faibles que les autres et croissantes. Ce comportement cesse dès que le lieu de mesure change suggérant une relation avec les déformations plastiques causées par une imperfection du plan. De plus, ces deux évènements sont suivis d'une augmentation globale de la force de pull-off. Cette remarque étaye l'hypothèse d'une augmentation durable de la surface de contact et donc l'apparition des déformations plastiques.

La répétabilité des mesures de forces de pull-off est meilleure avec des micro-objets conducteurs car ces derniers ne stockent pas de charges électrostatiques. Cependant, les micro-objets recouverts d'or se déforment plus facilement que ceux en borosilicate et subissent des déformations plastiques. L'effet des déformations plastiques sur la force de pull-off est étudié dans la suite de cette partie.

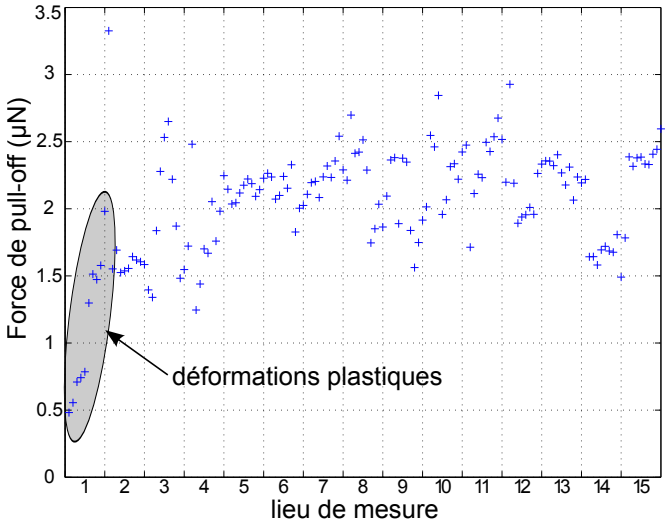


FIGURE 4.12 – Forces de pull-off mesurées avec un AFM entre deux objets en or : une bille de 30 µm de diamètre et un plan. Dix mesures sont effectuées en quinze lieux du plan. La bille semble être déformée de façon irréversible lors des premières mesures puis la force de pull-off se stabilise. Un précharge de 0,25 µN est appliquée avant chaque mesure.

3.3.3 Évaluation de l'effet de la plasticité sur les forces de pull-off

L'hypothèse des déformations plastiques peut être validée par un calcul de contraintes basé sur la mesure des forces et en considérant un cas limite : uniquement deux aspérités sont en contact. La taille de ces dernières est issue du profil de rugosité du plan utilisé lors des expériences de la figure 4.13. Il est mesuré par un AFM utilisé en *mode contact* et présenté sur la figure 4.14. La rugosité la plus importante possède un rayon de courbure de $R_2 = 250$ nm. De plus, la charge appliquée au cours de l'expérience est au maximum de $P = 140$ nN donc la contrainte maximale dans la sphère peut être estimée à partir de la théorie de Hertz [Mau00] appliquée à deux aspérités de rayon $R_1 = R_2 = 250$ nm :

$$P_{max} = \frac{1}{\pi}\sqrt[3]{\frac{3}{2}P\left(\frac{E}{1-\nu^2}\frac{R_1+R_2}{R_1R_2}\right)^2}, \tag{4.2}$$

$$= 1{,}6 \text{ GPa}, \tag{4.3}$$

$$> \sigma_{rupt} = 120 \text{ MPa}. \tag{4.4}$$

La contrainte est très supérieure à la contrainte de rupture $\sigma_{rupt} = 120$ MPa[6] de l'or. La rugosité des micro-objets induit donc des déformations plastiques dans la zone de contact.

Le nombre d'aspérités en contact au cours du cycle de mesure de la force de pull-off n'est pas prédictible. Il n'est donc pas possible de savoir a priori quand les déformations plastiques apparaissent. Cependant, les forces de pull-off sont plus importantes avec les déformations plastiques. Les forces de pull-off obtenues avec des objets qui

6. Source : www.matweb.com

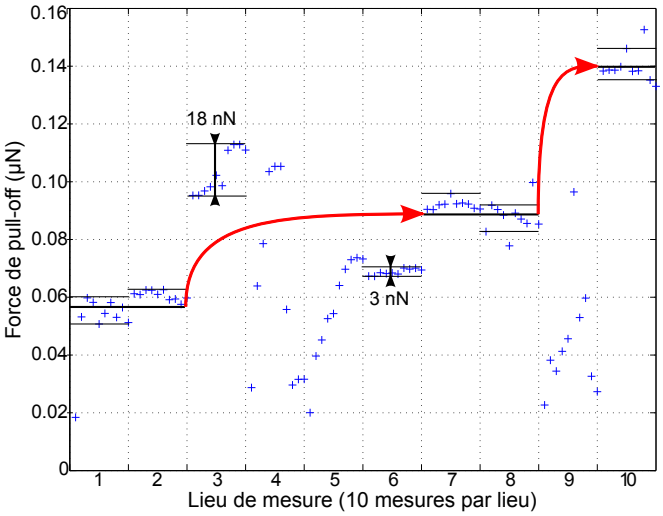


FIGURE 4.13 – Effet des déformations plastiques sur les forces de pull-off mesurées entre deux objets en or : une bille de $10\ \mu\mathrm{m}$ et un plan. Au contact d'une imperfection, la force de pull-off augmente. La répétabilité des mesures en chaque point est comprise entre 4 et 25% de la force de pull-off moyenne.

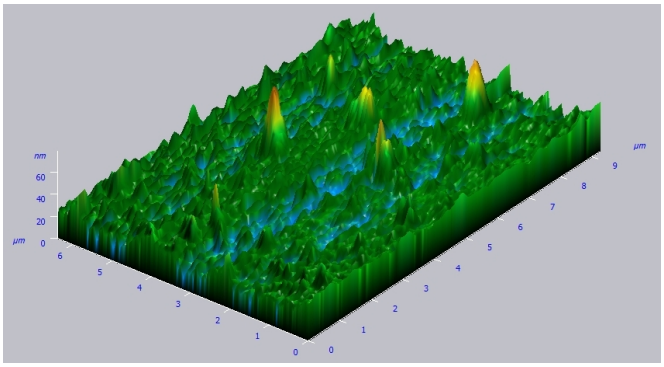


FIGURE 4.14 – Scan AFM du plan recouvert d'or utilisé lors des expériences de la figure 4.13. L'aspérité la plus importante mesure $80\ \mathrm{nm}$ de haut avec un rayon de courbure de $250\ \mathrm{nm}$. La hauteur moyenne est $r^{rms} = 6{,}7\ \mathrm{nm}$.

n'ont pas encore subit de telles déformations sont donc majorées par les forces obtenues après déformation plastique. La connaissance d'un majorant de la force de pull-off peut déjà s'avérer très intéressant dans le contexte actuel de la micromanipulation. En les utilisant pour concevoir les robots de micromanipulation, la connaissance d'un majorant suffit à dimensionner la force de préhension nécessaire pour saisir un objet sur un substrat.

3.3.4 Effet d'une forte précharge sur les forces de pull-off

Les mesures précédentes (Fig. 4.12) mettent en évidence que pour une précharge du même ordre de grandeur que la force de pull-off (les premières mesures sont proches de $0{,}5\ \mu\mathrm{N}$ pour une précharge de $0{,}25\ \mu\mathrm{N}$), cette dernière augmente progressivement lors des premières mesures puis se stabilise. Des expériences similaires sont menées

avec des niveaux de précharge plus importants (Fig. 4.15) avec le nano-indenteur de l'institut Charles Sadron (Strasbourg).

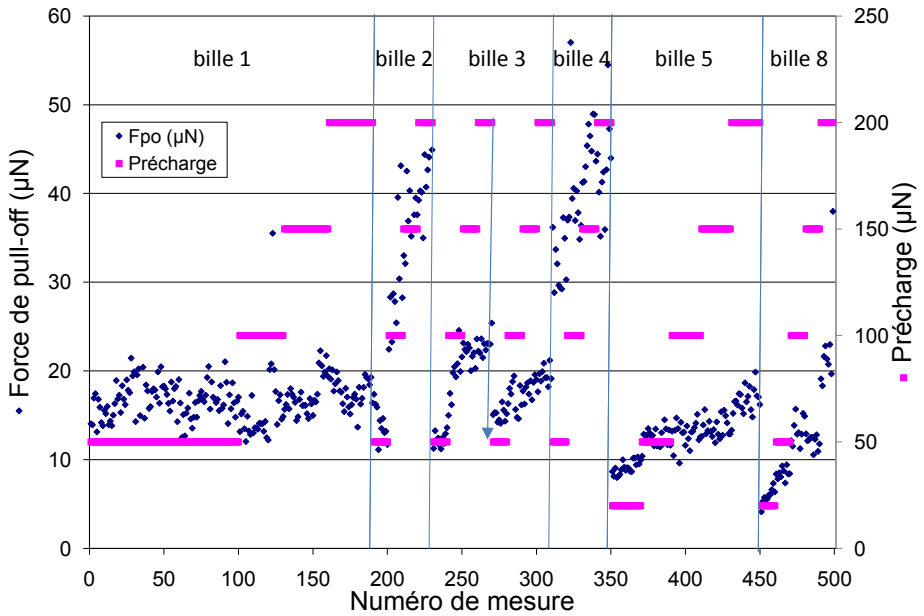


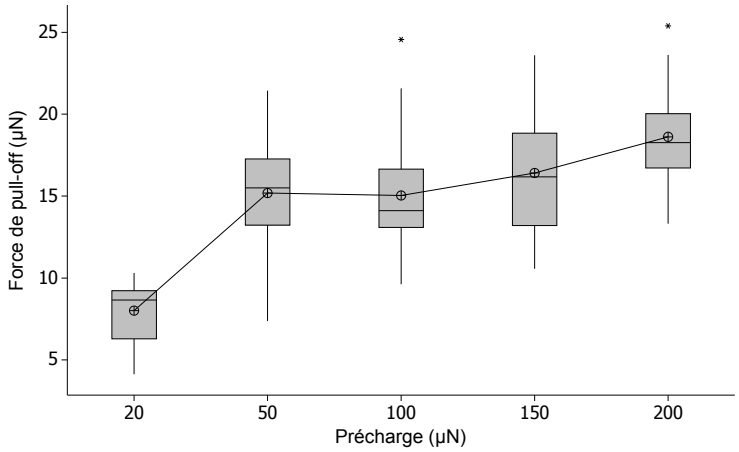
FIGURE 4.15 – Évolution de la force de pull-off en fonction de la précharge pour un contact entre un plan et six billes de diamètre $20\ \mu m$ recouverts d'or.

Les résultats montrent qu'avec ce niveau de précharge, les forces de pull-off sont dix fois plus importantes que celles des mesures précédentes. Elles sont réalisées avec des billes d'un diamètre comparable ($30\ \mu m$) et avec un même traitement de surface. La forte précharge semble donc augmenter la surface de contact en aplatissant les pics de rugosité. De plus, l'augmentation de la force au cours des premières mesures n'est pas observée. Cette remarque indique que la précharge appliquée lors du premier contact est suffisante pour déformer plastiquement, en une seule fois, l'ensemble de la surface.

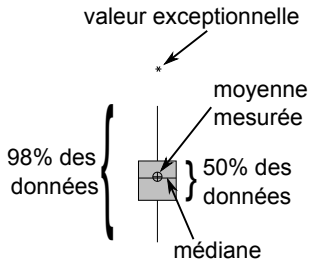
Les expériences réalisées avec la bille 1 ont pour objectif d'évaluer la répétabilité des mesures. Les cent premières mesures sont effectuées en dix lieux du plan avec une précharge constante de $50\ \mu N$. Le comportement de la force ne change pas au cours des mesures : le nombre de mesures peut être réduit à trente puis dix par valeur de précharge (accomplies respectivement en trois et deux lieux du plan). En dehors des billes 2 et 4, toutes les billes ont un comportement similaire et contrairement à toutes les mesures précédentes, la force de pull-off est régulière d'une bille à l'autre. Cette régularité s'explique par une uniformisation des surface sous l'action des forces de précharge et confirme l'hypothèse des parties précédentes : la rugosité est à l'origine des différences importantes observées entre plusieurs séries de mesures réalisées dans des conditions similaires.

L'analyse des mesures (Fig. 4.16a) met en évidence l'impossibilité de dissocier les résultats issus des précharges de 50 et de $100\ \mu N$. Toutefois, toutes les autres valeurs de précharges testées donnent des résultats significativement différents. Contrairement aux observations proposées avec de très faibles précharges (AFM), la force de pull-off augmente avec la précharge. Cette remarque confirme que les déformations plastiques

augmentent la surface de contact et ont une influence prépondérante sur la force de pull-off.



(a) Forces de pull-off mesurées entre des billes et un plan recouverts d'or.



(b) Légende : boîte à moustaches.

FIGURE 4.16 – Analyse des forces de pull-off de la figure 4.15 en fonction de la précharge.

3.3.5 Analyse

À l'échelle macroscopique, la littérature n'étudie pas les problèmes observés ici. Les objets de l'échelle microscopique semblent se comporter de façon singulière par rapport aux autres échelles. À cette échelle, le rapport de taille entre les rugosités et les objets induit que la position relative de deux rugosités en contact entraîne une influence sur la force d'adhésion alors qu'à l'échelle macroscopique, tous les points de contact sont équivalents. La géométrie du contact (et donc les forces d'adhésion) varie de façon plus importante à l'échelle microscopique.

La variation des forces d'adhésion peut être minimisée en utilisant des matériaux à faible module de Young afin de favoriser l'uniformisation apparente des surfaces de contact. Les mesures, à l'échelle micrométriques, des forces d'adhésion entre des objets durs représentent les conditions expérimentales les plus difficiles et ont une grande probabilité d'obtenir des mesures non répétables. Le faible module de Young de l'or et sa faible limite élastique contribuent donc à la répétabilité des mesures présentées dans cette partie.

L'influence des déformations plastiques et de la rugosité sur les forces d'adhésion est plus importante à l'échelle microscopique qu'à l'échelle macroscopique. Cet effet d'échelle est l'une des causes de l'origine des irrégularités observées au cours des mesures.

3.4 Synthèse et influence sur les modèles de micromanipulation

Les forces de pull-off sont perturbées par trois phénomènes. Les forces capillaires dues aux couches d'eau adsorbées peuvent être minimisées mais restent une cause majeure de la dispersion des forces de pull-off. Les forces électrostatiques peuvent être

évitées si les micro-objets sont conducteurs. Leur effet peut alors être considéré comme négligeable. Enfin, les déformations plastiques peuvent faire augmenter la force de pull-off en lissant les surfaces rugueuses en contact. L'étude d'objets pré déformés est cependant suffisante pour évaluer un majorant du même ordre de grandeur que la force de pull-off. En outre, l'oxydation et la contamination des matériaux peuvent être considérées comme des sources de perturbation secondaires car leur temps caractéristique est très supérieur à celui du temps de manipulation.

Au cours des expériences réalisées avec des précharges du même ordre de grandeur que les forces de pull-off, la répétabilité relative de ces forces est comprise entre 20% et 50% avec les micro-objets en verre (Fig. 4.10) alors qu'elle est inférieure à 25% pour ceux en or (Fig. 4.13). Ces différences liées aux forces électrostatiques sont importantes à l'échelle microscopique mais elles ne sont pas décrites dans la littérature de l'échelle nanoscopique. La dernière partie de ce chapitre explique l'origine de cette différence de comportement entre les deux échelles.

4 Effet d'échelle sur les forces électrostatiques

L'objectif de cette partie est de présenter, dans un cas concret, l'effet d'échelle dû aux forces électrostatiques.

4.1 Comparaison avec les forces de van der Waals

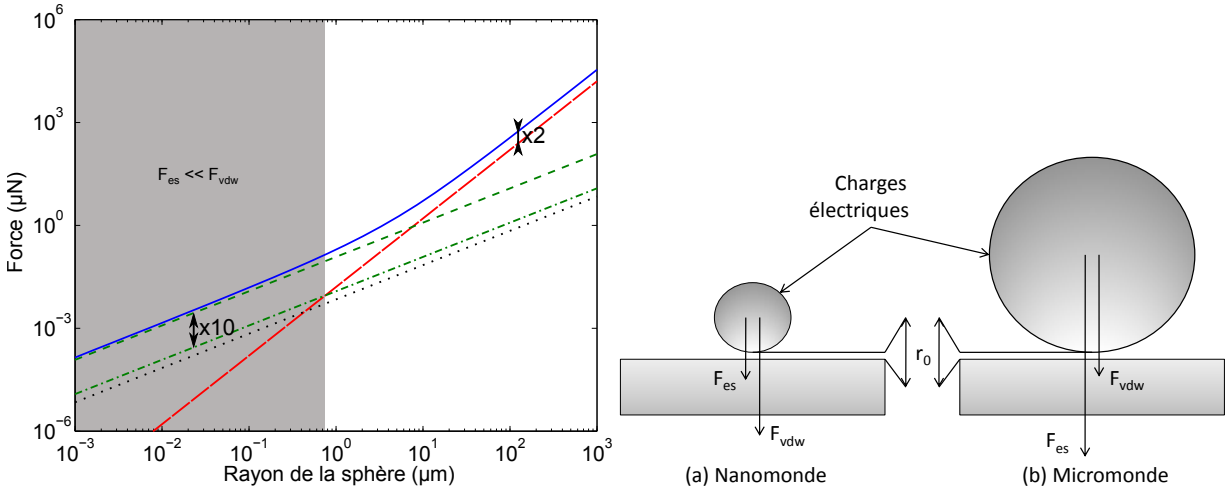
D'une part, des charges de surface peuvent apparaître sur les surfaces des objets non conducteurs à cause de la tribo-électrification. Le niveau de ces charges ne peut pas être prédit car l'état de l'art ne propose aucun modèle fiable de tribo-électrification. Par conséquent, un ordre de grandeur de ces charges (et donc des forces électrostatiques F_{es}) a été calculé précédemment (éq. (4.1), page 93). D'autre part, lorsque deux objets se touchent, ils peuvent spontanément se charger. Ce processus appelé électrification de contact est lié aux propriétés électriques des matériaux.

Les forces électrostatiques F_{es} induites par la tribo-électification peuvent être comparées à la force électrostatique F_{V_F} induite par l'électrification de contact. Nous considérons la différence de potentiel maximale de Fermi $V_F = 0.5V$ qui maximise la force F_{V_F} [LDRL07]. La figure 4.17a représente les forces de van der Waals pour une bille de verre, les forces électrostatiques induites par la tribo-électrification et la force électrostatique maximale induite par l'équilibre de Fermi. Cette dernière est plus de dix fois plus faible que les forces induites par les forces de van der Waals, elle est donc négligeable.

Un second résultat, lié à la dépendance à l'échelle des forces de van der Waals et électrostatiques, apparaît sur la figure 4.17a. Les équations (2.9) et (2.24) montrent en effet que ces forces sont respectivement proportionnelles au rayon de la sphère et à son carré. Cette différence induit un effet d'échelle différent sur les deux phénomènes. Dans le cas de billes de borosilicate, la figure 4.17 montre que les forces électrostatiques doivent être prises en compte pour les objets dont la taille est supérieure à $1\ \mu\mathrm{m}$ alors qu'elles peuvent être négligées à l'échelle nanoscopique. La limite de $1\ \mu\mathrm{m}$ est directement liée à la mesure de la densité de charges utilisée dans le calcul. Ce résultat traduit

tout de même une tendance générale des forces dues à la tribo-électrification : elles peuvent être négligées à l'échelle nanoscopique.

À l'échelle microscopique, les forces électrostatiques semblent prédominantes si l'effet des déformations locales n'est pas pris en compte. Elles sont cependant du même ordre de grandeur que la force de pull-off (3.30) proposée au chapitre 3, page 51. Les forces dues à la tribo-électrification jouent donc un rôle important à l'échelle microscopique.



(a) Forces élémentaires entre une sphère et un plan en fonction du rayon de la sphère : forces électrostatiques (ligne semi-pleine), forces de van der Waals sans déformation (tirets), force de pull-off proposée au chapitre 3 (ligne pleine) ainsi que force de Fermi (pointillés). Les forces électrostatiques deviennent négligeables quand elles sont inférieures au dixième des forces de van der Waals (ligne points et tirets).

(b) Effet d'échelle sur les forces électrostatiques.

FIGURE 4.17 – À l'échelle nanoscopique, les forces électrostatiques sont négligeables devant les forces de van der Waals. Le matériau considéré dans cet exemple est du borosilicate, avec $A = 6{,}5\ 10^{-20}$ J, $r_0 = 0{,}3$ nm et $\sigma = 0{,}15\ 10^{-3}\mathrm{C/m^2}$.

4.2 Conséquences de l'effet d'échelle pour la mesure des forces de pull-off

La densité de charges électriques présentes à la surface des micro-objets peut être contrôlée par des traitements chimiques [DRGB09] ou par l'exploitation de matériaux conducteurs. Si ces hypothèses ne sont pas vérifiées, la densité de charges n'est pas contrôlable et varie au cours de la manipulation. Or, à l'échelle microscopique, les forces d'adhésion sont fortement liées à ces variations ; il est donc très peu probable d'obtenir des mesures de forces de pull-off répétables en utilisant des micro-objets non conducteurs. Le contrôle des charges en surface des micro-objets est donc indispensable pour la fiabilité des processus de micromanipulation.

Les forces électrostatiques sont la principale source de perturbation des forces de pull-off entre des objets non conducteurs. Or, elles peuvent être négligées à l'échelle

nanoscopique ; la répétabilité des forces de pull-off doit par conséquent être meilleure qu'à l'échelle microscopique. Cet effet d'échelle facilite la mesure des forces de pull-off à l'échelle nanoscopique et simplifie la validation expérimentale des modèles de forces de van der Waals, même pour des objets non conducteurs. Les effets d'échelles appliqués aux forces électrostatiques contribuent grandement aux difficultés expérimentales rencontrées lors des expériences présentées dans ce chapitre. Lors de travaux futurs, l'identification des modèles de force d'adhésion à l'échelle microscopique nécessitera par conséquent une neutralisation de ces forces.

5 Conclusion

Un micromètre semble être une taille critique où la prédominance des phénomènes physiques change et où des couplages apparaissent. Nous avons d'abord mis en avant au chapitre 3 que les déformations avaient une forte influence sur la force de pull-off uniquement à l'échelle microscopique. Puis nous avons montré dans ce chapitre 4 qu'à cette échelle, les forces de pull-off sont perturbées par les forces électrostatiques. Ces effets d'échelle sont la cause d'importantes variations des forces de pull-off à l'échelle microscopique alors que ces forces peuvent être prédites plus aisément à l'échelle nanoscopique.

Il est communément admis qu'une stratégie top-down est inadaptée à la modélisation du micromonde. Ces chapitres montrent qu'une stratégie purement bottom-up, basée sur une extrapolation des connaissances en nanoscience, n'est pas non plus suffisante. La modélisation du micromonde s'avère une activité scientifique pleine de perspectives possédant des spécificités propres sensiblement différentes du nanomonde et du macromonde.

CHAPITRE 5

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

1 Conclusion générale

Le développement des fonctionnalités des microsystèmes est actuellement limité par l'absence de techniques de micro-assemblage automatiques fiables qui permettraient l'hybridation de technologies. Or l'étude et la réalisation de méthodes de micro-assemblage sont rendues difficiles par les perturbations intrinsèques à l'échelle microscopique subies par les micro-objets à assembler. Les forces de surface et d'adhésion couramment négligées lors d'un assemblage conventionnel perturbent en effet de manière importante les tâches de micro-assemblage. Le cadre applicatif de ces travaux porte sur le micro-assemblage robotique pour lequel la tâche de micromanipulation (prise, dépose) est particulièrement complexe, notamment l'action de dépose. Les modèles d'adhésion proposés dans la littérature ne sont pas fiables à l'échelle microscopique ; le comportement des micro-objets ne peut donc que partiellement être décrit. Il est donc nécessaire de développer d'une part des modèles applicables à la micromanipulation (et donc valables pour une grande diversité de formes et de matériaux) et d'autre part des outils de simulation pour concevoir de nouvelles stratégies de micro-assemblage. Cet objectif nécessite d'étudier les interactions entre un micropréhenseur et des micro-objets de formes variées et de tailles typiques comprises entre $100\ \mathrm{nm}$ et $100\ \mu\mathrm{m}$ (Fig. 5.1).

Le chapitre 2 présente les deux types d'approches utilisées dans la littérature pour modéliser les forces d'adhésion. Les modèles bottom-up adoptent un point de vue local et considèrent chaque force élémentaire (forces de van der Waals, électrostatiques et capillaires) comme l'une des composantes de la force d'adhésion. Cette approche s'adapte aisément à tout type de géométrie et est validée expérimentalement à l'échelle nanoscopique mais sous estime les forces d'adhésion à l'échelle microscopique car elle ne tient pas compte des déformations des micro-objets. Les modèles top-down tels que les modèles de JKR, de DMT ou de Maugis abordent quant à eux le problème d'un point de vue global et utilisent des bilans énergétiques. Bien qu'ils prennent en compte les déformations, ces modèles ne permettent pas d'analyser l'apport des différentes forces élémentaires et donc d'analyser les sources de l'adhésion en fonction de l'échelle.

Comme à l'échelle nanoscopique, le poids et l'inertie sont négligeables à l'échelle microscopique. La modélisation des forces d'adhésion à cette échelle nécessite donc uniquement de considérer les forces surfaciques et linéiques décrites par les modèles de forces élémentaires. À l'échelle macroscopique, les modèles de forces d'adhésion sont abordés différemment : ils sont indissociables des modèles de déformations. Afin d'assurer la continuité des modèles de forces d'adhésion entre les échelles nano-, micro- et macroscopiques, un modèle est développé dans le chapitre 3. Ce dernier couple les effets observés à l'échelle macroscopique comme les déformations à ceux observés à l'échelle nanoscopique comme les forces élémentaires. Après une étude générale de ce modèle itératif, ce dernier est appliqué au cas des forces de van der Waals et des forces capillaires. Ces deux études mettent en avant un effet d'échelle spécifique du micromonde. L'effet des déformations apparaît alors comme négligeable à l'échelle nanoscopique et le modèle proposé converge vers les théories classiques des forces élémentaires (Fig. 5.2). À l'échelle microscopique, les déformations locales amplifient la force d'adhésion. Les théories utilisées à l'échelle nanoscopique ne suffisent donc plus pour décrire les forces d'adhésion.

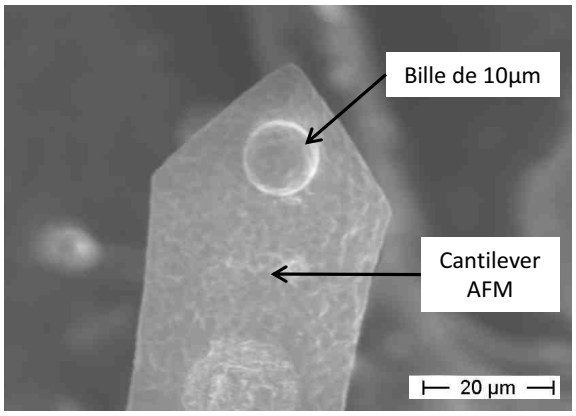


FIGURE 5.1 – Une bille de 10 µm est collée sur le levier d'un microscope à force atomique (AFM). Cet outil est couramment utilisé pour mesurer la force de pull-off.

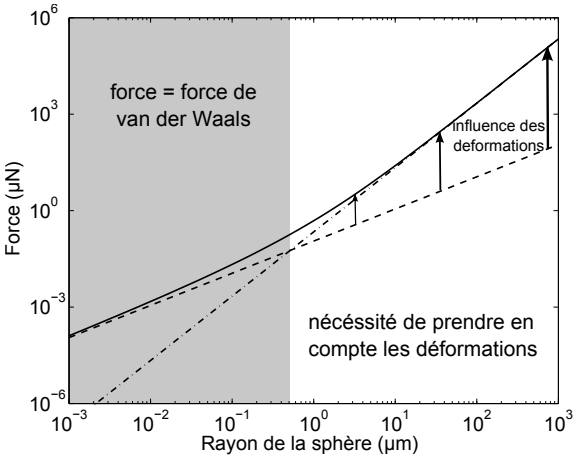


FIGURE 5.2 – Le modèle développé au chapitre 3 montre que la force d'adhésion n'est sensible aux déformations que pour des objets de taille micrométrique.

Après une présentation des moyens de mesure de forces utilisés, le chapitre 4 met en évidence une importante non répétabilité des mesures de forces de pull-off. Ce phénomène semble être dû à des charges présentes en surface (nettoyage chimique, oxydation du silicium...). Afin de vérifier cette hypothèse, des mesures similaires sont effectuées avec des objets recouverts d'or pour lesquels les charges sont mieux équilibrées. Les nouvelles mesures de forces présentent une dispersion moins importante et confirment donc que les perturbations sont d'origine électrostatique. L'utilisation de micro-objets conducteurs ou un traitement local des zones en contact avec le préhenseur apparaît alors comme une méthode de fiabilisation des processus de micromanipulation. De plus, les premières mesures réalisées avec des objets en or mettent en évidence un phénomène irréversible : les pics de rugosité semblent subir des déforma-

tions plastiques au cours des phases de manipulation. Ces dernières réduisent l'effet des défauts de surface et augmentent la surface de contact et, par conséquent, la force de pull-off. Ces déformations dépendent de la rugosité et ne sont donc pas prévisibles. La connaissance des forces maximales à appliquer pour relâcher un objet représente une avancée majeure dans le domaine de la micromanipulation. La détermination d'un majorant des forces de pull-off calculé à partir des modèles de déformations plastiques constitue donc une première perspective de mes travaux.

Cette thèse adresse un champ applicatif nouveau et porteur : le micro-assemblage d'objets dont la gamme dimensionnelle est inférieure à la dizaine de micromètres. Les études théoriques et expérimentales ont pour l'instant montré des limites fortes. Une approche originale est proposée dans ces travaux et apporte une meilleure compréhension du comportement des objets du micromonde. Cette connaissance phénoménologique induit de nouvelles pistes pour l'amélioration de la micromanipulation. La taille de $100\ \mu\mathrm{m}$ est généralement considérée comme la limite entre deux mondes : le macromonde dominé par les forces volumiques et le micromonde régi par les forces surfaciques. Les modèles de force développés dans ce document proposent d'affiner cette vision en traçant une nouvelle frontière entre le micromonde et le nanomonde.

2 Perspectives

Le travail de thèse présenté dans ce document permet de mettre en évidence la singularité des phénomènes d'adhésion à l'échelle microscopique et ouvre la voix à de nombreuses perspectives.

Le couplage entre les forces élémentaires (forces de van der Waals et capillaires) et les déformations est étudié au chapitre 3 dans le cas d'une géométrie sphère/plan. Il reste cependant à évaluer l'influence des hypothèses géométriques émises lors de la démonstration. Un modèle numérique (éléments finis) pourra être utilisé. Cependant, la mise en place de ce type de modèle est complexe car les forces à l'origine des déformations dépendent directement de la géométrie de l'objet et doivent donc évoluer en même temps que les déformations lors de la résolution du problème. Un tel modèle est une base solide pour inclure la rugosité dans le modèle de force de pull-off.

D'autre part, les expériences font apparaître un second effet d'échelle sur les forces électrostatiques. En prenant comme référence les distributions surfaciques de charges à l'échelle micrométrique, nous avons montré que les forces électrostatiques jouent un rôle prépondérant à cette échelle alors qu'elles sont négligeables à l'échelle nanométrique. Les microbilles utilisées lors de nos expériences mesurent entre $10\ \mu\mathrm{m}$ et $100\ \mu\mathrm{m}$; des mesures complémentaires avec des objets de taille inférieure doivent donc être réalisées afin de valider cette théorie.

La théorie prévoit que pour un contact sphère/plan parfait, les forces capillaires ne dépendent pas de l'humidité ambiante. Cette propriété non triviale est uniquement due à la géométrie particulière du problème : nous avons montré qu'une faible variation de cette géométrie induit une dépendance de la force à l'humidité. L'étude des forces capillaires doit donc être effectuée en tenant compte de l'humidité ambiante et des déformations. Les expériences nécessaires à l'observation de ce phénomène néces-

sitent un environnement contrôlé qui n'est pas encore disponible à l'ISIR ou à FEMTO-ST.

Le chapitre 4 montre l'importance de l'impact de la rugosité sur les forces de pull-off ; cependant, elles ne sont pas intégrées dans le modèle proposé au chapitre 3. Le modèle peut donc être complété en considérant par exemple un profil de rugosité fractal. Une simple fonction de pondération de la densité $\rho(z)$ de matière peut être considérée. La loi de densité peut être adaptée en fonction de mesures effectuées sur des objets réels comme celles présentées au chapitre 4, page 96. Ce modèle fera probablement apparaître une dépendance différente des forces de pull-off au rayon R de la sphère.

Les modèles basés sur la théorie de Hertz se basent sur l'hypothèse selon laquelle les matériaux ne subissent que des déformations élastiques. Un modèle qui tient compte des déformations plastiques est proposé par D. Maugis *et al.* [MP84]. Il suggère une dépendance du rayon de contact au rayon de la sphère à la puissance $1/2$ plutôt qu'à la puissance $2/3$. X. D. Wang *et al.* [WSZ+10, WCWW11] se base sur cette théorie pour montrer que des billes nanométriques de silice (400 à $900\ \mathrm{nm}$) et de polystyrène (60 à $600\ \mathrm{nm}$) subissent des déformations plastiques sous l'effet des forces d'adhésion. Les modèles de plasticité sont complexes et restent une voie à explorer en priorité afin de compléter les travaux présentés dans ce document.

D'autres perspectives s'ouvrent pour la mesure de forces à l'échelle microscopique. Seuls des objets disponibles dans le commerce sont utilisés pour effectuer des mesures. À notre connaissance, cette remarque est aussi valable pour les exemples donnés dans la littérature qui utilisent majoritairement des micro- ou nano-objets vendus directement fixés au corps d'épreuve d'un capteur (poutre AFM). Au cours de nos travaux, nous avons eu l'opportunité d'utiliser les objets de notre choix et de les fixer sur plusieurs types de capteurs. L'étude présentée dans ce document est réduite aux microbilles afin de comprendre les mécanismes de l'adhésion dans les conditions géométriques les plus favorables. Les moyens de manipulation et de mesure utilisés peuvent cependant servir à effectuer des mesures de force de pull-off avec des objets plus complexes. Les nombreuses mesures réalisées apportent une meilleure connaissance du comportement des objets à l'échelle microscopique qui peut se généraliser à des géométries plus complexes.

Les mesures de forces de pull-off présentées dans ce document sont des mesures indirectes pour lesquelles un corps d'épreuve subit une déformation (AFM), une translation (capteur à lévitation magnétique) ou une contrainte (nano-indenteur). D'autres méthodes utilisent une mesure directe du profil de déformation par interférométrie ; la distribution de contrainte est ensuite déduite à l'aide de modèles mécaniques. Cependant, les déformations à observer avec des objets de taille micrométrique sont généralement trop faibles pour être détectées par les moyens de mesure classiques. F. Amiot *et al.* proposent une méthode compatible avec les objets micrométriques dans laquelle l'orientation des surfaces est mesurée au lieu de la distance entre les objets [AR06]. Cette méthode se développe actuellement et est une voie à explorer afin de poursuivre ces travaux de thèse.

Annexes

ANNEXE A

THÉORIES D'HAMAKER ET DE LIFSHITZ

Cette annexe présente les avantages des théories d'Hamaker et de Lifshitz dans la modélisation des forces de van der Waals. La théorie de Lifshitz prend en compte un effet qui n'est pas mentionné dans la théorie d'Hamaker telle qu'elle est présentée dans la partie 2.1.1, page 8 : le retard.

Les champs dus au moment dipolaire d'un atome se propagent avec une célérité finie ; ils interfèrent donc avec eux même avec un retard dû au temps mis par le champ pour faire un aller retour entre les deux atomes concernés. Pour que le champ puisse produire une force après avoir fait un aller retour, il doit être cohérent avec le champ dû au moment dipolaire de l'atome. Le temps d'un aller retour doit donc être comparable à la constante de temps du moment dipolaire instantané de l'atome. Par conséquent, des atomes trop éloignés n'interfèrent pas. Il est ainsi possible d'introduire un rayon de coupure r_c au delà duquel deux atomes ne s'attirent plus. Cette distance varie en fonction des atomes considérés mais reste de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Par ailleurs, le retard n'influence pas les atomes distants de moins de $10\ \mathrm{nm}$ [Isr74].

Le coefficient d'Hamaker est au cœur des modèles d'Hamaker et de Lifshitz. Il régit l'influence des matériaux et du milieu extérieur sur la force de van der Waals. La complexité du modèle de Lifshitz est due à la prise en compte d'effets relativistes à travers le *retard*. Le coefficient d'Hamaker dépend alors de la distance entre les objets :

$$A(l) = \frac{3kT}{2} Rel(l), \tag{A.1}$$

avec k_B la constante de Boltzman, T la température et $Rel(l)$ un coefficient relativiste dû au retard. Lorsque les objets sont proches, il peut être considéré comme constant et être qualifié de constante d'Hamaker. Dès lors, le calcul du potentiel d'interaction entre les deux objets peut être simplifié.

La théorie de Lifshitz peut cependant être utilisée pour déterminer des coefficients d'Hamaker. Il existe en effet deux façons de mesurer les coefficients utilisés dans les modèles. Tout d'abord, en considérant que les forces de van der Waals sont l'unique

cause de l'adhésion entre deux objets, le coefficient d'Hamaker peut être identifié en mesurant ces forces d'adhésion. Ce type de mesures est généralement effectuée entre une pointe (assimilée à une sphère de taille nanoscopique) et un plan [DA00, KGF09, PSP97]. Elles sont malheureusement basées sur l'hypothèse selon laquelle les phénomènes d'adhésion sont connus et ne peuvent donc pas être utilisés pour en comprendre les mécanismes. La seconde méthode de mesure des coefficients d'Hamaker se base sur la théorie de Lifshitz. Selon cette théorie, les forces de van der Waals sont dues aux réactions des atomes aux ondes électromagnétiques. Lifshitz établit un lien entre le coefficient d'Hamaker, l'absorption et la réflexion des fréquences envoyées aux matériaux à caractériser. Le coefficient d'Hamaker se déduit donc de la mesure de l'indice de réfraction des matériaux (comme il est défini en optique). Cette méthode de mesure est parfaitement indépendante de la mesure des forces d'adhésion. Les résultats qui en sont issus peuvent donc être utilisés pour modéliser les forces de van der Waals dans le cadre de notre étude. Les constantes d'Hamaker de nombreux matériaux inorganiques ont été calculées par Bergström [Ber97]. D'autres auteurs les ont mesurés en tenant compte du milieu extérieur [AFC96].

ANNEXE B

CALIBRATION D'UN MICROSCOPE À FORCES ATOMIQUES UTILISÉ EN MODE CONTACT

Cette annexe est constituée de deux parties. La première s'appuie sur la théorie de la vibration des milieux continus pour détailler les équations qui régissent le mouvement d'un levier d'AFM. Les résultats sont ensuite utilisés pour être appliqués à la calibration du capteur. Cette seconde partie est utilisée dans un programme [1] Matlab conçu pour pouvoir aisément calibrer l'AFM. Cette annexe complète la partie 3.2.1 du chapitre 2, page 45.

1 Détermination des modes propres d'un cantilever

La façon la plus précise et la plus rapide de calibrer un AFM est de déterminer les modes propres du cantilever utilisé. Les équations nécessaires à la calibration d'un cantilever au bout duquel est collée un objet de masse M sont présentées dans cette section. Le cas d'un cantilever à vide pourra être simplement déduit ($M = 0$).

1.1 Équation du mouvement d'un cantilever

Les équations du mouvement des poutres droites minces (Fig. B.1) peuvent être déterminées par des méthodes énergétiques (fonctionnelle de Hamilton) ([Oui07]). On peut montrer qu'il est possible de négliger l'inertie de rotation des sections droites. Les mouvements de flexion sont alors régis par :

$$\rho(x)A(x)\frac{\partial^2 w}{\partial t^2} + \frac{\partial^2}{\partial x^2}\left(E(x)I(x)\frac{\partial^2 w}{\partial x^2}\right) = p(x,t), \tag{B.1}$$

1. Contactez moi si vous souhaitez avoir les fichiers source. sebastien.alvo (at) gmail.com

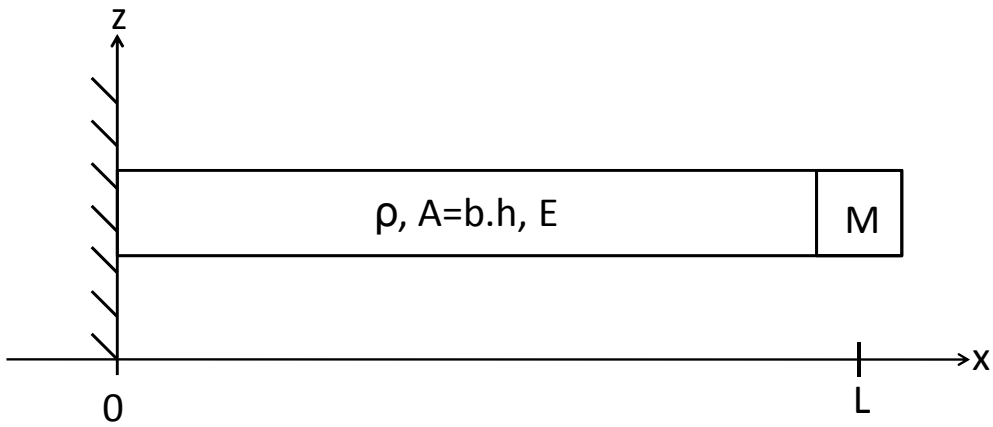


FIGURE B.1 – Les cantilevers utilisés dans l'AFM sont des poutres droites minces. La masse est généralement une bille collée au bout d'un cantilever tipless.

avec pour chaque section x, ρ la masse volumique, E le module d'Young, A l'aire de la section, $I = bh^3/12$ et p l'effort extérieur appliqué. Dans le cas d'un cantilever d'AFM, ces quantités sont constantes le long de la poutre et aucun effort n'est appliqué à la poutre. L'équation (B.1) peut donc être simplifiée en :

$$\rho A \frac{\partial^2 w}{\partial t^2} + EI \frac{\partial^4 w}{\partial x^4} = 0. \tag{B.2}$$

1.2 Conditions aux limites

L'équation (B.2) nécessite quatre conditions aux limites pour être résolue : une condition en translation et une condition en rotation en $x_0 = 0$ et en $x_0 = L$.

1.2.1 Condition limite en $x_0 = 0$

– Translation : pas de déplacement en $x_0 = 0$,

$$w(0,t) = 0. \tag{B.3}$$

– Rotation : pas de rotation en $x_0 = 0$:

$$\theta(0,t) = -\left.\frac{\partial w}{\partial x}\right|_{x=0} = 0. \tag{B.4}$$

1.2.2 Condition limite en $x_0 = L$

– Translation : on applique le PFD à la masse $\{M\}$. Toute section x de la poutre subit une force $T(x,t) = -EI\frac{\partial^3 w}{\partial x^3}$. Les masses étant faibles, il est possible de négliger l'effet de la gravité. La masse M n'est donc soumise qu'à une force $-T(L,t)$. Le PFD s'écrit donc :

$$M \left.\frac{\partial^2 w}{\partial t^2}\right|_{x=L} = EI \left.\frac{\partial^3 w}{\partial x^3}\right|_{x=L}. \tag{B.5}$$

– Rotation : pas de moment en $x_0 = L$:

$$-EI \left.\frac{\partial^2 w}{\partial x^2}\right|_{x=L} = 0. \tag{B.6}$$

1.3 Solution de l'équation de mouvement

Il est possible de montrer que les solutions de l'équation (B.2) sont de la forme

$$w(x,t) = f(x).g(t). \tag{B.7}$$

Nous ne nous intéressons pas aux solutions triviales de l'équation (B.2) (mouvement nul) ; la séparation des variables nous mène donc aux solutions :

$$g(t) = \alpha\cos(\omega t) + \beta\sin(\omega t), \tag{B.8}$$

$$f(x) = \underbrace{A\cos(kx) + B\sin(kx)}_{f_{OP}(x)} + \underbrace{C\cosh(kx) + D\sinh(kx)}_{f_{OE}(x)}, \tag{B.9}$$

$$\text{avec} \qquad k^4 = \omega^2\frac{\rho A}{EI}. \tag{B.10}$$

La partie sinusoïdal de w, $w_{OP}(x,t) = f_{OP}(x).g(t)$ correspond à une onde progressive alors que la partie exponentielle $w_{OE}(x,t) = f_{OE}(x).g(t)$ correspond à des ondes évanescentes qui permettent d'assurer les conditions limites.

En injectant éq. (B.8) et (B.9) dans éq. (B.2) et en utilisant les conditions aux limites éq .(B.3) à (B.6), on obtient l'équation aux pulsations :

$$\frac{M}{m}kL\left(\sin(kL)\cosh(kL) - \cos(kL)\sinh(kL)\right) = 1 + \cos(kL)\cosh(kL). \tag{B.11}$$

Les solutions de éq. (B.11) vont nous permettre de calculer les fréquences propres f_n de la poutre en flexion en fonction du rapport des masses de l'objet ajouté et du cantilever (M/m) en utilisant l'équation (B.10) :

$$\boxed{f_n = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{EI}{\rho A}}k_n^2 = \frac{1}{2\pi}\alpha_n\sqrt{\frac{EI}{mL^3}},} \tag{B.12}$$

avec $\alpha_n = (k_n L)^2$ le coefficient d'amplitude du mode n.

1.4 Résolution de l'équation aux pulsations

L'équation aux pulsations (B.11) ne peut pas être résolue de façon analytique mais deux cas limites présentent des particularités remarquables.

1.4.1 Cas $M << m$

Dans ce cas, l'équation aux pulsations (B.11) tend à se rapprocher de :

$$\cos(kL)\cosh(kL) = -1, \tag{B.13}$$

qui est l'équation aux pulsations d'une poutre encastrée libre sans masse ajoutée. Une résolution numérique nous permet alors de déterminer les valeurs de α_n :

$$\alpha_1^{el} = 3.516, \tag{B.14}$$

$$\alpha_2^{el} = 22.034, \tag{B.15}$$

$$\forall n \geq 3, \qquad \alpha_n^{el} \approx (n\pi - \pi/2)^2. \tag{B.16}$$

1.4.2 Cas $M >> m$

Cette fois, l'équation aux pulsations (B.11) tend à se rapprocher de l'autre terme :

$$\begin{aligned} &\sin(kL)\cosh(kL) = \cos(kL)\sinh(kL), \\ &\iff \tan(kL) = \tanh(kL). \end{aligned} \tag{B.17}$$

Cette équation aux pulsations est celle d'une poutre encastrée appuyée. Tout se passe donc ici comme si la masse ajoutée ne pouvait pas se déplacer mais qu'elle n'imposait aucun couple à l'extrémité du cantilever. Une résolution numérique nous permet de déterminer les valeurs de α_n :

$$\forall n \geq 2, \qquad \alpha_n^{ea} \approx ((n-1)\pi + \pi/4)^2. \tag{B.18}$$

α_1^{ea} est trop faible pour être compatible avec les hypothèses de simplification utilisées ici (il tend en fait vers 0). Il devra donc être calculé en tenant compte du rapport des masses.

1.4.3 Cas intermédiaire

La fréquence propre de chaque mode décroît [2] en fonction de M/m entre ces deux cas limites. Quelle que soit la masse ajoutée au bout du cantilever, la fréquence propre du mode n sera donc comprise dans une bande de fréquence comprise entre $f_n^{min} = \frac{1}{2\pi}\alpha_n^{ea}\sqrt{\frac{EI}{mL^3}}$ et $f_n^{max} = \frac{1}{2\pi}\alpha_n^{el}\sqrt{\frac{EI}{mL^3}}$ (voir fig. B.2).

La fréquence de résonance du premier mode peut être approximée ([Del09]) par :

$$f_1 = \frac{3.52}{2\pi}\sqrt{\frac{EI}{mL^3(1+4.13M/m)}}. \tag{B.19}$$

Nous sommes donc maintenant en mesure de calculer les fréquences propres d'un cantilever avec ou sans masse en fonction de ses caractéristiques mécaniques et géométriques.

2. Ceci a été observé à l'aide d'une résolution numérique sous Matlab, je n'ai à mon grand regret pas réussi à démontrer la continuité et la décroissance de cette fonction.

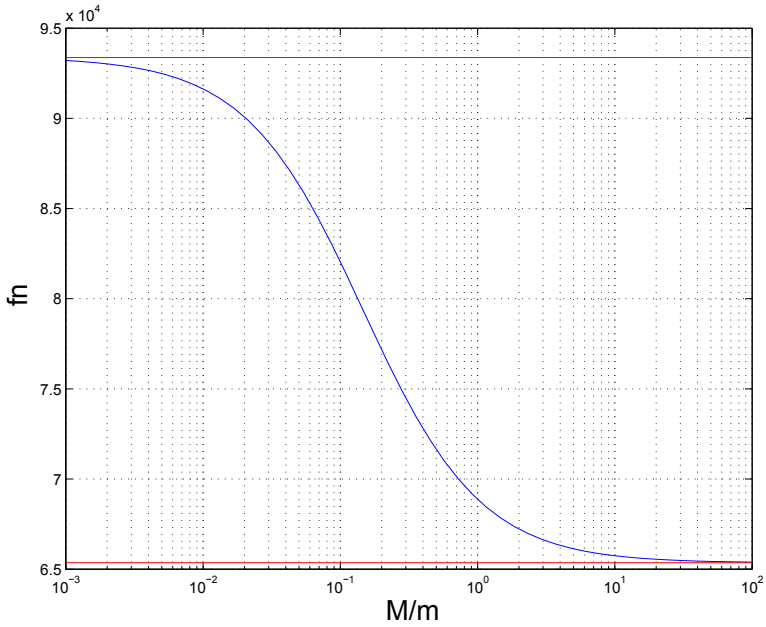


FIGURE B.2 – Variation de la fréquence propre d'un cantilever d'AFM en fonction du rapport M/m (exemple du mode 2).

2 Calibration d'un AFM

Nous avons vu dans la section 1 que les modes propres d'un cantilever permettent de mesurer précisément ses caractéristiques géométriques s'il est à vide ou de connaître la masse embarquée à son extrémité (cas d'un cantilever avec une bille). Ces mesures sont nécessaires à la calibration de l'AFM car elles permettent de connaître la raideur k liant la distance mesurée directement par l'AFM à la force que nous cherchons à mesurer. Chaque phase de la calibration nécessite que les informations issues de la phase précédente soient connues.

2.1 Phase 1 : détermination des caractéristiques géométriques d'un cantilever sans masse embarquée

L'épaisseur h d'un cantilever est très faible (de 1 à 4 µm) devant sa longueur L (de 100 à 500 µm). Les fabricants de cantilevers donnent donc généralement des valeurs d'épaisseurs entachées d'une grande incertitude relative (couramment 2 ± 1 µm soit 50% d'incertitude relative). Or, nous verrons dans la section 2.3 que la raideur de notre capteur est proportionnelle à h^3. Il convient donc, dans la mesure du possible, de faire une première étape de calibration de l'AFM à vide afin de mesurer précisément l'épaisseur du cantilever.

D'après éq. (B.12), la fréquence de résonance d'un cantilever dépend de sa longueur L et de son épaisseur h et du matériau mais pas de sa largeur b (car I et m sont proportionnels à b). Cette relation pourra donc être utilisée pour mesurer l'épaisseur d'un

cantilever sans masse embarquée :

$$\boxed{h = \frac{4\pi}{\alpha_n} f_n L^2 \sqrt{\frac{3\rho}{E}}.} \tag{B.20}$$

Ce résultat devra donc être pris en compte lors de la détermination de la raideur du capteur.

2.2 Phase 2 : détermination de la masse ajoutée à l'extrémité d'un cantilever

Nous considérons ici que les caractéristiques géométriques du cantilever ont été mesurées durant la phase précédente. L'ajout d'une masse à l'extrémité du cantilever ne change pas sa raideur. Une nouvelle mesure des fréquences propres nous permettra donc de déterminer la valeur de cette masse. Les fréquences de chaque mode diminueront d'autant plus que la masse ajoutée est grande devant la masse du cantilever.

Pour chaque mode, la nouvelle fréquence mesurée correspond à une fréquence de la bande de fréquence issue de éq. (B.11) (voir Fig. B.2). Cette dernière est liée à une valeur de M/m. La masse du cantilever m étant connue depuis que l'on a mesuré ses caractéristiques géométriques lors de la première phase de calibration, on en déduit donc la valeur de la masse ajoutée. L'éq. (B.11) ne peut être résolu que numériquement (sauf pour le mode 1, voir éq. (B.19)), il n'est donc pas possible d'obtenir de formulation analytique de la masse en fonction de la fréquence propre.

2.3 Phase 3 : détermination de la raideur d'un cantilever

2.3.1 Cantilever classique

La raideur d'un cantilever est donnée par ([BCK05]) :

$$k = \frac{Ebh^3}{4L^3} = \frac{3EI}{L^3}. \tag{B.21}$$

En utilisant éq. (B.12), il vient donc :

$$\boxed{k = \frac{12\pi^2}{\alpha_n^2} m f_n^2,} \tag{B.22}$$

où $m = \rho bhL$ est calculé à partir de éq. (B.20). Le coefficient d'amplitude du mode n (α_n) est calculé en fonction de la masse de l'objet ajouté, cette équation en tient donc compte.

2.3.2 Cantilever en V

Des cantilever en V (Fig. B.3) sont couramment utilisés pour limiter la rotation durant les mesures au contact (scan). Ce cantilever est composé de deux poutres de longueur L formant un angle α. En première hypothèse, il peut être vu comme deux

poutres encastrées libres, de longueur et de largeur apparente $L' = L\cos(\frac{\alpha}{2})$ et $b' = b/\cos(\frac{\alpha}{2})$, liées par leur extrémité. Ce cantilever apparaît donc simplement plus court et plus de deux fois plus large qu'un cantilever classique. Les équations précédentes restent valables donc :

$$k = \frac{Eb'h^3}{2L'^3} = \frac{6\pi^2}{\alpha_n^2}\rho b' h L' f_n^2. \tag{B.23}$$

Il est possible d'obtenir la raideur avec une meilleure précision grâce à l'équation proposée par J. E. Sader [Sad95] :

$$k = \frac{Eb'h^3}{2L'^3}\cos(\alpha)\left(1 + \frac{4b'^3}{h^3}(3\cos(\alpha) - 2)\right)^{-1}. \tag{B.24}$$

Comparée à un modèle éléments finis, éq. (B.24) ne donne qu'une erreur de 2%. Ce modèle est donc plus précis que éq. (B.23) qui donne une erreur de 16% mais ne permet pas d'obtenir une formulation analytique de l'épaisseur du cantilever en fonction de ses fréquences propres. On utilisera donc une résolution numérique lors de la première phase de calibration afin d'extraire h des équations (B.22) et (B.24).

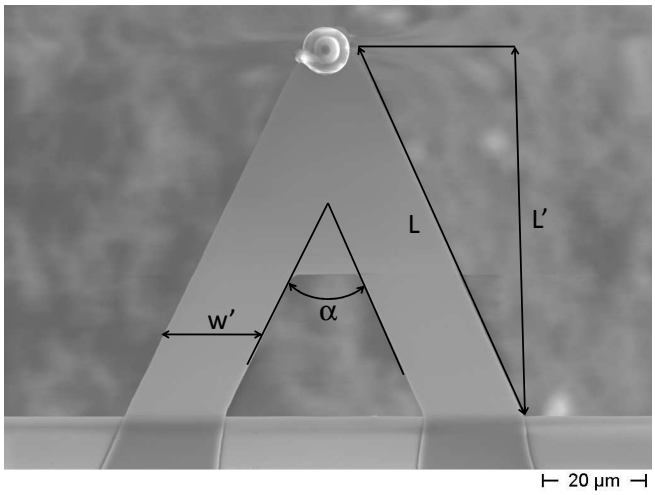


FIGURE B.3 – Cantilever en V. L', w' et α sont directement donnés par le fabricant.

2.4 Phase 4 : calibration d'un cantilever coaté

Nous considérons ici aussi que les caractéristiques géométriques du cantilever ont été mesurées à vide avant le coating. De plus, nous considérons que l'épaisseur de matériau h_2 déposée durant le coating est homogène et connue.

2.5 Phase 5 : conversion tension/force

L'AFM mesure les déflexions du cantilever grâce à une photodiode ; il faut donc convertir son signal en force. Pour cela, on utilisera les phases d'approche et de retrait

de chaque mesure. Durant ces phases, la force mesurée est proportionnelle au déplacement du cantilever z (avec un coefficient k déterminée précédemment). Le coefficient de conversion k_e de la mesure issue de la photodiode en force peut donc être faite en identifiant les deux pentes :

$$k = k_e \frac{\partial V}{\partial z}. \tag{B.25}$$

Ce coefficient est stable dans le temps mais il est préférable de le recalculer à chaque mesure pour éviter les imprécisions dues aux dérives du capteur (déplacement du point d'impact du laser, temps de chauffe...).

ANNEXE C

ANALYSE GÉNÉRALE DE L'IMPACT DE LA DÉFORMATION LOCALE SUR LES FORCES D'ADHÉSION

Cette annexe a pour objectif d'étudier l'influence sur les déformations d'une augmentation de la force appliquée à un volume quelconque et présente les limites des cette approche. Elle complète le raisonnement de la partie 1.3 du chapitre 3, page 54. La variation de la surface de contact d'objets basiques tels qu'un pavé, un cylindre et une sphère est pour cela étudiée.

Pour les matériaux isotropes, la déformation transversale et l'allongement axial sont proportionnelle la force axiale exercée. Le coefficient de proportionnalité est par définition le coefficient de poisson du matériau. Supposons qu'un objet posé sur un plan subisse une force F et que sa surface de contact avec le plan soit S, une augmentation de la force ($F' = F(1+\varepsilon)$) induit donc une augmentation de la surface. Pour un pavé de coté L, la surface de contact devient :

$$S' = L'^2 = L^2(1+\varepsilon)^2 = S(1+\varepsilon)^2 > S. \tag{C.1}$$

Pour un cylindre de rayon R, la surface de contact devient :

$$S' = \pi R'^2 = \pi R^2(1+\varepsilon)^2 = S(1+\varepsilon)^2 > S. \tag{C.2}$$

Pour une sphère de rayon R, d'après la théorie de Hertz (2.32), la surface de contact est :

$$S = \pi a^2 = \pi \left(\frac{RF}{K}\right)^{2/3}, \tag{C.3}$$

et devient :

$$S' = \pi a'^2 = \pi \left(\frac{RF(1+\varepsilon)}{K}\right)^{2/3} = S(1+\varepsilon)^{2/3} > S. \tag{C.4}$$

Une augmentation εF de la force appliquée à un objet induit donc, dans le cas général, une augmentation de la surface de contact $k\varepsilon S$ (avec k un réel positif). Or l'augmentation de la force du $n^{\text{ième}}$ pas de l'algorithme proposé au chapitre 3 est due à l'augmentation de surface au pas précédent. Le coefficient de proportionnalité k dépend donc de n. La remarque précédente revient donc à dire que pour tout n, il existe un réel positif k_n tel que :

$$F_{n+1} \propto F_n(1 + k_n\varepsilon(1)), \tag{C.5}$$

puis par récurrence qu'il existe un réel positif k'_n tel que :

$$F_n \propto F_0(1 + k'_n\varepsilon(1)). \tag{C.6}$$

Or, l'évolution de k'_n ne peut pas être calculée dans le cas général. Le passage à la limite est donc impossible limitant cette preuve de concept à la description d'un seul pas de l'algorithme. Le calcul de la force d'adhésion F_∞ peut en revanche aboutir dans un cas moins général. Nous avons choisi dans ce document d'illustrer cette méthode sur une géométrie sphère/plan au chapitre 3, section 2, page 55.

ANNEXE D

RÉSOLUTION DU PROBLÈME DE CONVERGENCE DU MODÈLE ITÉRATIF DANS DEUX CAS PARTICULIERS

L'objectif de cette annexe est de trouver les solutions du problème de convergence du modèle itératif exposé dans la partie 2.2 du chapitre 3, page 57.

1 Rappel du problème

La force d'adhésion est donnée par l'équation (3.3) :

$$F = F_0 + k_2 a_\infty^2, \tag{3.3}$$

où le rayon de contact $a_\infty = \lim_{n\to\infty} a_n$ est donné par la convergence de la suite :

$$a_{n+1}^3 + K_2 a_n^2 + K_0 = 0. \tag{3.6}$$

La fonction $f : x \mapsto x^3 + K_2 x^2 + K_0$ admet un unique point fixe positif donc l'équation (3.6) a une solution. Cette solution tend vers deux asymptotes dans les cas particuliers où $\tau = {K_2}^3/K_0 \gg 1$ et $\tau \ll 1$.

2 Cas $\tau \gg 1$

2.1 Calcul du rayon de contact

La normalisation de l'équation (3.6) par K_2 fait ressortir une première solution :

$$\left(\frac{a}{K_2}\right)^3 + \left(\frac{a}{K_2}\right)^2 + \frac{1}{\tau} = 0. \tag{D.1}$$

En effet, l'équation (D.1) implique que :

$$\frac{1}{\tau} \ll \left| \left(\frac{a}{K_2} \right)^3 \right| \implies a = -K_2, \tag{D.2}$$

$$\text{et que} \quad a = -K_2 \implies \frac{1}{\tau} \ll 1 = \left| \left(\frac{a}{K_2} \right)^3 \right|, \tag{D.3}$$

et donc par conséquent que :

$$\tau \gg 1 \iff a = -K_2. \tag{3.10}$$

La suite (3.6) converge donc vers $a = -K_2$ dans le cas où $\tau \gg 1$.

2.2 Influence sur la force

La force de l'équation (3.3) peut alors être calculée en utilisant la propriété (3.10) :

$$\begin{aligned} F &= F_0 + k_2 a_\infty^2, && \text{(D.4)} \\ &= F_0 + k_2 \left(-K_2\right)^2, && \text{(D.5)} \\ &= k_2 {K_2}^2 \left(1 + \frac{F_0}{k_2 {K_2}^2} \right), && \text{(D.6)} \\ &= k_2 {K_2}^2 \left(1 + \frac{F_0 {k_3}^2}{{k_2}^3} \right), && \text{(D.7)} \\ &= k_2 {K_2}^2 \left(1 + \frac{1}{\tau} \right), \qquad \text{d'après éq. (3.9).} && \text{(D.8)} \end{aligned}$$

La force peut donc être simplifiée en :

$$F = k_2 {K_2}^2 \quad \text{si } \tau \gg 1. \tag{3.12}$$

Dans ce cas, la composante de la force due aux déformations ($F_{defo} = k_2 a_\infty^2$) est prépondérante sur celle due à l'adhésion des objets non déformés F_0.

3 Cas $\tau \ll 1$

3.1 Calcul du rayon de contact

De même, l'équation (3.6) peut être normalisée par K_0 :

$$\left(\frac{a}{\sqrt[3]{K_0}} \right)^3 + \tau^{1/3} \left(\frac{a}{\sqrt[3]{K_0}} \right)^2 + 1 = 0. \tag{D.9}$$

Un développement similaire au précédent montre alors que :

$$\tau^{1/3} \ll \left| \frac{a}{K_0^{1/3}} \right| \implies a = -K_0^{1/3}, \tag{D.10}$$

$$\text{et que} \quad a = -K_0^{1/3} \implies \tau^{1/3} \ll 1 = \left| \frac{a}{K_0^{1/3}} \right|, \tag{D.11}$$

et donc par conséquent que :

$$\tau \ll 1 \Longleftrightarrow a = -K_0^{1/3}. \tag{3.14}$$

La suite (3.6) converge donc vers $a = -K_0^{1/3}$ dans le cas où $\tau \ll 1$.

3.2 Influence sur la force

Comme précédemment, la force peut être calculée :

$$\begin{aligned}
F &= F_0 + k_2 a_\infty^2, && \text{(D.12)}\\
&= F_0 + k_2 \left(-{K_0}^{1/3}\right)^2, && \text{(D.13)}\\
&= F_0 \left(1 + \frac{k_2 {K_0}^{2/3}}{F_0}\right), && \text{(D.14)}\\
&= F_0 \left(1 + \left(\frac{{k_2}^3}{F_0 {k_3}^2}\right)^{1/3}\right), && \text{(D.15)}\\
&= F_0 \left(1 + \tau^{1/3}\right), \qquad \text{d'après éq. (3.9).} && \text{(D.16)}
\end{aligned}$$

La force peut donc être simplifiée en :

$$F = F_0 \quad \text{si } \tau \ll 1. \tag{3.15}$$

A cette échelle, la composante de la force due aux déformations est donc négligeable devant la force calculée sur les objets non déformés.

ANNEXE E

CALCUL DE L'ERREUR RELATIVE ENTRE LA FORCE ISSUE DU MODÈLE ITÉRATIF ET SES ASYMPTOTES

Cette annexe développe le calcul de l'erreur relative entre la force issue du modèle itératif et ses asymptotes initié dans la partie 2.3 du chapitre 3, page 58.

Rappel : L'erreur relative faite en approximant le modèle par ses asymptotes peut être évaluée par l'équation (3.20) :

$$Q_F = \left|\frac{\Delta F}{F}\right| = \left|\frac{F - \tilde{F}}{\tilde{F}}\right|. \tag{3.20}$$

1 Cas "microscopique"

Dans le cas où $\tau \gg 1$, la force estimée vaut $\tilde{F}_m = k_2 {K_2}^2$. La force qui est la solution exacte du modèle n'est pas connue et s'écrit sous la forme $F = F_0 + k_2 {a_\infty}^2$. L'erreur relative entre ces deux forces est donc :

$$Q_F = \left|\frac{F_0 + k_2 {a_\infty}^2 - k_2 {K_2}^2}{k_2 {K_2}^2}\right|, \tag{E.1}$$

$$= \left|\frac{F_0 {k_3}^2}{{k_2}^2} + \frac{{a_\infty}^2 - {K_2}^2}{{K_2}^2}\right|, \tag{E.2}$$

$$= \left|\frac{1}{\tau} + \frac{{a_\infty}^2 - {K_2}^2}{{K_2}^2}\right|. \tag{E.3}$$

Dans la zone de validité de $\tilde{F}_m$, τ est grand devant 1 donc le rayon de contact peut être approximé par $a_\infty \simeq -K_2$. L'erreur peut ainsi être évaluée :

$$Q_F = \frac{1}{\tau}. \tag{E.4}$$

L'erreur est donc d'autant plus faible que le modèle est utilisé loin de la zone $\tau = 1$.

2 Cas "nanoscopique"

Contrairement au cas précédent, dans le cas où $\tau \ll 1$, la force estimée vaut $\tilde{F}_n = F_0$. L'erreur relative entre les deux forces est donc :

$$Q_F = \left| \frac{F_0 + k_2 {a_\infty}^2 - F_0}{F_0} \right|, \tag{E.5}$$

$$= \left| \frac{{k_3}^2}{{k_2}^2} \frac{{k_2}^2 k_2 {a_\infty}^2}{{k_3}^2 F_0} \right|, \tag{E.6}$$

$$= \tau \left(\frac{a_\infty}{K_2} \right)^2. \tag{E.7}$$

Dans la zone de validité de $\tilde{F}_n$, τ est petit devant 1 donc le rayon de contact peut être approximé par $a_\infty \simeq -{K_0}^{1/3}$. L'erreur peut donc être évaluée :

$$Q_F = \tau \left(\frac{-{K_0}^{1/3}}{K_2} \right)^2, \tag{E.8}$$

$$= \frac{\tau}{\tau^{2/3}}, \tag{E.9}$$

$$= \tau^{1/3}. \tag{E.10}$$

L'erreur est donc d'autant plus faible que le modèle est utilisé loin de la zone $\tau = 1$. Les forces ont des sensibilités aux déformations différentes dans les cas nano et microscopiques. Celles-ci sont à l'origine de la différence entre les erreurs des équations (E.4) et (E.10).

ANNEXE F

CALCUL DE LA FORCE DE VAN DER WAALS ENTRE UNE SPHÈRE TRONQUÉE ET UN PLAN

Cette annexe développe le calcul de la force de van der Waals entre une sphère tronquée et un plan réalisé dans la partie 3.1, du chapitre 3, page 60.

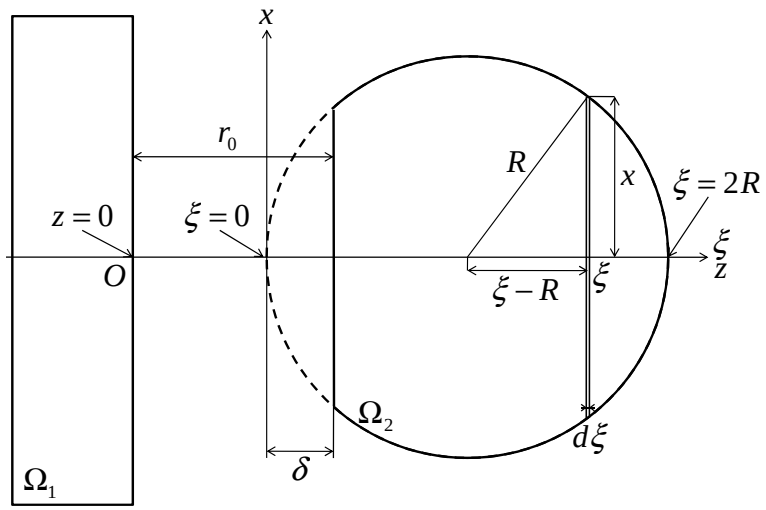


FIGURE F.1 – Integration des forces de van der Waals entre une sphère tronquée et un plan infini.

L'énergie d'interaction entre une molécule et un plan est donnée par :

$$\pi_c(z) = -\frac{\pi C_{vdw}\beta_1}{6z^3} \tag{2.5}$$

Cette expression doit ensuite être intégrée sur le volume de la sphère tronquée Ω_2. Nous introduisons pour cela une nouvelle variable ξ telle que $z = r_0 - \delta + \xi$:

$$\Pi_c = \int_{\xi=\delta}^{2R} -\beta_2 \pi x^2 \times \frac{\pi C_{vdw} \beta_1}{6\left(r_0 - \delta + \xi\right)^3} \mathrm{d}\xi, \tag{F.1}$$

avec $x = R^2 - (\xi - R)^2 = (2R - \xi)\,\xi$. Le coefficient d'Hamaker vaut $A = \pi^2 C_{vdw} \beta_1 \beta_2$, l'énergie peut donc s'écrire :

$$\Pi_c = -\frac{A}{6} \int_{\xi=\delta}^{2R} \frac{(2R - \xi)\,\xi}{\left(r_0 - \delta + \xi\right)^3} \mathrm{d}\xi. \tag{F.2}$$

L'intégration et la dérivée qui suit peuvent ensuite être calculées à l'aide de mathematica ou d'une calculatrice évoluée :

$$\begin{aligned} \Pi_c \;=\; & -\frac{A}{6}\left[\frac{4R^2\left(r_0+\delta\right) + 4R\left(r_0^2 + r_0\delta - \delta^2\right) - \left(r_0 - \delta\right)\delta\left(2r_0 + \delta\right)}{2\left(2R + r_0 - \delta\right) r_0^2}\right. \\ & \left. + \ln\left(\frac{r_0}{2R + r_0 - \delta}\right)\right]. \end{aligned} \tag{F.3}$$

La force de van der Waals entre la sphère tronquée et le plan est alors donnée par la dérivée de l'énergie par rapport à la position relative des deux objets r_0 :

$$F_{s'p}^{vdw} = -\frac{\mathrm{d}\Pi_c}{\mathrm{d}r_0}, \tag{F.4}$$

$$= -\frac{A}{6}\left[\frac{\left[r_0\left(R+\delta\right) + \delta\left(2R - \delta\right)\right]\left[2R - \delta\right]^2}{r_0^3\left(r_0 + 2R - \delta\right)}\right]. \tag{F.5}$$

En faisant l'hypothèse que les sphères ne sont pas de taille atomique ($R \gg r_0$) et que les déformations ne sont pas démesurées ($\delta \ll R$), les forces de van der Waals peuvent être simplifiées en :

$$F_{s'p}^{vdw} = -\frac{AR(r_0 + 2\delta)}{6r_0^3}, \tag{F.6}$$

$$= -\frac{AR}{6r_0^2} - \frac{A}{3r_0^3}{a_n}^2, \tag{F.7}$$

car $\delta = a^2/R$ d'après la théorie de Hertz[1] éq. (2.28). Cette force possède donc une composante égale à la force entre une sphère et un plan non déformés éq. (2.9) et une composante proportionnelle à la surface de contact.

1. Cette hypothèse est dû à des considérations géométriques et n'est pas liée aux hypothèses mécaniques de la théorie de Hertz. Elle pourrait donc aussi être utilisée dans le cas où le modèle de Hertz ne serait pas utilisé pour calculer les déformations de la sphère.

ANNEXE G

NOTE À PROPOS DE L'ANOVA

Cette annexe explique ce que sont les résultats d'une analyse de variance et souligne la différence entre ces résultats et les conclusions qui en sont tirées au chapitre 4.

Les hypothèses de départ des analyses ANOVA sont appelées *hypothèses nulles* et sont de la forme "les sous populations complémentaires A et B sont identiques". L'hypothèse nulle peut alors être rejetée mais ne sera jamais validée. Il sera plutôt dit qu'elle ne peut pas être rejetée avec 5% de chances de se tromper. L'ANOVA fournit comme résultat le paramètre p qui est au cœur de cette étude car il détermine si l'hypothèse nulle peut être rejetée. Il est pour cela comparé à une valeur d'erreur qui ne dépend que du niveau d'exigence de l'analyste. Plus la valeur de p est petite, plus la probabilité de faire une erreur en rejetant l'hypothèse nulle est faible. Nous choisissons de ne pas avoir plus de 5% de chances de rejeter l'hypothèse nulle alors qu'elle est juste. Nous considérons donc que les moyennes ne sont pas toutes égales quand $p \leq 0.05$. Pour $p > 0.05$, les mathématiques ne nous permettent pas de conclure que les moyennes sont différentes ; nous assumerons donc le risque d'affirmer qu'elles sont égales.

BIBLIOGRAPHIE

[Abb10] A. ABBACI : *Étude et analyse de l'ADN pour l'auto-assemblage microscopique*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, 2010.

[AFC96] H. D. ACKLER, R. H. FRENCH et Y. M. CHIANG : Comparisons of Hamaker Constants for Ceramic Systems with Intervening Vacuum or Water : From Force Laws and Physical Properties. *Journal of Colloid and Interface Science*, 179(2):460–469, 1996.

[AG97] A. W. ADAMSON et A. P. GAST : *Physical Chemistry of Surfaces, 6th ed*. Wiley : New York, 1997.

[AGHR09] T. R. ALBRECHT, P. GRUTTER, D. HORNE et D. RUGAR : Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal of Applied Physics*, 69(2):668 – 673, 2009.

[AK07] D. B. ASAY et S. H. KIM : Molar Volume and Adsorption Isotherm Dependence of Capillary Forces in Nanoasperity Contacts. *Langmuir*, 23(24):12174–12178, 2007.

[AM11] J. C. ACOSTA MEJÍA : *Atomic Force Microscopy Based Micro / Nanomanipulation*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, 2011.

[AMS07] B. AKSAK, M. P. MURPHY et M. SITTI : Adhesion of Biologically Inspired Vertical and Angled Polymer Microfiber Arrays. *Langmuir*, 23(6):3322–3332, 2007.

[And00] Y. ANDO : The effect of relative humidity on friction and pull-off forces measured on submicron-size asperity arrays. *Wear*, 238(1):12–19, 2000.

[And08] Y. ANDO : Effect of Contact Geometry on the Pull-Off Force Evaluated under High-Vacuum and Humid Atmospheric Conditions. *Langmuir*, 24(4):1418–1424, 2008.

[APO+11] J. ABADIE, E. PIAT, S. OSTER, A. CHERRY et M. BOUKALLEL : Modeling and experimentation of a passive low frequency nanoforce sensor based on diamagnetic levitation. *Sensors and Actuators A : Physical*, 173:227–237, 2011.

[AR06] F. AMIOT et J. P. ROGER : Nomarski imaging interferometry to measure the displacement field of MEMS. *Applied Optics*, 45(30):7800–7810, 2006.

[BAP03] M. BOUKALLEL, J. ABADIE et E. PIAT : Levitated micro-nano force sensor using diamagnetic materials. *In IEEE International Conference on Robotics and Automation, ICRA'03*, volume 3, pages 3219 – 3224, 2003.

[Bar11] E. BARTHEL : Adhesive contact : a few comments on cohesive zone models and self-consistency. 2011.

[BBPM12] P. BRODARD, M. BECHELANY, L. PHILIPPE et J. MICHLER : Synthesis and attachment of silver nanowires on atomic force microscopy cantilevers for tip-enhanced raman spectroscopy. *Journal of Raman Spectroscopy*, 43(6):745–749, 2012.

[BCCC98] L. BOCQUET, E. CHARLAIX, S. CILIBERTO et J. CRASSOUS : Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396:735–737, 1998.

[BCK05] H. J. BUTT, B. CAPPELLA et M. KAPPL : Force measurements with the atomic force microscope : Technique, interpretation and applications. *Surface Science Reports*, 59:1–152, 2005.

[BDSNC07] M. A. BASHA, N. DECHEV, S. SAFAVI-NAEINI et S. K. CHAUDHURI : A Scalable 1 $\times$ N Optical MEMS Switch Architecture Utilizing a Microassembled Rotating Micromirror. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, 13(2):336–347, 2007.

[Ber97] L. BERGSTRÖM : Hamaker constants of inorganic materials. *Advances in Colloid and Interface Science*, 70:125–169, 1997.

[BHG10] M. BOUDAOUD, Y. HADDAB et Y. Le GORREC : Modelling of a MEMS-based microgripper : application to dexterous micromanipulation. *In IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, IROS'10*, pages 5634–5639, 2010.

[Böh13] K. F. BÖHRINGER : *Self-Assembly from Nano to Milli Scales*. 2013.

[Bol10] A. BOLOPION : *Couplages haptiques pour la téléopération à l'échelle nanoscopique.* Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 2010.

[BQ86] G. BINNIG et C. F. QUATE : Atomic Force Microscope. *Physical Review Letters*, 56(9):930–933, 1986.

[BRC+10] S. BARGIEL, K. RABENOROSOA, C. CLÉVY, C. GORECKI et P. LUTZ : Towards Micro-Assembly of Hybrid MOEMS Components on Reconfigurable Silicon Free-Space Micro-Optical Bench. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 20(4):45012–45023, 2010.

[BTDH02] E. R. BEACH, G. W. TORMOEN, J. DRELICH et R. HAN : Pull-off Force Measurements between Rough Surfaces by Atomic Force Microscopy. *Journal of Colloid and Interface Science*, 247(1):84–99, 2002.

[But08] H.J. BUTT : Capillary Forces : Influence of Roughness and Heterogeneity. *Langmuir*, 24(9):4715–4721, 2008.

[BXHR10] A. BOLOPION, H. XIE, S. HALIYO et S. RÉGNIER : Haptic Teleoperation for 3D Microassembly of Spherical Objects. *IEEE/ASME Transaction on Mechatronics*, 99:1–12, 2010.

[CGARB09] A. CASTELLANOS-GOMEZ, N. AGRAÏT et G. RUBIO-BOLLINGER : Dynamics of quartz tuning fork force sensors used in scanning probe microscopy. *Nanotechnology*, 20(21):215502, 2009.

[CGMS09] E. CHARRAULT, C. GAUTHIER, P. MARIE et R. SCHIRRER : Experimental and Theoretical Analysis of a Dynamic JKR Contact. *Langmuir*, 25(10): 5847–5854, 2009.

[Cha99] N. CHAILLET : Contribution à la modélisation, la commande et la réalisation de microactionneurs et de composants pour la microrobotique. *Habilitation à Diriger des Recherches, Université de Franche-Comté, 1999.*

[CHK06] Y. S. CHO, *H.* HANA *et W. D.* KIMA *: Numerical Analysis of the Adhesive Forces in Nano-Scale Structure.* Journal of Bionic Engineering, *3(4):209–216, 2006.*

[COS99] R. W. CARPICK, *D. F.* OGLETREE *et M.* SALMERON *: A General Equation for Fitting Contact Area and Friction vs Load Measurements.* Journal of Colloid and Interface Science, *211:395–400, 1999.*

[CP04] S.-S. CHO *et S.* PARK *: Finite element modeling of adhesive contact using molecular potential.* Tribology International, *37(9):763–769, 2004.*

[CR08] N. CHAILLET *et S.* RÉGNIER *:* La microrobotique : applications à la micromanipulation. *Hermes, 2008.*

[CT04] J. A. S. CLEAVER *et J. W. G.* TYRRELL *: The Influence of Relative Humidity on Particle Adhesion - a Review of Previous Work and the Anomalous Behaviour of Soda-lime Glass.* Kona, *(22):9–22, 2004.*

[DA00] F. DUBOURG *et J.P.* AIMÉ *: Role of the adhesion between a nanotip and a soft material in tapping mode AFM.* Surface Science, *466(1-3):137–143, 2000.*

[dBdB07] M. P. de BOER *et P. C. T. de* BOER *: Thermodynamics of capillary adhesion between rough surfaces.* Journal of Colloid and Interface Science, *311(1): 171–185, 2007.*

[DBK+05] F. W. DELRIO, *M.P. De* BOER, *J. A.* KNAPP, *E. D. Reedy* JR, *P. J.* CLEWS *et M. L.* DUNN *: The role of van der Waals forces in adhesion of micromachined surfaces.* Nature Materials, *4:629–634, 2005.*

[DBP+10] J. DEJEU, *M.* BECHELANY, *L.* PHILIPPE, *P.* ROUGEOT, *J.* MICHLER *et M.* GAUTHIER *: Reducing the Adhesion between Surfaces Using Surface Structuring with PS Latex Particle.* ACS Applied Materials & Interfaces, *2(6):1630–1636, 2010.*

[Del08] A. DELETTRE *: Influence de la précharge et du milieu sur la force de pull-off, application à la micromanipulation. Mémoire de D.E.A., Université de Franche-Comté, 2008.*

[Del09] P. DELAVAN *: Vibrations des structures - Systèmes discrets et poutres.* Techniques de l'ingénieur, *Form. BM 5 023:1–32, 2009.*

[DGRB09] J. DEJEU, M. GAUTHIER, P. ROUGEOT et W. BOIREAU : *Adhesion Forces Controlled by Chemical Self-Assembly and pH : Application to Robotic Micro-handling.* ACS Applied Materials & Interfaces, *1(9):1966–1973, 2009.*

[dLDR99] A. de LAZZER, M. DREYER et H. J. RATH : *Particle-Surface Capillary Forces.* Langmuir, *15(13):4551–4559, 1999.*

[DMT75] B. V. DERJAGUIN, V. M. MULLER et YU. P. TOPOROV : *Effect of Contact Deformations on the Adhesion of Particles.* Journal of Colloid and Interface Science, *53(2):314–326, 1975.*

[DRGB09] J. DEJEU, P. ROUGEOT, M. GAUTHIER et W. BOIREAU : *Reduction of micro-object's adhesion using chemical functionalisation.* Micro & Nano Letters, *4:74–79, 2009.*

[DRGB10] J. DEJEU, P. ROUGEOT, M. GAUTHIER et W. BOIREAU : *Improvement of Robotic Micromanipulations Using Chemical Functionalisations.* IFIP Advances in Information and Communication Technology, *315:215–221, 2010.*

[DSP91] W. A. DUCKER, T. J. SENDEN et R. M. PASHLEY : *Direct measurement of colloidal forces using an atomic force microscope.* Nature, *353:239–241, 1991.*

[EOM96] R. ERLANDSSON, L. OLSSON et P. MÅRTENSSON : *Inequivalent atoms and imaging mechanisms in ac-mode atomic-force microscopy of Si(111) 7×7.* Physical Review B, *52(12):R8309–R8312, 1996.*

[Fea95] R. S. FEARING : *Survey of Sticking Effects for Micro Parts Handling.* In IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, IROS'95, *volume 2, pages 212–217, 1995.*

[FG12] H. R. FISCHER et E. R. M. GELINCK : *Determination of Adhesion Forces between Smooth and Structured Solids.* Applied Surface Science, *258(22): 9011–9017, 2012.*

[FI81] L. R. FISHER et J. N. ISRAELACHVILI : *Direct measurement of the effect of meniscus forces on adhesion : a study of the applicability of macroscopic thermodynamics to microscopic liquid interfaces.* Colloids and Surfaces, *3(4):303–319, 1981.*

[FLZY09] X.-Q. FENG, H. LI, H.-P. ZHAO et S.-W. YU : *Numerical simulations of the normal impact of adhesive microparticles with a rigid substrate.* Powder Technology, *189(1):34–41, 2009.*

[FT75] K. N. G. FULLER et D. TABOR : *The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids.* Proceedings of The Royal Society London, *A345:227–242, 1975.*

[Fur07] E. P. FURLANI : *Magnetophoretic separation of blood cells at the microscale.* Journal of Physics D : Applied Physics, *40(5):1313, 2007.*

[FXB99] J. T. FEDDEMA, P. XAVIER et R. BROWN : *Micro-Assembly Planning with van der Waals Force.* In Assembly and Task Planning (ISATP '99). Proceedings of the 1999 IEEE International Symposium on, *pages 32–38, 1999.*

[Gau11] M. GAUTHIER : *Micromanipulation robotique en milieu liquide. Habilitation à Diriger des Recherches, Université de Franche-Comté, 2011.*

[Gie97] F. J. GIESSIBL : *Forces and frequency shifts in atomic-resolution dynamic-force microscopy.* Physical Review B, *56:16010–16015, 1997.*

[Gie00] F. J. GIESSIBL : *Atomic resolution on si(111)-(7×7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork.* Applied Physics Letters, *76(11):1470–1472, 2000.*

[Gie03] F. J. GIESSIBL : *Advances in atomic force microscopy.* Reviews of Modern Physics, *75(3):949–983, 2003.*

[GLS01] C. GAUTHIER, S. LAFAYE *et* R. SCHIRRER : *Elastic recovery of a scratch in a polymeric surface : experiments and analysis.* Tribology International, *34(7):469–479, 2001.*

[GR10] M. GAUTHIER *et* S. RÉGNIER : Robotic Micro-Assembly. *Wiley-IEEE Press, 2010.*

[GSR+96] B. GADY, D. SCHLEEF, R. REIFENBERGER, D. RIMAI *et* L. P. DEMEJO : *Identification of electrostatic and van der Waals interaction forces between a micrometer-size sphere and a flat substrate.* Physical Review B, *53(12):8065–8070, 1996.*

[HBPB99] L. O. HEIM, J. BLUM, M. PREUSS *et* H. J. BUTT : *Adhesion and Friction Forces between Spherical Micrometer-Sized Particles.* Physical Review Letters, *83(16):3328–3331, 1999.*

[HEPB02] L. O. HEIM, S. ECKE, M. PREUSS *et* H. J. BUTT : *Adhesion forces between individual gold and polystyrene particles.* Journal of Adhesion Science and Technology, *16(7):829–843, 2002.*

[Her82] H. HERTZ : *Ueber die Berührung fester elastischer Körper.* Journal fur die Reine und Angewandte Mathematik, *92:156–171, 1882.*

[HG08] D. HÉRIBAN *et* M. GAUTHIER : *Robotic Micro-assembly of Microparts Using a Piezogripper.* In IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, IROS'08, Nice, France, *pages 4042–47, 2008.*

[HG10] Y. HADDAB *et* Y. Le GORREC : *Une étude sur les spécificités de la commande dans le micromonde.* Journal Européen des Systèmes Automatisés, *44(6): 577–601, 2010.*

[HRB03] S. HALIYO, S. RÉGNIER *et* P. BIDAUD : *Manipulation of Micro-objects Using Adhesion Forces and Dynamical Effects.* Experimental Robotics VIII, *5:382–391, 2003.*

[IA78] J. N. ISRAELACHVILI *et* G. E. ADAMS : *Measurement of forces between two mica surfaces in aqueous electrolyte solutions in the range* $0 - 100$ nm. Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 1 : Physical Chemistry in Condensed Phases, *0(74):975–1001, 1978.*

[Isr74] J. N. ISRAELACHVILI : *The Nature of van der Waals Forces.* Contemporary Physics, *15(2):159–177, 1974.*

[Isr10] J. N. ISRAELACHVILI : Intermolecular and surface forces (3rd Ed.). *Academic Press, 2010.*

[JG97] K. L. JOHNSON *et* J. A. GREENWOOD *: An Adhesion Map for the Contact of Elastic Spheres.* Journal of Colloid and Interface Science, *192(2):326–333, 1997.*

[JKR71] K. L. JOHNSON, K. KENDALL *et* A. D. ROBERTS *: Surface energy and the contact of elastic solids.* Proceedings of The Royal Society London A, *324(1558):301–313, 1971.*

[JPCH02] R. JONES, H. M. POLLOCK, J. A. S. CLEAVER *et* C. S. HODGES *: Adhesion Forces between Glass and Silicon Surfaces in Air Studied by AFM : Effects of Relative Humidity, Particle Size, Roughness, and Surface Treatment.* Langmuir, *18(21):8045–8055, 2002.*

[JPGV03] R. JONES, H. M. POLLOCK, D. GELDART *et* A. VERLINDEN *: Inter-particle forces in cohesive powders studied by AFM : effects of relative humidity, particle size and wall adhesion.* Powder Technology, *132(2-3):196–210, 2003.*

[Ken71] K. KENDALL *: The adhesion and surface energy of elastic solids.* Journal of Physics D : Applied Physics, *4(8):1186–1195, 1971.*

[KG95] K. KARRAI *et* R. GROBER *: Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes.* Applied Physics Letters, *66(14):1842–1844, 1995.*

[KGC09] M. KHARBOUTLY, M. GAUTHIER *et* N. CHAILLET *: Modeling the trajectory of a micro particle in a dielectrophoresis device.* Journal of Applied Physics, *106(11):114312 (7), 2009.*

[KGF09] Y. V. KUDRYAVTSEV, E. GELINCK *et* H. R. FISCHER *: Theoretical investigation of van der Waals forces between solid surfaces at nanoscales.* Surface Science, *603(16):2580–2587, 2009.*

[Kha11] M. KHARBOUTLY *:* Modélisation, réalisation et commande d'un système de micro-manipulation sans contact par diélectrophorèse. *Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2011.*

[KMGC12] M. KHARBOUTLY, A. MELIS, M. GAUTHIER *et* N. CHAILLET *: 2D open loop trajectory control of a micro-object in a dielectrophoresis-based device.* In IEEE International Conference on Automation Science and Engineering, CASE 2012 (accepté), *2012.*

[KOSF09] F. KROHS, C. ONAL, M. SITTI *et* S. FATIKOW *: Towards Automated Nanoassembly With the Atomic Force Microscope : A Versatile Drift Compensation Procedure.* Journal of Dynamic Systems, Measurement, and Control, *131(6):061106–1–8, 2009.*

[KPA+06] J. KATAINEN, M. PAAJANEN, E. AHTOLA, V. PORE *et* J. LAHTINEN *: Adhesion as an interplay between particle size and surface roughness.* Journal of Colloid and Interface Science, *304(2):524–529, 2006.*

[KPH06] J. E. KIM, J. K. PARK *et* C. S. HAN *: Use of dielectrophoresis in the fabrication of an atomic force microscope tip with a carbonnanotube : experimental investigation.* Nanotechnology, *17(12):2937–2941, 2006.*

[Lam05] P. LAMBERT *:* A Contribution to Microassembly : a Study of Capillary Forces as a gripping Principle. *Thèse de doctorat, Univ. Libre de Bruxelles, 2005.*

[Lam07] *Pierre* LAMBERT *:* Capillary Forces in Microassembly : Modeling, Simulation, Experiments, and Case Study. *Microtechnology and MEMS. Springer, October 2007.*

[LCDR08] *P.* LAMBERT, *A.* CHAU, *A.* DELCHAMBRE *et S.* RÉGNIER *: Comparison between Two Capillary Forces Models.* Langmuir, *24(7):3157–3163, 2008.*

[LCG+00] *M.* LUNA, *J.* COLCHERO, *A.* GIL, *J.* GÓMEZ-HERRERO *et A. M.* BARÓ *: Application of non-contact scanning force microscopy to the study of water adsorption on graphite, gold and mica.* Applied Surface Science, *157(4):393–397, 2000.*

[LDRL07] *M. Sausse* LHERNOULD, *A.* DELCHAMBRE, *S.* RÉGNIER *et P.* LAMBERT *: Electrostatic forces in micromanipulations : Review of analytical models and simulations including roughness.* Applied Surface Science, *253(14):6203–6210, 2007.*

[LGL11] *C.* LENDERS, *M.* GAUTHIER *et P.* LAMBERT *: Parallel microrobot actuated by capillary effects.* In IEEE International Conference on Robotics and Automation, ICRA'11, *pages 6015–6020, 2011.*

[LTA93] *G.* LIAN, *C.* THORNTON *et M. J.* ADAMS *: A Theoretical Study of the Liquid Bridge Forces between Two Rigid Spherical Bodies.* Journal of Colloid and Interface Science, *161(1):138–147, 1993.*

[Mau92] *D.* MAUGIS *: Adhesion of Spheres : The* $JKR - DMT$ *Transition Using a Dugdale Model.* Journal of Colloid and Interface Science, *150(1):243–269, 1992.*

[Mau00] *D.* MAUGIS *:* Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids. *Springer, 2000.*

[MAV+09] *M.* MASTRANGELI, *S.* ABBASI, *C.* VAREL, *C.* VAN HOOF, *J.-P.* CELIS *et K. F.* BÖHRINGER *: Self-assembly from milli- to nanoscales methods and applications.* Journal of Micromechanics and Microengineering, *19(8):083001 (37pp), 2009.*

[MB81] *D.* MAUGIS *et M.* BARQUINS *: Adhesive contact of a conical punch on an elastic half-space.* Journal of Physique Letters, *42(5):95–97, 1981.*

[MP84] *D.* MAUGIS *et H. M.* POLLOCK *: Surface forces, deformation and adherence at metal microcontacts.* Acta Metallurgica, *32:1323–1334, 1984.*

[NB04] *K. C.* NEUMAN *et S. M.* BLOCK *: Optical trapping.* Review of Scientific Instruments, *75(9):2787–2809, 2004.*

[Oui07] *M.* OUISSE *:* Mécanique vibratoire : Introduction aux vibrations des milieux continus. *ENSMM, 2007.*

[Par06] *V. A.* PARSEGIAN *:* Van der Waals forces. A Handbook for Biologists, Chemists, Engineers, and Physicists. *Cambridge University Press, 2006.*

[Per06] *B. N. J.* PERSSON *: Contact mechanics for randomly rough surfaces.* Surface Science Reports, *61(4):201–227, 2006.*

[PFL10] *M.* PORTA, *G.* FANTONI *et P.* LAMBERT *: An Integrated and Compact Device for Microassembly Exploiting Electrostatic Sorting and Capillary Grasping.*

CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, *3(3):185–190, 2010.*

[PFP+05] *O. H.* PAKARINEN, *A. S.* FOSTER, *M.* PAAJANEN, *T.* KALINAINEN, *J.* KATAINEN, *I.* MAKKONEN, *J.* LAHTINEN *et R. M.* NIEMINEN *: Towards an accurate description of the capillary force in nanoparticle-surface interactions.* Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, *13(7):1175–1186, 2005.*

[PKB09] *S.* PARK, *M.* KOKLU *et A.* BESKOK *: Particle Trapping in High-Conductivity Media with Electrothermally Enhanced Negative Dielectrophoresis.* Analytical Chemisty, *81(6):2303–2310, 2009.*

[PMD08] *D. O.* POPA, *R.* MURTHY *et A.* DAS *: M3-Deterministic, Multiscale, Multirobot Platform for Microsystems Packaging : Design and Quasi-Static Precision Evaluation.* IEEE Transactions on Automation Science and Engineering, *6(2):345–361, 2008.*

[Pol05] *J.* POLESEL *:* Modélisation et Expérimentation en Microscopie à Force Atomique Dynamique en Ultra Vide. *Thèse de doctorat, Université Toulouse III, 2005.*

[PSP97] *V V* POKROPIVNY, *V V* SKOROKHOD *et A V* POKROPIVNY *: Adhesive phenomena at the α-Fe interface during nanoindentation, stretch and shock.* Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, *5(6): 579–594, 1997.*

[RAA+00] *Y. I.* RABINOVICH, *J. J.* ADLER, *A.* ATA, *R. K.* SINGH *et B. M.* MOUDGIL *: Adhesion between Nanoscale Rough Surfaces. I. Role of Asperity Geometry.* Journal of Colloid and Interface Science, *232:10–16, 2000.*

[RCB00] *M.* REITSMA, *V.* CRAIG *et S.* BIGGS *: Elasto-plastic and visco-elastic deformations of a polymer sphere measured using colloid probe and scanning electron microscopy.* International Journal of Adhesion & Adhesives, *20(6):445–448, 2000.*

[RCL10a] *K.* RABENOROSOA, *C* CLÉVY *et P.* LUTZ *: Automated Micro-assembly tasks based on hybrid Force/position Control.* In 7th International Workshop on Microfactories, IWMF'10, *2010.*

[RCL10b] *K.* RABENOROSOA, *C.* CLÉVY *et P.* LUTZ *: Hybrid Force/Position Control applied to Automated Guiding Tasks at the Microscale.* In IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, IROS'10, *pages 4366–4371, 2010.*

[RH05] *S.* RIPPERGER *et K.* HEIN *: Measurement of adhesion forces in air with the vibration method.* China Particuology, *3(1-2):3–9, 2005.*

[RRG01] *Y.* ROLLOT, *S.* RÉGNIER *et J.-C.* GUINOT *: Dynamical model for the micromanipulation by adhesion : experimental validations for determined conditions.* Journal of Micromechatronics, *1(4):273–297, 2001.*

[Rum90] *H.* RUMPF *:* Particle Technology. *Chapman and Hall, London, 1990.*

[Sad95] *J. E.* SADER *: Parallel beam approximation for V-shaped atomic force microscope cantilevers.* Review of Scientific Instruments, *66(9):4583–4587, 1995.*

[Sau06] R. A. SAUER : An Atomic Interaction based Continuum Model for Computational Multiscale Contact Mechanics. *Thèse de doctorat, University of California, Berkeley, 2006.*

[SJ04] J. E. SADER *et* S. P. JARVIS : *Accurate formulas for interaction force and energy in frequency modulation force spectroscopy.* Applied Physics Letters, *84(10):1801, 2004.*

[SK09] M. SAVIA *et* H.N. KOIVO : *Contact Micromanipulation - Survey of Strategies.* IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, *14(4):504–514, 2009.*

[SL07] R. A. SAUER *et* S. LI : *A contact model for quasi-continua.* Int. J. Numer. Meth. Engng, *71(8):931–962, 2007.*

[SL08] R. A. SAUER *et* S. LI : *An Atomistically Enriched Continuum Model for Nanoscale Contact Mechanics and Its Application to Contact Scaling.* Journal of Nanoscience and Nanotechnology, *8(7):3757–3773, 2008.*

[SLT+11] V. SARIOLA, V. LIIMATAINEN, T. TOLONEN, R. UDD *et* Q. ZHOU : *Silicon Capillary Gripper With Self-alignment Capability.* In IEEE International Conference on Robotics and Automation, ICRA'11, *pages 4098–4103, 2011.*

[Sne65] I. N. SNEDDON : *The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile.* International Journal of Engineering Science, *3(1):47–57, 1965.*

[STHH06] K. SMISTRUP, P. T. TANG, O. HANSEN *et* M. F. HANSEN : *Microelectromagnet for magnetic manipulation in lab-on-a-chip systems.* Journal of Magnetism and Magnetic Materials, *300(2):418–426, 2006.*

[SVD+05] A. SUBRAMANIAN, B. VIKRAMADITYA, L. DONG, D. J. BELL *et* B. J. NELSON : *Micro and Nanorobotic Assembly Using Dielectrophoresis.* In IEEE International Conference on Robotics and Automation, ICRA'05, *pages 327–334, 2005.*

[SZ10] M. SAVIA *et* Q. ZHOU : *Van der Waals Force Computation of Freely Oriented Rough Surfaces for Micromanipulation Purposes.* In IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, IROS'10, *pages 5622–5627, 2010.*

[SZK08] V. SARIOLA, Q. ZHOU *et* H. N. KOIVO : *Hybrid microhandling : a unified view of robotic handling and self-assembly.* Journal of micro- nano mechatronics, *4(1-2):5–16, 2008.*

[TD05] G. W. TORMOEN *et* J. DRELICH : *Deformation of soft colloidal probes during AFM pull-off force measurements : elimination of nano-roughness effects.* Journal of Adhesion Science and Technology, *19(3-5):181–198, 2005.*

[TDLP09] B. TAMADAZTE, S. DEMBELÉ *et* N. LEFORT-PIAT : *A Multiscale Calibration of a Photon Video Microscope for Visual Servo Control : Application to MEMS Micromanipulation and Microassembly.* Sensors & Transducers Journal, *5: 37–52, 2009.*

[TMLFPD10] B. TAMADAZTE, E. MARCHAND, N. LE-FORT PIAT *et* S. DEMBÉLÉ : *CAD Model-based Tracking and 3D Visual-based Control for MEMS Microassembly.* International Journal of Robotic Research, *29(11):1416–1434, 2010.*

[VLD05] V. VANDAELE, P. LAMBERT *et* A. DELCHAMBRE *: Non-contact handling in microassembly : Acoustical levitation.* Precision Engineering, *29(4):491–505, 2005.*

[VNM+10] N. VENANT, A. NIGUÈS, F. MARCHI, M. HROUZEK, F. COMIN, J. CHEVRIER *et* J.-L. FLORENS *: Multi-sensorial Interface for 3D Teleoperations at Micro and Nanoscale.* Lecture Notes in Computer Science, *6191:35–42, 2010.*

[WCWW11] X. D. WANG, B. CHEN, H. F. WANG *et* Z. S. WANG *: Adhesion between submicrometer polystyrene spheres.* Powder Technology, *214:447–450, 2011.*

[WG02] G. M. WHITESIDES *et* B. GRZYBOWSKI *: Self-Assembly at All Scales.* Science, *295(5564):2418–2421, 2002.*

[WLM+09] L. WANG, J. LU, S. A. MARCHENKO, E. S. MONUKI, L. A. FLANAGAN *et* A. P. LEE *: Dual frequency dielectrophoresis with interdigitated sidewall electrodes for microfluidic flow-through separation of beads and cells.* Electrophoresis, *30(5):782–791, 2009.*

[WSZ+10] X. D. WANG, Z. X. SHEN, J. L. ZHANG, H. F. JIAO, X. B. CHENG, X. W. YE, L. Y. CHEN *et* Z. S. WANG *: Contact between Submicrometer Silica Spheres.* Langmuir, *26(8):5583–5586, 2010.*

[XHR09] H. XIE, S. HALIYO *et* S. RÉGNIER *: A versatile atomic force microscope for 3D nanomanipulation and nanoassembly.* Nanotechnology, *20(21):215301 (9pp), 2009.*

[XR12] H. XIE *et* S. RÉGNIER *: High-Efficiency Automated Nanomanipulation with Parallel Imaging/Manipulation Force Microscopy.* IEEE Transaction on Nanotechnology, *11(1):21–33, 2012.*

[XVRL05] L. C. XU, V. VADILLO-RODRIGUEZ *et* B. E. LOGAN *: Residence Time, Loading Force, pH, and Ionic Strength Affect Adhesion Forces between Colloids and Biopolymer-Coated Surfaces.* Langmuir, *21(16):7491–7500, 2005.*

[YLP08] C. D. YEO, S. C. LEE *et* A. A. POLYCARPOU *: Dynamic adhesive force measurements under vertical and horizontal motions of interacting rough surfaces.* Review of Scientific Instruments, *79(1):015111 (8pp), 2008.*

[YPIR08] C. YANG, B. N. J. PERSSON, J. ISRAELACHVILI *et* K. ROSENBERG *: Contact mechanics with adhesion : Interfacial separation and contact area.* Europhysics Letters, *84:46004 (5pp), 2008.*

[YTA00] M. YOSHIYA, I. TANAKA *et* H. ADACHI *: Energetical role of modeled intergranular glassy film in* $Si_3N_4 - SiO_2$ *ceramics.* Acta Materialia, *48(18-19):4641–4645, 2000.*

[ZLA08] Z. ZOU, S. LEE *et* C. H. AHN *: A Polymer Microfluidic Chip With Interdigitated Electrodes Arrays for Simultaneous Dielectrophoretic Manipulation and Impedimetric Detection of Microparticles.* IEEE Sensors Journal, *8(5):527–535, 2008.*

[ZY07] Z. ZHENG *et* J. YU *: Using the Dugdale approximation to match a specific interaction in the adhesive contact of elastic objects.* Journal of Colloid and Interface Science, *310(1):27–34, 2007.*