



HAL
open science

Manipulation submicronique interactive sous différents environnements de microscopie

Julien Vitard

► **To cite this version:**

Julien Vitard. Manipulation submicronique interactive sous différents environnements de microscopie. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2008. Français. NNT : 2008PA066259 . tel-00812749

HAL Id: tel-00812749

<https://theses.hal.science/tel-00812749>

Submitted on 12 Apr 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 & MARIE CURIE

par

Julien VITARD

pour obtenir le diplôme de

**DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ
PIERRE & MARIE CURIE**

Spécialité: Mécanique – Robotique

**Manipulation Submicronique Interactive
sous Différents Environnements de Microscopie**

soutenance prévue le 1^{er} Juillet 2008

JURY

Mr. S. T	Maître de Conférences, HDR à l'Université de Versailles St Quentin	Rapporteur
Mr. P. L	Professeur à l'Université de Franche-Comté	Rapporteur
Mr. G. B	Professeur à l'INSA – Lyon	Examineur
Mr. D. C [^]	Professeur à l'Université Pierre & Marie Curie	Examineur
Mr. P. L	Maître de Conférences à l'Université Libre de Bruxelles	Examineur
Mr. S. R [']	Maître de Conférences, HDR à l'Université Pierre & Marie Curie	Examineur
Mr. J.-C. G	Professeur à l'Université Pierre & Marie Curie	Directeur de thèse

INVITÉ

Mr. P . G	Docteur-Ingénieur CEA	Examineur
-----------	-----------------------	-----------

Table des matières

	Page
Table des matières	iii
Liste des notations	vii
Liste des tableaux	ix
Liste des figures	xi
Introduction	1
I Problématique de la micro/nanomanipulation	5
1 Le projet [mü]MAD	6
1.1 Préhenseur mono-digital : sonde AFM	6
1.2 Bloc de déplacement	7
1.3 Résultats expérimentaux	8
2 Différentes techniques de microscopie	9
2.1 Microscope Electronique en Transmission	9
2.2 Microscope Électronique à Balayage	9
2.3 Comparaison avec le microscope optique	10
2.4 Microscopes à sonde locale	11
2.5 Comparaison des techniques utilisées en imagerie	12
3 Les Nanotubes de Carbone	12
3.1 Structure des CNTs	12
3.2 Fabrication des CNTs	14
3.3 Nanotubes modélisés comme des matériaux élastiques	15
3.4 Méthodes de mesures mécaniques	18
4 Différentes techniques de manipulation	21
4.1 Électrophorèse	21
4.2 Piègeage optique	21
4.3 Manipulation par sonde locale	22
4.4 Comparatif des méthodes	23
4.5 Couplage d'un AFM dans un Microscope Électronique à Balayage	23
4.6 La télénanomanipulation	26

5	Notre approche	28
5.1	Le projet NanoMAD	29
5.2	Le projet NanoRAC	30
6	Conclusion	31
II	Étude des phénomènes micro/nanophysiques	33
1	Force de van der Waals	34
1.1	Origine des forces de van der Waals	34
1.2	Constante de Hamaker	36
1.3	Interactions de van der Waals pour les nanotubes	37
1.4	Potentiel de Lennard–Jones	39
2	Force électrostatique	41
3	Force capillaire	42
3.1	Cylindre/Prisme : analogies et différences	42
3.2	Cas d'école : interaction Prisme/Plan	45
3.3	Cas réel : interaction Cylindre/Plan	47
3.4	Validation expérimentale	51
3.5	Conclusion	53
4	Force de <i>Pull-off</i>	54
4.1	Formulation du problème	54
4.2	Équations d'équilibre adimensionnelles	55
4.3	Validation expérimentale	57
5	Conclusion	58
III	Synthèse d'une plate-forme hybride de caractérisation et de manipulation	59
1	Description du dispositif expérimental	60
1.1	Cahier des charges	60
1.2	Les différents composants	61
2	Calibration	69
2.1	Calibration de la force normale	69
2.2	Force latérale	72
2.3	Calibration de la photodiode	78
3	Conclusion	84
IV	Résultats expérimentaux	85
1	Mesure de masse et détection de position	86
1.1	Théories et modèles	86
1.2	Analyse pour la vibration en flexion	87
1.3	Analyse pour la vibration en torsion	89
1.4	Évaluation expérimentale	90
1.5	Conclusion	94
2	Stratégies de retour d'effort pour la manipulation	95
2.1	Plate-forme de réalité augmentée	95
2.2	Évaluation expérimentale	96
2.3	Conclusion	105
3	Quelques stratégies de manipulation	106
3.1	Détection du contact	106
3.2	Déplacement d'un nanotube de carbone	108

3.3	Manipulations sous environnement photonique	109
3.4	Observations	110
3.5	Vers une planification de trajectoire	111
3.6	Conclusion	115
4	La manipulation téléopérée sous microscope électronique	116
4.1	Description du dispositif expérimental	116
4.2	Description des scénarii	119
4.3	Réalisation complète du dernier scénario	122
4.4	Conclusion	126
Conclusion		127
Annexes		129
A Équivalence analytique prisme/plan		129
B Spécifications techniques de la plate-forme		133
C Méthode de Rayleigh–Ritz		137
Références bibliographiques		139
Liste des publications		151

Liste des notations

Acronymes utilisés dans ce manuscrit :

AFM	<i>Atomic Force Microscope</i>	Microscope à Forces Atomiques
EBID	<i>Electron Beam Induced Deposition</i>	Déposition par faisceau d'électrons induits
MWNT/MWCNT	<i>Multi-Wall (Carbon) NanoTube</i>	Nanotube (de carbone) multiparois/multifeuillets
NEMS	<i>Nano Electro Mechanical Systems</i>	NanoSystèmes Electro-Mécaniques
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>	Microscope Électronique à Balayage
SPM	<i>Scanning Probe Microscope</i>	Microscope à sonde locale/champ proche
STM	<i>Scanning Tunneling Microscope</i>	Microscope à Effet Tunnel
SWNT/SWCNT	<i>Single-Wall (Carbon) NanoTube</i>	Nanotube (de carbone) monoparois/monofeuillet
TEM	<i>Transmission Electron Microscope</i>	Microscope Électronique en Transmission
PSD	<i>Position Sensitive Detector</i>	Capteur sensible à la position

notation spéciale : en gras sont représentés les vecteurs,

Certaines traductions anglaises sont données entre parenthèses pour faciliter la compréhension. Les unités employées dans ce manuscrit sont les unités du Système International (SI) ou celles utilisées couramment.

Liste des tableaux

Tableaux	Page
I.1 Comparatif de différentes techniques d'imagerie	12
I.2 Modules de Young des SWNT et MWNT obtenus par calculs	16
I.3 Modules de Young des SWNT et MWNT obtenus par simulations	16
I.4 Comparatif de différentes techniques de nanomanipulation	23
II.1 Potentiels d'interaction et forces de van der Waals pour différentes géométries	35
II.2 Angles de contact (avance et retrait)	52
III.1 Spécifications des objectifs utilisés : 20 ×, 50 × et 100 ×.	65
III.2 Méthodes de calibration normale	77
III.3 Méthodes de calibration latérale	77
III.4 Paramètres d'ajustement des courbes sigmoïdes retenues	82
III.5 Spécifications et valeurs expérimentales pour diverses poutres	82
IV.1 Résultats de la détection de masse en utilisant les trois premiers modes.	92
IV.2 Détection de la masse d'un grain de pollen d'Ambroisie adhérent à la poutre pour différentes positions.	93
IV.3 Résultats de la détection de plusieurs masses.	94
IV.4 Principales caractéristiques des poutres utilisées lors des expériences	98
IV.5 Aperçu des expériences	102
B.1 Spécifications des microtranslateurs CMA-25CCCL	133
B.2 Spécifications du nano-translateur P-732.ZC	134
B.3 Spécifications du nano-translateur Nano-Bio2M	134
B.4 Spécifications de la caméra CCD XC-711P	135

Liste des figures

Figures	Page
I.1 Vue générale du système de micromanipulation [mü]MAD et de son préhenseur	6
I.2 Configuration cinématique du dispositif [mü]MAD	7
I.3 Saisie statique d'une microsphère	8
I.4 Dépose sélective de microsphères	8
I.5 Expérience de roulement	8
I.6 Schémas du microscope optique, du TEM et du SEM	10
I.7 Microscope à effet tunnel : principe et pointe STM	11
I.8 Structure d'un nanotube	13
I.9 Image SEM/TEM de nanotubes mono et multi-feuillets	13
I.10 Synthèse par décharge d'arc	14
I.11 Synthèse par ablation laser	14
I.12 Synthèse par décomposition catalytique d'un gaz	14
I.13 Images TEM de SWNT en vibration	18
I.14 Résonance d'un MWNT sous l'effet d'un champ électrique	18
I.15 Recourbement de MWNT	19
I.16 Méthode de caractérisation de nanofils et nanotubes	19
I.17 Image AFM d'un SWNT	19
I.18 MWNT maintenu entre deux pointes AFM	20
I.19 Images TEM d'un MWNT	20
I.20 Image SEM d'une fibre à partir d'une suspension SWNT-H ₂ O	21
I.21 Principe de la diélectrophorèse	21
I.22 Extraction d'un nanotube (MWNT) d'une grappe	22
I.23 Translation et rotation d'un nanofil de CdS	22
I.24 Découpe et fusion optique d'un nanofil de CdS	22
I.25 Logo d'IBM réalisé avec un STM	22
I.26 Manipulation par sonde locale	23
I.27 MIRA de l'Université de Aachen	24
I.28 Microrobots à l'Université de Tokyo	24
I.29 Microrobot à l'Université de Karlsruhe	25
I.30 Nanomanipulateur du Nanoscience and Technology Lab	25
I.31 Nanomanipulateur de l'Université de Nagoya	25
I.32 Nanomanipulateur de l'Université de Caroline du Nord	26
I.33 Nanomanipulateur de l'Université de Carnegie Melon	27

I.34	Nanomanipulateur de la firme Zyvex	28
I.35	Présentation du Projet NanoMAD	29
I.36	Présentation du Projet NanoRAC	30
II.1	Énergie d'interaction entre deux nanotubes parallèles et croisés	40
II.2	Interaction prisme/plan : Notations 2D	43
II.3	Interaction prisme/plan : surfaces d'interaction	46
II.4	Interaction cylindre/plan : Notations 2D	48
II.5	Équivalence de l'approche énergétique et de la méthode de Laplace	48
II.6	Interaction cylindre/plan : Abaques des forces capillaires	50
II.7	Banc d'essais et mesure d'angles de contacts.	51
II.8	Vues de profil et latérale du ménisque	52
II.9	Force capillaire : Force au contact	52
II.10	Force capillaire : Courbes de force–distance, simulation et expérience	53
II.11	Force de <i>Pull-off</i> : Demi-largeur de contact en fonction de la force	56
II.12	Force de <i>Pull-off</i> par unité de longueur pour un CNT	56
II.13	Force de <i>Pull-off</i> par unité de longueur pour un SWNT et un MWNT	57
II.14	Expériences réalisées sur un amas de nanotubes	58
III.1	Vue d'ensemble de la plate-forme de caractérisation et de manipulation	61
III.2	Schéma cinématique de la plate-forme NanoMAD	62
III.3	Porte-outils motorisé.	63
III.4	Différents outils adaptables sur le porte-outil.	63
III.5	Plate-forme de nanositionnement XY–Z et dispositif de mesure d'efforts.	64
III.6	Choix des objectifs par rapport au trajet optique du laser.	65
III.7	Billes de 20 μm et 2 μm sous différents objectifs : 20 \times et 100 \times	66
III.8	Interface graphique de commande du système de micro/nanomanipulation.	67
III.9	Présentation des deux modes d'imagerie AFM implémentés.	68
III.10	Représentations 2D et 3D d'une surface comportant des billes de diamètre 2 μm	68
III.11	Poutre piézorésistive de Nascatec GmbH	70
III.12	Schéma du montage utilisé pour la calibration du capteur piézorésistif.	71
III.13	Influence de la position du point de contact sur la sensibilité du capteur piézorésistif.	72
III.14	Surface et grille de calibration utilisée pour la détermination de la sensibilité latérale.	73
III.15	Configurations expérimentales pour la calibration avec une poutre piézorésistive	74
III.16	Courbes réponse de la photodiode en fonction de celle du capteur piézorésistif	76
III.17	Mise en œuvre du levier optique	78
III.18	Courbes de calibration (V_{PSD}, θ)	81
III.19	Courbes de réponse de la photodiode pour les efforts normal et latéral (V_{PSD}, θ).	83
IV.1	Modèle géométrique d'une micropoutre	86
IV.2	Géométrie du système poutre/objets	88
IV.3	Image d'un grain de pollen sur une poutre, déplacement en fréquence pour différents modes de vibration	91
IV.4	Positionnement d'un grain de pollen sur l'axe transversal d'une poutre	93
IV.5	Positions de quatre grains de pollen sur une poutres	94
IV.6	Plate-forme de réalité augmentée	95
IV.7	Schéma de communication de la plate-forme	96
IV.8	Facteurs d'échelle existant entre les différents systèmes	98
IV.9	Présentation de la scène virtuelle	98

IV.10	Courbe d'approche–retrait : (a) poutre souple, (b) poutre rigide	99
IV.11	Configuration du couplage bilatéral	100
IV.12	Configuration du couplage haptique renforcé	101
IV.13	Position du substrat et variations des efforts lors d'une phase d'approche–retrait	103
IV.14	Variation de la position de la poutre virtuelle lors de la phase d'approche–retrait	105
IV.15	Déflexion de la poutre réelle mesurée lors de la manipulation	105
IV.16	Configuration de la scène virtuelle lors de la manipulation	105
IV.17	Détection du contact en utilisant le mode non-contact	106
IV.18	Détection du contact	107
IV.19	Déplacement d'un nanotube de carbone ($\approx 18 \mu\text{m}$ de long) sur un substrat de verre	108
IV.20	Déflexion du laser, et amplitude des oscillations en fonction du déplacement selon l'axe y	109
IV.21	Déplacement d'une microfibre de verre sur un substrat de verre.	109
IV.22	Observations réalisées suite au déplacement d'une microfibre de verre.	110
IV.23	Images SEM d'une pointe de poutre AFM réalisées après une opération de manipulation	111
IV.24	Traitement d'images après balayage d'une surface	111
IV.25	Planification de trajectoire	112
IV.26	Mode non-contact/contact avec asservissement en effort	112
IV.27	Mode non-contact/contact sans asservissement en effort	113
IV.28	Mode non-contact avec modulation d'amplitude	113
IV.29	Manipulation d'une nanosphère	114
IV.30	Vue d'ensemble du démonstrateur NanoRAC	116
IV.31	Dispositif de manipulation dans la chambre SEM	116
IV.32	Nanopinces utilisées	116
IV.33	Le porte-échantillons	117
IV.34	Le SEM LEO 1450 et son logiciel de suivi d'objets	117
IV.35	Aperçu de l'image d'une pointe AFM acquise par le SEM	118
IV.36	Schéma de l'interface entre le Superviseur, l'environnement virtuel et le bras haptique	118
IV.37	Architecture de communication de la plate-forme expérimentale	119
IV.38	Saisie et dépose d'un nanotube sur une grille TEM	119
IV.39	Saisie et dépose d'un nanotube entre deux électrodes	120
IV.40	Réalisation d'une jonction entre deux nanotubes	121
IV.41	Saisie et dépose d'un nanotube à l'extrémité d'une pointe AFM	121
IV.42	Réglages et préparatifs avant la calibration	123
IV.43	Processus de calibration des positions 2D	123
IV.44	Interface en ligne de commande du Superviseur, calibration de la scène virtuelle	124
IV.45	Changement de vue, aide pour la détection de contact	124
IV.46	Phase d'approche, saisie d'un nanotube	125
IV.47	Approche d'un nanotube de la pointe d'une poutre AFM	125
IV.48	Retrait de la pince, et test de flexion	126
IV.49	Balayage d'une surface à l'aide de la « super »-pointe réalisée	126

Introduction

La manipulation d'objets est nécessaire à de nombreux procédés techniques et scientifiques. D'une manière générale, une manipulation repose sur des actions de saisie, de transfert, de positionnement, d'assemblage, ... La nanomanipulation diffère de la manipulation conventionnelle par la taille des objets mis en jeu lors de l'opération de manipulation. Celle-ci varie du nanomètre (la taille atomique est de l'ordre de 0,4 nm) à la centaine de nanomètres.

Des besoins nouveaux sont apparus ces dernières années en nanomanipulation avec une haute précision. De nombreuses applications sont émergentes autour des NEMS (*Nano Electro Mechanical Systems*) par exemple. Ces systèmes ne réclament plus seulement des manipulations simples mais reproductibles pour garantir la création de jonctions pour des nanotransistors, par exemple. La mesure des propriétés physiques de ces systèmes est directement corrélée à la précision de la manipulation. C'est ainsi un enjeu majeur pour de nombreux champs disciplinaires et c'est aujourd'hui un point bloquant et un verrou scientifique pour la création de systèmes nanoscopiques.

Des difficultés spécifiques apparaissent cependant à cette échelle de manipulation :

- la taille des objets atteint la limite de l'optique, symbolisée par la demi-longueur d'onde de Rayleigh (aux environs de 250 nm). Il faut alors envisager des moyens de microscopie à champ proche ou de la microscopie électronique pour imager la scène de travail.
- la nanophysique est spécifique avec des effets dominants des forces surfaciques. Les effets capillaires dus à l'environnement sont prépondérants. Une bonne illustration est d'imaginer les nanoobjets dans un bain de boue à l'échelle macroscopique. La manipulation en devient plus complexe pour atteindre les résolutions recherchées.
- la taille des objets considérés étant très petite, il n'existe pas aujourd'hui de préhenseurs pourvus de capteurs d'efforts capable de saisir des objets de cette taille.
- la résolution et la reproductibilité des systèmes de déplacements est de l'ordre de la taille des objets.
- de nombreuses sources parasites apparaissent comme le bruit (le rapport signal bruit est très faible), principalement d'origine thermique et engendrant de nouvelles difficultés pour les manipulations.

Ainsi ce problème n'est toujours pas résolu du fait de ces complexités. Il existe dans la littérature un nombre foisonnant de travaux scientifiques provenant d'un nombre élevé d'horizons scientifiques. Dans tous ces exemples majeurs, seules des opérations uniques et non reproductibles sont proposées. L'applicabilité reste locale et dédiée à une expérience unique de manipulation le plus souvent non reproductible.

Deux classes de méthodes de manipulation apparaissent à cette échelle, les méthodes sans contact (l'objet est manipulé en utilisant un effet physique à distance) et les méthodes avec contact (l'objet est manipulé avec un préhenseur ou en considérant une poutre (*cantilever*) comme outil de manipulation).

Parmi les méthodes sans contact, nous pouvons citer la diélectrophorèse ou le piègeage optique qui obtiennent des résultats prometteurs. Ces méthodes posent néanmoins de grands problèmes de reproductibilité et sont plus adaptées à des méthodes parallèles ou statistiques. Ici, nous nous concentrons sur des problèmes où il faut être capable de manipuler individuellement de façon sérielle avec une reproductibilité et une précision telle que les méthodes non contact n'apportent aucune solution.

De la même façon, l'environnement de microscopie est déterminant. Nous aborderons cette problématique de la nanomanipulation sous deux angles différents.

Le premier concerne le développement d'une plateforme robotisée de nanomanipulation à partir des techniques de la microscopie à force atomique. Il s'agit d'exploiter la mesure de l'effort d'interaction entre un outil mono-digital (appelé aussi *cantilever*, outil classique pour les microscopes à force atomique) et l'objet pour définir des stratégies originales de manipulation. On pourra par exemple exploiter des manipulations par simple contact adhésif ou par poussée contrôlée en exploitant les mesures d'interaction. Pour atteindre ce cadre, il faudra développer un nouveau dispositif couplant des techniques de vision soit optique soit à champ proche et une mesure calibrée des efforts normaux et latéraux de contact. Ce projet s'inscrit dans la continuité des travaux menés au sein de l'Institut des Systèmes Intelligents et de Robotique (ISIR) avec les thèses successives d'Y. Rollot, de S. Haliyo et de F. Dionnet.

Le second volet concerne l'utilisation d'un microscope électronique et de techniques de manipulation par préhension bidigitale sans retour d'effort. Du fait du coût d'un tel système à l'échelle d'une équipe de recherche, ce second thème s'inscrit dans le cadre d'un projet européen NanoRAC couvrant différents champs thématiques par partenaire, par exemple de la conception de préhenseurs bidigitaux, de la synthèse de nano-objets et plus particulièrement de nanotubes de carbone ainsi que des techniques d'imagerie sous microscope électronique. Il s'agit pour notre part de proposer des outils de simulations immersifs et des stratégies de manipulation soit pour la téléopération (la manipulation est effectuée *via* une interface haptique ou un système mécanique commandé qui permet de percevoir les forces simulées de contact puisque l'effort de contact n'est pas mesuré par le préhenseur) soit pour la manipulation automatisée (en s'intéressant à la recherche de stratégies minimisant par exemple les effets parasites des forces surfaciques).

Pour atteindre ces objectifs d'exploration de la nanomanipulation sous deux volets complémentaires, nous nous intéresserons à la modélisation des forces dans le micro/nano monde en particulier pour des nanotubes ou des nanofils, à la conception d'une plateforme dédiée à la manipulation mono-digitale et aux tests d'outils de réalité augmentée et enfin à la mise en place de stratégies originales assistées de manipulations d'objets submicroniques et nanoscopiques soit sur notre dispositif soit sous le microscope électronique de notre partenaire du projet européen.

Le premier chapitre s'attache à rappeler les enjeux et la problématique de la nanomanipulation. La première partie de ce chapitre rappellera le point de départ de nos recherches en micromanipulation. Ensuite, nous nous concentrerons sur une description des différentes techniques de microscopie (photonique, électronique, à champ proche) pour montrer la diversité des possibilités et les contraintes associées. Ensuite une attention particulière sera portée aux nanotubes de carbone pour appréhender leur intérêt applicatif dans un cadre de manipulation. Une deuxième partie explicitera les différentes tech-

niques de manipulation pour montrer à la fois la diversité et la nécessité d'approcher ce problème du point de vue de la robotique. Enfin, le cadre du projet sera développé autour de cette double approche, microscope à force atomique et microscope électronique, pour explorer la manipulation aux échelles nanoscopiques.

Le second chapitre s'intéresse particulièrement à la physique à ces échelles. En effet, celle-ci est très différente de l'échelle microscopique du fait de la balance modifiée des efforts entre les différentes forces surfaciques (forces de van der Waals, capillaires ou électrostatiques). Un panorama de ces différentes forces sera ainsi proposé en se concentrant sur différentes géométries. Ainsi, une étude bibliographique montre que les formulations s'intéressent surtout aux objets sphériques. De part l'application visée, les nanotubes de carbone ou les nanofils, la deuxième partie de ce chapitre s'intéresse aux formulations des interactions cylindriques particulièrement pour les forces capillaires et à l'identification expérimentale des différentes forces mis en jeu lors des nanomanipulations. L'objectif de ce panorama est aussi l'utilisation de ces différentes formulations pour un outil de simulation virtuelle de manipulation.

Le troisième chapitre concerne particulièrement la conception d'une plateforme de nanomanipulation. Elle s'inscrit dans le cadre de la continuité des travaux dans notre équipe et s'intéresse particulièrement à deux objectifs : appréhender des techniques originales de manipulation à partir d'un outil mono-digital capable de mesurer des efforts d'interaction, et coupler notre système de mesures des efforts d'interaction à un logiciel de réalité augmentée. Ce logiciel sera ensuite exploité pour des tâches de manipulation téléopérée ou assistée sous microscope électronique. Ce dispositif est un point majeur de notre travail. Ce chapitre explore ainsi les différentes composantes mises en place et décrit en particulier des méthodes originales de calibration pour la mesure de l'effort d'interaction à partir d'un capteur laser. Des méthodes de calibration normale et latérale et de compensation des effets non linéaires de la photodiode seront ainsi proposées pour atteindre les résolutions désirées.

Le quatrième chapitre est dédié à l'ensemble des résultats expérimentaux. La première partie concerne la caractérisation mécanique de nano-objets. Il faut être capable d'exploiter des mesures dynamiques pour extraire certaines des propriétés physiques des objets mis en jeu. Une méthode dynamique alliée à une préhension par adhésion sont ainsi proposées pour répondre à ce problème. Le second point concerne la validation de l'environnement virtuel de travail mis en place pour les tâches de nanomanipulation sous microscope électronique. Les tests effectués sur notre plate-forme entre la simulation temps réel de forces mises en jeu et les mesures sont comparées dans un cadre de téléopération et montrent la pertinence scientifique de notre approche. Ainsi différents retours d'effort avec une interface haptique commerciale sont proposés pour garantir la stabilité de la manipulation. La deuxième partie de ce chapitre concerne les premiers résultats en manipulations submicroniques avec la plate-forme autour de méthodes par poussées contrôlées. Enfin, les résultats prometteurs du projet NanoRAC à partir de scénarii que nous avons développés et exploitant nos outils de simulation de tâches seront proposés.

Enfin, des conclusions et des perspectives très ouvertes seront proposées à la fin de ce document. L'objectif du projet reste ainsi la manipulation interactive, contrôlée et reproductible de nano-objets.

Problématique de la micro/nanomanipulation

La nanomanipulation diffère de la micromanipulation par la taille des objets mis en jeu lors de l'opération de manipulation. En effet, pour la micromanipulation, on considère la taille des objets comprise entre un micromètre et une centaine de micromètres alors pour la nanomanipulation, on s'intéresse à des objets dont la taille varie entre le nanomètre et la centaine de nanomètres (la taille d'un atome est de l'ordre de 0.4 nm).

Le point de départ de notre recherche concerne la micromanipulation assistée issue des travaux de recherche de différentes thèses. Ce projet intitulé **[mü]MAD** a montré l'intérêt de la robotique pour des applications de manipulations automatisées ou téléopérées à l'échelle microscopique. La première partie de ce chapitre propose ainsi un rappel succinct de ces différents thèmes de recherche, pointant leurs potentialités éventuelles dans le cadre de la nanomanipulation et montrant l'apport des techniques issues de la robotique.

L'accent est ensuite mis sur les différents systèmes de microscopie. Ce panorama met en avant l'importance que revêt le choix du dispositif de microscopie, en terme d'impact sur les différentes techniques de manipulation développées. Ainsi les différents avantages et inconvénients de ces systèmes sont développés en considérant notre cadre applicatif.

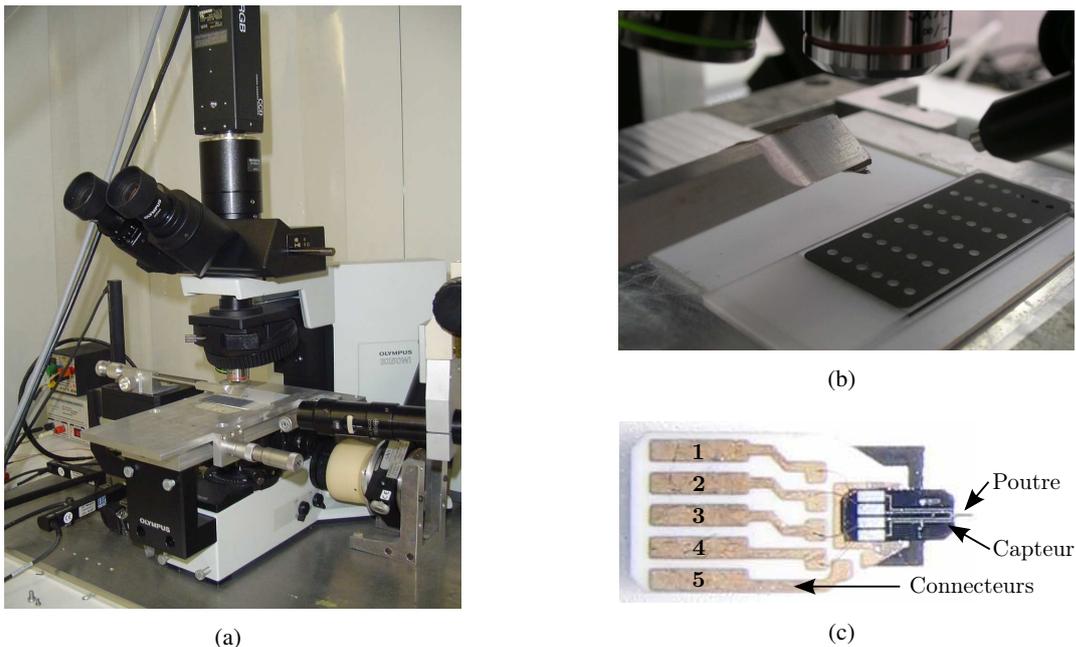
Ensuite, l'accent est mis sur la description d'objets particuliers : les nanotubes de carbone. Ces derniers représentent un champ applicatif émergent de la nanomanipulation. Ils sont décrits pour comprendre en détails leurs spécificités physiques et l'impact de ces dernières dans une opération de manipulation. Du fait de leur géométrie particulière, ils nécessiteront des études particulières dans le second chapitre.

La partie suivante décrit en détails les différentes techniques de manipulation observées dans la littérature. Il s'agit du point central de notre travail et cette analyse montre ainsi l'étendue des méthodes (avec ou sans contact), les moyens mis en œuvre (préhenseurs, *cantilever*, ...) ainsi que les systèmes de microscopie.

Le tryptique, outil de microscopie, différents objets, et techniques de manipulation, forment le coeur de notre travail. Ainsi notre approche est proposée pour répondre à l'exploration de la nanomanipulation robotisée et répétable. Deux voies complémentaires sont exploitées et décrites pour comprendre le spectre de nos recherches.

1 Le projet [mü]MAD

La première partie de ce chapitre décrit succinctement le dispositif [mü]MAD dédié à la manipulation d'objets microscopiques. Ce système permet d'appréhender la manipulation sous l'angle de la microrobotique. Cette plate-forme, présentée en figure I.1, est composée d'un préhenseur mono-digital, d'un bloc de déplacement, d'un dispositif de mesure et d'une informatique de contrôle. L'ensemble est placé dans un environnement contrôlé garantissant les conditions expérimentales les plus favorables pour mener à bien les opérations de micromanipulation.



F . I.1 – Vue générale du système de micromanipulation (a) et de son préhenseur (b) et (c).

1.1 Préhenseur mono-digital : sonde AFM

Le préhenseur est l'organe essentiel de la manipulation, quelle que soit l'échelle considérée, et donc *a fortiori* à l'échelle microscopique. Il conditionne le mode de manipulation et les stratégies associées à mettre en œuvre, ainsi que le dispositif expérimental nécessaire pour mener à bien ces tâches de manipulation. Le préhenseur considéré (figure I.1(c)) est une sonde utilisée par la technologie AFM. Il s'agit d'un parallélépipède rectangle en silicium mono-cristallin, biseauté à son extrémité libre, et d'une longueur de 600 μm . Ces systèmes sont généralement dédiés à l'étude de la topologie des surfaces, l'interaction entre la poutre (*cantilever*) et la surface se faisant au travers d'une micropointe présente sous la poutre afin d'y concentrer tous les phénomènes d'interaction et d'améliorer la précision de mesure. Dépourvues de cette pointe (*Tipless cantilever*), les micropoutres présentent plusieurs avantages répondant point par point aux attentes :

- elles sont de taille submillimétrique,
- les matériaux utilisés, ainsi que les procédés de fabrication, garantissent un état de surface adéquate et une bonne énergie de surface,
- elles présentent des caractéristiques dynamiques intéressantes pour la dépose grâce à leur configuration encastree/libre,
- elles sont équipées d'un dispositif de mesure permettant, au prix d'un travail de modélisation, de remonter à une mesure d'effort.

1.2 Bloc de déplacement

Compte tenu des stratégies de saisie et de dépose mises en place, les actionneurs doivent garantir une large gamme de déplacements, allant du centimètre au nanomètre, ainsi qu'une large gamme de dynamiques. La solution choisie est de monter en série des actionneurs de natures différentes et possédant des propriétés complémentaires couvrant les exigences souhaitées. Il s'agit de :

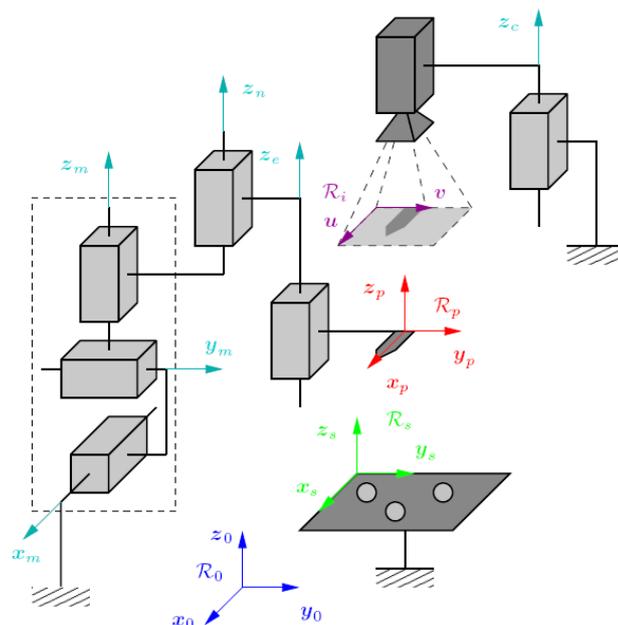
- trois microtranslateurs,
- un nanotranslateur,
- une céramique piézoélectrique.

Les microtranslateurs permettent de larges déplacements pour l'échelle considérée dans tout l'espace de travail. Il s'agit de vérins motorisés dotés d'une course de 2,5 cm pour une résolution de 50 nm et disposés en série de manière à permettre un déplacement cartésien.

Le nanotranslateur est placé en série avec l'axe de translation vertical du microtranslateur. Il s'agit d'une platine de translation piézoélectrique qui permet un positionnement vertical avec une très bonne résolution de 1,83 nm, sur une course en revanche peu importante de 12 μm .

Afin de produire des excitations sinusoïdales ou impulsionnelles, nécessaires à la dépose dynamique ou aux études fréquentielles du système, une céramique piézoélectrique est disposée à la base du préhenseur. Elle est capable de générer en bout de poutre des accélérations de l'ordre de $10^6 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ sur une course d'environ 100 nm.

L'effecteur peut ainsi évoluer dans un espace de travail étendu, avec une bonne précision locale et une grande dynamique. La configuration cinématique a en outre été choisie de manière à pouvoir commander le système de manière totalement découplée en alignant les axes de translation x_m, y_m, z_m, z_n et z_e avec les axes du repère lié au préhenseur, \mathcal{R}_p , comme l'indique la figure I.2.



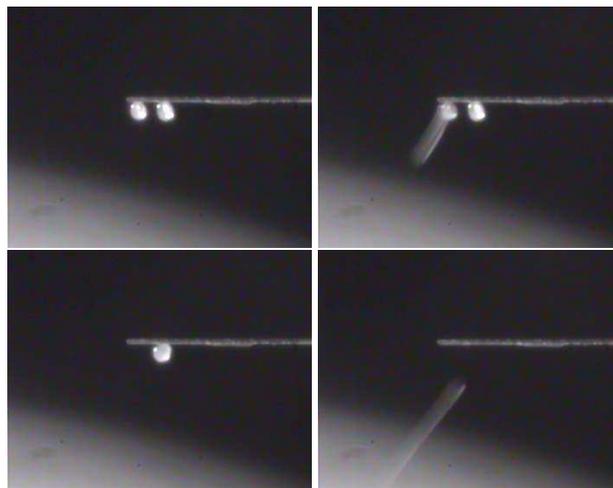
F . I.2 – Configuration cinématique du dispositif [mü]MAD

1.3 Résultats expérimentaux

Quelques résultats sont ici illustrés autour de la manipulation d'objets microscopiques (la taille caractéristique des objets est de l'ordre de 20 à 50 μm). Il s'agissait d'exploiter les commandes référencées vision et effort pour réussir à manipuler des objets avec une résolution fine dans la dépose finale. Sur ces différentes photos sont illustrés différents types de manipulation : saisie, dépose et roulement.



F . I.3 – Saisie statique d'une microsphère [1]



F . I.4 – Dépose sélective de microsphères [1]



F . I.5 – Expérience de roulement [2]

Ces expériences mettent en jeu des micro-objets dont la taille permet l'utilisation de commandes référencées vision sous microscope optique, dès lors que cette taille diminue, l'utilisation de ces outils devient compromise. Il est alors nécessaire d'étudier d'autres techniques de microscopie existentes (microscopie électronique, à champ proche, ...) afin de pallier à ces inconvénients.

2 Différentes techniques de microscopie

2.1 Microscope Electronique en Transmission

La microscopie électronique en transmission (dont l'acronyme est MET ou TEM en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe de diffraction des électrons. Celle-ci peut atteindre un grossissement de $\times 5000000$. Le principe du microscope électronique en transmission a été mis au point en 1931 par Max Knoll et Ernst Ruska [3], ce dernier a d'ailleurs reçu le prix Nobel de physique en 1986 [4] pour cette invention.

Il existe une certaine analogie entre le microscope électronique en transmission et le microscope optique à lumière directe. C'est le rayonnement utilisé qui diffère principalement dans les deux cas. Le microscope optique utilise comme rayonnement des photons (lumière extérieure). Un système de lentilles optiques permet de dévier ou de focaliser le rayon lumineux qui traverse un échantillon « relativement fin ». L'image obtenue se forme directement sur la rétine de l'observateur. Le microscope électronique en transmission utilise, lui, comme rayonnement des électrons. Un système de lentilles magnétiques permet de dévier ou de focaliser le faisceau d'électrons sur un échantillon « extrêmement fin ». L'image (ou le cliché de diffraction) obtenue peut être vue sur un écran fluorescent, enregistrée sur un film photographique ou bien détectée par un capteur CCD. Par analogie au microscope « électronique » (qui utilise des électrons), le microscope « optique » est souvent appelé « photonique » car il utilise des photons comme source de rayonnement.

Le microscope électronique en transmission possède deux principaux modes de fonctionnement selon que l'on obtient une image ou un cliché de diffraction :

- mode image : le faisceau d'électrons traverse l'échantillon. Suivant l'épaisseur, la densité ou la nature chimique de celui-ci, les électrons sont plus ou moins absorbés. En plaçant le détecteur dans le plan image, on peut, par transparence, observer une image de la zone irradiée. C'est ce principe qui est utilisé, en outre, en biologie, pour observer des cellules ou des coupes minces d'organes.
- mode diffraction : ce mode utilise le comportement ondulatoire des électrons (ondes de de Broglie), comportement modélisé par la physique quantique. Lorsqu'ils rencontrent de la matière organisée (des cristaux), ces électrons vont donc être diffractés, c'est à dire déviés dans certaines directions dépendant de l'organisation des atomes. Le faisceau est diffracté en plusieurs petits faisceaux, et ceux-ci se recombinent pour former l'image, grâce à des lentilles magnétiques (électro-aimants qui dévient les électrons).

La limite de résolution dépend ainsi de la longueur d'onde de de Broglie des électrons, donc de leur tension d'accélération. Celle-ci serait donc de l'ordre de grandeur du picomètre dans un cas idéal. Mais en raison des fortes aberrations, elle n'est en réalité que de quelques ångströms.

De même, une erreur courante consiste à appeler ce microscope « microscope électronique à transmission » (par analogie avec le « microscope électronique à balayage »). Cette erreur est fréquente. Il s'agit bien d'un microscope en transmission (on observe l'échantillon en transparence, en transmission).

2.2 Microscope Électronique à Balayage

La Microscopie Électronique à Balayage (dont l'acronyme est MEB ou SEM en anglais) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable

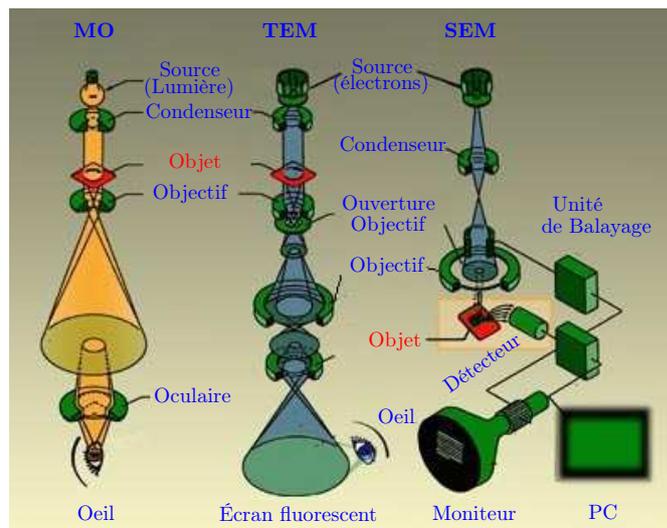
de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon.

Basé sur les travaux de Max Knoll et Manfred von Ardenne dans les années 1930, le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser. Cette dernière, en réponse au balayage, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface. Le premier vrai microscope à balayage fut réalisé en 1942 par Zworykin [5]. L'explication plus en détails de ce microscope peut être trouvée dans des livres spécialisés.

Aujourd'hui, la microscopie électronique à balayage est utilisée dans des domaines allant de la biologie aux sciences des matériaux et un grand nombre de constructeurs proposent des appareils de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution se situe entre 0,4 nanomètre à 20 nanomètres.

2.3 Comparaison avec le microscope optique

Le schéma suivant récapitule les différents fonctionnements du microscope optique, du microscope électronique en transmission et du microscope électronique à balayage.



F . I.6 – Schémas du microscope optique, du TEM et du SEM

Les limites de résolution de la microscopie sont données approximativement par la longueur d'onde du rayonnement utilisé. Donc si nous voulons utiliser des photons pour voir des atomes, il faudrait utiliser des rayonnements X ($\lambda \in [10^{-3}, 10^1]$ nm). Or, il n'existe pas de lentilles pour les rayons X qui ont tendance à tout traverser en ligne droite. Les microscopes optiques sont limités dans leur résolution R car cette dernière dépend entre autre de la longueur d'onde selon la relation suivante :

$$R = \frac{0,61\lambda}{n \sin u} \quad (I.1)$$

avec n l'indice du milieu, u l'ouverture du faisceau d'électrons (demi grand angle au sommet), 0,61 coefficient lié à la diffraction de Fraunhofer, λ est la longueur d'onde du rayonnement, pour un rayonnement de particule de masse m et de vitesse v alors $\lambda = \frac{h}{mv}$ avec h la constante de Planck.

De plus, si la vitesse des électrons est plus élevée, la longueur d'onde diminue. On obtient des résolutions pratiques fournies dans le tableau ci-dessous :

	photons	électrons
λ	400–700 nm	~0,001 nm
$R_{pratique}$	500 nm	0,2 nm

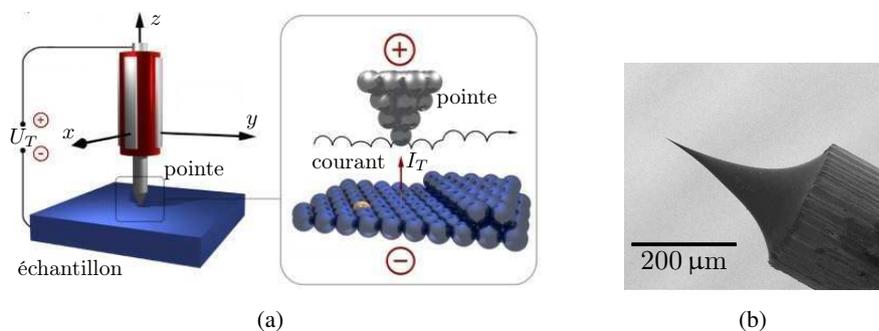
Nous pouvons constater que la valeur de la résolution du microscope électronique n'est pas celle attendue théoriquement car l'angle d'ouverture du faisceau d'électrons ne peut pas dépasser 1° contrairement au faisceau de lumière dont l'angle u peut atteindre 65° . Le gain de résolution avec les microscopes électroniques est de $\times 1000$ au lieu de $\times 100000$ en théorie.

2.4 Microscopes à sonde locale

Les inventions, dans un premier temps, du microscope à effet tunnel par Binnig et Rohrer [6, 7] dans les années 1980, et par la suite, celle du microscope à force atomique [8] ont révolutionné à la fois l'imagerie à l'échelle nanométrique et la manipulation.

Le STM, ou microscope à effet tunnel. Les travaux théoriques de Tersoff et Hamann [9] ont montré que le courant tunnel n'est pas proportionnel à la structure géométrique de la surface mais à sa structure électronique (*i.e.* densité d'état locale). Aujourd'hui, les modèles de mécanique classique et quantique sont utilisés pour calculer la densité de charge locale, la densité de courant, l'énergie totale, ou les autres propriétés électroniques des surfaces.

Le principe de fonctionnement de ce type de microscope repose ainsi sur l'effet tunnel : une pointe conductrice, usinée pour ne se terminer que par un seul atome, balaye la surface de matière à analyser. Si cette pointe approche suffisamment près de la surface à étudier sans la « toucher », les électrons libres quittent cette dernière et l'on peut mesurer un courant électrique dans le vide entre la pointe et la surface. C'est l'effet tunnel. La valeur de ce courant dépend de la distance entre la pointe et la surface (avec une distance caractéristique de quelques ångströms). En d'autres termes, la résistance électrique augmente exponentiellement avec la distance. Cette technique nécessite que l'échantillon à analyser soit conducteur. S'il est isolant, on peut le recouvrir d'une fine couche de matériaux conducteur (généralement un métal qui ne s'oxyde pas).



F . I.7 – Microscope à effet tunnel : principe (a), image de la pointe (b)

La puissance du STM vient de sa résolution spatiale, approximativement $0,2 \text{ nm}$ latéralement et supérieure à 10^2 nm verticalement.

L'AFM ou le microscope à force atomique L'AFM a été inventé par Binnig *et al.* [8] pour pallier à l'un des défauts du STM, l'impossibilité d'imager des surfaces isolantes. L'AFM se compose d'une sonde soumise à une force et à un détecteur qui mesure la réponse de cette sonde. Typiquement, cette sonde est une poutre avec ou sans pointe qui fléchit en présence d'une force attractive ou répulsive. Le capteur mesure cette flexion qui peut être reliée à la force par la loi de Hooke, ou $F = kz$, avec k la constante de raideur de la poutre et z la déflexion mesurée. Le principe est utilisé et présenté en détail dans le chapitre III.

2.5 Comparaison des techniques utilisées en imagerie

Le tableau suivant I.1 rassemble un comparatif des différentes techniques utilisées en imagerie : microscope optique, microscope en transmission (TEM), microscope à balayage (SEM) et microscope à champ proche (AFM, STM).

	Microscope optique	TEM	SEM	Champ proche
Environnement	Air, liquide ou vide	Vide	Vide	Air, liquide ou vide
Profondeur de champ	Petite		Grande	Moyenne
Résolution : X, Y	1,0 μm		5 nm	2–10 nm pour l'AFM 0,1 nm pour le STM
Résolution : Z	/		/	0,05 nm
Préparation échantillon	Petite	Petite à conséquente	Petite à conséquente	Petite ou aucune
Caractéristiques échantillon	L'échantillon ne doit pas être complètement transparent à la longueur d'onde utilisée		La surface ne doit pas accumuler la charge et doit être compatible avec le vide	La surface ne doit pas avoir de variations de hauteur > 10 μm

T . I.1 – Caractéristiques des techniques utilisées en imagerie de surface [10]

3 Les Nanotubes de Carbone

Les nanotubes de carbone (*Carbon NanoTubes* ou CNT) font partie des nouveaux nanomatériaux que nous souhaitons étudier pour leurs propriétés prometteuses et leurs applications potentielles. Nous présentons dans cette section, les différents types de nanotubes existant, leur différentes synthèses et diverses propriétés mesurées ou calculées par diverses méthodes.

3.1 Structure des CNTs

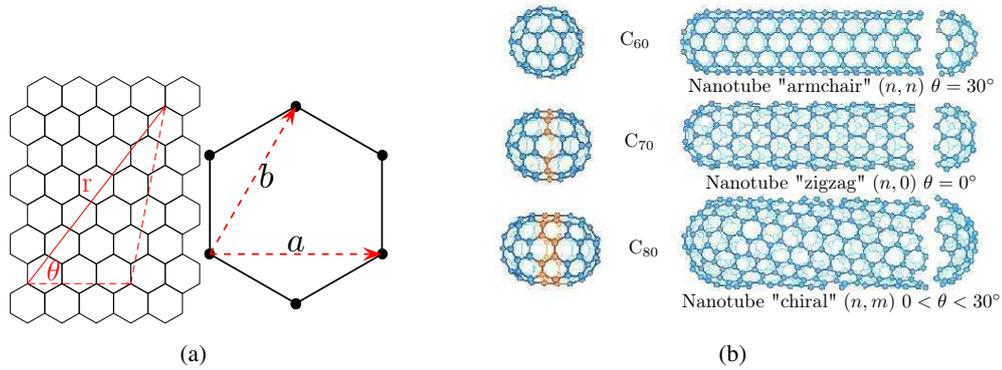
3.1.1 Du graphène aux nanotubes mono-feuillets¹

Il y a différentes manières de définir une structure unique pour chaque nanotube de carbone. L'une d'elle est de se représenter le nanotube comme le résultat de l'enroulement sur elle-même, d'une feuille de graphène selon des directions particulières. La figure I.8(a) représente le réseau hexagonal de cette feuille de graphène et un vecteur d'enroulement \mathbf{r} . Cette notation est adaptée de [11, 12, 13]. Ce vecteur \mathbf{r} peut être exprimé comme combinaison linéaire des vecteurs de base \mathbf{a} et \mathbf{b} de l'hexagone :

$$\mathbf{r} = n\mathbf{a} + m\mathbf{b}, \quad (\text{I.2})$$

avec n et m entiers. Différents types de nanotubes sont définis uniquement à partir de ces valeurs de n et m , les extrémités sont fermées par des couvercles formés à partir de fullerènes (voir figure I.8(b)). Il

¹SWCNT : Single Wall Carbon NanoTubes



F . I.8 – Structure d’un nanotube : vecteur d’enroulement (a) et les différents types de nanotubes *armchair*, *zigzag*, *chiral* (b).

existe trois catégories de nanotubes qui peuvent aussi être définies à partir d’un angle θ , appelé angle de chiralité :

$$\begin{aligned} \theta = 0^\circ, & \quad \text{« Zigzag »} \\ 0^\circ < \theta < 30^\circ, & \quad \text{« Chiral »} \\ \theta = 30^\circ, & \quad \text{« Armchair »} \end{aligned}$$

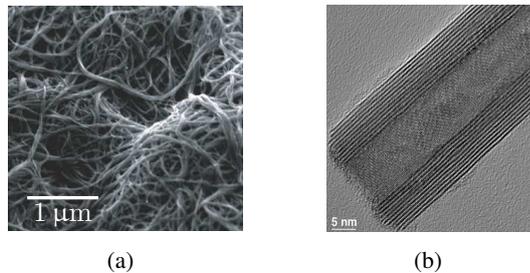
A partir de la géométrie, on peut déduire le diamètre d et l’angle de chiralité θ du nanotube

$$\begin{aligned} d (\text{Å}) &= \frac{\sqrt{3}a_{C-C}}{\pi} \sqrt{n^2 + nm + m^2} \approx 0,783 \sqrt{n^2 + nm + m^2} \\ \theta (^\circ) &= \sin^{-1} \left[\frac{\sqrt{3}m}{2(n^2 + nm + m^2)} \right] \end{aligned}$$

avec a_{C-C} , distance moyenne entre les atomes de Carbone, environ 1,43 Å.

3.1.2 Nanotubes multi-feuillets²

Les premiers nanotubes découverts par Iijima [14] étaient des nanotubes de carbone multi-feuillets. L’étude de ces nanotubes par microscope électronique à transmission (TEM), suggère une structure en poupée russe et donne une distance de séparation entre les différentes couches proche de 0,34 nm [15], valeur elle aussi proche de la distance de séparation des couches de graphite 0,335 nm.



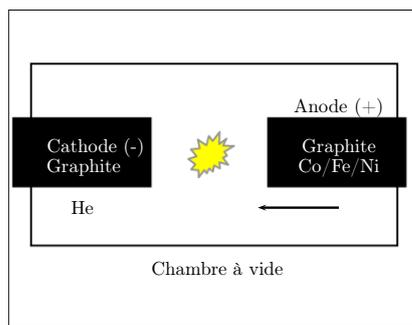
F . I.9 – Image SEM de nanotubes mono-feuillet (a) et image TEM d’un nanotube multi-feuillets (b).

²MWCNT : Multi Wall Carbon NanoTubes

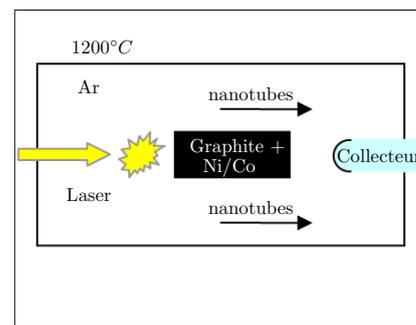
3.2 Fabrication des CNTs

Arc électrique D'un point de vue historique, la première technique de synthèse des nanotubes de carbone est celle utilisée pour la première fois par Krätschmer et Huffman, en 1990 [16], et ayant permis d'aboutir à la synthèse des fullerènes. Elle consiste en une décharge d'arc entre deux électrodes de graphite dans une enceinte remplie d'hélium. Les électrodes contiennent quelques pour-cent d'un métal de transition tel que Co [17], Fe [18], Ni [19], ou d'un mélange de ces métaux ou encore d'un mélange métal-yttrium [20]. Les nanotubes sont récoltés au niveau d'une collerette formée autour du culot de la cathode. Cette technique permet de produire des SWNT [17, 18, 19] ou des MWNT [14, 21]. Une variante de la technique dite de décharge d'arc est la synthèse à partir de l'énergie solaire. Le mélange graphite-catalyseur est dans ce cas vaporisé à l'aide du rayonnement concentré par un four solaire, comme par exemple celui du site d'Odeillo [22].

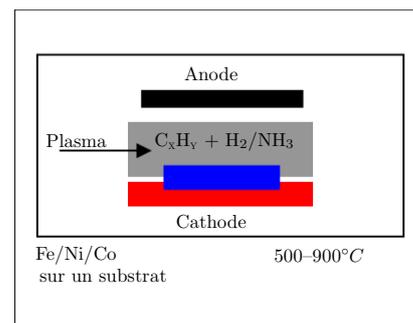
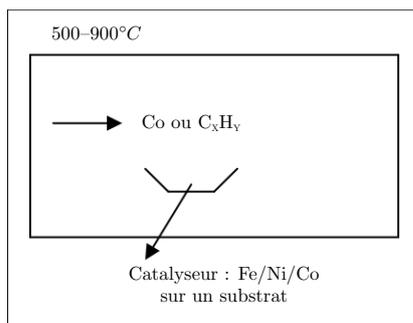
Ablation laser L'ablation laser [23] d'une électrode composite graphite-métal de transition, sous courant d'argon, donne aussi des nanotubes, mais avec un rendement de synthèse plus important.



F . I.10 – Synthèse par décharge d'arc



F . I.11 – Synthèse par ablation laser



F . I.12 – Synthèse par décomposition catalytique d'un gaz

Décomposition catalytique d'un gaz Cette technique a déjà conduit à d'autres formes de nanostructures (filaments, nanofibres...) [24]. Le premier gaz utilisé a été l'acétylène, en utilisant comme catalyseur de fines particules de fer [25], cobalt, nickel ou d'alliages [26, 27, 28]. La décomposition du benzène sur le fer ou le cobalt [29] peut également être mise à profit. Laurent *et al.* ont décomposé du méthane sur du fer [30, 31, 32]. Une autre source de carbone est le monoxyde de carbone. Smalley *et al.* l'ont utilisé par dismutation sur le molybdène à 1200°C [33], ou à 850°C [34] avec un meilleur rendement. Dans ces conditions, le nickel ou le cobalt conduisent également à la formation de nanotubes [35, 36, 37].

3.3 Nanotubes modélisés comme des matériaux élastiques

3.3.1 Propriétés de CNTs

Électroniques Les prévisions théoriques [38, 12, 39] révèlent que les nanotubes mono-feuillets peuvent être métalliques ou semi-conducteurs. Le diamètre et l'hélicité dépendent uniquement des indices n et m caractérisant l'enroulement du nanotube. Ces indices déterminent le comportement métallique ou semi-conducteur des SWNT. Les tubes *zigzag* $(n,0)$ sont métalliques si $n/3$ est un entier, et semi-conducteurs dans le cas contraire. Les tubes *chiraux* (n,m) sont métalliques seulement si $(2n + m)/3$ est entier. Les tubes *armchair* sont métalliques. La difficulté majeure consiste à travailler sur des tubes isolés et non sur des faisceaux, du fait du manque de reproductibilité des essais effectués sur ces derniers. Les mesures les plus récentes concernant des tubes mono-feuillets montrent qu'ils se comportent comme des fils quantiques, dans lesquels la conduction semble se produire par sauts d'énergie quantifiés, en bon accord avec les prédictions théoriques [40].

Les mesures réalisées sur des tubes multi-feuillets isolés [41, 42] montrent que chaque tube possède ses propres caractéristiques, conduisant à un comportement métallique ou non. Les valeurs de résistivité à 300K (mesure en 4 points) sont comprises entre $1,2 \cdot 10^{-4} \text{W} \cdot \text{cm}$ et $5,1 \cdot 10^{-6} \text{W} \cdot \text{cm}$ [43].

Mécaniques Les différentes mesures du module de Young et des constantes d'élasticité ont été effectuées en prenant pour hypothèse que les nanotubes se comportent comme des poutres élastiques. Des mesures expérimentales ont été réalisées en observant la réponse d'un CNT soumis à un effort axial. Lourie et Wagner [44] ont utilisé la spectroscopie micro-Raman afin de mesurer la déformation en compression de nanotubes incorporés dans une matrice epoxy. Pour les SWNT ils obtiennent un module de Young de 2,8–3,6 TPa, tandis que pour les MWNT, ils mesurent 1,7–2,4 TPa.

Yu *et al.* [45] présentent des résultats pour 15 paquets de SWNT soumis à un effort en traction et trouvent des valeurs de module de Young de 320 à 1470 GPa (en moyenne 1002 GPa). Une autre de leurs expériences [46] sur les MWNT donne des modules de Young entre 270 et 950 GPa. L'épaisseur de la couche de graphène prise en compte est fixée à 0,34 nm, valeur proche de la distance entre les couches de graphite.

La 1^{re} tentative de prédiction théorique du module de Young est due à Overney *et al.* pour des nanotubes (5,5) entre 100 et 400 atomes, mais les valeurs des modules ne sont pas données. Treacy *et al.* [47] ont explicité les valeurs plus tard entre 1,5 et 5,0 TPa. La 1^{re} analyse énergétique des CNTs est due à Tibbetts [48], il montre que l'énergie de déformation est proportionnelle à $1/R^2$ (avec R rayon du tube). Ruoff et Lorentz [49] suggèrent comme approximation l'utilisation du module élastique du graphite (1,06 TPa) en négligeant le changement de structure atomique (passage de la feuille de graphène enroulée au nanotube). On ne sait pas encore si cette approximation est encore valable pour des SWNT avec de petits rayons.

Robertson *et al.* [50] ont examiné les propriétés énergétiques et élastiques de SWNT ayant des rayons inférieurs à 0,9 nm, leurs résultats montrent une énergie de déformation proportionnelle à $1/R^2$. Gao *et al.* montrent un comportement similaire pour des SWNT de rayon plus important (jusqu'à 17 nm), les valeurs de 640,30 GPa à 673,49 GPa ont été obtenues par des simulations de dynamique moléculaire.

Yakobson *et al.* [51] ont comparé les résultats de simulation MD aux modèles continus [52], et en ont retiré un module de Young d'environ 5,5 TPa et une épaisseur de 0,066 nm.

Auteur(s)	Année	Module (TPa)	Erreur (TPa)	Méthode de test	Tube
Treacy <i>et al.</i> [47]	1996	1,8	1,4	Vibrations thermiques	MWNT
Wong <i>et al.</i> [53]	1997	1,28	0,6	Déformation poutre	MWNT
Krishnan <i>et al.</i> [54]	1998	1,3	0,5	Vibrations thermiques	SWNT
Lourie et Wagner [44]	1998	2,8–3,6	/	Spectroscopie Raman	SWNT
Lourie et Wagner [44]	1998	1,7–2,4	/	Spectroscopie Raman	MWNT
Salvetat <i>et al.</i> [55]	1999	0,81	0,41	Mesure en 3 points	<i>Bundles</i>
Salvetat <i>et al.</i> [55]	1999	1,28	0,59	Mesure en 3 points	MWNT
Tombler <i>et al.</i> [56]	2000	1,2	/	Mesure en 3 points	SWNT
Cooper et Young [57]	2000	0,78–2,34	/	Spectroscopie Raman	SWNT
Yu <i>et al.</i> [45]	2000	0,27–0,95	/	Tension	MWNT
Yu <i>et al.</i> [45]	2000	0,32–1,47	/	Tension	<i>Ropes</i>

T . I.2 – Valeurs de modules de Young calculées à partir de données expérimentales [58]

Auteur(s)	Année	Module (TPa)	Épaisseur (Å)	Poisson ν	Potentiel/ Méthode
Robertson <i>et al.</i> [50]	1992	1,06	3,4		Brenner & LDF
Yakobson <i>et al.</i> [51]	1995	5,5	0,66		Brenner
Yakobson <i>et al.</i> [51]	1996	1,07	3,4	0,19	Brenner
Cornwell et Wille [59]	1997	1	3,4		Brenner
Halicioglu [60]	1997	0,5	6,8		Brenner
Lu (MWNT) [61]	1997	1,11	3,4		Champs de force
Lu (SWNT) [61]	1997	0,97	3,4		Champs de force
Hernandez <i>et al.</i> [62]	1998	1,24a	3,4		DFT
Yao et Lordi [63]	1998	1	3,4		Champs de force
Ozaki <i>et al.</i> [64]	2000	0,98	3,4		<i>Tight Binding</i>
Van Lier <i>et al.</i> [65]	2000	1,09	3,4	0,11	Hartree-Fock
Zhou <i>et al.</i> [66]	2000	5,1	0,71		TBE
Belytschko <i>et al.</i> [67]	2002	0,94	3,4	0,29	Morse modifié

T . I.3 – Valeurs de modules de Young prédites par simulations moléculaires [58]

3.3.2 Modèles élastiques : poutre et tube

Les nanotubes peuvent avoir un diamètre de quelques nanomètres pour une longueur de plusieurs microns, c'est pourquoi des modèles continus ont été utilisés pour décrire son comportement mécanique dans beaucoup de situations [68].

L'équation d'une poutre avec l'hypothèse des petits déplacements :

$$\rho_L S \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} + EI \frac{\partial^4 u}{\partial x^4} = q(x) \quad (\text{I.3})$$

avec u le déplacement, $\rho_L S$ la masse par unité de longueur, E le module de Young, I le moment d'inertie, et $q(x)$ la force appliquée distribuée. Cette équation est obtenue en considérant que les déplacements sont petits, et que la section perpendiculaire à l'axe central de la poutre reste identique lors de la flexion, ces hypothèses sont généralement valides pour des poutres longues et fines. La fréquence du i^e mode de vibration est donnée par

$$w_n^2 = (k_n L)^4 \frac{EI}{\rho_L S L^4} \quad (\text{I.4})$$

avec $k_n L$ solution de l'équation avec condition aux limites

$$1 + \cos(k_n L) \cosh(k_n L) = 0 \quad (\text{I.5})$$

avec $k_1 L = 1,875 \dots$, $k_2 L = 4,694 \dots$, $k_3 L = 7,854 \dots$ et $k_n L \approx (n - 1/2)\pi$ pour $n \geq 4$, les premiers modes de vibration. La mesure en vibration des CNTs peut désormais être utilisée pour l'estimation du module de Young.

Liu *et al.* [69] ont utilisé une combinaison d'analyse par éléments finis (en utilisant la constante élastique du graphite) et une analyse de vibrations non-linéaires, pour montrer que les non-linéarités peuvent causer une grande diminution du module de flexion. Cependant, Poncharal *et al.* ont rapporté qu'il n'y avait aucune évidence de la non-linéarités dans leurs résultats expérimentaux

Des essais similaires de résonance sur des MWNT ont été réalisées par Yu *et al.* [70] dans un SEM (Microscope électronique à Balayage).

Les modèles statiques des poutres ont été aussi utilisés pour mesurer des propriétés mécaniques. Wong *et al.* [53] ont mesuré le module de Young de MWNT avec un AFM (Microscope à Force Atomique) en utilisant le modèle de poutre encastree libre, en appliquant sur le nanotube une force latérale. Ils ont trouvé un module de Young de $1,28 \pm 0,59$ TPa indépendant du diamètre du tube. Salvetat *et al.* [55, 71] ont mesuré le module élastique de MWNT et de SWNT. Une pointe AFM en Si_3N_4 vient appuyer sur un nanotube se trouvant sur un nanopore d'une membrane d'aluminium. Ils trouvent des valeurs 810 ± 410 GPa, mais ces valeurs doivent être considérées comme des minima. Ils montrent aussi une diminution de la valeur du module de Young avec l'augmentation du désordre dans les couches des CNT.

Govindjee et Sackman [72], ont étudié la validité de modéliser des MWNT par la théorie d'Euler pour les poutres. Ils ont montré que les propriétés du matériau à l'échelle nanométrique dépendent des dimensions internes, dépendance qui n'apparaît pas en mécanique continue classique.

3.4 Méthodes de mesures mécaniques

3.4.1 Résonance mécanique

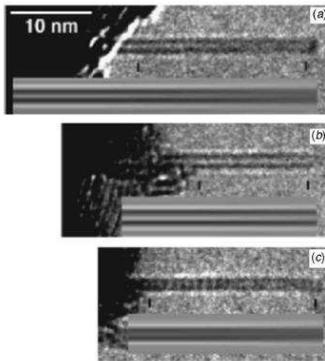
La première mesure expérimentale du module de Young sur des MWNT a été effectuée par Treacy *et al.* [47] qui ont utilisé un modèle de poutre en vibration pour estimer un module de Young d'environ 1,8 TPa (11 tubes testés, valeurs : de 0,40 à 4,15 TPa, valeur moyenne de 1,8 TPa et une incertitude $\pm 1,4$ TPa).

Une étude similaire a été réalisée sur 27 SWNT par Krishnan *et al.* [54], avec pour valeurs $1,3_{-0,4}^{+0,6}$ TPa (voir figure I.13). L'amplitude de vibration à l'extrémité de la poutre dépend de l'énergie de vibration thermique ($k_B T$) et de la géométrie :

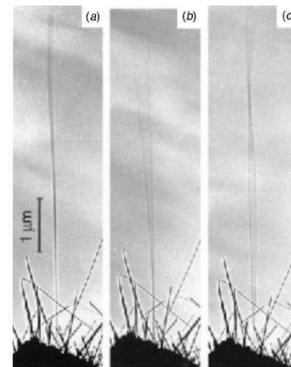
$$\sigma^2 = \frac{16L^3 k_B T}{\pi E (a^4 - b^4)} \sum_n \beta_n^{-4} \approx 0,4243 \frac{16L^3 k_B T}{\pi E (a^4 - b^4)} \quad (\text{I.6})$$

a et b sont les diamètres interne et externe du CNT et β_n une constante pour le mode de vibration n . Le point faible de cette méthode est qu'il faut connaître la longueur réelle de la poutre, et selon les auteurs, l'erreur sur le module de Young est de $\pm 60\%$.

Plutôt que d'utiliser l'énergie de vibration thermique, Poncharal *et al.* [73], ont utilisé une excitation électromécanique pour sonder les fréquences de résonance des MWNT (voir figure I.14). Pour des tubes de petit diamètre ($\varnothing < 12$ nm), ils ont trouvé des fréquences en accord avec un module de Young proche de 1 TPa en utilisant l'équation I.4. Pour les nanotubes de diamètres supérieurs, la rigidité en flexion avait tendance à diminuer, poussant les auteurs à distinguer leur module de flexion mesuré (de 0,1 à 1 TPa) du module de Young réel. Une hypothèse pour appuyer la diminution du module effectif, est l'apparition d'un mode de déformation dans lequel une onde de distorsion se forme dans l'arc intérieur du nanotube qui fléchit. Ce mode de déformation n'est pas pris en compte dans la théorie simple des poutres.



F . I.13 – Images TEM de SWNT en vibration, les images simulées représentent le meilleur ajustement des paramètres pour la longueur L et l'amplitude de vibration σ , l'ajustement se fait sur la distance entre les marques. (a) $L=36,8\text{nm}$, $\sigma=0,33\text{nm}$, $\varnothing=1,50\text{nm}$, $E=1,33\pm 0,2\text{TPa}$; (b) $L=24,3\text{nm}$, $\sigma=0,18\text{nm}$, $\varnothing=1,52\text{nm}$, $E=1,20\pm 0,2\text{TPa}$; and (c) $L=23,4\text{nm}$, $\sigma=0,30\text{nm}$, $\varnothing=1,12\text{nm}$, $E=1,02\pm 0,3\text{TPa}$. [54]



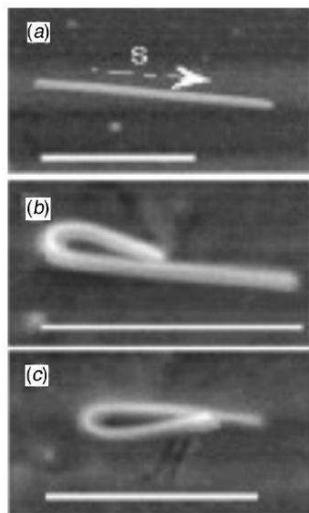
F . I.14 – Le champ électrique provoque la résonance d'un MWNT : (a) sans potentiel, le nanotube ($L=3,25\text{nm}$, $\varnothing=14,5\text{nm}$) vibre faiblement à cause de l'effet thermique ; (b) 1^{er} mode de vibration ($f_1=530\text{kHz}$) ; (c) 2^e mode de vibration ($f_2=3,01\text{MHz}$) ; pour ce nanotube, un module de Young simulé $E=0,21\text{TPa}$ est obtenu par la théorie continue [73].

3.4.2 Méthodes par AFM

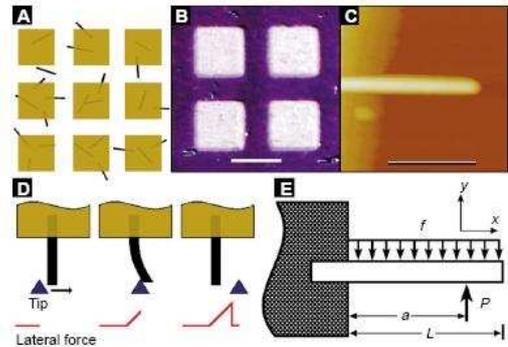
L'AFM (Microscope à Force Atomique) opérant en mode force latérale, en mode contact, ou en mode tapping a été l'outil le plus utilisé dans l'étude de la réponse mécanique des CNT individuels. Falvo *et al.* [74] ont utilisé un nanomanipulateur et un AFM en mode contact pour manipuler et courber manuellement des MWNT déposés sur une surface (voir figure I.15).

Wong *et al.* [53] ont mesuré le module de Young de MWNT individuels en utilisant un AFM en mode force latérale (voir figure I.16). En poussant latéralement le MWNT en différents points d'application, on obtient une courbe de force latérale en fonction de la déflexion, utilisée pour déterminer le module de Young.

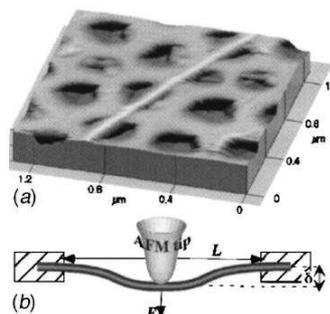
Salvetat *et al.* ont utilisé une autre approche pour appliquer une force sur des MWNT [75] et sur des nanofils de SWNT [71], en les déposant sur une membrane nanoporeuse dont les pores ont pour diamètre 200 nm (voir figure I.17).



F . I.15 – Recourbement de MWNT : (a) le nanotube initialement droit, (b) le MWNT est recourbé vers lui-même, (c) il est ensuite recourbé vers lui-même mais dans l'autre direction [74].



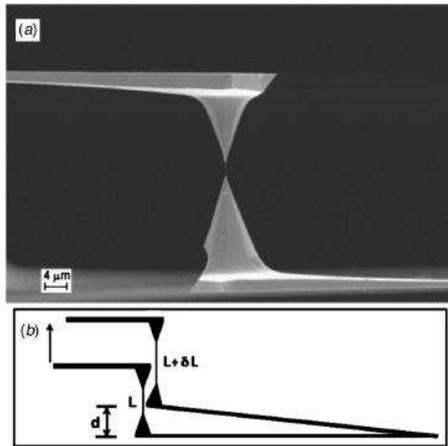
F . I.16 – Description d'une méthode pour mesurer les propriétés des nanofils et nanotubes : (a) nanofils de SiC ou nanotubes, déposés sur des îlots de SiO formés sur un substrat de MoS₂. (b) échantillon de MoS₂ avec îlots de SiO (largeur ~40 nm) (trait 8 µm). (c) Image AFM d'un nanofil de SiC ($\varnothing=35,3$ nm) sur un îlot de SiO (trait 500 nm). (d) Schéma d'une poutre qui se plie et profil de force correspondant. (e) Schéma d'une poutre encastree libre soumise à une force P en $x = a$ et à une force de friction distribuée f [53].



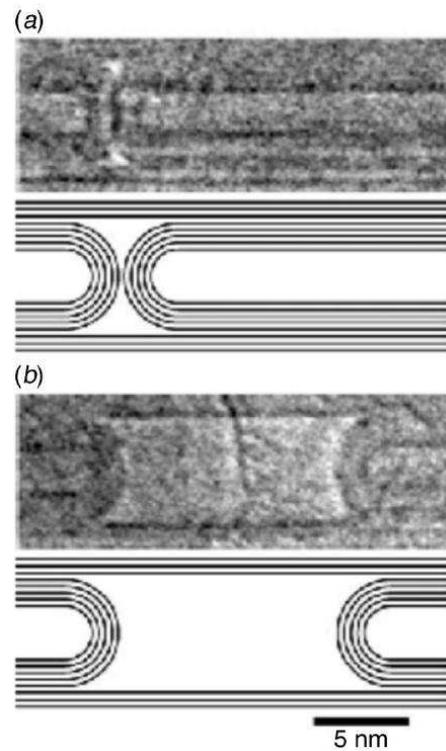
F . I.17 – (a) Image AFM d'un SWNT sur une membrane d'alumine nanoporeuse ; (b) schéma de la mesure : l'AFM applique une force sur le nanotube et la déflexion résultante est déterminée directement [71].

3.4.3 Méthodes par nanomanipulation

La réponse d'un MWNT soumis à une force axiale a été réalisée par Yu *et al.* [46], en utilisant des poutres AFM, sous SEM. L'outil permet une manipulation en 3D de MWNT individuels. Le MWNT est attaché sur la pointe AFM grâce à une déposition par faisceau d'électron induit (*Electron Beam Induced Deposition* EBID) d'un matériaux carboné, dans le SEM. Il est ensuite attaché à la seconde pointe pour réaliser le montage ci-après (figure I.18). La force est appliquée en faisant monter la poutre AFM rigide, la mesure d'effort se fait en observant la déflexion de la poutre souple. On peut mesurer la contrainte de rupture d'un MWNT en appliquant un effort maximal jusqu'à la rupture.



F . I.18 – (a) MWNT individuel maintenu entre deux pointes AFM opposées (b) Schéma de l'expérience [46].



F . I.19 – Images TEM (a) section d'un MWNT (b) la même section, avec deux MWNT écartés [76].

Yu *et al.* [45] ont appliqué la même approche pour des SWNT, l'une des difficultés fut d'isoler un SWNT. Aussi, ils utilisèrent une méthode un peu différente, les SWNT candidats sont ceux attachés à une extrémité au substrat et libres à l'autre extrémité, celle-ci est ensuite attachée à la pointe par la même méthode qu'auparavant (EBID). La résistance au cisaillement entre les couches d'un MWNT fut étudiée par Yu *et al.* [77]; la force de friction entre les couches voisines est directement mesurée en utilisant la même méthode qu'avant.

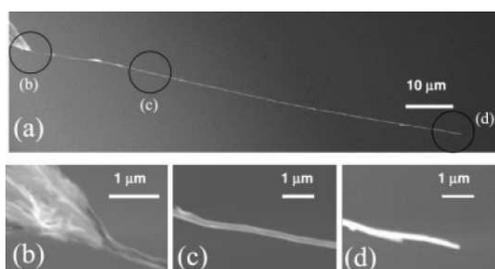
Cumings *et al.* [76] ont utilisé un TEM à la place d'un SEM pour approcher un MWNT (voir figure I.19). Dans [78], ils ont réussi à éroder petit à petit un MWNT (retirer les couches successives), en utilisant une électrode conductrice.

4 Différentes techniques de manipulation

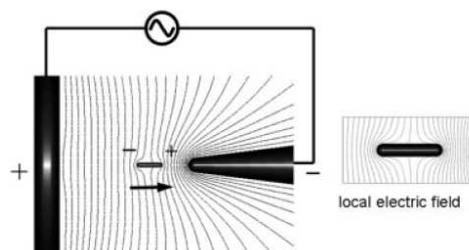
Nous nous concentrerons ici sur les méthodes utilisées pour la manipulation de nano-objets. Toutes les méthodes citées peuvent aussi être utilisées afin de manipuler d'autres types de matériaux. Les mêmes distinctions que celles opérées pour la micromanipulation peuvent être faites : on distingue les méthodes sans contact et avec contact. Les méthodes sans contact sont prépondérantes à ces échelles du fait de la spécificité de la nanophysique et de la difficulté d'imager.

4.1 Électrophorèse

Cette méthode n'est pas à proprement parler une méthode de nanomanipulation, mais plutôt une méthode de purification utilisée par Yamamoto *et al.* [79], pour séparer et orienter les nanotubes. Elle fut utilisée par Tang *et al.* afin d'assembler une fibre de 100 μm de long et 0,2 μm de diamètre à partir de plusieurs nanotubes en suspension dans de l'eau [80] (voir figure I.20). Cette méthode fut utilisée par Zhang *et al.* [81] afin de positionner et attacher un nanotube sur une pointe. Doorn *et al.* [82] utilisent un champ électrostatique (\mathbf{E}) pour créer un moment induit sur le nanotube (\mathbf{p}_x), le couple résultant ($\mathbf{p}_x \wedge \mathbf{E}$) aligne les nanotubes selon la direction du champ \mathbf{E} [83](voir figure I.21).



F . I.20 – Image SEM d'une fibre à partir d'une suspension SWNT-H₂O (a)morphologie complète, (b)interface entre la pointe et la fibre, (c)segment de fibre, (d)extrémité de la fibre [80].



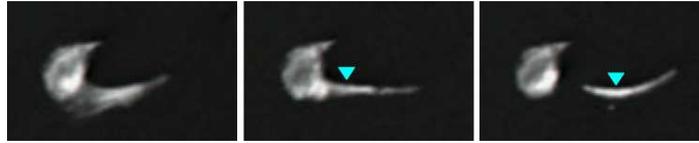
F . I.21 – Principe de la diélectrophorèse [84], montre le procédé d'assemblage d'un nanotube sur une pointe par diélectrophorèse.

4.2 Piègeage optique

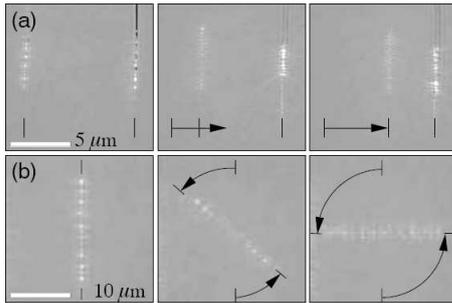
Depuis la démonstration par Ashkin en 1970 [85, 86] que des champs optiques pouvaient exercer une force sur une microparticule, il a été possible d'exploiter ces actions mécaniques dans de nombreuses applications [87]. Ce principe prend toute son envergure dans des applications soit biologique soit à cette échelle.

Plewa *et al.* [88] montrent la première démonstration de cette méthode dans le but de manipuler des nanotubes (grappes de nanotubes mono-paroi ou multi-parois). Ceci est assez surprenant lorsqu'on sait que les nanotubes sont plus petits que la longueur d'onde de la lumière visible ($\lambda \sim 400\text{--}700\text{ nm}$) et de ce fait là, sont normalement peu enclins à être piégés optiquement.

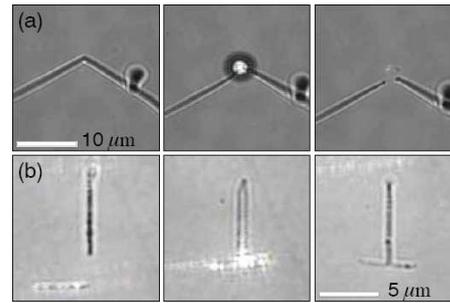
Agarwal *et al.* [89] utilise cette fois des pièges optiques holographiques afin de manipuler des nanofils de CdS (Sulfure de Cadmium) semi-conducteurs, d'un diamètre compris en 50 et 150 nm, pour une longueur de 10 à 40 μm .



F . I.22 – Extraction d'un nanotube (MWNT) d'une grappe (flèche bleue \equiv position de la pince optique) [88]



F . I.23 – (a) Translation et (b) rotation d'un nanofil de CdS [89]

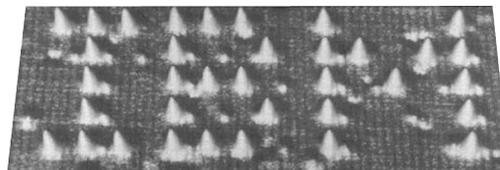


F . I.24 – (a) Découpe avec un scalpel optique et (b) fusion de deux nanofils de CdS [89]

Ces méthodes sont des techniques de manipulation sans contact. Des recherches dans le domaine de la manipulation par contact avec un doigt sont présentées au chapitre IV. Il n'existe aujourd'hui peu ou pas encore de recherche dans le domaine de la manipulation par pince ou alors pour des tailles microscopiques. Nous nous concentrerons ici sur quelques résultats spectaculaires dans le domaine de la manipulation par sonde locale et sur la dualité entre l'imagerie et la manipulation à partir de la télémanipulation.

4.3 Manipulation par sonde locale

Le microscope à effet tunnel a été utilisé par Eigler et Schweizer [90] pour manipuler des atomes de Xenon sur une surface de Nickel mono-cristallin (présenté en figure I.25). La manipulation d'atomes requiert des conditions bien spécifiques ; l'expérience de Eigler et Schweizer fut réalisée sous ultra-vide (UHV), à une température de 4K. Ce type de manipulations se multiplie mais reste du domaine de l'atome ou de la molécule (voir figure I.26).



F . I.25 – Logo d'IBM réalisé à partir d'atomes de Xenon sur une surface de Nickel [90]

Outre le fait que l'AFM puisse imager des surfaces, il est utilisé aussi pour manipuler des objets de divers types. Ainsi l'objet peut être manipulé par poussée, par adhésion, par roulement en utilisant la pointe et la mesure d'efforts *via* le laser [94, 95, 96, 97]. La position finale de l'objet est vérifiée *a posteriori* en imageant la surface ce qui peut engendrer des difficultés. D'autres difficultés apparaissent avec la déformation des objets et le manque de mesure d'effort (seulement la mesure de la force normale et de la torsion).

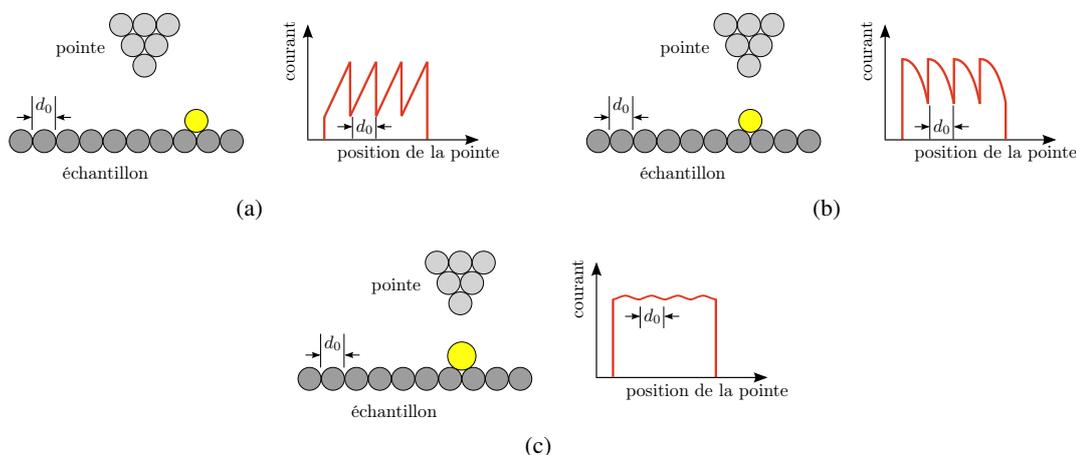


Fig. I.26 – Bartels *et al.* [91] et Meyer *et al.* [92] montrent trois types de manipulation possible, (a) poussée, (b) tirage, et (c) glissement. La forme des courbes de manipulation reflète le caractère périodique de la surface, dans le cas de manipulation de molécules la forme des courbes est plus compliquée. Pour l'année 2000 Meyer *et al.* ont réalisé le nombre « 2000 » avec des molécules de CO sur une surface de Cu(211) [93].

4.4 Comparatif des méthodes

Le tableau I.4 ci-après résume les principales caractéristiques des diverses techniques de manipulation présentées précédemment.

	Diélectrophorèse	Piège optique	STM	AFM
Espace de travail	2D	3D	3D	3D
Milieu	Liquide	Air, liquide ou vide	Air, liquide ou vide	Air, liquide ou vide
Température				ambiante
Contact	non	non	non	oui
Echantillon			conducteur	tous

Tab. I.4 – Comparatif de différentes techniques de nanomanipulation

Des diverses techniques de manipulation présentées, nous pouvons retenir que les méthodes sans contact (diélectrophorèse, piégeage optique) permettent l'application mais pas la mesure d'efforts. Les méthodes avec contact type AFM, elles, permettent les deux mais nécessitent un outil de vision externe afin de voir le micro/nano monde.

4.5 Couplage d'un AFM dans un Microscope Électronique à Balayage

L'un des désavantages des méthodes à sonde locale est le manque d'informations visuelles lors du processus de manipulation, les modes imagerie et manipulation étant complètement dissociés. Dans les années 1990, les chercheurs commencent à développer des systèmes de positionnement en vue de l'intégration dans un SEM, basés sur la robotique, l'ingénierie de précision et les microtechnologies.

Au début, les travaux se sont orientés vers la manipulation et l'assemblage d'objets de taille micro- et nanométrique. La première micromanipulation à l'intérieur d'un SEM a été initiée à l'Université de Tokyo, par les groupes de Hatamura et Morishita [98] et celui de Sato *et al.* [99]. Le but était de manipuler des micro-objets plus petits que $100\ \mu\text{m}$ afin de construire des micro-outils et des microsystèmes. Leur micromanipulateur et le porte-échantillon sont dotés de plusieurs degrés de liberté en translation et en rotation. Ils sont pilotés par des moteurs ultrasoniques pour le positionnement grossier avec une résolution de $70\ \text{nm}$ et des actionneurs piézoélectriques pour les déplacements fins. Une opération de saisie et dépose automatique a ainsi été réalisée par Kasaya *et al.* [100] sur des billes de $30\ \mu\text{m}$, avec une erreur tolérée de $10\ \mu\text{m}$. Il est à noter que ce genre de méthodes n'a pas de limite basse pour la taille des objets du fait de l'utilisation du SEM comme moyen de vision.

L'Université d'Aachen a développé un système dédié spécialement à l'ingénierie de précision dans un SEM à l'intérieur d'une chambre à vide de 2m^3 [101] (voir figure I.27). Les microcomposants peuvent être usinés de manière précise (fraisage, perçage, soudure...). Pour avoir cette flexibilité, le système de vision par électrons peut se déplacer à l'intérieur de la chambre. Les tâches de manipulation envisagées ne nécessitent pas une précision nanométrique.



F . I.27 – MIRA de l'Université de Aachen

L'utilisation d'un SEM avec une large chambre reste une solution exceptionnelle et chère, une autre possibilité envisagée par Fuchiwaki *et al.* [102] à l'Université de Tokyo est l'utilisation de microrobots à l'intérieur de la chambre d'un SEM conventionnel (voir figure I.28). Les microrobots sont relativement petits $20\ \text{mm} \times 20\ \text{mm} \times 18\ \text{mm}$ et peuvent se déplacer (piézoélectricité). Ils peuvent être employés dans une chambre de SEM de taille $200\ \text{mm}$ de diamètre et $50\ \text{mm}$ de hauteur.



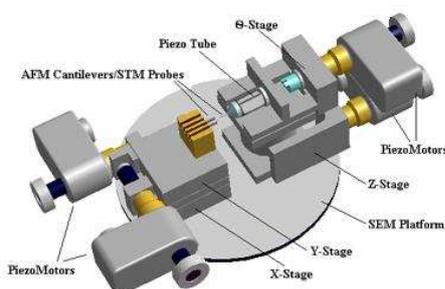
F . I.28 – Microrobots à l'Université de Tokyo [102]

La même approche est utilisée par Schmoeckel *et al.* [103, 104] de l'Université de Karlsruhe (voir figure I.29). Le dernier prototype de microrobot, MINIMAN IV, contient sur une carte de $50\ \text{mm}$ de diamètre les « piézo-pattes », les connecteurs de l'unité de manipulation interchangeable. Ils peuvent être employés dans une chambre de SEM de taille $380\ \text{mm} \times 366\ \text{mm} \times 310\ \text{mm}$.



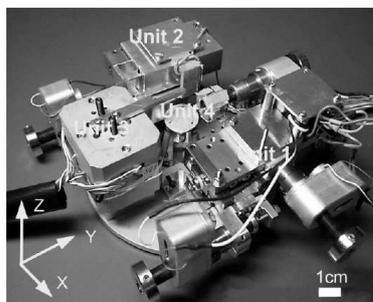
F . I.29 – Microrobot à l’Université de Karlsruhe [103, 104]

Une autre approche, employée par l’équipe du professeur Ruoff, est de placer un AFM dans un SEM afin de réaliser la manipulation en 3 dimensions et la caractérisation de nanotubes de carbone [105]. Leur manipulateur (voir figure I.30) se compose de 2 modules symétriquement opposés et solidaires de la plate-forme du SEM pour ne pas gêner le faisceau d’électrons. Les mouvements du porte-échantillon XY et Z- θ de la sonde sont découplés. Le système occupe un espace d’environ 50 cm³ et permet l’utilisation de deux pointes (SPM) en opposition (une seule est active).



F . I.30 – Nanomanipulateur du Nanoscience and Technology Lab [105]

Fukuda *et al.* décrit un système de nano-assemblage basé sur un système nano-robotisé à 16 degrés de liberté dans un SEM [106] ou un TEM [107, 108]. Leur but est de manipuler et caractériser des nanotubes de carbone et d’assembler des nanostructures (voir figure I.31).



F . I.31 – Nanomanipulateur de l’Université de Nagoya [106]

4.6 La télémanipulation

La télémanipulation introduit une dimension supplémentaire, le système de manipulation est couplé à un bras robotisé ou interface haptique. Cette interface permet à l'utilisateur d'appliquer des efforts sur les objets à manipuler et de ressentir les interactions dans le monde réel. Lorsque les moyens de vision deviennent complexes (en temps différé pour les microscopes électroniques ou une impossibilité de manipuler et de visualiser en même temps pour la microscopie à champ proche), la manipulation par retour d'efforts ou télémanipulation apparaît comme très intéressante. Elle peut être vue comme un nouveau moyen d'interagir avec un monde où les moyens de visualisation n'existent plus.

Trois projets sont décrits dans ce chapitre pour à la fois montrer l'évolution de ce champ de recherche et sa complexité scientifique.

4.6.1 Le nanomanipulateur

Le nanomanipulateur (ou NanoManipulator, du Nanoscale Science Research Group [109]), de l'Université de Caroline du Nord est l'un des projets les plus aboutis en nanomanipulation. Ce système fournit un système amélioré *via* une interface intuitive à un microscope à sonde local de type AFM ou STM. Le système de microscopie est couplé à un système de réalité virtuelle (scène dessinée graphiquement) et permet de visualiser une scène reconstruite en trois dimensions. Une interface haptique (un bras robotisé) permet de ressentir les efforts d'interaction et de déplacer l'outil en divisant le déplacement par un facteur d'environ un million. Ce système offre ainsi de nouveaux modes d'interaction avec les matériaux et les objets à l'échelle nanométrique, en s'affranchissant de la vision sous un microscope électronique à coût très élevé.

Ce système est un outil en constante évolution. Ce projet est une collaboration forte entre les départements d'informatique, de physique et de chimie, montrant la complexité de ce champ de recherche. Cet outil est aussi mis au point en étroite collaboration avec des utilisateurs réels car son objectif final est une utilisation quotidienne. Il a aussi conduit à de nouveaux résultats dans l'étude de la biologie, la science des matériaux, des nanotubes de carbone et de l'électrotechnique.

Par exemple, dans l'image ci-dessous, un étudiant utilise le nanomanipulateur pour examiner et manipuler des nanotubes de carbone. Ce système est également utilisé pour examiner et manipuler des particules virales ou de l'ADN.



F . I.32 – The nanoManipulator, Université de Caroline du Nord

4.6.2 Le télénanoprojet

Le second projet développé dans ce document s'intéresse plus particulièrement au couplage avec un microscope à force atomique et la commande bilatérale entre une interface et une sonde locale. Ce projet baptisé « Telenanoprojet » a pour ambition de développer une interface homme/machine intuitive pour un microscope à force atomique qui soit dédiée à la nanomanipulation. Un dispositif haptique permet à l'utilisateur de contrôler la position de la sonde AFM et relaye les mesures des forces. L'utilisateur voit la topographie de la surface de taille nanométrique, y compris les interactions de surface, et la position de la sonde en temps réel dans un environnement graphique.

Une interface haptique de type Omega™ à 3 degrés de liberté est couplée avec ce microscope à force atomique par le biais d'un contrôle bilatéral à partir d'un PC à haut débit. Comme l'imagerie par AFM n'est pas en temps réel, une simulation virtuelle est employée pour estimer le nano monde, y compris la modélisation des déformations nanométriques. La nanosurface est donc représentée par un maillage, et la sonde comme une sphère. Un algorithme de détection de collision détermine à chaque fois que la sonde pénètre dans la surface et donne ainsi la géométrie du contact.

Les forces sont déterminées à partir des déflexions du cantilever, mesurées à partir de l'AFM. Comme les forces sont couplées dans certaines directions, la modélisation et la force de l'environnement virtuel sont utilisées pour déterminer les forces et les dissocier pour ressentir l'effort. Des stratégies de contrôle sont mises en place pour assurer la stabilité de la manipulation. Elles permettent aussi de guider des tâches de nanomanipulation.



Fig. I.33 – Nanomanipulateur de l'Université de Carnegie Melon, NanoRobotics Laboratory

L'interaction de la sonde AFM et de la surface est modélisée en temps réel. Des modèles de contact de la mécanique (les modèles JKR, DMT ou de Maugis présentés dans le chapitre II) sont utilisés pour rendre l'interaction entre la sonde sphérique et un plan orienté, et représenter les forces et les déformations engendrées par la pointe.

Couplé à une interface à retour de force et une simulation graphique temps réel, un AFM peut devenir un outil de nanomanipulation où l'utilisateur peut interagir avec des entités de taille nanoscopique aussi facilement que s'ils étaient des objets macroscopiques sur le bureau en face d'eux. Cette approche étend l'utilisation de l'AFM, d'un simple dispositif de balayage de surface à un outil de fabrication avec lequel nous pouvons assembler des structures, pratiquement impossibles à construire actuellement. Ensuite, ce système peut permettre à des utilisateurs novices, ayant peu de formation pour utiliser les fonctionnalités avancées du système, de devenir familier avec la nanophysique.

4.6.3 Zyvex, Texas

Le dernier système décrit dans ce chapitre est le système de nanomanipulation de la société Zyvex. Ce dernier est un outil de manipulation et d'essai utilisé avec un microscope électronique à balayage (SEM). Il propose jusqu'à 4 systèmes de positionnement indépendants pour saisir, déplacer, tester et ainsi obtenir une dextérité très importante à ces échelles. Cette redondance permet ainsi la manipulation simultanée, l'imagerie et les tests à l'échelle nanométrique.

Sa conception est de type modulaire avec des moyens technologiques de changement de sonde, des systèmes de contrôle optimisés et de réduction du bruit, une interface graphique intuitive et un joystick de conception ergonomique pour le confort. Aucun retour d'effort n'est proposé par ce système, l'interface de type joystick servant simplement à déplacer les systèmes.



F . I.34 – Nanomanipulateur de la firme Zyvex

Ces projets montrent un réel essor des travaux en nanomanipulation. La complexité la plus importante provient du système de vision qui est en temps différé par rapport à l'application. De même, de nouvelles difficultés apparaissent comme les bruits de mesure parasites, la physique encore plus complexe qu'à l'échelle microscopique. Quelques applications sont ici proposées pour montrer l'essor de ce champ de recherche dont les applications sont, par exemple, très prometteuses en caractérisations physiques (mécanique, électrique) de nano-objets.

5 Notre approche

À partir de ces différents projets, notre approche s'est orientée vers deux volets, illustrés par les techniques de microscopie :

1. le projet NanoMAD : ce projet concerne l'extension du projet [*mü*]MAD et concerne la manipulation assistée avec un préhenseur monodigital sous microscopie photonique (pour des objets dans la gamme du micromètre) ou/et microscopie à force atomique (pour des objets sous la limite inférieure du domaine visible).
2. le projet NanoRAC : ce projet concerne la définition d'outils de simulation temps réel et la définition de stratégies pour la manipulation téléopérée ou automatisée sous microscope électronique.

5.1 Le projet NanoMAD

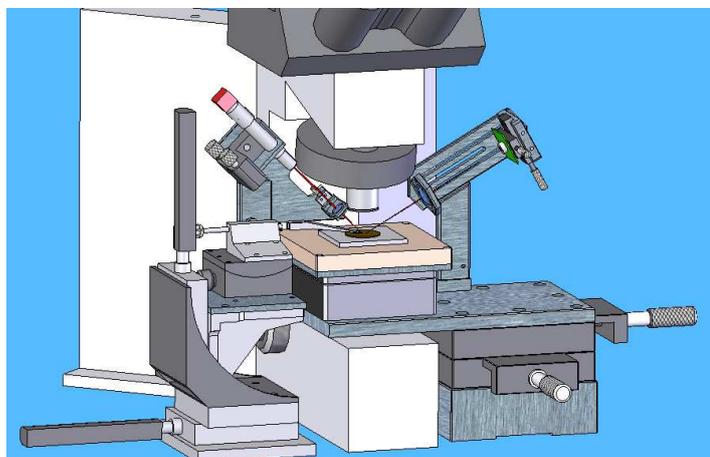
Le projet NanoMAD se trouve être dans la continuité du projet [mü]MAD. Il désigne la mise en œuvre d'une nouvelle plate-forme de manipulation submicronique et ses stratégies évoluées associées. La mesure directe utilisée précédemment avec les poutres piézorésistives n'est plus possible. La résolution atteinte (de l'ordre du μN) n'est plus assez précise pour la mesure des efforts à l'échelle nanoscopique (de l'ordre du nN) et nécessite donc d'être remplacée. Le choix s'est porté sur une mesure indirecte réalisée au moyen d'un système laser/photodiode. Ce système de mesure et le système complet sont exposés en détails au chapitre III.

La mesure des efforts étant importante, une attention particulière est portée à la calibration de la plate-forme. Le chapitre III présente une méthode de calibration de l'outil (poutre ou *cantilever*) permettant de déduire ses différents paramètres et particulièrement sa raideur latérale. Ce chapitre inclue aussi l'étalonnage du système de mesure laser/photodiode et présente une méthode non-linéaire pour augmenter la sensibilité du capteur.

Ainsi de nouvelles méthodes de caractérisation physiques et de manipulation par poussée peuvent être développées pour explorer la manipulation submicronique à partir des techniques d'imagerie à force atomique. Les modes propres de l'outil monodigital, un *cantilever* avec une pointe, seront au centre de ces nouvelles méthodes.

Ainsi dotée de nouvelles capacités de mesures, cette plate-forme sera couplée à une interface, dite haptique, interface robotisée, permettant d'appliquer des déplacements et de ressentir des efforts. Nous appelons resenti haptique, l'utilisation d'une interface robotisée pour appliquer des déplacements du monde macroscopique vers le monde micro/nanoscopique et pour ressentir des efforts du monde micro/nanoscopique vers le monde macroscopique. Ainsi, une partie du chapitre IV s'attache à étudier le resenti dans un cadre particulier : la courbe d'approche-retrait de l'outil sur le substrat. Différentes formes de resenti seront étudiés : couplage direct, couplage *via* un outil de réalité virtuelle, couplage *via* un outil de réalité augmenté (l'effort ressenti est estimé puis simulé par un simulateur d'efforts). Ces différents couplages seront étudiés à partir de notre plate-forme pour permettre à l'utilisateur d'une part de ressentir les efforts et d'autre part pour l'aider dans sa tâche de manipulation.

La figure I.35 ci-après présente le projet de la plate-forme de manipulation avec mesure d'efforts par laser.

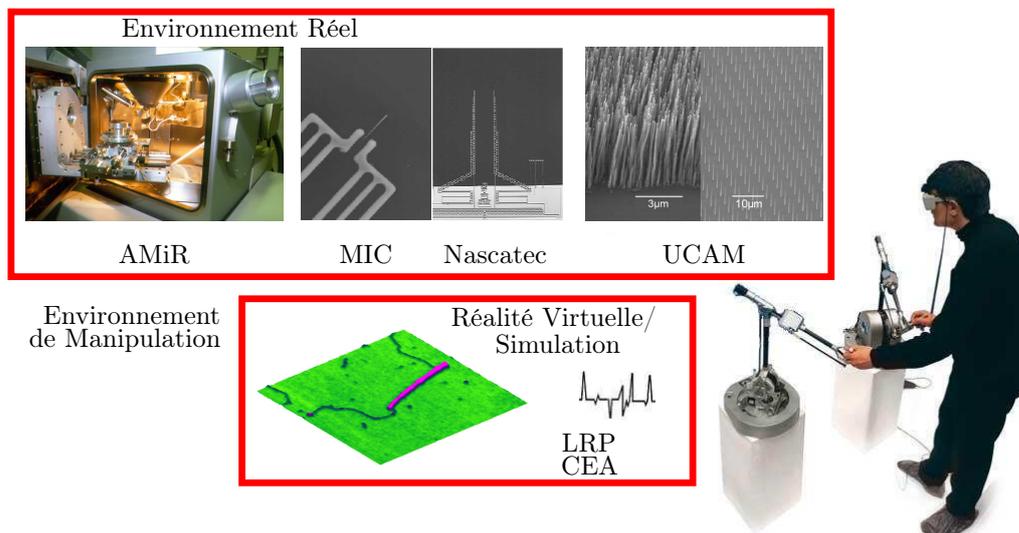


F . I.35 – Présentation du Projet NanoMAD

5.2 Le projet NanoRAC

Le projet NanoRAC (pour *NanoRobotics for Assembly and Characterization* ou NanoRobotique pour l'Assemblage et la Caractérisation) est un projet européen³ dédié à la manipulation et l'assemblage de nano-objets.

Le cadre de ce projet est la manipulation flexible de nanotubes de carbone sous microscope électronique du fait de la dimension de ces objets. Pour atteindre cet objectif, il faut être capable de réaliser et concevoir un outil adapté à ces échelles et un substrat fonctionnalisé pour garantir la saisie de ces objets. Une proposition originale pour manipuler est d'utiliser une interface haptique (un bras motorisé permettant d'appliquer des déplacements et de ressentir des efforts) et de la coupler avec un environnement de réalité augmentée. Ce dernier pallie les difficultés majeures comme le temps de rafraîchissement des images très long, et surtout l'absence de mesure d'efforts car le préhenseur ne possède pas de capteur. Ainsi, *via* cette interface et ce simulateur, un utilisateur peut réaliser une tâche de manipulation en ressentant les efforts qu'il applique sur un nanotube.



F . I.36 – Présentation du Projet NanoRAC

Ce projet regroupe six partenaires aux fonctions bien définies.

AMiR, Allemagne Les partenaires de l'Université d'Oldenburg, ont en charge la partie intégration du système complet et spécialement la partie vision sous microscope électronique. Pour réaliser cette partie, ils disposent d'un SEM LEO 1450, doté d'un système permettant d'obtenir des images 3D.

MIC DTU, Danemark Les partenaires de l'Université Technique du Danemark (DTU) s'occupent de la modélisation, conception, et réalisation de micro/nanopréhenseur bidigitaux. Leur tâche intègre aussi la caractérisation des nanostructures réalisées.

Nascatec GmbH, Allemagne Ce sont les partenaires industriels du projet, ils s'intéressent à la modélisation, conception, et réalisation de micropréhenseurs sans retour d'effort. Ils sont en charge de la dissémination des résultats obtenus à la fin du projet.

³projet STRP N° 013680

Cambridge, Royaume Uni Les partenaires de l'Université de Cambridge, s'occupent de la réalisation des divers substrats et particulièrement de la synthèse de nanotubes de carbone, et de la fonctionnalisation des micro/nano-outils développés par les équipes de MIC et Nascatec.

Le CEA, France (électrons), le microscope Les partenaires du CEA sont en charge de l'organisation, de la coordination des équipes mais aussi et surtout de la partie environnement virtuel et retour d'effort au moyen d'une interface haptique.

L'ISIR, France Nous avons en charge la réalisation d'un simulateur physique dédié aux interactions micro/nanoscopiques basé sur des modèles existant ou de nouveaux modèles (ceux-ci sont exposés au chapitre II), ainsi que la définition de stratégies évoluées pour la manipulation sous SEM.

6 Conclusion

Ce chapitre présente la problématique de la micro/nanomanipulation, et rappelle dans un premier temps le point de départ de la micromanipulation à l'ISIR avec la plate-forme de micromanipulation **[mü]MAD** et les différentes thématiques liées.

Un panorama de différentes techniques d'imagerie est ensuite dressé, permettant de dégager deux difficultés majeures, la première est que si la microscopie électronique permet d'obtenir une image des nano-objets avec une très bonne résolution, celle-ci est obtenue en temps différé ne permettant pas une manipulation en temps réel. La seconde est que si l'utilisation de la microscopie par sonde locale type AFM permet d'imager avec une résolution moins bonne qu'un microscope électronique, elle ne permet pas de manipuler l'objet en même temps.

Vient ensuite, la présentation d'un nouveau matériau, les nanotubes de carbone, dont les propriétés mécaniques et électriques s'avèrent très intéressantes pour la fabrication de divers nanocomposants. Cette section s'est attachée à présenter comment ces nanotubes sont obtenus, quelques propriétés intéressantes et comment celles-ci sont mesurées ou calculées selon diverses méthodes. Ces nouveaux matériaux à la géométrie particulière seront d'autre part traités dans le chapitre suivant pour la synthèse de nouveaux modèles d'interaction.

Un panorama de diverses méthodes de manipulation dédiées ou non à ces matériaux particuliers que sont les nanotubes de carbone a été dressé. Il présente des méthodes avec ou sans contact, permettant ou non la mesure des efforts d'interaction. Différents systèmes de télénanomanipulation sont ensuite présentés, incorporant un système de rendu visuel, avec un retour d'effort renvoyé à l'utilisateur.

Pour terminer, les deux approches qui seront développées au cours de cette thèse sont présentées brièvement : le projet NanoMAD, et le projet NanoRAC. Le premier reprend les principes développés dans le projet **[mü]MAD** en les améliorant du point de vue de la mesure d'effort et des stratégies de manipulation utilisées. Le second présente la plate-forme expérimentale dédiée à la manipulation de nanotubes de carbone sous environnement SEM au moyen d'un préhenseur bidigital.

Étude des phénomènes micro/nanophysiques

L'échelle physique de la micro/nanomanipulation se trouve proche de la limite inférieure de la mécanique classique. En général, les lois de la physique newtonienne sont toujours valables et les effets quantiques négligés. La différence principale avec l'échelle macroscopique est due aux origines des forces considérées. À une échelle inférieure au millimètre, les forces dites surfaciques, donc variant avec le carré de la taille deviennent prépondérantes devant les forces volumiques que sont la gravité et l'inertie. À l'échelle macroscopique, par contre, les forces surfaciques sont considérées comme négligeables.

L'objectif de ce second chapitre est de proposer une approche physique de cette problématique pour des applications de micro-nanomanipulation en s'attachant aux phénomènes. En effet, ces applications ne peuvent avoir lieu sans une connaissance théorique de cette échelle et une analyse fine des phénomènes intervenant aux différentes interfaces entre le préhenseur, l'objet et le substrat.

Nous pouvons distinguer deux types de contribution aux effets d'adhésion, les forces à distance, paramétrées par la distance d'interaction, et les forces au contact. Elles recouvrent les mêmes phénomènes mais sont définies par des origines différentes pour leur formulation théorique. Parmi les forces à distance, on retrouve les forces de van der Waals, interactions entre les molécules en présence, les forces électrostatiques, forces de Coulomb dépendant des charges acquises par les surfaces, les forces capillaires dont l'existence est déterminée par les conditions d'humidité de l'environnement.

Ce chapitre s'attache à décrire l'ensemble de ces forces en se penchant particulièrement sur une géométrie cylindrique. Ce choix, guidé par les applications en nanofils ou en nanotubes, engendre ainsi des formulations différentes des forces mises en jeu.

Le dessein final de ce chapitre est ainsi de parcourir la littérature pour extraire une connaissance suffisante de cette échelle, ou de proposer le cas échéant des modèles approchés et dédiés spécifiquement à des géométries particulières afin de déterminer les phénomènes pertinents et les modèles adaptés à notre problématique de manipulation.

1 Force de van der Waals

Les forces de van der Waals sont un phénomène majeur dans le cadre d'applications en manipulation ou d'assemblage aux échelles micro et nanoscopiques [110, 111]. Une description succincte de ces origines est proposée dans la suite de ce document.

1.1 Origine des forces de van der Waals

Généralement, le potentiel d'interaction moléculaire w est la somme de contributions attractives et répulsives. Sa forme générale est fonction de la distance d'interaction r :

$$W(r) = \frac{A}{r^n} - \frac{B}{r^m} \quad (\text{II.1})$$

avec n et m entiers. Le premier terme représente la partie répulsive, et la seconde la partie attractive. La forme la plus connue de ce potentiel est le potentiel de Lennard–Jones ou potentiel 6–12 :

$$W(r) = \frac{4\epsilon}{\sigma} \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right] \quad (\text{II.2})$$

avec ϵ la profondeur du puits de potentiel, et σ la distance d'interaction à l'équilibre. À une distance de quelques ångströms, une force répulsive apparaît, celle-ci est composée principalement par les forces de van der Waals. Pour deux molécules polaires dans le vide, le potentiel d'interaction de van der Waals s'écrit :

$$W(r) = -\frac{C_{ind} + C_{orient} + C_{disp}}{r^6} \quad (\text{II.3})$$

où r est la distance de séparation entre les molécules, C_{ind} , C_{orient} et C_{disp} représentent respectivement :

- l'interaction de Debye, ou terme d'induction, qui apparaît entre un dipôle et un dipôle induit,
- l'interaction de Keesom, ou terme d'orientation, générée par deux dipôles,
- l'interaction de London, ou terme de dispersion, intervenant entre toutes les particules même neutres.

Ce potentiel d'interaction entre atomes s'écrit généralement comme :

$$W(r) = -\frac{C}{r^6} \quad (\text{II.4})$$

Les forces de van der Waals obtenues à partir de ces potentiels peuvent s'écrire comme :

$$F = -\frac{dW(r)}{dr} \quad (\text{II.5})$$

La décroissance rapide des forces de van der Waals expliquent qu'elles semblent restreintes au domaine atomique. Néanmoins, cette décroissance s'effectue plus lentement lorsque l'on considère une interaction entre deux corps macroscopiques (qui sont des corps avec un grand nombre de molécules, incluant les objets dont la taille peut atteindre plusieurs μm , considérés comme des microcomposants dans la terminologie du micro/nano-assemblage). Ainsi la pertinence de ces forces semble importante.

Il y a deux manières de calculer les interactions de van der Waals entre deux objets : la première est une approche microscopique, ou approche de Hamaker, la seconde est connue sous le terme d'approche macroscopique ou approche de Lifshitz.

D'un point de vue strictement théorique, les forces de van der Waals sont non-additives, non-isotropiques et retardées. Cependant, London [112] propose une méthode pour établir le potentiel d'interaction en assumant une additivité des interactions deux atomes à deux atomes. Mais cette approche ne considère pas l'effet de retard. Les résultats sont alors limités à des distances de séparation comprises entre la distance limite de retard (environ 5–10 nm) et la distance à l'équilibre (environ 0,1–0,2 nm) provenant du potentiel de Lennard–Jones : pour les distances de séparation très faibles, les forces de répulsion sont très fortes et ne peuvent plus être négligées. Cette limite inférieure est souvent appelée rayon de van der Waals [113]. Nous devons garder à l'esprit que même avec ces restrictions, les résultats ne sont pas exactement corrects pour l'interaction entre solides ou liquides du fait de la sommation par paire. Israelachvili [114], Russel *et al.* [115] considèrent que ces approximations sont néanmoins utiles dans de nombreuses applications.

La méthode de Lifshitz, appelée aussi approche macroscopique, consiste à considérer les deux objets en interaction comme des milieux continus avec une réponse diélectrique à un champ électromagnétique. Les forces de dispersion sont alors considérées comme des interactions mutuelles entre dipôles oscillant à des fréquences données. Lorsque la distance de séparation devient plus grande qu'une distance limite dépendant de la fréquence et de la vitesse de la lumière, l'attraction tend à décroître du fait que le temps de propagation devient du même ordre de grandeur que la période d'oscillation des dipôles (le champ émis par un dipôle interagit avec un autre à différentes phases). Cet effet a été relevé par Casimir et Polder [116] puis calculé par Lifshitz en utilisant la théorie quantique des champs [117]. Cette approche est d'une grande complexité.

Un résumé des configurations les plus fréquentes est donné dans le tableau II.1 ci-dessous. Il fait apparaître une constante très importante, la constante de Hamaker.

Géométrie	Potentiel d'interaction	Force de van der Waals	Référence(s)
sphère / sphère	$W(d) = \frac{-A}{6d} \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}$	$F(d) = \frac{-A}{6d^2} \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}$	[114, 118, 119]
sphère / plan	$W(d) = \frac{-A}{6d}$	$F(d) = \frac{-A}{6d^2}$	[114]
cylindre ₁ // cylindre ₂	$W(d) = \frac{-AL}{12\sqrt{2}d^{3/2}} \left(\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} \right)^{1/2}$	$F(d) = \frac{-AL}{8\sqrt{2}d^{5/2}} \left(\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} \right)^{1/2}$	[114, 118]
sphère / plan	$W(d) = \frac{-A\sqrt{R_1 R_2}}{6d}$	$F(d) = \frac{-A\sqrt{R_1 R_2}}{6d^2}$	[118, 119]
plan // plan	$\frac{W(d)}{S} = \frac{-A}{12\pi d^2}$	$\frac{F(d)}{S} = \frac{-A}{6\pi d^3}$	[114, 118, 119]

T . II.1 – Potentiels d'interaction et forces de van der Waals pour différentes géométries exprimés selon la constante de Hamaker A ,

1.2 Constante de Hamaker

La constante de Hamaker dépend des matériaux et des conditions expérimentales. Elle est généralement obtenue par l'expérience mais peut aussi être calculée. Deux théories coexistent pour la détermination de son expression.

1. Selon Hamaker [120] et dans le cas de matériaux différents caractérisés par des densités moléculaires différentes ρ_1 et ρ_2 , la constante de Hamaker est donnée par :

$$A_{12} = \pi^2 C \rho_1 \rho_2 \quad (\text{II.6})$$

A prend généralement des valeurs dans l'intervalle $[0,4-4]10^{-9}$ J (quelques valeurs de constantes peuvent être trouvées dans les références suivantes [114, 121, 118, 122]). Cette méthode donne des approximations correctes de la constante pour des matériaux faiblement polaires, puisqu'elle ne prend en compte que l'effet de dispersion, et que celui-ci est obtenu par sommation des forces de dispersion (hypothèse de sommation par paire). Dans le cas contraire, cette méthode sous estime la valeur de la constante de Hamaker.

2. Lifshitz [117] a développé une théorie plus réaliste qui intègre l'influence des plus proches voisins sur la paire d'atomes considérée. C'est pourquoi l'effet de retard des forces de dispersion est moins perceptible. L'estimation de la constante de Hamaker est aussi plus complexe. Il est nécessaire de connaître les variations de la constante diélectrique complexe (ϵ) des matériaux en présence dans le système selon la fréquence (ν). La constante de Hamaker entre deux matériaux 1 et 2 séparés par un milieu 3 est donné par [114, 122] :

$$A_{132} \approx \frac{3}{4} k_B T \left(\frac{\epsilon_1 - \epsilon_3}{\epsilon_1 + \epsilon_3} \right) \left(\frac{\epsilon_2 - \epsilon_3}{\epsilon_2 + \epsilon_3} \right) + \frac{3h}{4\pi} \int_{\nu_1}^{\infty} \left(\frac{\epsilon_1(i\nu) - \epsilon_3(i\nu)}{\epsilon_1(i\nu) + \epsilon_3(i\nu)} \right) \left(\frac{\epsilon_2(i\nu) - \epsilon_3(i\nu)}{\epsilon_2(i\nu) + \epsilon_3(i\nu)} \right) d\nu \quad (\text{II.7})$$

Par conséquent la constante de Hamaker peut s'exprimer par :

$$A_{132} \approx \frac{3}{4} k_B T \left(\frac{\epsilon_1 - \epsilon_3}{\epsilon_1 + \epsilon_3} \right) \left(\frac{\epsilon_2 - \epsilon_3}{\epsilon_2 + \epsilon_3} \right) + \frac{3h\nu_e}{8\sqrt{2}} \frac{(n_1^2 - n_3^2)(n_2^2 - n_3^2)}{\sqrt{(n_1^2 + n_3^2)} \sqrt{(n_2^2 + n_3^2)} \left[\sqrt{(n_1^2 + n_3^2)} + \sqrt{(n_2^2 + n_3^2)} \right]} \quad (\text{II.8})$$

avec k_B la constante de Boltzmann ($1,381 \cdot 10^{-23}$ J/K), T la température (K), ν_e la fréquence principale d'absorption électronique (typiquement environ $3 \cdot 10^{15}$ s⁻¹), ϵ_i la constante diélectrique du milieu et n_i son indice de réfraction. Cette expression complexe peut être simplifiée pour des interactions plus simples (par exemple 1-3-1 ou 1-1).

Parfois il est possible d'obtenir des valeurs approximatives de A en utilisant les « lois de combinaison », dérivées de l'expression introduite par McLachlan en 1973 [123] : pour deux matériaux 1 et 2 interagissant dans le vide, A_{12} est calculée avec la constante de chaque matériau A_{ii} selon :

$$A_{12} \approx \sqrt{A_{11} A_{22}} \quad (\text{II.9})$$

De la même façon, pour deux matériaux 1 et 2 agissant dans un milieu 3, A_{132} peut s'approcher par :

$$A_{132} \approx \left(\sqrt{A_{11}} - \sqrt{A_{33}} \right) \left(\sqrt{A_{22}} - \sqrt{A_{33}} \right) \quad (\text{II.10})$$

Ces lois de combinaison donnent de bonnes approximations, sauf pour des milieux fortement polarisés (ϵ assez grand) comme l'eau. Dans ce cas les résultats de l'équation II.8 sont plus proches de la valeur expérimentale.

1.3 Interactions de van der Waals pour les nanotubes

1.3.1 Les systèmes graphitiques

L'étude des forces de van der Waals agissant entre des tubes d'un même fagot (*bundle*) ou entre les différentes couches d'un nanotube multiparois (MWNT) est généralement obtenue en appliquant les résultats trouvés à partir du graphite. Cette méthode est justifiée par le fait que les deux systèmes sont similaires à l'exception de leur géométrie. Pour le graphite, les interactions se font entre plans, formés par des hexagones de Carbone sp^2 . Dans le cas des nanotubes, les interactions sont plus complexes du fait de la géométrie 3D. Les calculs de van der Waals sont obtenus généralement en utilisant le potentiel de Lennard–Jones.

La détermination expérimentale de l'énergie d'interaction à l'équilibre entre les couches de graphite est nécessaire pour valider les résultats théoriques. Dans la littérature, les résultats expérimentaux ne sont pas importants. L'interaction entre deux couches de graphite est donnée par Girifalco *et al.* [124]. En utilisant la chaleur latente de mouillabilité, l'énergie mesurée est de 42,6 meV par atome. L'analyse de l'expérience de Benedict *et al.* [125] sur la déformation d'un nanotube due seulement à son large diamètre, donne une valeur expérimentale de $35_{-1}^{+1,5}$ meV par atome. Les expériences de désorption thermique de molécules polyaromatiques sur un substrat de graphite pyrolytique (HOPG) [126] donnent une nouvelle détermination des interactions entre les couches avec 61 ± 5 meV par atome.

Alors qu'il existe peu de déterminations expérimentales, parfois non concluantes (31 à 61 meV), de nombreuses études numériques sont apparues. Girifalco *et al.* [127] ont réalisé une comparaison des simulations *ab-initio* et des potentiels empiriques, ils ont montré que les méthodes *ab-initio* sont inexactes pour des distances plus larges que la distance d'équilibre.

Setton [128] propose des modèles simples en prenant en compte les plus proches voisins pour le calcul de l'énergie d'interaction entre les plans de graphite et entre les couches d'un MWNT en utilisant le potentiel de Lennard–Jones. À cause de l'incertitude sur l'énergie d'interaction entre les différentes couches graphitiques, il est intéressant de montrer l'influence du rayon et du nombre de couches sur l'énergie. Il montre que l'énergie entre les couches d'un CNT approche celle des couches de graphite lorsque le rayon et le nombre de couches augmentent.

Les interactions de van der Waals jouent un rôle important dans la cohésion, l'adhésion, la stabilité de la structure, ainsi que les propriétés mécaniques et électriques des systèmes graphitiques. Les effets des forces de van der Waals sur la structure des nanotubes ont été étudiés expérimentalement par Hertel *et al.* [129] en utilisant un AFM et numériquement en utilisant la mécanique continue, et des simulations moléculaires.

1.3.2 Première approche analytique pour les nanotubes

L'énergie d'interaction par unité de longueur pour deux cylindres parallèles de rayon R , séparé d'une distance d , est :

$$W_{cyl//} = \frac{AL}{24d^{3/2}} \sqrt{R} \quad \text{avec} \quad A = \pi^2 \rho^2 C \quad (\text{II.11})$$

où ρ est la densité atomique du cylindre et C la constante de London (voir paragraphe §1.1). Nous devons déterminer la constante de Hamaker pour les nanotubes.

1.3.3 Constante de Hamaker des nanotubes de carbone

Le nombre d'atomes par unité de longueur N est connu. La densité atomique ρ peut ainsi être déduite :

$$\rho = \frac{N}{2\pi R d} = \frac{N}{3\sqrt{3}a^2 d} \quad (\text{ou } 112,29 \text{ nm}^{-3}) \quad (\text{II.12})$$

La constante de London peut être déterminée en utilisant les valeurs proposées par [130] ($\epsilon = 2,968$ meV, $\sigma = 3,407\text{\AA}$). Nous pouvons alors déduire $C = 18,6 \text{ eV} \cdot \text{\AA}^6$. La constante de Hamaker pour un CNT est ainsi obtenue : $A_{CNT} \approx 3,7 \cdot 10^{-19} \text{ J}$.

1.3.4 Interactions entre tubes

La formule utilisée pour l'interaction entre deux cylindres parallèles ne peut pas être utilisée directement car elle surestime l'énergie (elle considère aussi la contribution des atomes dans le tube). Avec des considérations géométriques simples en utilisant l'hypothèse d'additivité, la formule du tube peut être adaptée.

L'énergie d'interaction entre deux cylindres parallèles peut être obtenue en intégrant le potentiel attractif deux fois sur le volume. Si V_1, V_2 et ρ_1, ρ_2 sont respectivement les volumes et les densités atomiques des cylindres considérés, alors l'énergie de van der Waals peut être exprimée comme suit :

$$W = \int_{V_1} \int_{V_2} \pi^2 \rho_1 \rho_2 \frac{C}{r^6} dV_1 dV_2 \quad (\text{II.13})$$

Nous considérons ensuite deux cylindres parallèles de même rayon R , séparés par une distance d , et d'épaisseur t . La notation suivante est utilisée :

$$\begin{aligned} \text{eq. (II.13)} &\equiv \int_{\bullet\bullet} \\ &= \int_{\circ\circ} + \int_{\cdot\cdot} + 2 \times \int_{\cdot\circ} \end{aligned}$$

avec

$$\begin{aligned} \int_{\circ\circ} &\equiv \text{énergie attractive pour deux tubes de rayon } R, \text{ avec une épaisseur } t, \text{ séparés par une distance } d \\ \int_{\cdot\cdot} &\equiv \text{pour deux cylindres de rayon } (R - t), \text{ distants de } d + 2t \\ \int_{\cdot\circ} &\equiv \text{pour un cylindre de rayon } (R - t) \text{ et un tube de rayon } R, \text{ d'épaisseur } t, \text{ distants de } d + t \end{aligned}$$

L'énergie d'interaction par unité de longueur entre deux cylindres parallèles [114], avec des rayons R_1 et R_2 , distants de d s'exprime selon :

$$W_{cyl/l}(R_1, R_2, d) = \frac{A}{12\sqrt{2}} \frac{1}{d^{3/2}} \sqrt{\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}} \quad (\text{II.14})$$

En utilisant la dernière notation, l'énergie d'interaction entre deux tubes parallèles peut s'exprimer comme :

$$\begin{aligned} \int_{\bullet\bullet} &= \int_{\circ\circ} + \int_{\cdot\cdot} + 2 \times \int_{\cdot\circ} \\ \int_{\cdot\circ} &= \int_{\cdot\cdot} + \int_{\cdot\circ} \Rightarrow \int_{\cdot\circ} = \int_{\cdot\bullet} - \int_{\cdot\cdot} \\ \int_{\circ\circ} &= \int_{\bullet\bullet} - 2 \times \int_{\cdot\bullet} + \int_{\cdot\cdot} \end{aligned} \quad (\text{II.15})$$

qui nous aide pour écrire la formule pour deux tubes de rayon R , d'épaisseur t , distants de d :

$$\begin{aligned} W_{cyl//}(R, d) &= W_{cyl//}(R, R, d) - 2 \times W_{cyl//}(R - t, R, d + t) + W_{cyl//}(R - t, R - t, d + 2t) \\ &= \frac{A}{12\sqrt{2}} \left[\frac{1}{d^{3/2}} \sqrt{\frac{R}{2}} - \frac{2}{(d+t)^{3/2}} \sqrt{\frac{R(R-t)}{2R-t}} + \frac{1}{(d+t)^{3/2}} \sqrt{\frac{R-t}{2}} \right] \end{aligned}$$

Cette formule a été confrontée à des résultats numériques obtenus avec le potentiel de Lennard-Jones mais celle-ci ne reproduit pas l'interaction entre les tubes de manière correcte. Elle propose des premiers éléments pour analyser l'importance des forces de van der Waals à distance.

1.4 Potentiel de Lennard–Jones

Le potentiel de Lennard–Jones [131] est souvent utilisé en simulation pour le calcul des énergies de van der Waals parce qu'il décrit correctement les interactions atome–atome et la répulsion à courte distance. Le potentiel 6–12 décrit par l'équation II.2 nous permet d'écrire un potentiel discret :

$$W_{ij} = 4\epsilon \left(\left(\frac{\sigma}{r_{ij}} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r_{ij}} \right)^6 \right) \quad (\text{II.16})$$

avec :

σ \equiv distance de van der Waals pour laquelle l'énergie est nulle

ϵ \equiv profondeur du puits de potentiel

Les différentes valeurs utilisées pour le calcul sont : $\epsilon = 2,968$ meV, $\sigma = 3,407$ Å [130].

L'expression de la force dérive du potentiel de Lennard–Jones selon :

$$F_{ij} = -\frac{\partial W_{ij}}{\partial r_{ij}} = -\frac{24\epsilon}{\sigma} \left(\left(\frac{\sigma}{r_{ij}} \right)^7 - 2 \left(\frac{\sigma}{r_{ij}} \right)^{13} \right) \quad (\text{II.17})$$

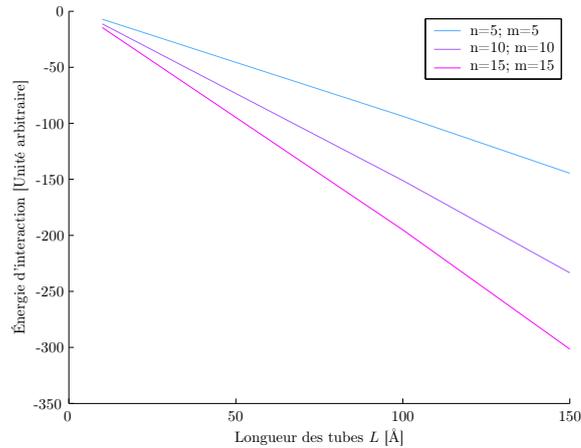
L'énergie d'interaction entre deux tubes est obtenue par sommation des énergies d'interaction entre tous les atomes du système (atomes du nanotube 1 et 2, respectivement CNT_1 et CNT_2) :

$$W_{CNT_1-CNT_2} = \sum_{at_{CNT_1}^i} \sum_{at_{CNT_2}^j} W_{ij} \quad (\text{II.18})$$

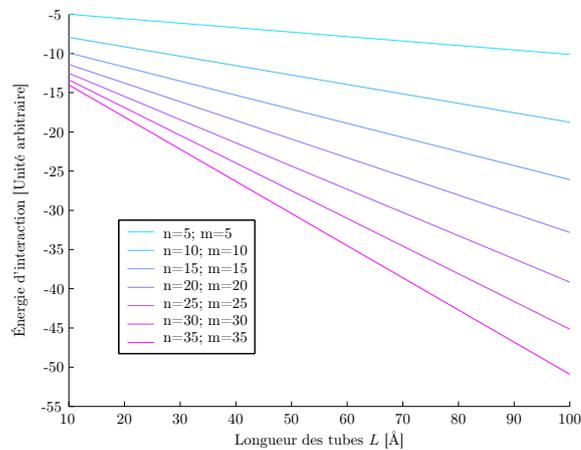
Cette approche discrète est appliquée à deux cas différents : deux cylindres parallèles, et deux cylindres croisés.

Cylindres parallèles. Dans un premier temps, un nanotube est construit à partir du couple (n, m) définissant son vecteur d'enroulement (et donc son diamètre) et de sa longueur L au moyen d'un programme simple sous Matlab. Ensuite, pour chaque couple (n, m) et L , un second nanotube est créé, identique à une distance d . Le couple (n, m) d'entiers définit la géométrie et le type de nanotube [11, 13, 12] (voir §3.1). Les expériences numériques ont été effectuées pour des tubes de longueur $10 < L < 150$ Å, $5 < n = m < 35$, et $1 < d < 10$ Å. La dernière équation II.18 est utilisée pour calculer la valeur de l'énergie d'interaction entre les deux tubes parallèles.

La figure II.1(a) montre l'énergie d'interaction entre deux nanotubes de type *armchair* ($n = m$) distants de 10 Å, pour différentes longueurs de tube. Elle montre la décroissance de l'énergie avec l'augmentation de la longueur et du rayon. Le même comportement peut être observé pour des tubes de type *zigzag* ($n, m = 0$).



(a)



(b)

F . II.1 – Énergie d'interaction en fonction de la longueur des tubes pour deux nanotubes parallèles (a) et croisés (b).

Cylindres croisés. Nous considérons la même paire de nanotubes que précédemment, mais le second subit une rotation de 90° après la translation d'une distance d . Les expériences numériques ont été effectuées pour des tubes de longueur $10 < L < 150 \text{ \AA}$, $5 < n = m < 35$, et $1 < d < 10 \text{ \AA}$. La dernière équation II.18 est utilisée pour calculer la valeur de l'énergie d'interaction entre les deux tubes parallèles.

Le même comportement peut être observé sur la figure II.1(b), lorsque la longueur et le rayon du tube augmentent, l'énergie diminue.

Les temps de calculs sont proportionnels au nombre d'atomes total formant le système $\text{CNT}_1\text{--}\text{CNT}_2$. Ils sont déjà assez longs pour des nanotubes d'une centaine d'ångströms, et lorsqu'il s'agit d'utiliser des nanotubes d'une dizaine de micromètres, ces temps explosent. Il n'apparaît alors pas pertinent d'utiliser ces formulations pour le développement d'un simulateur temps réel pour le calcul des efforts en ligne. Elles sont alors remplacées par les formulations des efforts valables aux échelles microscopiques. Mais elles restent valides si l'on veut étudier ces efforts dans un cadre où le temps réel n'est pas indispensable.

2 Force électrostatique

Les forces électrostatiques apparaissent selon deux cas précis [132] :

1. par l'interaction de Coulomb, lorsque des particules chargées sont en présence,
2. par interaction de Coulomb due à l'apparition de charges générées par triboélectrification.

Dans le cas d'une particule chargée interagissant avec une surface chargée, la force d'interaction s'exprime par la loi de Coulomb. La surface crée un champ $E = \sigma/(2\epsilon\epsilon_0)$, où σ est la densité de charge surfacique, ϵ la densité diélectrique du milieu et ϵ_0 la permittivité de l'air. La force électrostatique, indépendante de la distance de séparation, s'exprime par :

$$F = qE \quad (\text{II.19})$$

avec q la charge électrique. Pour des interactions entre particules chargées, la force d'interaction est égale à :

$$F = \frac{q_1 q_2}{4\pi\epsilon_0 \epsilon d^2} \quad (\text{II.20})$$

avec d la distance séparant la charge et la surface. [133] exprime la charge maximale admissible par une particule en fonction de son rayon R par :

$$\sigma = 30 \times (100R)^{-0,3} \text{ } \mu\text{C} \cdot \text{m}^{-2} \quad (\text{II.21})$$

Lorsqu'une sphère de rayon R avec une charge uniforme q approche une surface non chargée, la force d'interaction s'exprime, en utilisant la méthode de la particule image, par [134] :

$$F = \frac{q^2}{4\pi\epsilon_0} \frac{1}{(R+d)^2} \quad (\text{II.22})$$

Il existe différentes interactions selon la nature, conducteur ou isolant, des matériaux. Le contact le plus maîtrisé au niveau de sa formulation est l'interaction conducteur/conducteur. D'autres éléments peuvent être trouvés dans la thèse d'Y. Rollot [122]. Pour cette classe de contact, le transfert de charges entre la particule et la surface réduit la force d'adhésion [135]. Ainsi, quand deux matériaux conducteurs différents sont mis en contact, un phénomène de transfert d'électrons se produit si la distance de séparation est faible. Ce transfert amène les matériaux dans un équilibre thermodynamique qui tend à égaliser leurs potentiels électrochimiques. La différence de potentiel entre les surfaces des matériaux 1 et 2, nommée *potentiel de contact* s'écrit sous la forme [136] :

$$V_c = \frac{(\phi_1 - \phi_2)}{e} \quad (\text{II.23})$$

avec ϕ_1 et ϕ_2 les fonctions de travail des deux surfaces. La charge acquise par chacun des matériaux est déterminée par la condition suivante : à l'équilibre, les niveaux de Fermi des deux matériaux coïncident.

De nouvelles études apparaissent pour analyser l'importance de ces forces dans le cadre d'interaction conducteur pour des géométries complexes [137, 138, 139]. Dans notre cadre, que ce soit au niveau de notre plate-forme ou de l'environnement sous microscope électronique, nous essayerons de minimiser ces forces. Le choix par exemple d'un préhenseur par effet thermique rentre dans ce cadre.

3 Force capillaire

Les forces capillaires apparaissent selon deux modes : soit une goutte de liquide est posée entre deux solides en contact, soit un pont capillaire apparaît à partir de l'humidité ambiante. En effet, lorsque l'environnement dans lequel s'effectue la manipulation possède un degré d'hygrométrie supérieur à 5%, un phénomène de condensation de la vapeur apparaît. Cette remarque est encore plus pertinente à l'échelle nanoscopique.

Un certain nombre de travaux relatifs aux forces capillaires existent. Ainsi, l'obtention de la force est évaluée en se servant de la somme des énergies de surface entre l'objet, le liquide et le substrat, puis en dérivant l'énergie totale obtenue. Une méthode directe consiste à utiliser la géométrie du ménisque obtenue à partir de la résolution numérique des équations de Laplace. Cette force peut être approchée en utilisant des profils de ménisques simples (cercle, paraboles) comme présentés par Lambert et Delchambre [140].

Dans cette partie, nous clarifions différents modèles présentés dans [141, 142, 143], en montrant que la force capillaire obtenue par dérivation de l'énergie interfaciale est exactement égale à la somme de deux termes : le terme de Laplace et celui provenant de la tension de surface. Cette analyse est appuyée par des arguments qualitatifs (section 3.1) présentant les analogies et différences entre les deux cas étudiés : les interactions prisme/plan et cylindre/plan. Une preuve analytique de l'équivalence entre la méthode énergétique et la méthode de Laplace est donnée pour la géométrie prisme/plan (section 3.2). Fort de cette équivalence, l'une ou l'autre des méthodes peut être utilisée pour obtenir la force capillaire pour la géométrie cylindre/plan (section 3.3). C'est ce dernier cas qui nous intéresse pour notre problématique de manipulation. Ainsi pour être capable d'appréhender les forces mises en jeu par un nanotube sur un substrat dans un environnement ambiant, il a fallu proposer une formulation nouvelle de l'interaction capillaire cylindre/plan à partir d'une analyse et d'une compréhension globale des phénomènes mis en jeu.

3.1 Cylindre/Prisme : analogies et différences

3.1.1 Forme du ménisque

Considérons la figure II.2 pour une interaction capillaire entre un prisme et un plan. θ_1 et θ_2 sont les angles de contact entre le liquide et, respectivement, le plan et le prisme (ou le cylindre). z est la distance entre l'objet et le plan, ϕ représente l'angle d'ouverture du prisme et l'angle d'immersion pour le cylindre (figure II.4). h est la hauteur d'immersion. α est la somme des deux angles ϕ et θ_2 . x_1 et x_2 sont les positions de la ligne de contact avec le liquide.

Les deux modèles d'interaction présentés ci-après sont basés sur des simplifications de l'équation de Laplace donnant la différence de pression à l'interface liquide-vapeur $p_{in} - p_{out}$ comme fonction de la tension de surface γ et de la courbure du ménisque H [118] :

$$2\gamma H = p_{in} - p_{out} \quad (\text{II.24})$$

Cette dernière peut être réécrite comme :

$$\gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) = p_{in} - p_{out} \quad (\text{II.25})$$

où $(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2})$ représente le double de la courbure moyenne H .

3.1.2 Volume de liquide

Comme décrit précédemment, le volume de liquide V est utilisé pour obtenir (i) la hauteur d'immersion h dans le cas du prisme et (ii) l'angle d'immersion ϕ dans le cas du cylindre. Dans les deux cas ce volume V peut s'écrire comme :

$$V = 2L \int_0^{z+h} x(y) dy - v^i \quad (\text{II.33})$$

où $x(y)$ est donné par l'équation II.27, L représente la longueur de l'objet et v^i est remplacé par v^{pr} le volume du prisme ou v^{cyl} le volume du cylindre à retirer (¹) :

$$v^{pr} = Lx_2h \quad (\text{II.34})$$

$$v^{cyl} = LR^2(\phi - \text{cs } \phi) \quad (\text{II.35})$$

L'équation II.33 peut être réécrite sous la forme de l'équation II.36 ce qui implique l'évaluation de l'intégrale notée I dans l'équation. II.37 :

$$\begin{aligned} V &= 2L \int_0^{z+h} \left[x_0 - \sqrt{\rho^2 - (y_0 - y)^2} \right] dy - v^i \\ &= 2Lx_0(z+h) - v^i - 2L \int_0^{z+h} \sqrt{\rho^2 - (y - y_0)^2} dy \end{aligned} \quad (\text{II.36})$$

en utilisant la substitution $u \equiv y - y_0$,

$$\begin{aligned} I &= \int_{-y_0}^{-y_0+z+h} \sqrt{\rho^2 - u^2} du \\ &= \left[\frac{\rho^2}{2} \text{asin} \frac{u}{\rho} + \frac{u}{2} \sqrt{\rho^2 - u^2} \right]_{-y_0}^{-y_0+z+h} \end{aligned} \quad (\text{II.37})$$

Puis les équations II.28 et II.29 permettent de réécrire l'équation II.37 :

$$I = \frac{\rho^2}{2} (\pi - \alpha - \theta_1 + \text{cs } \alpha + \text{cs } \theta_1) \quad (\text{II.38})$$

et par conséquent le volume V :

$$V = 2Lx_0(z+h) - v^i - L\rho^2(\pi - \alpha - \theta_1 + \text{cs } \alpha + \text{cs } \theta_1) \quad (\text{II.39})$$

En connaissant l'expression de x_0 dans l'équation II.30 et le volume approprié v^i , l'expression du volume de liquide (équation II.34 ou II.35) peut maintenant être déduite de l'équation précédente.

¹cs $x \equiv \cos(x) \sin(x)$ nous utiliserons la notation suivante dans le document

3.2 Cas d'école : interaction Prisme/Plan

Nous présentons dans la suite la mise en application des deux approches évoquées précédemment, l'approche de Laplace et la méthode énergétique en utilisant les résultats géométriques du paragraphe §3.1.

3.2.1 Approche de Laplace

En utilisant l'équation II.39 et les paramètres du prisme, l'expression du volume V devient :

$$V = 2Lz \frac{h}{\tan \phi} + L \frac{h^2}{\tan \phi} + L(z+h)^2 \mu \quad (\text{II.40})$$

$$\text{avec } \mu = \frac{\cos \alpha + 2 \sin \alpha \cos \theta_1 - \pi + \alpha + \theta_1 - \cos \theta_1}{(\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2}$$

L'équation précédente peut être posée sous la forme d'une équation du second degré en h dont les solutions positives nous donnent la hauteur d'immersion :

$$h^2 + 2hz + \frac{z^2 \mu - \frac{V}{L}}{\frac{1}{\tan \phi} + \mu} = 0 \quad (\text{II.41})$$

$$h = -z + \sqrt{z^2 - \frac{z^2 \mu - \frac{V}{L}}{\frac{1}{\tan \phi} + \mu}} \quad (\text{II.42})$$

La force capillaire peut s'écrire comme la somme d'un terme dépendant de la différence de pression de Laplace Δp et d'un terme dépendant de la tension de surface (appelé *tension term*) :

$$F = 2x_1 L \Delta p + 2L\gamma \sin \theta_1 \quad (\text{II.43})$$

$$= 2(x_0 - y_0 \tan \theta_1) L \frac{\gamma}{\rho} + 2L\gamma \sin \theta_1$$

$$= 2 \left(\frac{h}{\tan \phi} + \rho \sin \alpha - \rho \sin \theta_1 \right) L \frac{\gamma}{\rho} + 2L\gamma \sin \theta_1$$

$$= 2L\gamma \left(\frac{h}{\rho \tan \phi} + \sin \alpha - \sin \theta_1 \right) + 2L\gamma \sin \theta_1$$

$$= 2L\gamma \left(\frac{h}{\rho \tan \phi} + \sin \alpha \right)$$

$$F = 2L\gamma \left(\frac{h}{h+z} \left(\frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{\tan \phi} \right) + \sin \alpha \right) \quad (\text{II.44})$$

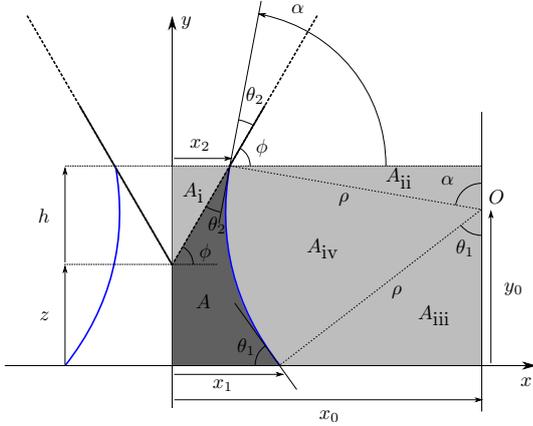
3.2.2 Approche énergétique

La méthode énergétique est basée sur la dérivation de l'énergie interfaciale totale W donnée par :

$$W = \gamma \Sigma + \sum_{pr,pl} A_{SV}^i \gamma_{SV}^i + \sum_{pr,pl} A_{SL}^i \gamma_{SL}^i + C \quad (\text{II.45})$$

où γ est la tension de surface, Σ est la surface liquide-vapeur, A_{SV}^i (A_{SL}^i) est la surface solide-vapeur (solide-liquide) du solide i , γ_{SV}^i (γ_{SL}^i) est l'énergie interfaciale solide-vapeur (solide-liquide) et C est une constante arbitraire.

Pour l'interaction prisme/plan, les différentes surfaces sont précisées sur la figure II.3 et données par :



$$\Sigma = 2\rho(\pi - \alpha - \theta_1)L \quad (\text{II.46})$$

$$A_{SL}^{pr} = 2L \frac{h}{\sin \phi} \quad (\text{II.47})$$

$$A_{SL}^{pl} = 2x_1L \quad (\text{II.48})$$

$$A_{SV}^{pr} = 2L \frac{K - h}{\sin \phi} \quad (\text{II.49})$$

$$A_{SV}^{pl} = 2(r - x_1)L \quad (\text{II.50})$$

F . II.3 – Interaction prisme/plan : surfaces d'interaction

K et r dans les équations II.49 et II.50 représentent des distances arbitraires permettant de calculer les surfaces d'interaction. En utilisant l'équation de Young-Dupré, les énergies interfaciales peuvent être remplacées par les angles de contact (voir figure II.2) et les tensions de surface selon :

$$\gamma_{SV}^i - \gamma_{SL}^i = \gamma \cos \theta_i \quad (\text{II.51})$$

L'expression de l'énergie interfaciale totale (équation II.45) peut s'écrire comme suit :

$$W = 2L \left(\frac{h}{\sin \phi} (\gamma_{SL}^{pr} - \gamma_{SV}^{pr}) + x_1 (\gamma_{SL}^{pl} - \gamma_{SV}^{pl}) + \rho(\pi - \alpha - \theta_1)\gamma \right) + \underbrace{\left[2L \frac{H}{\sin \phi} \gamma_{SV}^{pr} + 2rL \gamma_{SV}^{pl} \right]}_C \quad (\text{II.52})$$

Cette équation peut se réécrire en utilisant l'équation II.51, comme :

$$W = 2L\gamma \left(-\frac{h}{\sin \phi} \cos \theta_2 - x_1 \cos \theta_1 + \rho(\pi - \alpha - \theta_1) \right) + C \quad (\text{II.53})$$

$$\text{en utilisant } x_1 = x_0 - y_0 \tan \theta_1 \quad (\text{II.54})$$

$$W = \left(\frac{z + h}{\cos \theta_1 + \cos \alpha} (\pi - \alpha - \theta_1 - \sin \alpha \cos \theta_1 + \cos \theta_1) - h \left(\frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right) \right) 2L\gamma \quad (\text{II.55})$$

$$W = 2L\gamma \left((z + h)\beta - h \left(\frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right) \right) \quad (\text{II.56})$$

$$\text{avec } \beta = \frac{\pi - \alpha - \theta_1 - \sin \alpha \cos \theta_1 + \cos \theta_1}{\cos \theta_1 + \cos \alpha}$$

Pour obtenir la force capillaire, l'expression II.56 est dérivée selon z . Comme le terme noté C est constant, sa dérivée est nulle. La variation de la hauteur d'immersion h en fonction de z peut être déduite en assumant que le volume reste constant ($\frac{dV}{dz} = 0$) à partir de l'équation II.42 :

$$\frac{dh}{dz} = -1 + \frac{z}{z + h} \frac{1}{1 + \mu \tan \phi} \quad (\text{II.57})$$

Soit l'expression de la dérivée de W selon z en utilisant la dérivée de h (voir l'équation II.57) :

$$\frac{dW}{dz} = 2L\gamma \left[\frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} + \frac{z}{z+h} \left(\beta - \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right) \frac{1}{1 + \mu \tan \phi} \right] \quad (\text{II.58})$$

Et finalement, l'expression de la force capillaire F est donnée par :

$$F = -\frac{dW}{dz} \quad (\text{II.59})$$

3.2.3 Équivalence des deux méthodes

Afin de montrer l'équivalence entre les deux méthodes, les équations II.44 et II.59 se doivent d'être égales. Dans l'équation II.58 (méthode énergétique), le terme facteur de $\frac{z}{z+h}$ peut être exprimé comme :

$$\left(\beta - \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right) \frac{1}{1 + \mu \tan \phi} = -\frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{\tan \phi} \quad (\text{II.60})$$

L'équation II.58 peut se réécrire comme

$$\frac{1}{2L\gamma} \frac{dW}{dz} = \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} - \frac{z}{z+h} \frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{\tan \phi} \quad (\text{II.61})$$

En soustrayant et ajoutant $\sin \alpha$ à la dernière équation, l'expression de la force peut être obtenue :

$$\frac{1}{2L\gamma} \frac{dW}{dz} = \frac{h}{h+z} \left(\frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{\tan \phi} \right) + \sin \alpha \quad (\text{II.62})$$

Pour l'interaction prisme/plan, les deux méthodes sont identiques (la preuve analytique en est donnée en annexe A), nous pouvons le montrer également numériquement pour l'interaction cylindre/plan.

3.3 Cas réel : interaction Cylindre/Plan

3.3.1 Approche de Laplace

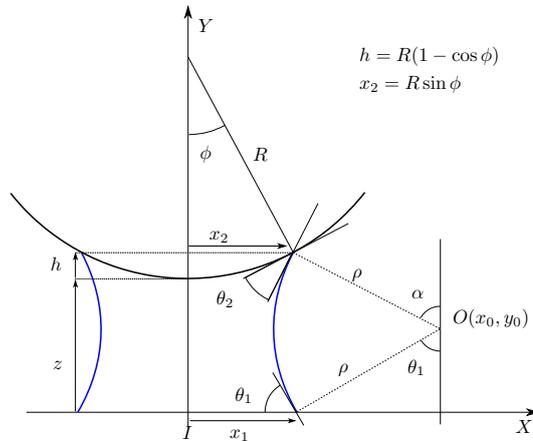
En utilisant l'équation du volume II.39 et les paramètres du cylindre (voir figure II.4), une expression mathématique similaire à l'équation II.40 peut être trouvée entre V et h .

Malheureusement, h ne peut pas être trouvé analytiquement² et un algorithme numérique a été implémenté pour calculer la valeur de l'angle d'immersion ϕ .

L'expression de la force capillaire est déduite de la relation II.43 et est donnée par :

$$F = 2L\gamma \left(R \frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{z + R(1 - \cos \phi)} \sin \phi + \sin \alpha \right) \quad (\text{II.63})$$

²C'est la raison pour laquelle la relation a été étudiée, car elle possède une expression analytique dans le cas de l'interaction prisme/plan.

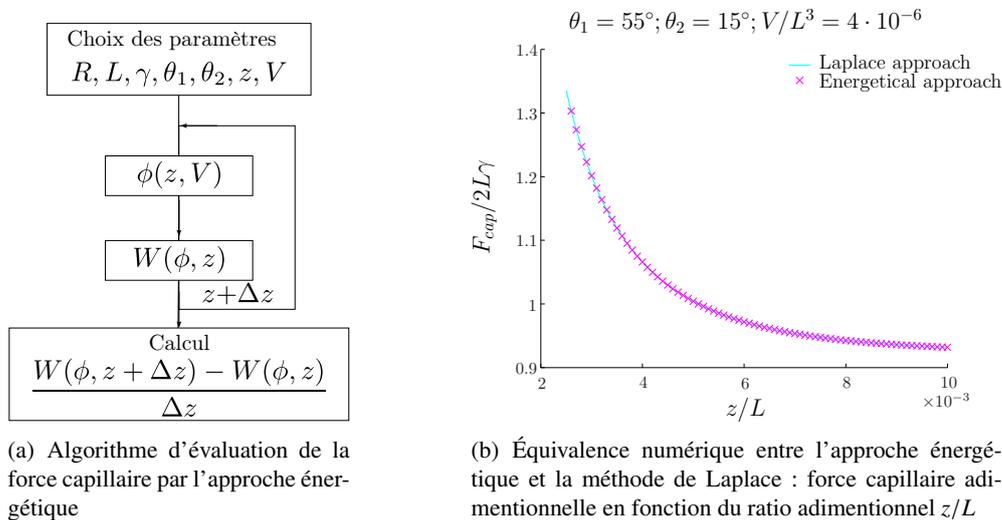


F . II.4 – Interaction cylindre/plan : Notations 2D

3.3.2 Équivalence numérique

En appliquant la méthode énergétique, une expression de l'énergie W similaire à l'équation II.56 est obtenue. Mais maintenant l'angle de remplissage ϕ dépend du volume V et de la distance de séparation z , et doit être extrait de manière numérique.

L'algorithme présenté en figure II.5 (a) calcule, pour un jeu de paramètres donné, l'angle ϕ et l'énergie W . La force capillaire peut ensuite être déduite en utilisant la dérivée de l'énergie W .



F . II.5 – Équivalence de l'approche énergétique et de la méthode de Laplace

Dans un premier temps, un jeu de paramètres est choisi dépendant des matériaux utilisés : rayon R et longueur L du cylindre, angles de contact entre le cylindre, le liquide et le plan θ_1 et θ_2 , la tension de surface du liquide γ , la distance de séparation z et le volume du ménisque V . Le but est de déterminer la force à partir de l'énergie par l'expression de la dérivée :

$$\frac{W(\phi, z + \Delta z) - W(\phi, z)}{\Delta z}$$

L'angle de remplissage ϕ doit d'abord être déterminé, puis l'énergie d'interaction pour une distance z donnée, la distance est alors incrémentée de Δz et le calcul recommencé pour ces nouveaux paramètres. La force est ainsi déduite par l'expression précédente.

Les deux approches, énergétique et celle basée sur l'équation de Laplace, sont comparées en figure II.5 (b) en traçant la force capillaire normalisée $\bar{F} = F/2L\gamma$ en fonction du ratio z/L .

La figure montre une nouvelle fois l'équivalence des deux modèles. Comme l'approche de Laplace est plus simple d'emploi du fait de sa formulation analytique, l'expression II.63 sera utilisée dans la suite du document et pour évaluer les forces capillaires en connaissant le degré d'hygrométrie.

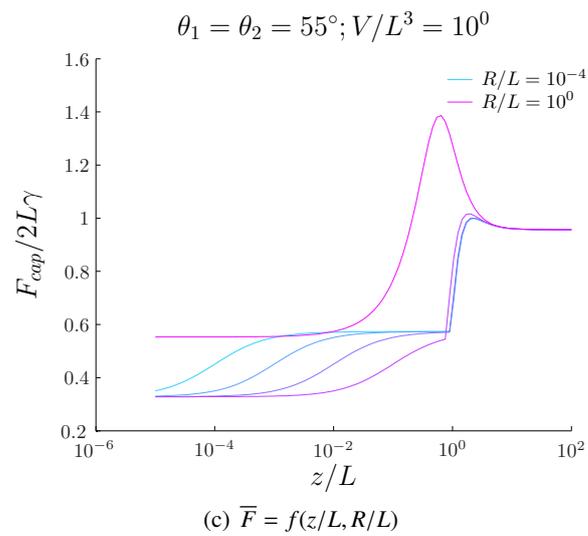
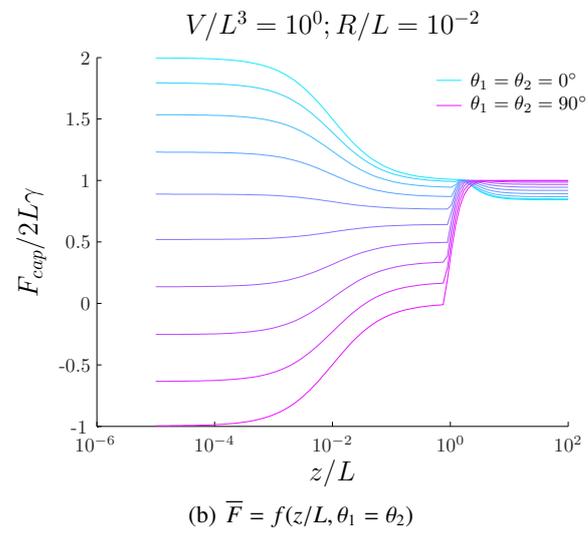
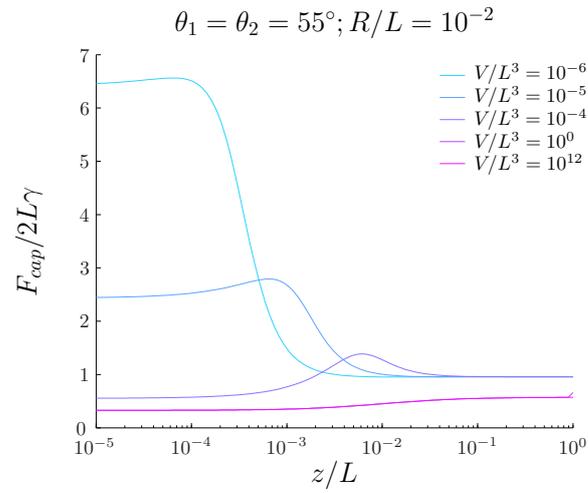
3.3.3 Résultats numériques

Dans les figures II.6(a)–(c), la force capillaire normalisée $\bar{F} = F/2L\gamma$ est exprimée en utilisant des nombres adimensionnels : θ_1 , θ_2 , V/L^3 , z/L and R/L , puis elle est tracée en fonction du ratio z/L lui aussi sans dimension.

La figure (a) montre les variations de la force \bar{F} en fonction du ratio V/L^3 . La force capillaire \bar{F} augmente lorsque le volume V et la distance de séparation z diminuent. Pour des valeurs élevées du ratio z/L et du ratio V/L^3 , la force \bar{F} converge vers 1.

La figure (b) montre les variations de la force \bar{F} en fonction des angles de contact $\theta_1 = \theta_2 (\equiv \theta_s)$. Pour un ratio z/L plus grand que 1, la force \bar{F} semble demeurer constante quelles que soient les valeurs de θ_s , à $\bar{F} \approx 1$. Pour des valeurs faibles de θ_s , la force diminue lentement lorsque z/L diminue. Quand les valeurs de θ_s augmentent et que le ratio z/L diminue, la force \bar{F} diminue rapidement jusqu'au ratio $z/L = 1$, puis lentement après ce ratio.

La figure (c) montre les variations de la force \bar{F} en fonction du ratio R/L . Nous observons un comportement différent pour un ratio $z/L=1$, lorsque nous nous rapprochons du ratio $z/L=1$ (par valeurs supérieures), la force capillaire augmente jusqu'à passer par un maximum, après ce pic, la force décroît pour devenir constante lorsque la distance de séparation diminue. La valeur de ce pic augmente lorsque le ratio R/L diminue.



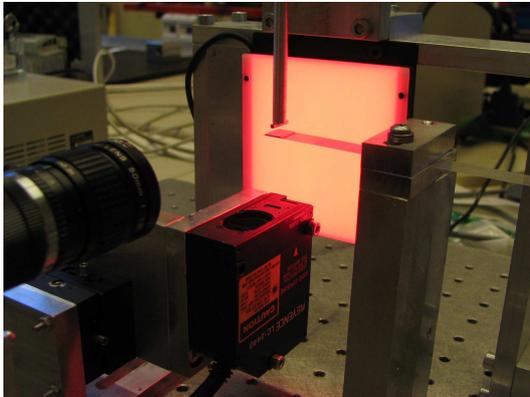
F . II.6 – Interaction cylindre/plan : Abaques des forces capillaires

3.4 Validation expérimentale

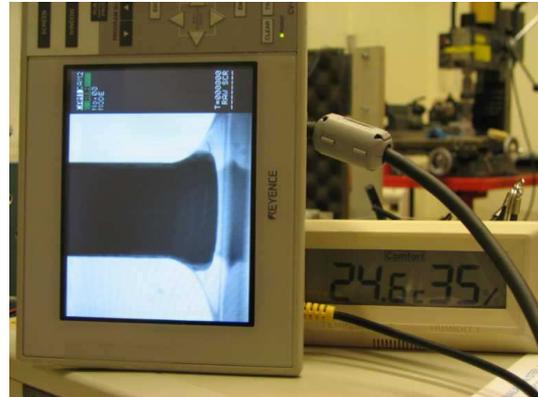
Après avoir démontré l'équivalence des formulations, nous nous intéressons à l'analyse expérimentale adimensionnelle pour valider notre approche. Cette partie présente les résultats obtenus pour quelques combinaisons cylindre-composant-liquide à l'échelle millimétrique.

3.4.1 Description du banc expérimental

Le banc de mesure consiste simplement à mesurer la force et la déflexion d'une lame en utilisant un capteur de déplacement sans contact par l'intermédiaire d'un système laser/photodiode. Le système est présenté en figure (a) et est décrit en détails dans [144]. Les expériences mettent en jeu divers cylindres de différents diamètres, ceux-ci sont attachés à un porte-outil mobile (angle de rotation et translation selon l'axe perpendiculaire à la poutre).



(a) Dispositif de mesure des forces capillaires à l'échelle millimétrique.



(b) Mesure des angles de contact.

F . II.7 – Banc d'essais et mesure d'angles de contacts.

3.4.2 Expériences comme entrées du modèle

Angles de contact statique. Comme les angles de contact θ_i constituent les entrées du modèle, il est nécessaire de les mesurer pour différentes combinaisons de liquides–solides. Pour chaque configuration, le ménisque a été imagé 5 fois pour les angles de contact en phase avance et retrait (figure II.7(b)). Ces angles sont mesurés 3 ou 4 fois. Cette expérience a été réalisée à une vitesse presque nulle (quelques μms^{-1}).

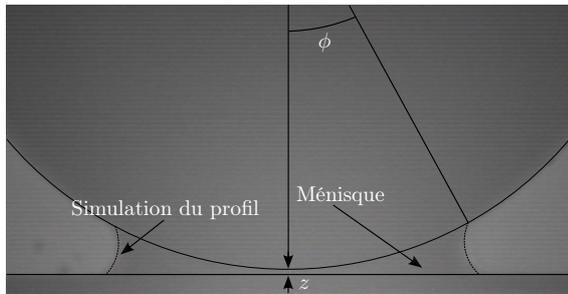
Les résultats sont présentés dans le tableau II.2 où le liquide I est de l'eau ($\gamma = 72 \text{ mN/m}$) et le liquide II de l'huile de silicon (R47V50, $\gamma = 20,8 \text{ mN/m}$). Les deux composants testés sont de l'acier (St) et du silicium (Si). Les objets sont deux cylindres d'acier (GC-St-0x) de 2 et 3 mm de diamètre avec une longueur de 11,9 mm. Les angles mesurés ont été moyennés (θ_A et θ_R) et leurs déviations standards calculées (σ_{θ_A} et σ_{θ_R})

Volume de liquide. Le volume de liquide est calibré au moyen d'une pipette manuelle dispensant un volume de 0,1 à 2,5 μL par pas de 2nL ou estimé en surimposant le ménisque simulé sur la forme du ménisque expérimental (voir la figure II.8(a)). Le volume V , dépendant de ϕ et z , peut être calculé avec une expression similaire à II.40 comme décrit dans la section 3.3.2.

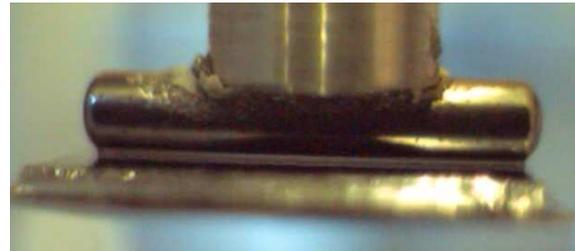
Liquide	Solide	θ_A (°)	θ_R (°)	σ_{θ_A} (°)	σ_{θ_R} (°)
H ₂ O (I)	St	93.6	62.1	7.1	3
H ₂ O (I)	Si	55.4	28.2	12.5	3
H ₂ O (I)	GC-St-0x	86.7	55	3.8	10
Oil (II)	St	26	16.7	3.2	2.9
Oil (II)	Si	29	17.8	7.6	3.7
Oil (II)	GC-St-0x	21.8	17.3	4.8	3.4

T . II.2 – Angles de contact (avance et retrait)

La figure (b) présente une vue de profil d'un ménisque d'huile de silicone de 0.5 μ L obtenu entre un cylindre d'acier et une lame de Silicium. Pour cette configuration, le ménisque se situe le long de l'axe comme attendu dans le modèle.



(a) Mesure des volumes à partir d'une photo de ménisque

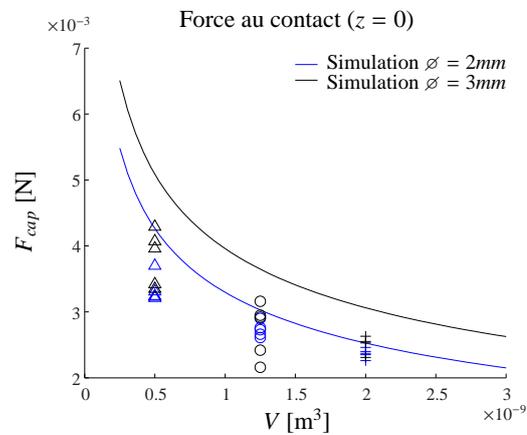


(b) Ménisque le long de l'axe du cylindre

F . II.8 – Vue de profil (a) et vue latérale (b) du ménisque

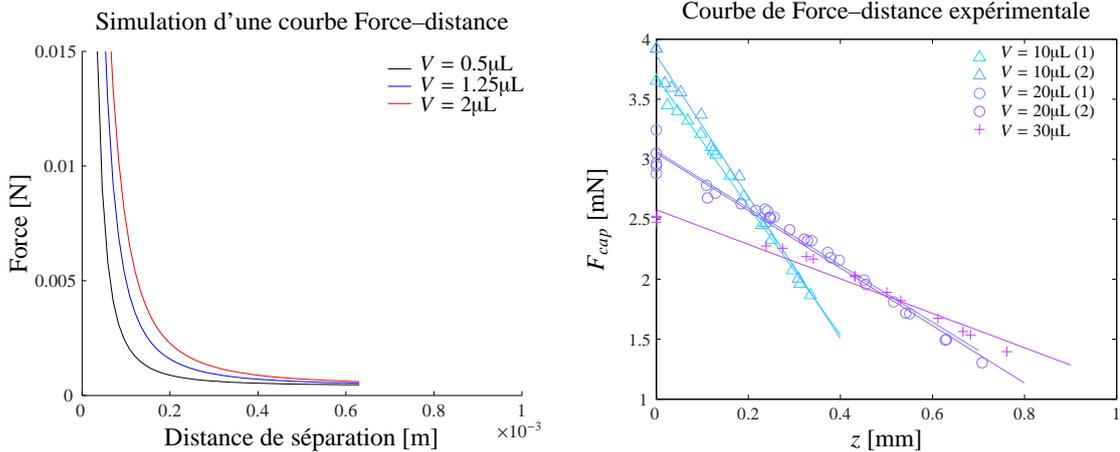
3.4.3 Force au contact

Cette section présente brièvement une courbe de force au contact obtenue lorsque la distance entre le cylindre et le composant est égale à zéro ($z = 0$). La figure II.9 montre la force F en fonction du volume V , le modèle est en accord pour les petits diamètres et pour les larges volumes de liquide.

F . II.9 – Force au contact pour GC-Si-0x avec de l'huile de silicone, points expérimentaux pour $V = 0.5\mu\text{L}$ (Δ), $V = 1.25\mu\text{L}$ (\circ), $V = 2\mu\text{L}$ (+)

3.4.4 Courbes de force selon la distance

Cette section présente des simulations et résultats expérimentaux pour des courbes de force-distance réalisées avec une distance z différente de zéro. La figure (a) présente la force capillaire F tracée en fonction de cette distance z . La force est exercée sur un cylindre de 2mm de diamètre sur un composant en silicium pour différents volumes d'huile de silicone.



(a) Courbe de force-distance pour la configuration GC-Si-O₂ avec l'huile de silicone.

(b) Courbes de Force-distance.

Fig. II.10 – Courbe de force-distance, simulation (a) et expérience (b)

L'augmentation de la distance de séparation entre le cylindre et le composant fait décroître la force. Cette remarque signifie que l'effet d'adhésion dû aux forces capillaires peut être réduit ou supprimé en augmentant cette distance.

La figure (b) présente les courbes de force-distance expérimentales réalisées avec un cylindre en aluminium de 15mm de diamètre sur une lame de silicium pour différents volumes d'huile de silicone : 10 μL (Δ), 20 μL (\circ), and 30 μL (+). Deux jeux de données sont présentés pour un volume de 10 et 20 μL présentant une bonne reproductibilité de la mesure de la force capillaire. Nous pouvons noter que la force au contact pour $z = 0$ décroît lorsque le volume de liquide augmente. La force capillaire augmente quand le volume V et la distance de séparation z diminuent.

Nous remarquons que la simulation tend vers l'infini lorsque la distance de séparation tend vers zéro, ce cas n'est pas pris en compte dans la simulation, alors qu'il est nettement visible dans la courbe expérimentale présentée en figure (b). Pour des distances de séparation non nulles, le modèle développé représente une bonne approximation de la force réelle, compte tenu des hypothèses utilisées (ménisque situé le long du cylindre).

3.5 Conclusion

Il a été démontré qu'en utilisant une interaction simple prisme/plan, l'approche de Laplace et l'approche énergétique sont équivalentes pour évaluer la force capillaire. Ce résultat est utilisé pour démontrer numériquement la même équivalence dans le cas d'une interaction cylindre/plan. L'évaluation analytique de cette force est effectuée à l'échelle millimétrique à partir d'une analyse adimensionnelle. Cette formulation peut être utilisée pour décrire les interactions entre un nanotube/nanofil et une surface recouverte d'une pellicule de liquide.

4 Force de *Pull-off*

Lorsqu'un objet est en contact avec un substrat, ses caractéristiques intrinsèques doivent être connues pour estimer la force nécessaire, appelée force de *Pull-off*, pour détacher l'objet du contact. Il existe de nombreuses théories pour estimer cette force dans le cadre de l'interaction entre un plan et une sphère (théories de Hertz, JKR, DMT). On pourra se référer à Maugis [145] pour plus détails sur cette problématique.

Ici, nous nous intéressons à l'estimation de cette force dans le cadre d'une interaction entre un cylindre et un plan. L'objectif est l'utilisation de cette formulation pour estimer les forces de serrage pour par exemple saisir un nanotube de carbone.

4.1 Formulation du problème

Cette approche est basée sur une méthode énergétique et s'inspire des travaux de Barquins *et al.* [146]. Nous examinons la force d'adhésion entre un cylindre rigide et un demi-plan élastique. Le cylindre est supposé long et rigide, avec un poids W , de rayon R et de longueur l , en contact avec la surface plane et régulière d'un solide élastique, caractérisé par son module de Young E et son coefficient de Poisson ν . Soumis à une force P appliquée par unité de longueur, $P = W/L$, à partir de la théorie de Hertz [147, 148] pour le contact, nous pouvons définir la demi-longueur du contact b_H comme :

$$b_H = \left(\frac{4PR(1-\nu^2)}{\pi E} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.64})$$

Cependant comme Johnson *et al.* [149] l'ont montré, en 1971 pour des sphères en contact, les calculs de Hertz ne prennent pas en compte les forces attractives intermoléculaires. Celles-ci contribuent à augmenter la surface du contact, la demi-longueur b du contact avec le cylindre est alors plus grande que celle proposée par la théorie de Hertz b_H .

Nous assumons que la taille actuelle de b résulte de l'action d'une pression apparente de Hertz $P_1 > P$ en l'absence des effets de l'énergie de surface. Sa valeur peut être exprimée par une équation similaire à l'équation précédente :

$$b = \left(\frac{4P_1R(1-\nu^2)}{\pi E} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.65})$$

Ensuite, pour une longueur constante, nous pouvons diminuer la pression par unité de longueur de la valeur fictive P_1 à la valeur actuelle P en augmentant l'énergie de surface. Cette procédure crée une tension normale aux bords de la surface de contact, similaire à celle provoquée par le déplacement vertical d'un poinçon de forme rectangulaire, avec la même longueur l que le cylindre, et une largeur égale à $2b$. Évidemment, la procédure précédente assume que le degré d'indentation de la surface, par le cylindre rigide, est faible c'est à dire que la largeur de la surface de contact est très petite par rapport à la longueur du cylindre.

La force P_1 est reliée à la demi-largeur de contact par la dernière équation :

$$P_1 = \frac{\pi E b^2}{4R(1-\nu^2)} \quad (\text{II.66})$$

À l'équilibre, la pression P , appliquée par unité de longueur peut s'exprimer selon :

$$P = \frac{\pi E b^2}{4R(1-\nu^2)} - \left(\frac{2\pi E b w}{(1-\nu^2)} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.67})$$

où w est l'énergie d'adhésion de Dupré, déterminée à partir des énergies de surfaces γ_1 et γ_2 et de l'énergie à l'interface γ_{12} des solides 1 et 2 en contact selon :

$$w = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (\text{II.68})$$

Pour un contact entre un cylindre rigide et un demi-plan élastique, la force d'adhésion P_c par unité de longueur ou force de *Pull-off* est égale à :

$$P_c = -3 \left(\frac{\pi E w^2 R}{16(1-\nu^2)} \right)^{\frac{1}{3}} = -3P_1 \quad (\text{II.69})$$

et la demi-largeur de la surface de contact correspondante b_c lors de l'équilibre final :

$$b_c = \left(\frac{2wR^2(1-\nu^2)}{\pi E} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{II.70})$$

Par conséquent, un cylindre rigide, pour lequel le poids par unité de longueur est plus petit que la valeur absolue de P_c reste à l'équilibre en contact avec un plan élastique à cause des effets de l'énergie de surface.

4.2 Équations d'équilibre adimensionnelles

En utilisant les formes normalisées des force et longueur :

$$\bar{P} = \frac{P}{\left(\frac{\pi E w^2 R}{16(1-\nu^2)} \right)^{\frac{1}{3}}} \quad \text{et} \quad \bar{b} = \frac{b}{\left(\frac{2wR^2(1-\nu^2)}{\pi E} \right)^{\frac{1}{3}}} \quad (\text{II.71})$$

La relation à l'équilibre s'écrit simplement comme :

$$\bar{P} = \bar{b}^2 - 4\bar{b}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.72})$$

Tandis que l'équation déduite de la théorie de Hertz peut s'écrire comme :

$$\bar{P} = \bar{b}^2 \quad (\text{II.73})$$

Par exemple, nous pouvons déterminer l'énergie de Dupré, w , à partir de l'expression de b_c , en fixant le couple (b_c, R) . L'expression de w est alors donnée par :

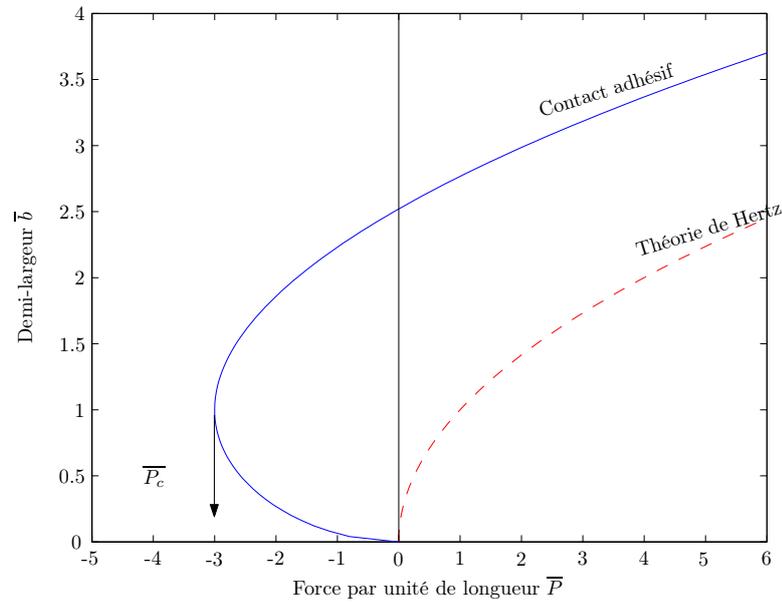
$$w = f(b_c, R) = \frac{\pi E b_c^3}{2R^2(1-\nu^2)} \quad (\text{II.74})$$

Cette expression peut être introduite dans l'expression de la force de *Pull-off* P_c :

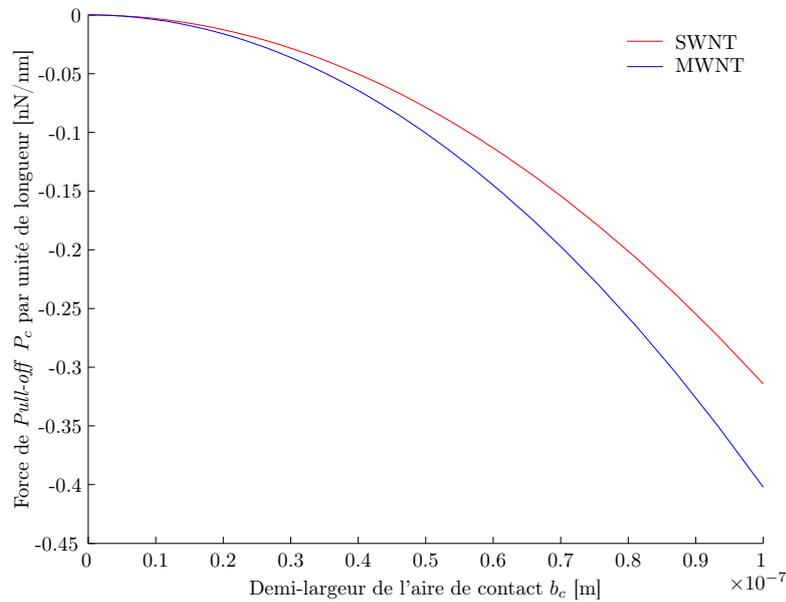
$$P_c = g_1(w, R) = g_2(b_c, R) \quad (\text{II.75})$$

où

$$P_c = -3 \left(\frac{\pi E R}{16(1-\nu^2)} \cdot \left(\frac{\pi E b_c^3}{2R^2(1-\nu^2)} \right)^2 \right)^{\frac{1}{3}} = -3 \frac{\pi E b_c^2}{4R(1-\nu^2)} \quad (\text{II.76})$$



F . II.11 – Demi-largeur de la surface de contact à l'équilibre entre un cylindre rigide et la surface régulière d'un solide élastique comme fonction de la force par unité de longueur, en coordonnées réduites. Pour comparaison la courbe de Hertz classique est donnée.



F . II.12 – Force de *Pull-off* par unité de longueur pour un nanotube de Carbone (CNT) de rayon R égal à 100 nm pour différentes demi-largeurs de contact. $E_{SWNT} = 1 \cdot 10^6$ MPa et $E_{MWNT} = 1,28 \cdot 10^6$ MPa

L'énergie de Dupré w peut aussi être obtenue à partir de la constante de Hamaker, par exemple, pour l'interaction entre un nanotube et une surface de Silicium :

$$w = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} = \sqrt{\gamma_1 \cdot \gamma_2} \quad \text{avec} \quad A = 2,1 \cdot 10^{-21} \gamma \quad (\text{II.77})$$

En utilisant les constantes de Hamaker des Nanotubes de Carbone et de la surface de Silicium, les énergies de surface γ_{CNT} et γ_{Si} peuvent s'exprimer comme :

$$\begin{aligned} A_{CNT} &= 3,7 \cdot 10^{-19} \text{ J} & \gamma_{CNT} &= 176 \text{ mN/m} \\ A_{Si} &= 25,8 \cdot 10^{-20} \text{ J} & \gamma_{Si} &= 123 \text{ mN/m} \end{aligned}$$

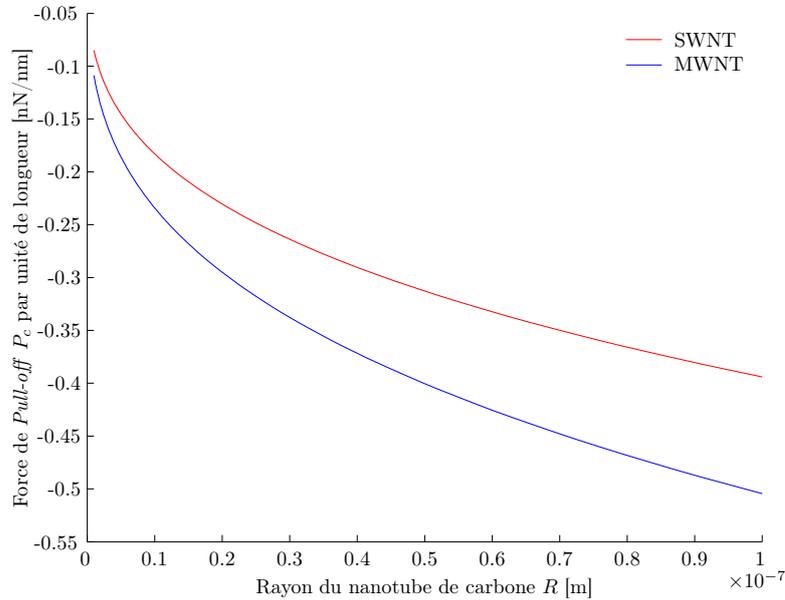
L'énergie d'adhésion peut être approchée par :

$$w_{Si-CNT} = \sqrt{\gamma_{Si} \cdot \gamma_{CNT}} = 294 \cdot 10^{-3} \text{ N/m} \quad (\text{II.78})$$

La demi-largeur b_c de la surface du contact peut être alors déduite pour un rayon donné :

$$b_c = \left(\frac{2w_{Si-CNT}R^2(1-\nu^2)}{\pi E} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{II.79})$$

Et la force de *Pull-off* par unité de longueur peut être déduite de l'équation précédente.



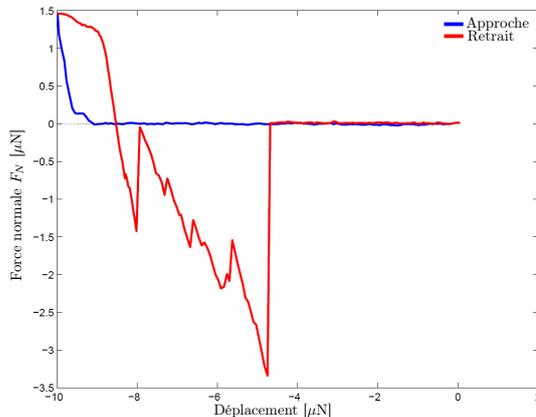
F . II.13 – Force de *Pull-off* par unité de longueur P_c en fonction du rayon R pour les deux types de nanotubes de carbone SWNT et MWNT

Deux méthodes sont employées pour trouver la force de *Pull-off*. La première est basée sur la demi-largeur de la surface du contact entre un cylindre et un plan. La seconde est basée sur le calcul de la constante de Hamaker, pour trouver le travail d'adhésion. Elle permet une utilisation simple dans le cadre de simulations de tâches de manipulations. L'intérêt de connaître la force de *Pull-off* d'un cylindre attaché à une surface est que l'on peut avoir une idée de la force nécessaire pour le détacher du substrat et par conséquent dimensionner le préhenseur pour développer la force requise.

4.3 Validation expérimentale

Nous avons essayé de valider ces résultats sur un AFM à partir d'un partenariat avec le LAB ou Laboratoire d'Automatique de Besançon (devenu le Département Automatique et Systèmes Micro-Mécatroniques (AS2M)). Les expériences ont été réalisées sur des amas de nanotubes et ne sont pas concluantes pour valider notre approche.

La figure suivante II.14(b) représente une courbe d'approche–retrait réalisée sur un amas de nanotubes II.14(a). Nous observons de nombreux décrochements qui semblent être des forces de *Pull-off* successives. Ce comportement est peut être dû aux décrochements des nanotubes accrochés à la pointe de la poutre AFM.



(a) Courbe d'approche–retrait réalisée sur un amas de Nanotubes



(b) Poutre AFM en contact avec un amas de Nanotubes de Carbone

F . II.14 – Expériences réalisées sur un amas de nanotubes

Les quelques expériences menées sur les amas de nanotubes (figure (b)) ne nous donnent pas de résultats concluants.

5 Conclusion

Ce chapitre est consacré à la description des différents phénomènes agissant à l'échelle micro/nanoscopique et présente les forces à distance et les forces de contact. Les modèles issus de la littérature sont abordés. Ceux-ci supposent des caractéristiques quasi idéales, ou du moins parfaitement définies tant au niveau des surfaces que des conditions ambiantes.

En premier lieu, les forces de van der Waals sont abordées, et l'importance de la constante de Hamaker soulevée. Ce paramètre n'est pas forcément connu pour les matériaux comme les nanotubes de carbone dont il existe une grande variété. Cette valeur revêt une importance capitale pour le calcul des forces de van der Waals. Ainsi une valeur de cette constante est proposée et calculée de façon empirique et les interactions de van der Waals peuvent être estimées.

Dès la présence d'une pellicule de liquide à la surface d'un matériau, les forces capillaires apparaissent et son étude est alors indispensable. Comme c'est le cas lors d'expériences en milieu ambiant, cette mince pellicule est due à la condensation. Un modèle d'interaction adimensionnel a été développé spécifiquement pour la géométrie cylindrique pouvant ainsi être utilisé pour représenter l'interaction d'un nanotube et d'une surface.

Il est présomptueux et illusoire de vouloir définir avec exactitude la valeur des forces d'adhésion qui s'appliquent à chaque contact lors d'une opération complexe de manipulation. Mais ces modèles permettent de mieux comprendre l'influence de divers paramètres sur la préhension d'objets micro et nanoscopiques. Ils seront exploités pour définir des stratégies de manipulation en environnement ambiant ou pour des outils de réalité augmentée associée à la tâche de manipulation sous microscope électronique.

Synthèse d'une plate-forme hybride de caractérisation et de manipulation

Le propos de ce chapitre est de montrer les différentes étapes de la conception de la plate-forme dédiée à la manipulation d'objets de taille submicronique et nanoscopique. Différents objectifs étaient recherchés au travers de cette plate-forme :

- proposer de nouvelles méthodes de caractérisation physique, comme par exemple, la mesure de masses et/ou de positions de divers objets, ou la mesure de la raideur en torsion des poutres utilisées, ou encore l'étalonnage du système de mesure,
- proposer des méthodes originales de manipulation sous microscope optique à partir des résultats déjà acquis dans le domaine de la manipulation contrôlée par adhésion,
- explorer de nouvelles pistes de manipulation pour des objets de taille inférieure à la limite optique,
- utiliser cette plate-forme pour étalonner les différents systèmes haptiques dans le cadre du projet déjà présenté NanoRAC.

Pour atteindre ces objectifs, nous nous sommes intéressés à définir une nouvelle plate-forme issue de l'expérience acquise au cours des dernières années. L'un des points clefs est la nécessité d'atteindre une résolution et une reproductibilité forte en terme de déplacements et d'efforts. Ce dernier point est particulièrement crucial et fera l'objet dans ce chapitre d'une importante étude autour de la calibration de la chaîne de mesure des efforts d'interaction.

Dès 1998, [122] pose les fondations de la micromanipulation par adhésion au Laboratoire de Robotique de Paris (ancien nom du laboratoire actuel), en exposant les principes d'interactions. Par la suite deux prototypes verront le jour [*mü*]MAD [1] et [*mü*]MAD2 [2] apportant leurs lots d'évolutions, tant en terme de design, qu'en terme de fonctionnalités (mesure dynamique, asservissement en efforts et visuel, télémanipulation...) pour la manipulation d'objet à l'échelle de la dizaine de micromètres (20 μm et plus).

Dans ce travail dédié à l'étude de la nanomanipulation sous différents angles (exploitation de différents systèmes de vision, exploration plus large en termes de géométrie des objets...), la taille recherchée (sous la barre des dix microns avec un objectif d'atteindre la centaine de nanomètres) a nécessité la fabrication d'une plate-forme dédiée, ouverte, et évolutive.

L'objet de ce chapitre est de définir les différentes composantes de cette plate-forme expérimentale dédiée à la caractérisation et la manipulation d'objets et la mise en œuvre des outils associés pour des

tâches automatisées. L'outil choisi est ainsi de type monodigital (un doigt actif) dont la mesure de l'effort d'interaction entre cet outil et l'objet peut être effectuée à partir de sa déflexion soit par une mesure piézorésistive, soit par une mesure *via* laser. Connaissant la raideur de l'outil, l'effort est ensuite évalué à partir de cette déflexion. Le système choisi pour la mesure des efforts utilise ainsi des techniques issues du Microscope à Force Atomique (AFM), outil développé par [8] il y a une vingtaine d'année.

La calibration en force normale et latérale de cet outil est abordée en détails, en prenant en compte la chaîne de mesure dans son ensemble pour affiner sa résolution intrinsèque. Une nouvelle méthode de calibration a ainsi été mise au point. Celle-ci s'appuie sur une poutre piézorésistive comme capteur pour calibrer le second système composé d'une poutre et de la photodiode. Cette méthode est illustrée au travers d'un exemple complet de processus de calibration. Dans un premier temps, la raideur normale de la poutre piézorésistive est déterminée puis son capteur étalonné. Ensuite, la raideur latérale de diverses poutres est calibrée indépendamment de leur géométrie.

Une attention particulière est portée à la calibration de la photodiode et à la détermination du facteur de conversion en force. Une méthode a été mise au point afin d'étendre la plage de mesures de la photodiode. En effet, la conversion de la tension en force peut être considérée comme linéaire sur une certaine zone, proche du centre de la photodiode. Au-delà, des non-linéarités apparaissent. En observant les courbes de réponse de la photodiode, une fonction d'approximation particulière, basée sur une courbe sigmoïdale, peut être déterminée. Cette dernière est ensuite utilisée pour augmenter la résolution de ce capteur.

Ce chapitre aborde ainsi la conception de la plate-forme à partir des travaux précédents et les différentes techniques de calibration développées pour atteindre une résolution en adéquation avec la taille des objets.

1 Description du dispositif expérimental

Deux objectifs à la fois couplés et distincts ont guidé la réalisation de cette plate-forme expérimentale : la manipulation d'objets et la caractérisation physique des propriétés de ces objets. Le Microscope à Force Atomique est un outil pour ces deux types d'opérations aux échelles considérées. S'il est possible de mettre en place des stratégies évoluées de manipulation basée sur la mesure d'effort, des stratégies dépendantes de la vision ne sont possibles aujourd'hui qu'en ajoutant un dispositif de vision extérieur. En effet, un AFM ne peut pas imager une surface et manipuler en même temps.

Les dispositifs précédents [mü]MAD et [mü]MAD2 étaient bâtis autour d'un microscope optique comme dispositif de vision. Notre plate-forme ne déroge pas à la règle, et s'articule aussi autour de ce même microscope.

1.1 Cahier des charges

Notre plate-forme doit respecter certaines spécifications résumées ci-dessous :

- l'outil de manipulation et de caractérisation est un outil mono-digital, soit de type *tipless* pour les objets de taille microscopique, soit avec une pointe à son extrémité (*cantilever* classique des microscopes à champ proche). On privilégie la manipulation par contact adhésif ou par poussée. Pour atteindre cette voie originale, il faut être capable de mesurer différents types d'interactions. D'autres outils de type préhenseur (mais sans mesure d'effort) pourront aussi être testés en adéquation avec le projet NanoRAC,

- les objets à manipuler sont de formes variées (sphères, cylindres ...) entre 500 nm et 1 μ m pour la partie optique et moins si l'on veut utiliser des propriétés fonctionnelles issues de la microscopie à force atomique,
- la plage de mesure des efforts s'étend du nN au μ N,
- les efforts à mesurer sont les forces normale et latérale pour atteindre des stratégies de manipulation évoluées,
- le système peut être téléopéré à distance pour répondre aux spécificités du projet NanoRAC.

1.2 Les différents composants

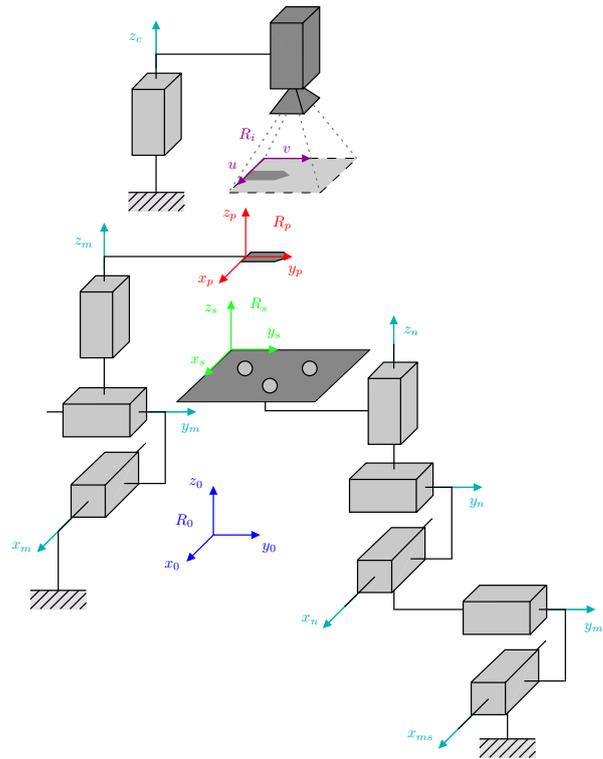
La plate-forme s'articule autour de cinq blocs particuliers : le porte-outil, le porte-échantillon, le dispositif de mesure, la colonne de vision et le poste de contrôle-commande. Les spécifications matérielles sont données en annexe B. La figure III.1 ci-après présente la plate-forme de manipulation placée sur une table anti-vibration, permettant de limiter l'influence de vibrations parasites extérieures sur les mesures. Le dispositif se situe dans une salle grise, sous une hôte à flux laminaire, sous environnement contrôlé. La figure III.2 de la page ci-après présente le schéma cinématique de la plate-forme, mettant en lumière les différents axes de translation du dispositif : porte-outil, porte-échantillon et colonne de vision (pour l'autofocus).



F . III.1 – Vue d'ensemble de la plate-forme de caractérisation et de manipulation

1.2.1 Le porte-outil

La plate-forme se voulant modulaire, celle-ci doit permettre une interchangeabilité aisée des outils. Le porte-outil présenté sur la figure III.3 se compose de deux parties : un bloc déplacement et un porte



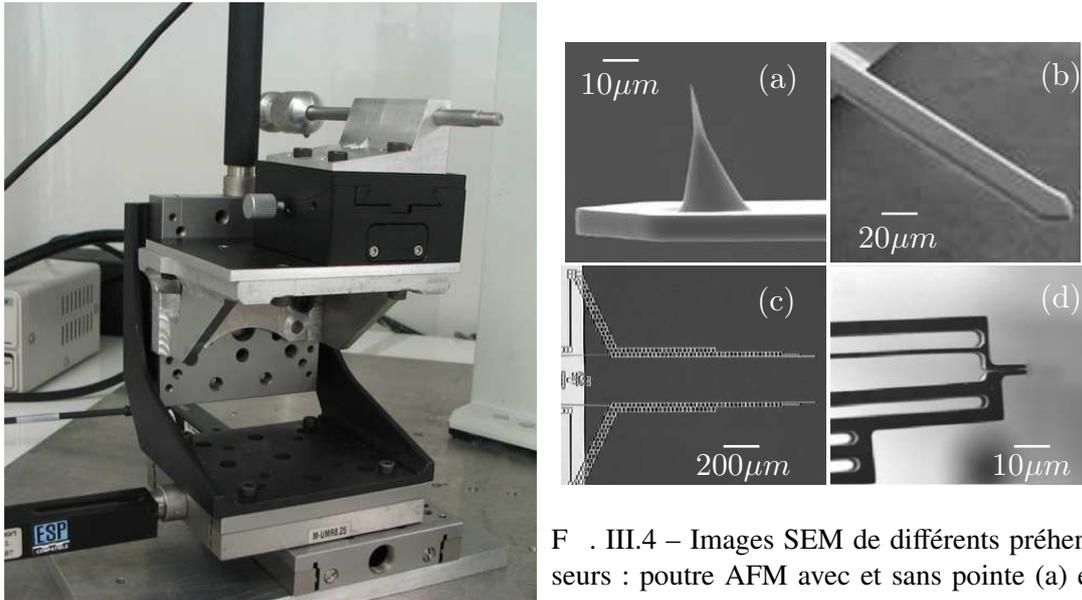
F . III.2 – Schéma cinématique de la plate-forme NanoMAD

préhenseur. Le bloc déplacement se compose d'un module de translation dans les 3 directions XYZ (moteurs linéaires Newport de course 25 mm et de résolution 50 nm) permettant le placement de l'outil dans l'espace de travail et d'un module de rotation θ (goniomètre Edmund Optics de rotation $\pm 15^\circ$ et de résolution $0,2^\circ$) permettant d'ajuster l'angle d'approche de l'outil. Le porte préhenseur permet d'adapter différentes têtes instrumentées utilisables pour les opérations de manipulation et/ou de caractérisation. La figure III.4) ci-dessous présente les différents préhenseurs dont les têtes peuvent être pourvues.

Les préhenseurs utilisés sont de deux types : les préhenseurs mono ou multidigital. Les premiers sont issus de la technologie AFM. Ce sont des poutres dotées ou non d'une pointe (*tip-cantilever* ou *tipless-cantilever*). Ces poutres sont utilisées à la fois comme outil de manipulation par mode contact et comme capteur d'effort sur un axe. Ainsi, la mesure de l'effort d'interaction est déduite de la mesure de la flexion de la poutre. Connaissant la raideur de la poutre (à partir de sa calibration), l'effort est ainsi déduit. Deux moyens de mesure de la flexion de la poutre sont utilisés. La première poutre est de type piézorésistive c'est à dire que la déflexion de la poutre est mesurée par un capteur à sa base. Ces poutres sont souvent utilisées dans nos manipulations car leur dextérité n'est pas contrainte par une mesure externe. Néanmoins, du fait de la gravure des éléments piézo-résistifs à leur base, elles possèdent une raideur élevée (de 20 à 40 N/m) et ne peuvent donc pas être utilisées pour des mesures de résolution du nanonewton. Pour les autres poutres, la déflexion sera mesurée en utilisant un laser externe. La mise en place de cette technique de mesure est décrite dans le paragraphe 1.2.3

Les derniers préhenseurs proposés sont issus de pinces macroscopiques transposées à la technologie Silicium. La première pince (c) est une micropince fabriquée par Nascatec GmbH¹ [150], la seconde

¹<http://www.nascatec.com/>



F . III.3 – Porte-outil motorisé.

F . III.4 – Images SEM de différents préhenseurs : poutre AFM avec et sans pointe (a) et (b), micropince (c), nanopince (d).

(d) est une nanopince fabriquée par MIC de l'Université du Danemark² [151, 152]. Ces deux centres de recherche sont partenaires du projet NanoRAC et notre plate-forme peut alors être utilisée comme système de test sachant que ces préhenseurs ne mesurent pas les efforts d'interaction. On retrouve ici la dualité entre la préhension multidigitale sans capteur d'effort ou la préhension monodigitale avec un capteur uniaxial *via* une mesure de déflexion par un capteur piézorésistif ou un laser.

Le préhenseur monodigital peut être monté sur une céramique piézoélectrique servant d'actionneur, celle-ci permettant d'une part la caractérisation dynamique des poutres utilisées mais aussi la mise en oeuvre de stratégies évoluées de manipulation/caractérisation d'objets. La céramique piézoélectrique utilisée est une PZT PIC 155 de chez PI Ceramics³. Soumise à une tension électrique, elle se déforme le long de son épaisseur.

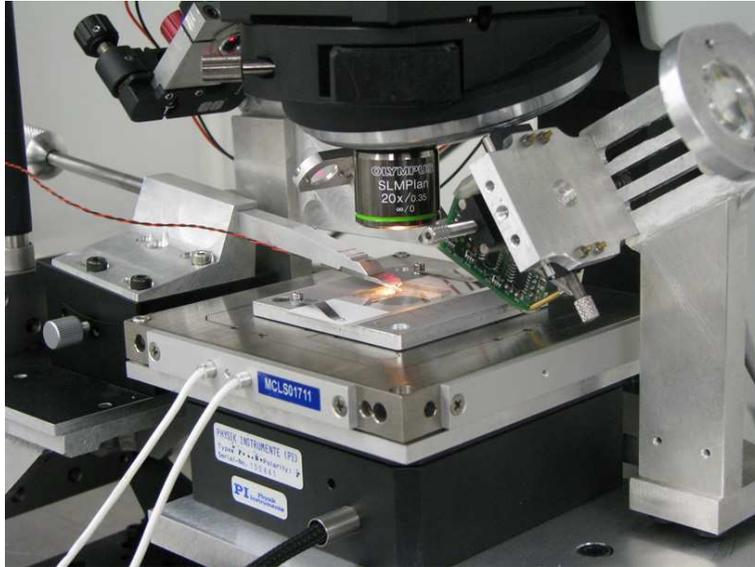
1.2.2 Le porte-échantillon

Le porte-échantillon est constitué de deux blocs de translation. Un nanotranslateur XY (plate-forme MAD City Lab de course 50 μm et de résolution 0,1 nm) est monté en série avec un nanotranslateur en Z (translateur PI de course 12 μm et de résolution 0,183 nm), conférant ainsi au système un espace de travail de 50 μm×50 μm×12 μm. Le dispositif assure une précision nécessaire et suffisante pour les objets à manipuler (entre 50 nm et 10 μm). Celui-ci est positionné sur une plate-forme de micropositionnement manuel afin d'effectuer les ajustements ne demandant que peu de précision (microtranslateurs Edmund Optics de course de 25 mm et de résolution 2 μm).

²<http://www.nanotech.dtu.dk/>

³<http://www.piceramic.de/>

L'échantillon ou substrat, généralement une lamelle porte-objets, est ensuite placé au centre de la plate-forme de nanotranslation XY-Z sous la colonne de vision, et est maintenu fixe grâce à des pinces amovibles.



F . III.5 – Plate-forme de nanositionnement XY-Z et dispositif de mesure d'efforts.

1.2.3 Le dispositif de mesure d'efforts

Cette mesure peut s'effectuer de deux façons selon la plage d'efforts envisagée :

- Si la gamme d'efforts se situe autour du μN alors la mesure peut être effective à partir d'une poutre piézorésistive comme sur les plate-formes précédentes [mü]MAD [1] et [mü]MAD2 [2]. Un pont de Wheatstone se situant à la base de la poutre réalise une mesure directe de l'effort appliqué sur un objet *via* la mesure de la déflexion.
- Si la gamme d'efforts se situe autour du nN alors il n'est plus possible d'utiliser une poutre piézorésistive dont les raideurs actuelles sont supérieures à 20 N/m. La mesure de la déflexion est effectuée *via* un laser. Cette technique est issue de la microscopie à force atomique et atteint des résolutions atomiques en mesure de déplacement.

Un microscope à force atomique est généralement constitué d'un levier (ou poutre) associé à un tube piézoélectrique, ce dernier assurant les déplacements selon 3 axes et les oscillations nécessaires aux différents modes d'imagerie, et à un système laser/photodiode permettant la conversion intensité lumineuse/tension électrique pour la mesure d'effort. Sur notre plate-forme, le principe utilisé est le même, seul change le principe d'actionnement : une céramique piézoélectrique commandée en tension remplace le piezotube. Sa déformation est effectuée dans le sens de son épaisseur et assure les oscillations pour les études vibratoires du système.

Un AFM classique peut être utilisé pour la mesure de diverses propriétés de matériaux ou l'imagerie de surfaces. Notre dispositif est avant tout dédié à la manipulation et à la caractérisation d'objets et non à l'imagerie, celle-ci étant réalisée par la colonne de vision : microscope/objectif/caméra.

La différence majeure entre les deux systèmes provient du fait que dans un AFM classique, l'ensemble du dispositif de mesure laser/poutre/photodiode est solidaire, ce qui assure une mesure continue des efforts. Sur notre plate-forme, l'ensemble laser/photodiode est solidaire du bâti du microscope. La poutre est montée sur le porte-outil motorisé pour conférer au système sa dextérité. Pour avoir une mesure juste, notre poutre doit donc être fixe.

Une autre possibilité a été de considérer une autre hypothèse pour le montage du dispositif de mesure. L'ensemble laser/poutre/photodiode peut être monté sur le porte-outil motorisé. Ce choix implique une déportation de la photodiode (*via* un bras de levier). Cette solution a été rejetée car le bras de levier engendre des vibrations parasites affectant les mesures.

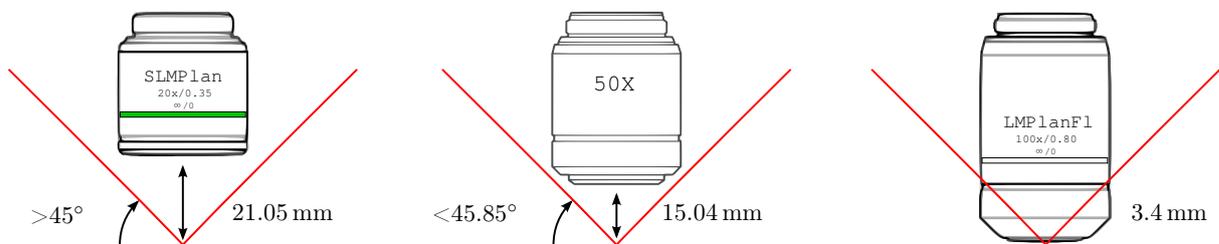
1.2.4 La colonne de vision

Le bloc vision se compose d'un microscope droit Olympus BX50WI disposant de différents objectifs (voir tableau III.1), surmonté d'une caméra numérique Sony. L'éclairage du substrat se fait par transmission. Cette propriété n'est valable que pour les surfaces transparentes (lamelles de verre par exemple). Lorsque le substrat est opaque (grilles de calibration par exemple), un éclairage direct de la surface est nécessaire. Celui-ci est réalisé au moyen de fibres optiques articulées : soit en lumière rasante (angle d'incidence entre 0 et 45°), soit en lumière perpendiculaire (en passant par la colonne du microscope *via* un objectif pour concentrer le faisceau lumineux).

Paramètres		Objectifs		
		20	50	100
G	Grandissement	20	50	100
O_N	Ouverture Numérique	0,35	0,45	0,8
f	Distance focale [mm]	9	3,6	1,9
WD	Distance de travail [mm]	21,05	15,04	3,4
Δ_m	Profondeur de mise au point [μm]	1,64	0,51	0,14
δ	Résolution radiale [μm]	1,05	0,81	0,46

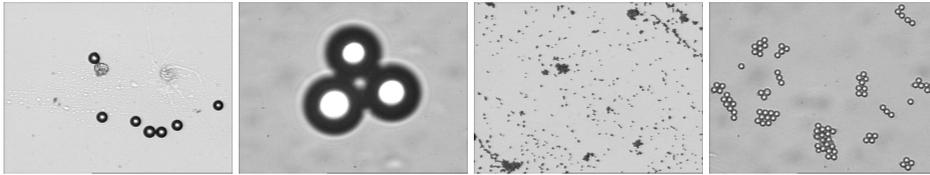
T . III.1 – Spécifications des objectifs utilisés : 20×, 50× et 100×.

Le choix de l'objectif est important, car il régie l'utilisation du dispositif de mesure. En effet, de la distance de travail de l'objectif dépend le trajet optique du laser. Ce dernier est fixé à 45° par rapport à l'axe de la colonne et donc de l'objectif. Si la distance de travail de l'objectif sélectionné est trop faible, le trajet optique est coupé et la mesure d'effort ne peut pas être effectuée.



F . III.6 – Choix des objectifs par rapport au trajet optique du laser.

La figure III.6 ci-dessus présente les trajets optiques pour les différents objectifs utilisés. Elle fait apparaître clairement la possibilité d'utiliser les objectifs 20× et 50× pour la mesure d'effort avec un levier optique, mais pas le 100×. Celui-ci pourra par exemple, être utilisé conjointement, avec une poutre



F . III.7 – Billes de 20 μm et 2 μm sous différents objectifs : 20 \times et 100 \times

piézorésistive si une mesure d'effort, même peu précise pour les objets en présence, importe.

La faible dimension des objets observés (entre 500 nm et 10 μm) conduit à étudier également le dispositif optique selon une approche ondulatoire de la lumière. Un objet de dimension d'ordre de grandeur égale à la longueur d'onde de l'éclairage diffracte la lumière. L'image produite prend alors la forme d'une tâche d'Airy dont le lobe central a pour diamètre :

$$D = \frac{1,22\lambda}{O_N}, \quad (\text{III.1})$$

où λ représente la longueur d'onde de l'éclairage. Pour pouvoir discriminer deux objets ponctuels, le critère de Rayleigh énonce que les centres de leurs deux tâches d'Airy doivent être séparés au minimum par leur rayon. Ainsi, les détails les plus fins qui puissent être observés sont donnés par

$$\delta = \frac{0,61\lambda}{O_N}. \quad (\text{III.2})$$

Les résolutions radiales sont données dans le tableau III.1 pour une longueur d'onde moyenne du spectre visible $\lambda = 600 \text{ nm}$.

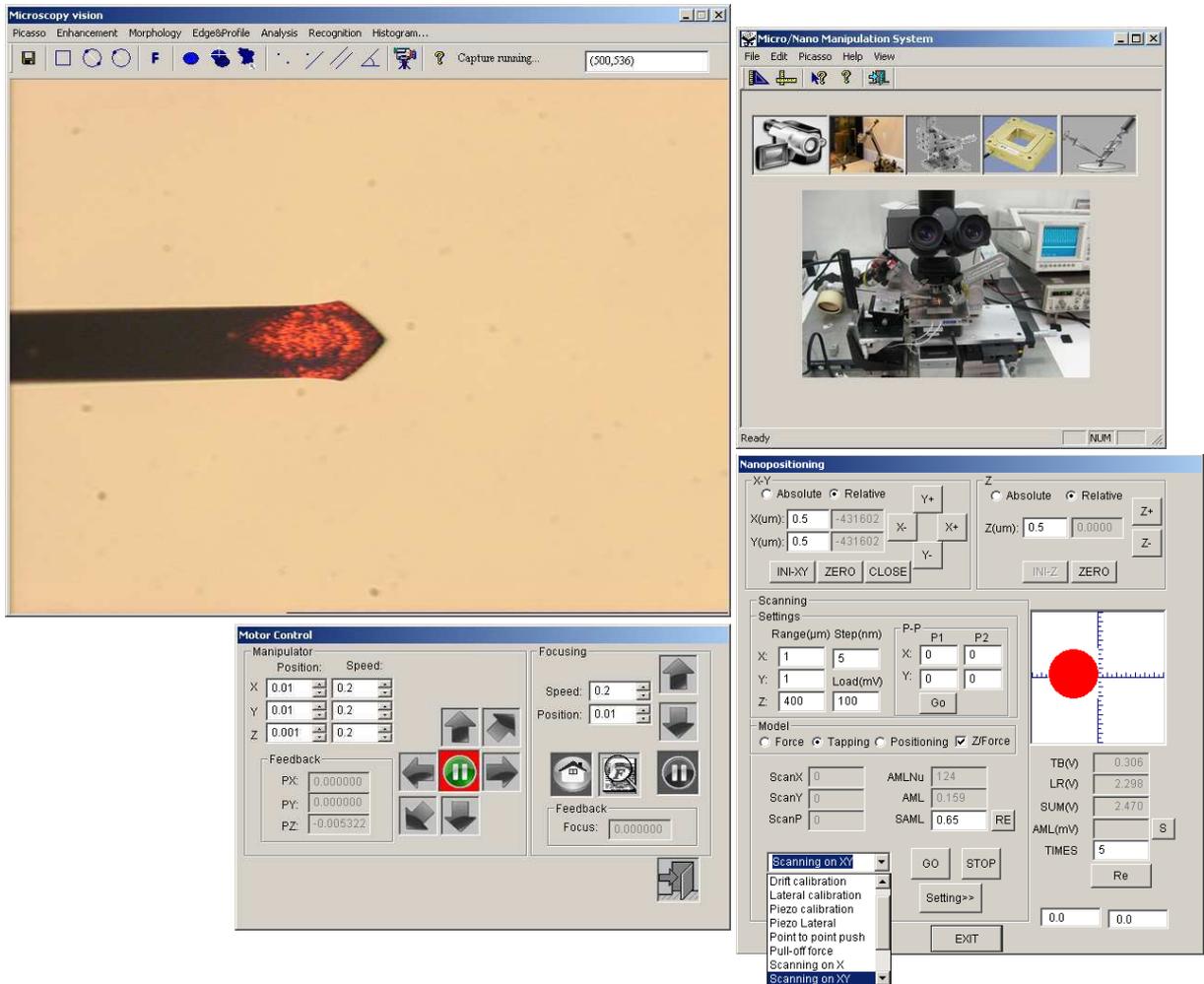
1.2.5 Interface de contrôle–commande

L'interface de contrôle–commande doit synthétiser les informations provenant des différents capteurs du système (Caméra CCD, Photodiode, cartes d'entrées/sorties ...), et procurer à l'utilisateur les commandes adéquates pour effectuer les opérations nécessaires au bon déroulement de ses expériences. Elle s'articule autour d'une fenêtre principale (présentée en figure III.8) permettant d'initialiser les différentes composantes du système, qui sont dans l'ordre :

Interface de visualisation Elle concerne la vision 2D du substrat *via* la caméra numérique Sony et la carte d'acquisition Arvo Picasso. L'utilisateur peut paramétrer la carte d'acquisition, mais peut également agir sur l'image acquise au moyen de diverses fonctions implémentées : sélection d'une région d'intérêt, sélection d'un objet, focalisation sur un objet particulier, binarisation de l'image, différentes mesures (distances, dimensions des objets ...).

Interface de communication Elle concerne la paramétrisation de la communication entre l'interface de Réalité Virtuelle et l'interface haptique (décrits dans le chapitre IV) avec le système. Elle concerne aussi la visualisation des positions, vitesses et forces échangées (réelles et virtuelles). La communication entre les deux systèmes se fait *via* Ethernet avec le protocole UDP.

Interface de commande outils Elle concerne la commande en position et/ou vitesse du bloc déplacement de l'outil selon les trois directions XYZ *via* la carte de contrôle Newport. La commande de la focalisation peut aussi être réalisée au travers de cette interface, l'autofocus est aussi disponible.

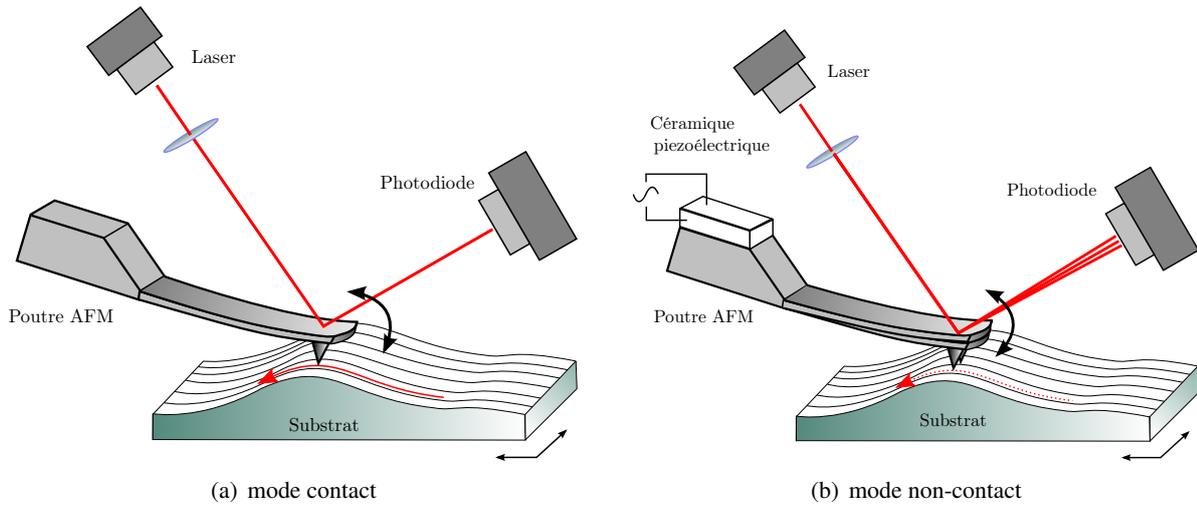


F . III.8 – Interface graphique de commande du système de micro/nanomanipulation.

Interface de commande substrat Elle concerne la commande en position du bloc substrat selon les 3 directions XY-Z. Le réglage des nanotranslateurs se fait de manière indépendante. Cette interface intègre une représentation visuelle de la position du spot laser en fonction des différentes tensions de sortie de la photodiode, position que l'on peut relier directement à la force. Les tensions des différents quadrants Haut-Bas (T-B), Gauche-Droite (L-R), ainsi que la somme de ces signaux y sont affichés.

Elle intègre en plus quelques fonctions d'imagerie AFM : balayage paramétrable de la surface selon X, Y, XY. Deux modes d'imagerie, issus des techniques AFM, simplifiés, ont été implémentés : le mode contact (*contact mode*) et le mode non-contact (*tapping mode*). Il est à noter que ces modes d'imagerie sont consommateurs de temps et de ressources systèmes (la visualisation peut être déconnectée lors d'un balayage de la surface). Ces deux techniques sont présentées dans la figure III.9 ci-après.

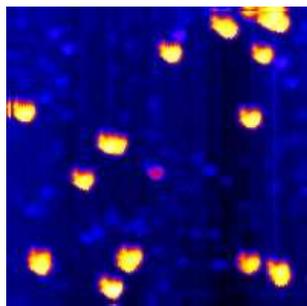
En mode contact, la pointe peut décrire la surface de deux façons, à force constante ou à hauteur constante. À force constante, la déflexion de la poutre est maintenue constante par une boucle d'asservissement, qui pilote le déplacement de la céramique piézoélectrique sous l'échantillon ou dans notre système, le bloc déplacement XY-Z sous l'échantillon. À hauteur constante, la hauteur de l'échantillon est maintenue constante et la déflexion du cantilever est enregistrée.



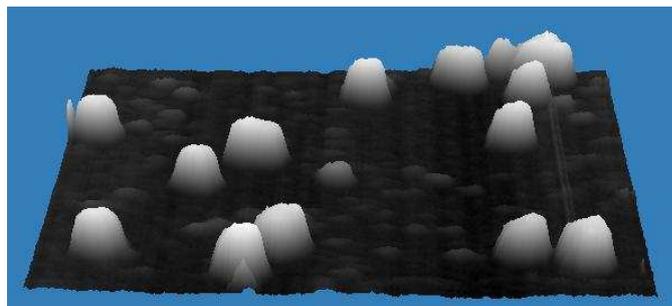
F . III.9 – Présentation des deux modes d'imagerie AFM implémentés.

En mode non-contact, la poutre oscille à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. L'amplitude de ses oscillations est supérieure à 10 nm, typiquement 100 à 200 nm. À cause des forces d'interaction agissant sur la poutre lorsque la pointe se rapproche de la surface (les forces de van der Waals, les forces électrostatiques, *etc.*), la diminution de l'amplitude du signal peut être observée et mesurée.

Les données recueillies peuvent être visualisées sous forme d'images 2D puis retracées sous forme 3D comme présentées sur la figure III.10.



(a) Image 2D



(b) Image 3D

F . III.10 – Représentations 2D et 3D d'une surface comportant des billes de diamètre 2 μm .

2 Calibration

Dans cette partie, nous nous intéressons à la calibration en force de notre prototype. Autrement dit, nous cherchons à déduire les constantes de raideur normale et latérale, respectivement k_n et k_l , des poutres que nous utiliserons pour la manipulation des objets. Pour rappel, nous avons deux types de poutres, les poutres piézorésistives *tipless* à forte raideur et les poutres de type AFM (avec une pointe). Cette partie s'attache à décrire le processus complet de calibration de l'ensemble des outils utilisés sur notre plateforme.

Nous allons suivre ici un processus complet de calibration illustré par une nouvelle méthode de calibration. Cette dernière est basée sur une poutre piézorésistive comme capteur, sa constante de raideur normale est calibrée et son capteur piézorésistif étalonné préalablement afin de déterminer ensuite la constante de raideur latérale de diverses poutres.

2.1 Calibration de la force normale

Il existe différentes méthodes dynamiques pour la calibration de la raideur normale d'une poutre *tipless*. Parmi les plus utilisées, on trouve celle développée par [153]. Cette méthode consiste à mesurer la fréquence de résonance d'une poutre avec et sans masse ajoutée. Le fait de placer une masse en différentes positions de la poutre déplace sa fréquence de résonance (*shift* en fréquence), en connaissant la valeur de cette masse et deux fréquences, il est possible d'estimer la valeur de la raideur normale de la poutre.

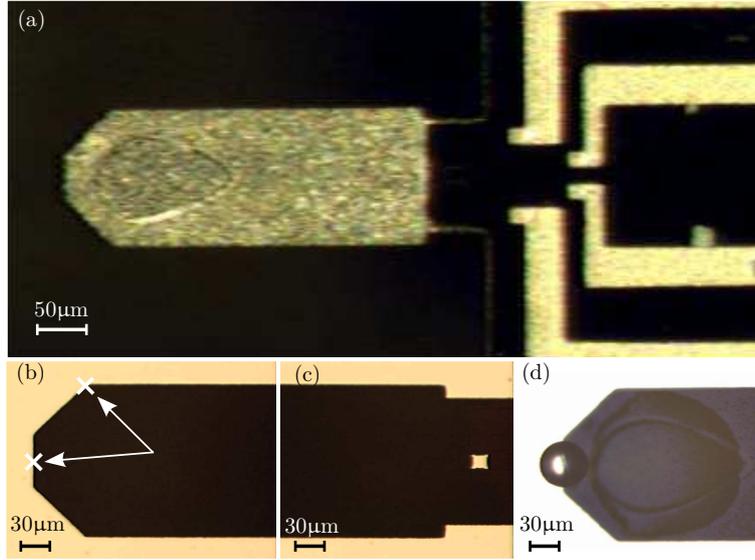
Une autre méthode utilisée consiste à se servir d'une poutre dont la raideur est connue pour calibrer la poutre dont on veut connaître la raideur. Cette méthode a été développée par [154] pour calibrer une poutre de Si_3N_4 réalisée par PECVD à partir d'une poutre en acier inoxydable de raideur connue $k_n=1,54 \text{ N/m}$ ($w=1,35 \text{ mm}$, $t=15 \mu\text{m}$ et $L=5,2 \text{ mm}$).

Une autre méthode utilisée est celle de [155], qui consiste à faire vibrer une poutre dans son milieu ambiant, et à relier la fréquence propre aux dimensions géométriques de la poutre. L'épaisseur de la poutre étant un paramètre difficile à maîtriser notamment à cause du dépôt métallique (*coating*) permettant la réflexion du laser, ils ont introduit le facteur de qualité Q_f pour faire abstraction de l'épaisseur.

D'autres méthodes développées peuvent être citées comme celle de [156] ou [157]. Ils utilisent des poutres piézorésistives comme capteurs. Dans le même ordre d'idée, [158] utilise la vibrométrie laser impulsionnelle (*Laser Doppler Vibrometry*). Un tableau récapitulatif III.2 (mais non exhaustif) des méthodes de calibration normale est présenté page 77.

La figure III.11 ci-après présente la morphologie complexe de la poutre piézorésistive qui est utilisée comme capteur. Celle-ci est fabriquée par la société allemande Nascatec GmbH, les images sont réalisées sous microscope optique avec un objectif $20\times$.

Les dimensions géométriques sont déterminées à partir des images du microscope. Cette poutre a pour longueur $525,8 \mu\text{m}$ et pour largeur moyenne $152,7 \mu\text{m}$. Elle présente trois particularités comme le montrent les figures III.11(a) et (d) : une forme en marche d'escalier (la différence est d'environ $12,5 \mu\text{m}$ entre les deux marches) ainsi qu'une partie évidée proche de la base (carré de $15 \mu\text{m}$ de côté) servant à concentrer les efforts dans cette partie. La dernière particularité est la partie terminale de la poutre qui semble creusée avec une forme indéterminée.



F . III.11 – Poutre piézorésistive de Nascatec GmbH

La complexité de cette géométrie ne favorise pas les méthodes de calcul direct de la constante de raideur normale ni les modélisations par éléments finis. C'est pourquoi nous utilisons la méthode de [153] décrite brièvement précédemment pour la calibration de notre poutre–capteur.

Six microbilles de verre ont été utilisées successivement. Leur diamètre, variant de 25,6 à 64,4 μm, a été mesuré *via* un microscope optique et leur masse approchée grâce à la densité du verre : 2,4g/cm³. La méthode de [153] donne la raideur normale selon :

$$k_n = (2\pi)^2 \frac{M_1}{(1/\nu_1^2 - 1/\nu_0^2)} \quad (\text{III.3})$$

avec ν_0 la fréquence de résonance de la poutre à vide et ν_1 celle de la poutre supportant une masse M_1 . Les microbilles ont été placées à l'extrémité de la poutre et la position de leur centre déterminée afin de compenser la raideur due à une erreur de position selon :

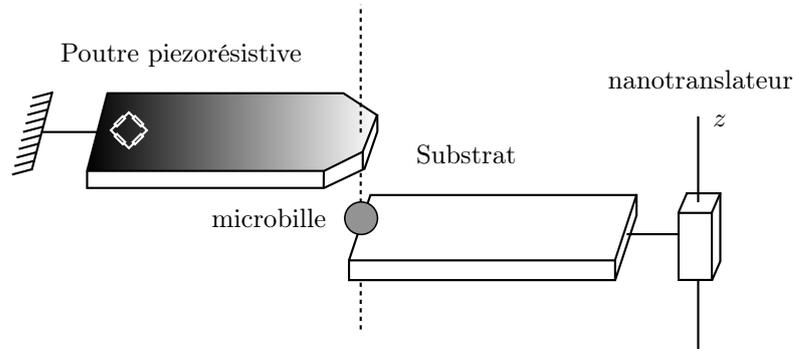
$$k_n = k_d \left(\frac{l_d}{L} \right)^3 \quad (\text{III.4})$$

où k_d est la raideur mesurée pour une masse donnée dont le centre se trouve à une distance l_d de la base de la poutre de longueur L . k_n est alors la constante de raideur si la même bille est placée non plus à une distance l_d mais cette fois-ci à l'extrémité de la poutre.

La première fréquence de résonance de la poutre piézorésistive est 37,463 kHz. Sa raideur a ainsi été calibrée à $k_n = 18,209 \pm 0,47$ N/m. Nous avons pu remarquer lors des essais dynamiques, que la force d'adhésion entre les microbilles et la surface de la poutre était assez élevée pour empêcher que les billes ne se détachent lors du premier mode de vibration à faible amplitude (l'humidité était alors de 50%–60%).

L'étape suivante est la calibration du capteur piézorésistif. La figure III.12 présente le montage utilisé pour sa calibration. La poutre piézorésistive est montée horizontalement sur le bloc déplacement du

porte-outil. Un substrat en verre est fixé sur la plate-forme de nanositionnement en Z, une bille en verre de 50 μm de diamètre est collée à l'extrémité du substrat et assure le contact entre la poutre et le substrat.



F . III.12 – Schéma du montage utilisé pour la calibration du capteur piézorésistif.

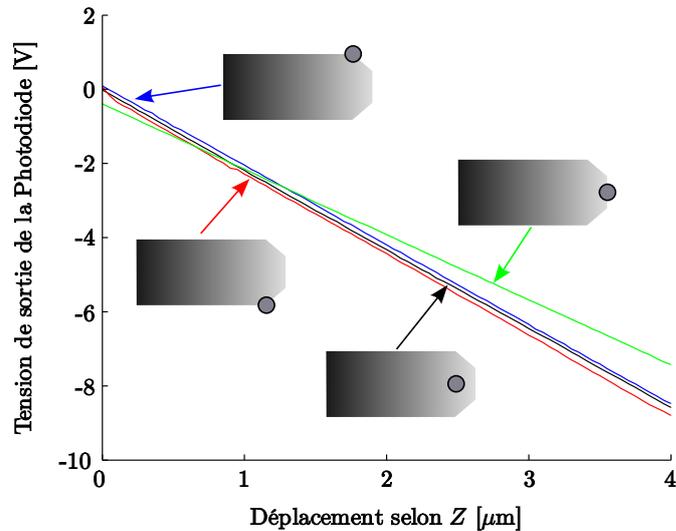
Dans un premier temps, la position du nanotranslateur en Z est ajustée par incréments de 100 nm jusqu'au contact entre la poutre piézorésistive et la microbille. Le point de contact sur le plan horizontal est contrôlé par microscopie optique, et détecté *via* la sortie du pont de Wheatstone lors de l'approche. Lorsque le contact a lieu, un programme est utilisé pour contrôler les mouvements du nanotranslateur et effectuer des incréments fixes de 20 nm. Les positions du substrat et la tension de sortie V_p du pont sont enregistrées. Le déplacement vertical de la poutre ainsi mesuré est de 5,7 μm et correspond à toute la plage de sortie du capteur piézorésistif.

Après 20 cycles complets de charge/décharge, la sensibilité du capteur piézorésistif obtenue est $S_p = 10,361 \pm 0,267 \mu\text{N/V}$. La sensibilité $S_p = dF/dV_p$ présente la relation entre la force appliquée et la tension de sortie.

Pendant la calibration en force du capteur piézorésistif, l'influence de la position de la bille sur la sensibilité a été observée. La bille a été placée en 4 points de la poutre, les 3 premiers points de contact se situent sur la base du trapèze formé par l'extrémité de la poutre, le 4^e se situe à l'extrémité et au centre de la poutre, comme indiqué en figure III.13. Cette figure présente les tracés de la tension de sortie du capteur (reliée à la force appliquée) en fonction du déplacement, pour les différents points de contact.

Les 3 points situés sur l'axe transverse de la poutre donnent des droites de pentes identiques, le quatrième point situé à l'extrémité donne une pente plus faible due à une raideur équivalente plus faible. Cette expérience valide le fait que le pont de Wheatstone n'est pas sensible à la torsion appliquée sur l'axe principal de la poutre. On peut donc aussi bien utiliser les points se situant sur les bords ou sur l'extrémité de la poutre piézorésistive comme points de contact pour la calibration de poutres AFM. Cette propriété sera étudiée plus tard.

Les poutres simples (sans capteur piézorésistif, voir photos...) à calibrer sont au nombre de trois. Ce sont des poutres de sections rectangulaires avec des constantes normales données par les constructeurs allant de 0,092 à 1,24 N/m (les caractéristiques sont rassemblées dans le tableau III.2 ci-après 77).



F . III.13 – Influence de la position du point de contact sur la sensibilité du capteur piézorésistif.

2.2 Force latérale

La calibration latérale est en général plus difficile à réaliser que la calibration normale. Les constantes de raideur latérale des poutres AFM commercialisées actuellement (k_l entre 1–300 N/m) ont entre deux à trois ordres de grandeur de plus que les constantes de raideur normale correspondantes (k_n entre 0,01–1 N/m).

Deux types de méthodes sont couramment employées pour déterminer le facteur de conversion en force latérale : une méthode en deux étapes, et une méthode directe. La méthode en deux étapes consiste d'abord à déterminer la constante de raideur en torsion de la poutre, puis à mesurer la réponse latérale de la photodiode.

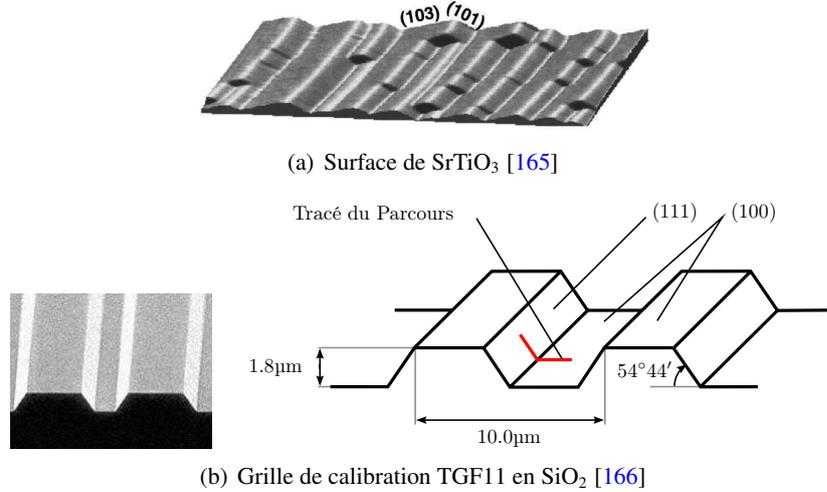
À la différence de la sensibilité normale, la sensibilité latérale de la photodiode est plus délicate à déterminer. Ceci est dû au fait que la raideur latérale du contact est souvent comparée à la raideur en torsion de la poutre, comme le montrent [159]. [160] montrent que la raideur latérale est aussi comparée à la raideur du contact pointe/substrat, ce qui réduit de manière significative la pente de la courbe de la force latérale en fonction du déplacement latéral [161, 162].

Pour contourner ce problème, plusieurs méthodes ont été proposées pour la mesure de la sensibilité latérale [161, 163, 164]. Ces méthodes sont limitées à la caractérisation de poutres colloïdales (*colloidal probe*) ou ayant une forme en V (*V-shape cantilever*).

L'une des méthodes directes utilisée est celle développée initialement par [165] appelée « *wedge method* », et affinée par la suite par [166]. Elle consiste en l'utilisation d'une surface ou d'une grille de calibration particulière. Celle-ci comporte deux facettes dont l'orientation est différente, et l'angle connu (voir figure III.14).

Ces méthodes permettent de contourner les mesures séparées de la constante de force latérale, et de la sensibilité latérale de la photodiode. Ces méthodes sont rassemblées dans le tableau III.3 page 77.

Une nouvelle méthode est présentée ici, utilisant la poutre piézorésistive présentée au paragraphe



F . III.14 – Surface et grille de calibration utilisée pour la détermination de la sensibilité latérale.

précédent 2.1. Celle-ci calibre directement le facteur de conversion entre la force latérale et le signal de sortie de la photodiode. Elle fonctionne pour différents types de poutres sans tenir compte ni de la taille, ni de la forme, ni du matériau ni du revêtement de surface (*coating*) et ce pour une large plage de raideurs.

La figure III.15 présente deux configurations possibles pour la calibration des poutres à tester avec la poutre piézorésistive. La configuration à choisir dépend de l'espace de manipulation disponible sous le système de manipulation ou de mesure. La première configuration appelée *Top loading* dispose la poutre piézorésistive verticalement. Le contact se fait à l'extrémité de la poutre (voir figure III.15(a)). La seconde appelée *side loading* dispose la poutre piézorésistive horizontalement par rapport au substrat. Avec cette dernière méthode, la poutre à tester forme un angle θ avec l'horizontale (dans le montage présenté $\theta = 15^\circ$), le contact se fait ici sur le bord de la poutre à l'extrémité (voir figure III.15(b)).

Pour la méthode *Top loading*, la force appliquée est représentée par :

$$F_t = k_p \delta_p = k_t \delta_t = S_p V_p \quad (\text{III.5})$$

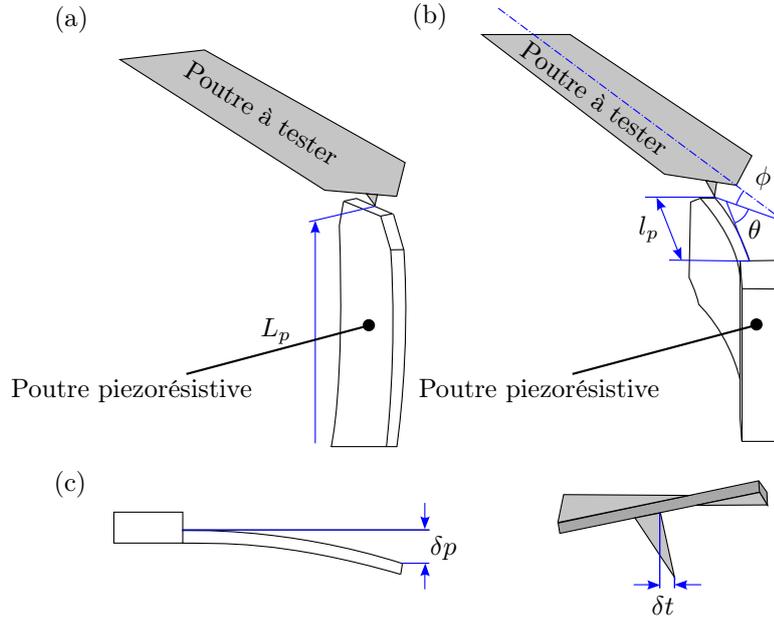
avec k_t la raideur latérale totale du système poutre/pointe/contact, δ_p et δ_t les déflexions respectivement de la poutre piézorésistive et de la poutre à tester. La raideur latérale totale est obtenue selon :

$$k_t = \left(\frac{1}{k_{lateral}} + \frac{1}{k_{pointe}} + \frac{1}{k_{contact}} \right)^{-1} \quad (\text{III.6})$$

où $k_{lateral}$ est la raideur latérale de la poutre, k_{pointe} la raideur latérale de la pointe et $k_{contact}$ est la raideur du contact entre la pointe et la poutre piézorésistive, proportionnelle au rayon de contact [159] et souvent comparable aux $k_{lateral}$ et k_{pointe} [160]. Cette propriété rend la calibration difficile car δ_t n'est pas égale à la déflexion réelle associée à la sortie de la photodiode. Heureusement, dans notre méthode, le facteur de force latérale est obtenu directement à partir du ratio entre la force appliquée sur la pointe et la sortie de la photodiode, sans connaissance préalable sur les poutres ou la photodiode.

Pour la méthode *Top loading*, la force appliquée s'écrit $F_t = S_p V_p$, le facteur de force s'obtient par :

$$\alpha = \frac{F_t}{V_l} = S_p \frac{V_p}{V_l} \quad (\text{III.7})$$



F . III.15 – Schéma des configurations expérimentales pour la calibration de poutres avec une poutre piézorésistive. Deux configurations sont possibles, nommées (a) *Top loading*, (b) *Side loading*, dans lesquelles L_p et l_p sont les distances entre le point de contact et la base de la poutre. Les angles ϕ et θ sont les différents angles de montages formés entre les deux poutres. ϕ est l'angle entre le plan horizontal de la poutre à tester et le plan vertical de la poutre piézorésistive. L'angle θ est l'angle formé entre les plans verticaux des deux poutres. (c) Les déflexions des poutres sont notées δp et δt respectivement pour la poutre piézorésistive et pour les poutres à tester.

Pour la méthode *Side loading*, la force appliquée s'écrit $F_t = S_p V_p$, le facteur de force s'obtient par :

$$\alpha = \frac{F_s}{V_l} = S_p \frac{V_p L_p \cos \theta}{V_l l_p} \quad (\text{III.8})$$

$$\alpha' = \alpha \left(1 + \frac{\Delta h}{h + t/2 - \Delta h} \right), \quad (\text{III.9})$$

où $\Delta h = 0,5 - 0,8 \mu\text{m}$ est la distance entre le point de contact et la tête de la pointe, et t l'épaisseur de la poutre. Dans nos expériences $h = 15,5 - 17,6 \mu\text{m}$ et $t = 0,83 - 2,28 \mu\text{m}$, l'erreur sur α générée à partir de Δh est 2,7%–5% ce qui est une plage d'erreur acceptable.

Cette méthode est comparée quantitativement à une méthode basée sur la statique des poutres. Pour une meilleure comparaison des facteurs de conversion normal et latéral, la sensibilité de la photodiode est définie comme le ratio de la déflexion angulaire et de la tension de la photodiode. Soient les inverses des sensibilités latérale et normale :

$$S_l = \frac{\theta_l}{V_l} \quad (\text{III.10})$$

$$S_n = \frac{\theta_n}{V_n} \quad (\text{III.11})$$

où θ_l et θ_n sont les déflexions angulaires normale et latérale, et V_l et V_n sont les tensions de sortie de la photodiode. La raideur normale k_n relie la déflexion normale δ_n due à une force appliquée F_n [167]

donnée par :

$$F_n = k_n \delta_n \quad (\text{III.12})$$

Basée sur la statique des poutres, l'équation précédente peut s'écrire

$$F_n = \frac{2}{3} k_n l S_n V_n, \quad (\text{III.13})$$

avec l la longueur de la poutre AFM. L'inverse de la sensibilité normale peut être déterminée par :

$$S_n = \frac{3}{2l} \frac{d\delta_n}{dV_n} \quad (\text{III.14})$$

Pour une poutre de section rectangulaire, la force latérale en fonction de la tension mesurée s'écrit :

$$F_l = \frac{Gwt^3}{3l(h+t/2)} S_l V_l, \quad (\text{III.15})$$

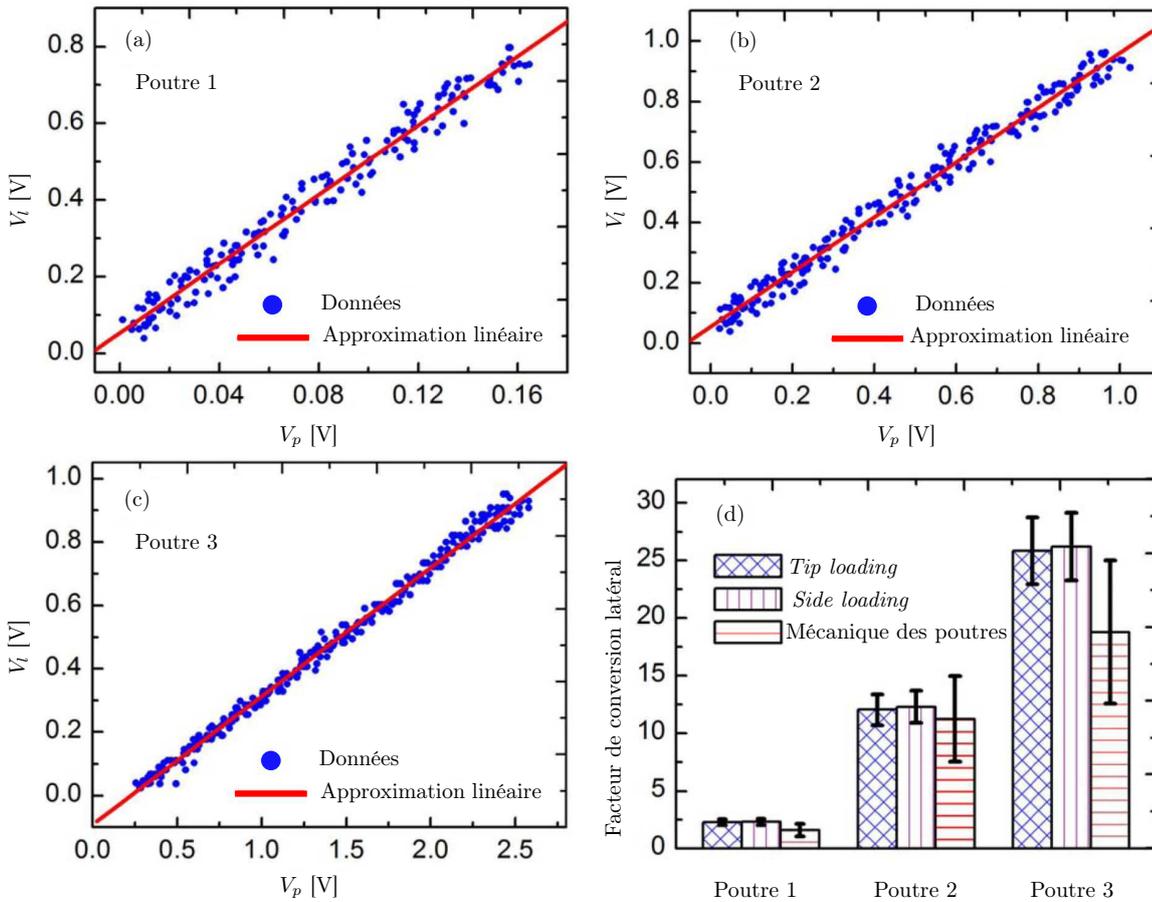
avec G le module de cisaillement de la poutre, h la hauteur de la pointe.

Basé sur le mécanisme de mesure laser, le déplacement du spot laser sur la photodiode est décidé par l'angle de réflexion sur la poutre et la distance entre ce point de réflexion et le point sur la photodiode. Normalement la distance peut être considérée comme constante, en partant de l'hypothèse de symétrie de la photodiode [168], la sensibilité latérale peut être supposée égale à la sensibilité normale. Le facteur de conversion latéral α_0 peut être calculé par

$$\alpha_0 = \frac{Ewt^3}{3l(h+t/2)} S_n. \quad (\text{III.16})$$

Bien souvent l'hypothèse de symétrie de la photodiode n'est pas vérifiée, car la forme du spot laser n'est pas symétrique et les effets de diffraction dus à la poutre peuvent conduire à des erreurs.

La figure III.16 présente, pour les 3 poutres testées (a)–(c), la tension de sortie de la photodiode en fonction de la tension de sortie du capteur piézorésistif. La figure III.16(d) compare les valeurs du facteur de force latérale calibré avec les deux méthodes présentées *Top Loading* et *Side Loading* et la méthode issue de la mécanique des poutres. Nous pouvons remarquer une bonne concordance entre les deux méthodes proposées. Ces deux méthodes semblent être plus précises sur la valeur de ce facteur de conversion latérale, que la méthode classique.



F . III.16 – (a)–(c) Exemples de tensions de sortie de la photodiode en fonction de la tension de sortie du capteur piézorésistif. Les cercles bleus représentent les données obtenues *via* la méthode *Top loading*, les courbes rouges sont les approximations par les moindres carrés. (d) Facteurs de conversion latéraux α et α_0 (obtenus à partir de l'équation III.16) moyennés sur 10 expériences pour chaque poutre.

Méthode	Référence(s)	Hypothèse(s)	Variable(s) mesurée(s)	Matériel(s) requis
Cleveland	[157]		fréquences propres raideur en flexion	<i>V-shaped cantilever</i>
Sader	[155]	connaissance sur le fluide dans lequel la poutre est immergée	fréquence propre facteur de qualité Q_f raideur en flexion	poutres rectangulaire
Vibrométrie par laser Doppler	[158]		sensibilité normale raideurs en flexion	système de vibrométrie
Levier piézorésistif	[156],[157]		fréquence propre raideurs en flexion facteur de qualité Q_f	poutre piézorésistive

T . III.2 – Méthodes de calibration normale.

Méthode	Référence(s)	Hypothèse(s)	Variable(s) mesurée(s)	Matériel(s) requis
Poutre test	[162],[167]	mêmes distributions d'intensité du laser pour la poutre test et la poutre, calibration latérale précise du piézo	sensibilité latérale, raideur en torsion, moment de la pointe.	poutre colloïdale, <i>tip cantilever</i> + cristal GaAs
<i>Wedge</i>	[165],[166]	angles de la surface de test connus, calibration latérale précise du piézo	boucle de friction vs. charge, raideur en flexion.	poutre colloïdale, <i>tip cantilever</i> + grille <i>wedge</i>
Levier vertical	[164]	position d'application de la force connue	sensibilité latérale, raideur en flexion.	poutre colloïdale
Optique géométrique	[163]	constante de torsion, dimensions de la poutre (Sader [167])	dimensions photodiode, distance poutre/photodiode, moment de la poutre.	toutes
Friction statique	[161],[169]	raideur du contact négligeable calibration latérale précise du piézo raideur ibtenue par modèle Éléments Finis	forme du signal latéral vs. déplacement latéral piézo, raideur en torsion.	poutre colloïdale surface plane et dure

T . III.3 – Méthodes de calibration latérale cf. [162].

2.3 Calibration de la photodiode

2.3.1 Principe de fonctionnement

L'un des composants clés pour la mesure des efforts est le capteur qui mesure la déflexion du levier sous l'influence de ses interactions avec le substrat ou un objet. Le capteur optique utilisé communément est une photodiode à quatre quadrants.

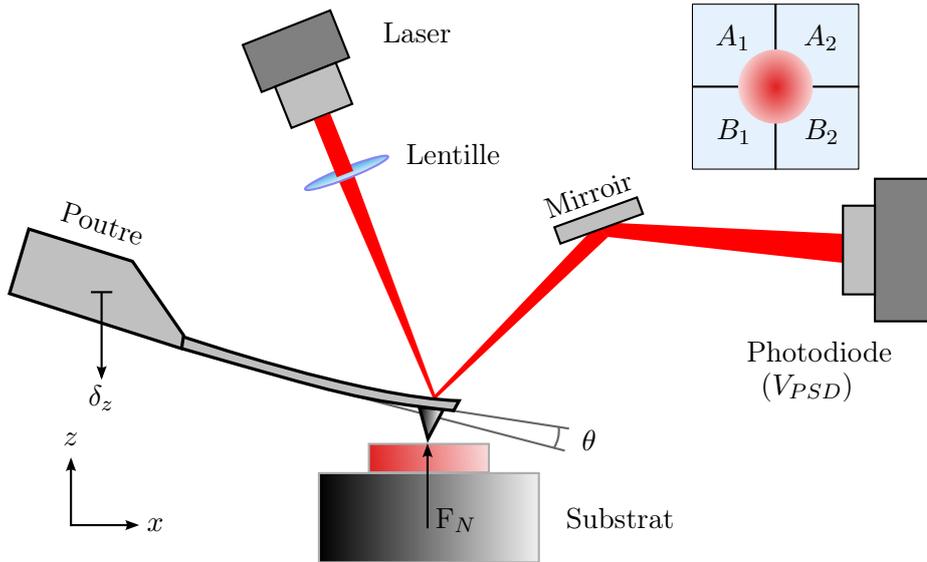


FIG. III.17 – Mise en œuvre du levier optique, caractéristique des AFM. À un déplacement vertical δ_z correspond un angle de déflexion de la poutre θ ainsi qu'une force F exercée sur le substrat, proportionnelle aux tensions de sortie V_{PSD} du capteur optique.

Pour ce type de photodiode, les tensions relatives aux déplacements normal et latéral, V_n et V_l , peuvent être exprimées en fonction des tensions délivrées par les surfaces sensibles (voir figure III.17) :

$$V_n = (V_{A_1} + V_{A_2}) - (V_{B_1} + V_{B_2}) \quad (\text{III.17})$$

$$V_l = (V_{A_1} + V_{B_1}) - (V_{A_2} + V_{B_2}) \quad (\text{III.18})$$

Afin de traduire ces signaux en forces, deux facteurs β et α sont nécessaires. Les efforts d'interaction sont ainsi obtenus par multiplication des ces facteurs de force normal et latéral par les tensions relatives aux déplacements normal et latéral :

$$F_n = \beta \times \Delta V_n \quad (\text{III.19})$$

$$F_l = \alpha \times \Delta V_l \quad (\text{III.20})$$

Il existe de nombreuses méthodes permettant la calibration du facteur normal, mais en revanche peu pour la calibration du facteur latéral. Certaines de ces méthodes de calibration ont été présentées puis discutées aux paragraphes précédents §2.1 et §2.2.

La sensibilité de la photodiode S_{PSD}^4 est considérée comme une réponse linéaire au déplacement de la poutre selon :

$$S_{PSD} = \frac{V_{PSD} - V_{PSD}^0}{\delta_z} \quad (\text{III.21})$$

⁴PSD : Position Sensitive Detector, Capteur sensible à la position

Celle-ci dépend des tensions de sortie de la photodiode, avant et après application d'une force, V_{PSD}^0 et V_{PSD} , ainsi que du déplacement de la base de l'outil modélisée par une poutre δ_z .

Dans les faits, les expériences indiquent qu'à peu près 50% de la variation du capteur est fonction de la valeur initiale de la tension et sa plage associée [170]. La plus importante cause des non linéarités est due à la distribution et l'intensité du spot laser [171]. Si le spot laser se trouve au centre de la photodiode, alors la réponse de la photodiode est linéaire. Lorsque le spot s'éloigne du centre, les non-linéarités deviennent plus évidentes. Ainsi, la réponse déplacement–tension de notre système de mesure doit être calibrée de manière précise dans toute la plage de valeurs de la photodiode. Pour répondre à ce problème, une méthode d'identification non-linéaire a été développée.

2.3.2 Augmentation des sensibilités normale et latérale

Cette méthode est basée sur le calcul des sensibilités angulaires normale et latérale. Celles-ci sont indépendantes des dimensions des poutres utilisées et sont reliées directement au système de mesure. La sensibilité angulaire est exprimée comme le ratio de la tension de sortie de la photodiode par la déflexion angulaire de la poutre :

$$S_{PSD}^n = \frac{\Delta V_{PSD}^n}{\theta_n}, \quad (\text{III.22})$$

$$S_{PSD}^l = \frac{\Delta V_{PSD}^l}{\theta_l}. \quad (\text{III.23})$$

La constante de raideur k_n relie la force F_n au déplacement δ_n , selon $F_n = k_n \delta_n$. On peut exprimer les sensibilités normale et latérale en utilisant la théorie des poutres à partir de :

$$\theta_n = \frac{3 F_n}{2L k_n} \quad (\text{III.24})$$

$$\theta_l = \frac{3F_l L(h + t/2)}{Gwt^3} \quad (\text{III.25})$$

En connaissant les fonctions continues des tensions V_{PSD}^n et V_{PSD}^l , on peut en déduire les expressions des sensibilités normale et latérale :

$$S_{PSD}^n = \frac{3}{2L} \frac{dV_{PSD}^n}{d\delta_n} \quad (\text{III.26})$$

$$S_{PSD}^l = \frac{dV_{PSD}^l}{d\delta_l} \quad (\text{III.27})$$

où δ_n et δ_l sont les déplacements normal et latéral.

Les fonctions continues des sensibilités peuvent être déterminées par la calibration ou l'approximation non-linéaire des courbes de tension–position. Les déflexions angulaires peuvent alors être obtenues *via* :

$$\theta_n = \int_{V_{PSD}^0}^{V_{PSD}^n} \frac{1}{S_{PSD}^n} dV_{PSD}^n \quad (\text{III.28})$$

$$\theta_l = \int_{V_{PSD}^0}^{V_{PSD}^l} \frac{1}{S_{PSD}^l} dV_{PSD}^l \quad (\text{III.29})$$

où les bornes correspondent aux tensions de sortie initiale et celle déduite de la force. On exprime alors les déplacements selon :

$$\delta_n = \frac{2L}{3}\theta_n \quad (\text{III.30})$$

$$\delta_l = \theta_l(h + t/2) \quad (\text{III.31})$$

Inspirée par la forme des courbes de tension V_{PSD} en fonction de la déflexion angulaire θ de la photodiode, présentées en figure III.18, une méthode d'approximation par courbe sigmoïde a été utilisée. La fonction utilisée pour approcher les courbes $V_{PSD} = f(\theta)$ est une courbe de mesure de dose :

$$V_{PSD} = A_1 + \frac{A_2 - A_1}{1 + 10^{(\theta_0 - \theta)p}} \quad (\text{III.32})$$

où A_1 , A_2 , p et θ_0 sont les paramètres d'ajustement non linéaire : la borne inférieure, la borne supérieure, la pente, et la valeur de θ . Les courbes réponses occupent toute la plage des tensions de sortie de la photodiode.

L'étape suivante consiste à calculer les sensibilités angulaires inverses, qui peuvent être obtenues en dérivant l'expression III.32 :

$$S_{PSD}^{-1} = \frac{d\theta}{dV_{PSD}} = \frac{(1 + \xi)^2}{(A_2 - A_1)\xi p \ln 10} \quad \text{avec} \quad \xi = -\frac{A_2 - V_{PSD}}{A_1 - V_{PSD}} \quad (\text{III.33})$$

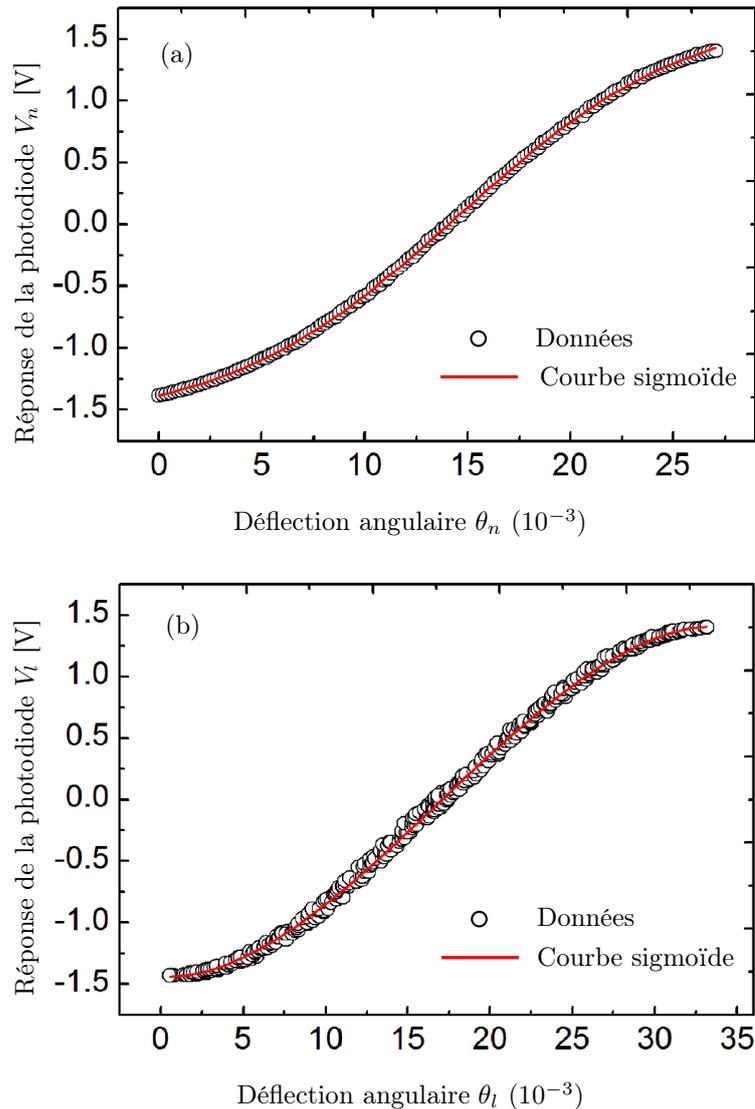
On obtient ainsi, une fonction continue de la sensibilité angulaire sur toute la plage des tensions de sortie V_{PSD} de la photodiode plutôt qu'une seule valeur. Cette fonction va être utilisée pour calculer les déflexions angulaires compensées *via* les équations III.28 et III.29 (plutôt que les équations III.24 et III.25 qui supposent une transformation linéaire entre la force appliquée et la déflexion avec une seule valeur de la sensibilité). Une expression simple de la déflexion angulaire peut être obtenue à partir des équations III.28, III.29 et III.33 :

$$\theta = -\frac{\ln |\xi|}{\ln 10} \Bigg|_{V_{PSD}^0}^{V_{PSD}^l} \quad (\text{III.34})$$

La procédure suivante résume les étapes utilisées pour la calibration :

- Ajuster la tension de sortie initiale de la photodiode (sans charge) proche de la borne inférieure de la tension (par exemple -9.5V si la plage complète est $\pm 10V$), en ajustant la position du spot sur la poutre.
- Enregistrer les courbes de force/position–tension pour les calibrations normale et latérale
- Transformer les courbes de force/position–tension en courbes de tension–sensibilité angulaire en utilisant les équations III.24 et III.25.
- Utiliser l'approximation non linéaire de la tension–sensibilité angulaire pour obtenir les fonctions continues de la la tension V_{PSD} et ensuite la sensibilité angulaire S_{PSD} à partir des équations III.26 et III.26 (pour l'approximation sigmoïdale utiliser les équations III.32 et III.33 pour V_{PSD} et S_{PSD})
- Calculer la déflexion angulaire de l'AFM en utilisant les équations III.28 et III.29 (pour l'approximation sigmoïdale utiliser directement l'équation III.34). Ensuite la force appliquée peut être obtenue facilement.

Les courbes de calibration de la figure III.18 sont obtenues en utilisant une poutre « souple » avec une raideur normale $k_n = 0,094 \text{ N/m}$. La calibration en force latérale a été effectuée avec la méthode proposée au paragraphe précédent 2.2. À la différence d'un AFM classique dont la plage des tensions de sortie du capteur de positions est comprise entre $\pm 10\text{V}$, la sortie de notre photodiode est comprise entre $\pm 1,5\text{V}$. Cette contrainte est due à l'électronique de notre photodiode. L'approche générale reste applicable, la différence réside dans les paramètres d'ajustement des courbes sigmoïdes décrites dans le tableau III.4.



F . III.18 – Courbes de calibration (V_{PSD}, θ)

Pour la comparaison, d'autres méthodes non-linéaires peuvent être utilisées. Des ajustements polynomiaux à 3 ou 5 paramètres, pour approcher les mêmes courbes tension-déflexion angulaire peuvent être utilisées. Les résultats expérimentaux montrent qu'un ajustement à 4 paramètres améliore les résultats de manière comparable à ceux de l'approximation par courbe sigmoïde, mais il n'y a pas de différence avec un ajustement à 5 paramètres.

Les résultats de l'approximation par courbe sigmoïde sont présentés en figure III.18, incluant les courbes de calibration (V_{PSD}, θ), (cercles ouverts) et l'approximation par courbe sigmoïde (ligne rouge). Les figures (a) et (b) représentent les tensions de la photodiode V_{PSD} en fonction des déflexions normale θ_n et latérale θ_l . Les réponses sont dans la plage entière du signal ($\pm 1,43V$). Pour la déflexion latérale l'équation III.25 est utilisée avec les sorties du capteur piezorésistif.

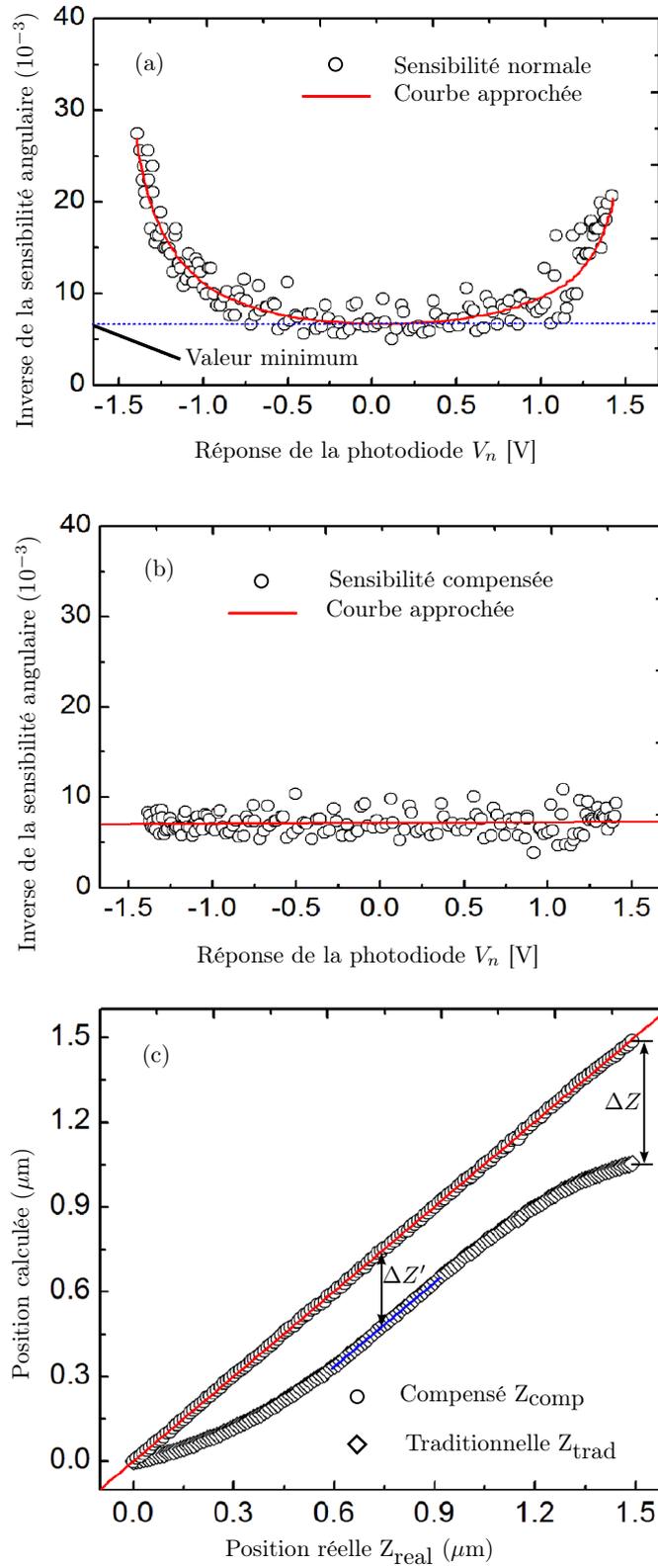
Type de calibration	A_1	A_2	θ_0	p
Normale	-1,62358	1,76318	14,55008	0,07663
Latérale	-1,61967	1,74585	16,98019	0,06446

T . III.4 – Paramètres d'ajustement des courbes sigmoïdes retenues

Dans l'optique de vérifier la validité de la méthode proposée pour la compensation des non-linéarités, on utilise la sensibilité normale en fonction de la tension de la photodiode. La figure (a) montre qu'il y a plus de 200% de variations sur la sensibilité normale et qu'elle est fonction de la plage de sortie de la photodiode. La courbe de la sensibilité générée à partir de la courbe sigmoïde (en rouge sur la figure (a)) est en concordance avec la courbe réelle.

L [μm]	h [μm]	w [μm]	t [μm]	f_0 [kHz]	k_n [N/m]	k_l [N/m]	α_0 [$\mu\text{N/V}$]	α [$\mu\text{N/V}$]	α [$\mu\text{N/V}$]
228	15,5	47,8	0,83	21,84	0,092	10,34	1,61 \pm 0,53	2,29 \pm 0,26	2,32 \pm 0,26
449	17,4	53,4	2,01	13,64	0,19	62,27	11,24 \pm 3,71	12,04 \pm 1,35	12,31 \pm 1,38
229	17,6	31,4	2,28	59,49	1,24	101,06	18,79 \pm 6,20	25,84 \pm 2,89	26,2 \pm 2,93

T . III.5 – Descriptions des poutres, basées sur les calculs théorique de la mécanique des poutres et sur les résultats expérimentaux. La longueur des poutres L , l'épaisseur w et la hauteur de la pointe h sont déterminées par microscopie optique. Le premier mode de flexion f_0 est utilisé pour déterminer l'épaisseur de la poutre. k_n et k_l sont les constantes normale et latérale. Le facteur de conversion α_0 calculé selon l'équation III.16 de la mécanique des poutres, et les α calculés *via* les méthodes proposées *top loading* et *side loading* sont listés dans les trois dernières colonnes.

F . III.19 – Courbes de réponse de la photodiode pour les efforts normal et latéral (V_{PSD}, θ).

3 Conclusion

Ce chapitre s'est attaché dans un premier temps à décrire les spécifications de la plate-forme de caractérisation et de manipulation développée, et les principes utilisés pour son élaboration. La seconde partie se concentre sur la calibration de la plate-forme car il s'agit d'un problème majeur pour mesurer des efforts d'interaction dans la gamme du nanonewton.

Une des phases critiques du montage d'une plate-forme est la mesure de l'effort. Le capteur choisi, issu des techniques de microscopie à force atomique, est composé d'un laser, d'un levier optique et d'une photodiode à quatre quadrants. Nous avons développé ensuite une méthode de calibration en force qui prend en compte toute la chaîne de mesure. Cette phase a été décrite en utilisant un exemple de complet de calibration. Cette nouvelle méthode est basée sur une poutre piézorésistive (poutre *tipless*) comme capteur pour calibrer d'autres outils de manipulation.

La raideur normale de cette poutre est déterminée en utilisant une méthode traditionnelle de calibration par masses ajoutées et déplacement de fréquences. Le capteur piézorésistif est ainsi étalonné. Les mesures effectuées sur la sensibilité du capteur piézorésistif à différentes positions sur la poutre permettent d'affirmer que ce capteur n'est pas sensible à la torsion de la poutre. Ce résultat est utilisé dans les deux montages proposés pour la calibration en force latérale de diverses poutres du commerce. L'outil à tester est placé de manière perpendiculaire à la poutre piézorésistive. Deux points de contact peuvent être envisagés. Selon le point d'application, les montages sont appelés *Tip loading* et *Side loading*, respectivement contact à l'extrémité de la poutre ou contact sur le bord de la poutre.

La calibration de la photodiode et particulièrement le facteur de conversion, reliant le déplacement sur la photodiode à la tension de sortie de celle-ci, sont aussi des points cruciaux pour fiabiliser la mesure de l'effort. L'approche utilisée est basée sur la sensibilité de la photodiode, correspondant au ratio d'une tension sur un déplacement que l'on pourra ensuite relier à une déflexion angulaire normale ou latérale. Cette méthode est ensuite utilisée afin d'étendre la plage de mesure de la photodiode en compensant les non-linéarités de la sensibilité par une fonction approchée (courbe sigmoïdale). On arrive ainsi à partir d'une courbe de sensibilité, à couvrir toute la plage de tensions de sortie de la photodiode.

Une fois les différentes calibrations effectuées, les mesures de forces peuvent être réalisées avec fiabilité. Le chapitre suivant s'intéresse ainsi à l'exploitation de notre plate-forme dans le cadre d'expérimentation en manipulation, caractérisation des propriétés physiques des objets et comme plate-forme test pour la téléopération dans le cadre du projet NanoRAC.

Résultats expérimentaux

Le propos de ce chapitre est de présenter les divers résultats obtenus et observations menées sur les deux plate-formes disponibles, la plate-forme expérimentale NanoMAD décrite dans le chapitre précédent et la plate-forme du projet NanoRAC présentée dans la section 4 du présent chapitre. Ce chapitre est découpé selon quatre parties.

La première partie est consacrée à la caractérisation des physiques d'un ou plusieurs objets et particulièrement la mesure de masse et à la détection de position. Cette caractérisation est rendue possible grâce à l'utilisation d'une méthode dynamique. L'exploration des propriétés physiques des objets de cette taille est un champ de recherche encore ouvert. Ici, la singularité est l'exploitation de la fréquence en torsion pour déterminer la masse de ces objets. Cette méthode se base sur la méthode de Rayleigh–Ritz permettant de rechercher les fréquences propres du système formé par la poutre et les micro/nano-objets.

La seconde partie aborde la téléopération et plus particulièrement le retour haptique. Nous appelons retour haptique, l'utilisation d'une interface robotisée permettant à l'utilisateur d'appliquer des déplacements du macromonde vers le micro/nanomonde et de ressentir les interactions à ces échelles. Différentes études sont proposées pour montrer à la fois la complexité du retour d'effort direct pour un bon ressenti de l'utilisateur et les difficultés pour coupler le système expérimental à un système de réalité augmentée. Plusieurs couplages sont étudiés : couplage direct, couplage *via* un outil de réalité virtuelle, couplage *via* un outil de réalité augmentée (l'effort ressenti provient d'un simulateur).

La troisième partie se consacre à des stratégies de manipulation, essentiellement basées sur une approche dynamique. Ainsi la détection de contact et la planification de trajectoires pour des objets de quelques centaines de nanomètres sont abordées.

La quatrième et dernière partie présente le projet NanoRAC dans son ensemble, la plate-forme de télémanipulation sous SEM qui a été développée. Quelques résultats de manipulation basés sur des scénarii préétablis sont particulièrement décrits, mettant en avant les potentialités de ces méthodes.

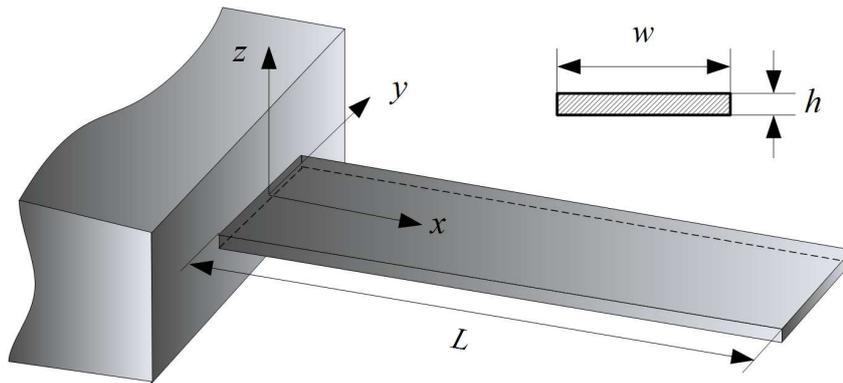
1 Mesure de masse et détection de position

Cette partie s'attache au problème bijectif de la mesure de la masse et de la détection d'objets sur une poutre. Ainsi une théorie est proposée pour exploiter la fréquence de torsion pour résoudre ce problème : si un paramètre est connu alors l'étude des modes propres permet la résolution du second.

1.1 Théories et modèles

1.1.1 Modèle de la micropoutre

La théorie d'Euler–Bernoulli est la plus employée pour la détermination des constantes de raideur des micropoutres à partir de résultats expérimentaux. Comme présenté en figure IV.1, la poutre est fixe à une extrémité et libre à l'autre (modèle encasturé/libre). Sa déformation est supposée linéaire et élastique. Les dimensions L , w et h sont respectivement la longueur, la largeur et l'épaisseur d'une poutre de section rectangulaire. Nous définissons les coordonnées de position de la manière suivante : l'origine est située au centre de la base fixe, l'axe x se situe selon la longueur de la poutre et les axes y et z selon la largeur et l'épaisseur, respectivement. Le mouvement en flexion de la poutre est une fonction de x , donnée par :



F . IV.1 – Modèle géométrique d'une micropoutre

$$EI_y(x) \frac{\partial^4 v}{\partial x^4} + \eta \rho S \frac{\partial v}{\partial t} + \rho S \frac{\partial^2 v}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{IV.1})$$

avec E le module de Young de la poutre en silicium, $I_y = \frac{wh^3}{12}$ est le moment d'inertie selon l'axe z , $S = w \times h$ est l'aire de la section rectangulaire, η est une constante d'amortissement, $v(z, t) = V(z)e^{j\omega t}$ est la fonction donnant la déflexion de la poutre, et ρ sa densité. Sans tenir compte de l'effet d'amortissement, la solution de l'équation précédente est :

$$(K_n L)^3 [\cos(K_n L) \cosh(K_n L) + 1] = 0 \quad (\text{IV.2})$$

avec K_n nombre d'onde de la poutre pour le mode n ($K_1 \approx 1,8751$ pour le 1^{er} mode de flexion). La fréquence de résonance est obtenue en utilisant la relation de dispersion suivante :

$$\omega_n = (K_n L)^2 \sqrt{\frac{EI_y}{\rho S L^4}} \quad (\text{IV.3})$$

où ω_n est la n^{e} fréquence de résonance en flexion. Si cette fréquence ω_n est connue alors, l'épaisseur h de la poutre (c'est l'inconnue principale des objets de cette taille car elle ne peut être mesurée sous

microscope électronique) peut être déterminée selon :

$$h = \frac{\omega_n}{K_n^2} \sqrt{\frac{12\rho}{E}} \quad (\text{IV.4})$$

À partir de là, la raideur k de la micropoutre peut être calculée de la façon suivante :

$$k = \frac{Ewh^3}{4L^3} \quad (\text{IV.5})$$

De la même façon, à partir de l'équation du mouvement en torsion, définie par [172] :

$$GJ \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial x^2} = \rho I_p \frac{\partial^2 \theta(x, t)}{\partial t^2} + c \frac{\partial \theta(x, t)}{\partial t} \quad (\text{IV.6})$$

où $\theta(x, t)$ est l'angle de rotation de la poutre, G est le module de cisaillement de la poutre, et ρ sa densité, c est le coefficient d'amortissement visqueux, $I_p = \frac{(wt^3 + w^3t)}{12}$ est le moment d'inertie polaire et J la constante de torsion. Pour une poutre de section rectangulaire, la constante J peut être obtenue à partir de [173] :

$$J \approx \frac{1}{3} wh^3 \left[1 - 0,63 \frac{h}{w} + 0,052 \left(\frac{h}{w} \right)^5 \right] \quad (\text{IV.7})$$

La n^{e} fréquence de résonance en torsion est donnée par :

$$\omega = \frac{(2n-1)\pi}{2L} \sqrt{\frac{GJ}{\rho I_p}}, \quad n = 1, 2, \dots \quad (\text{IV.8})$$

La méthode de Rayleigh-Ritz est proposé en annexe C.

1.2 Analyse pour la vibration en flexion

Les méthodes d'analyse utilisées généralement pour l'étude des micropoutres et de leurs propriétés sont basées sur des études fréquentielles. De la même façon, elles peuvent être utilisées pour l'étude des systèmes composés de micro/nano-objets et de micropoutres par les mêmes méthodes.

Une formulation classique est communément utilisée pour déterminer la masse de microobjets : la mesure du déplacement en fréquences (*frequency shifts*) [174] :

$$\Delta m = \frac{k}{4n\pi^2} \left(\frac{1}{f_{mass}^2} - \frac{1}{f_{res}^2} \right) \quad (\text{IV.9})$$

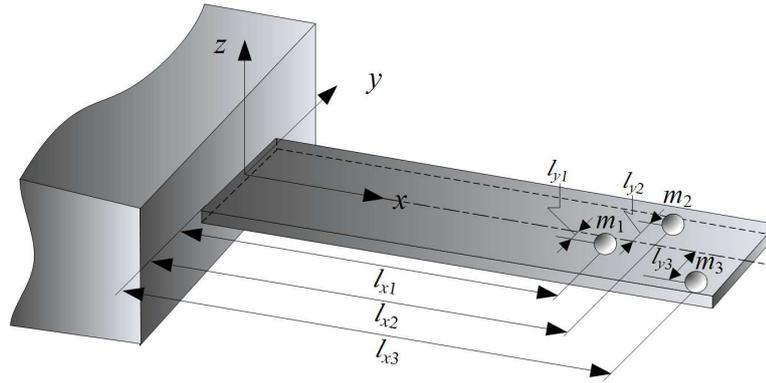
avec k la raideur de la poutre, Δm la masse devant être mesurée, f_{res} la fréquence fondamentale de la poutre, f_{mass} la fréquence de résonance associée au système poutre/masse. Dans le cas d'une masse ajoutée sur la pointe de la poutre, alors la variable n vaut 1. Si celle-ci est placée uniformément sur la poutre, alors n vaut 0,24 [174]. Cette méthode de détection de la masse n'est valable que pour un objet unique attaché à la poutre. Si nous voulons caractériser la masse de plusieurs objets placés au hasard sur la poutre, un modèle plus complexe doit être développé.

Une autre méthode, orientée biologie, considérant la position d'attache, emploie une approximation linéaire pour calculer la masse d'une cellule [175] :

$$\Delta f = 0,279 m_{add} \frac{x}{l} \sqrt{\frac{EI}{l^3 m_0^3}} \quad (\text{IV.10})$$

où l représente la longueur de la micropoutre, E son module de Young, I son moment d'inertie et m_0 sa masse, m_{add} est la masse de la cellule attachée, et x sa position mesurée à partir de la base de la poutre.

Le système poutre/objets est distinct du système poutre seule. La méthode de Rayleigh–Ritz est ainsi utilisée pour résoudre ce problème plus complexe. En considérant qu'il n'y a pas de perte d'énergie entre les objets et la micropoutre, le système poutre/objets est modélisé comme présenté en figure IV.2. Dans ce modèle, on considère trois microsphères attachées à la poutre à une distance l_{kx} de la base, ayant une masse m_k .



F . IV.2 – Géométrie du système poutre/objets. Exemple de trois microsphères m_1 , m_2 et m_3 adhérant à la poutre aux coordonnées suivantes (l_{x1}, l_{y1}) , (l_{x2}, l_{y2}) et (l_{x3}, l_{y3})

Dans le cas d'une vibration en flexion, la fonction de déformation $z_f(x)$ prend la forme suivante :

$$z_f(x) = f_1\phi_1(x) + f_2\phi_2(x) \quad (\text{IV.11})$$

avec $\phi_1(x)$ et $\phi_2(x)$ les fonctions de forme définies comme étant x^2 et x^3 , respectivement. f_1 et f_2 sont les deux constantes correspondantes. Alors les maximums d'énergies potentielle (U_f) et cinétique (T_f), pour une vibration en flexion, sont donnés par :

$$U_f = \frac{1}{2}EI_y \int_0^L \left[\sum_{i=1}^2 f_i \frac{\partial \phi_i^2(x)}{\partial x^2} \right] \left[\sum_{j=1}^2 f_j \frac{\partial \phi_j^2(x)}{\partial x^2} \right] dx \quad (\text{IV.12})$$

$$T_f = \frac{1}{2}\rho S \omega^2 \int_0^L \left[\sum_{i=1}^2 f_i \phi_i(x) \right] \left[\sum_{j=1}^2 f_j \phi_j(x) \right] dx \quad (\text{IV.13})$$

avec ρ la densité volumique de la poutre, S l'aire de sa section. On en déduit alors les éléments des matrices de raideur et de masse, \mathbf{K} et \mathbf{M} :

$$k_{ij} = EI_y \int_0^L \frac{\partial \phi_i^2(x)}{\partial x^2} \cdot \frac{\partial \phi_j^2(x)}{\partial x^2} dx \quad (\text{IV.14})$$

$$m_{ij} = \rho S \int_0^L \phi_i(x) \cdot \phi_j(x) dx \quad (\text{IV.15})$$

Pour les objets attachés, leurs éléments sont donnés par :

$$m_{ij,object} = \sum_{k=1}^N m_k \phi_i(l_{kx}) \cdot \phi_j(l_{kx}) \quad (\text{IV.16})$$

avec k l'indice du microobjet parmi les N autres. Les matrices \mathbf{M} et \mathbf{K} du système complet, pour le mode de flexion sont ainsi obtenues :

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \frac{1}{5}\rho S L^5 + \sum_{k=1}^N m_k l_{kx}^4 & \frac{1}{6}\rho S L^6 + \sum_{k=1}^N m_k l_{kx}^5 \\ \frac{1}{6}\rho S L^6 + \sum_{k=1}^N m_k l_{kx}^5 & \frac{1}{7}\rho S L^7 + \sum_{k=1}^N m_k l_{kx}^6 \end{bmatrix} \quad (\text{IV.17})$$

$$\mathbf{K} = \begin{bmatrix} 4EIL & 6EIL^2 \\ 6EIL^2 & 12EIL^3 \end{bmatrix} \quad (\text{IV.18})$$

À partir de l'équation C.9, une solution est obtenue dans le cas de plusieurs objets attachés à la poutre, dépendant de la position d'attache l_{kx} , de la fréquence de résonance ω et des masses m_k :

$$f(l_{kx}, m_k, \omega) = 0 \quad (k = 1, 2, \dots, N) \quad (\text{IV.19})$$

Il est à noter que sur les trois variables de l'équation IV.19 ci-dessus, au moins deux sont nécessaires pour résoudre l'équation. Par exemple, si nous connaissons la position l_{kx} des différents objets ainsi que la fréquence de résonance ω du système complet, alors la masse des différents objets m_k peut être déduite. De même si la masse des objets est connue ainsi que la fréquence de résonance du système, alors la position des objets peut être déduite simplement.

1.3 Analyse pour la vibration en torsion

Pour les modèles de torsion, le système poutre/objets est aussi représenté comme sur la figure IV.2. L'axe de torsion se situe le long de l'axe x et au centre de la section rectangulaire. Pour le 1^{er} mode de torsion, la fonction de la déformée $z_t(x)$ est donnée par :

$$z_t(x) = t_1 \psi_1(x) + t_2 \psi_2(x) \quad (\text{IV.20})$$

où $\psi_1(x)$ et $\psi_2(x)$, sont des fonctions de l'angle de torsion, fixées respectivement à x et x^2 . t_1 et t_2 sont les deux constantes correspondantes. On peut écrire alors comme précédemment les énergies potentielle (U_t) et cinétique (T_t) :

$$U_t = \frac{1}{2} GJ \int_0^L \left[\sum_{i=1}^2 t_i \frac{\partial \psi_i(x)}{\partial x} \right] \left[\sum_{j=1}^2 t_j \frac{\partial \psi_j(x)}{\partial x} \right] dx \quad (\text{IV.21})$$

$$T_t = \frac{1}{2} \rho I_p \omega^2 \int_0^L \left[\sum_{i=1}^2 t_i \psi_i(x) \right] \left[\sum_{j=1}^2 t_j \psi_j(x) \right] dx \quad (\text{IV.22})$$

avec ρ la densité volumique de la poutre, $I_p = \frac{wr^3 + w^3r}{12}$ est le moment d'inertie polaire, J est la constante de torsion, qui peut être obtenue à partir de l'équation IV.7. Nous pouvons en déduire les expressions des éléments des matrices \mathbf{K} et \mathbf{M} pour le mode de torsion :

$$k_{ij} = GJ \int_0^L \frac{\partial \psi_i(x)}{\partial x} \cdot \frac{\partial \psi_j(x)}{\partial x} dx \quad (\text{IV.23})$$

$$m_{ij} = \rho I_p \int_0^L \psi_i(x) \cdot \psi_j(x) dx \quad (\text{IV.24})$$

Les éléments de la matrice \mathbf{M} pour un objet attaché, sont donnés par :

$$m_{ij,object} = \sum_{k=1}^N J_{mk} \psi_i(x) \cdot \psi_j(x) \quad (\text{IV.25})$$

où k est l'indice d'un objet parmi les N . J_m est le moment d'inertie pour une microsphère :

$$J_m = \frac{2}{5}mr^2 + m \left[l_{yk}^2 + \left(\frac{h}{2} + r \right)^2 \right] \quad (\text{IV.26})$$

où r est le rayon de la microsphère attachée. Nous pouvons ainsi déterminer, dans le système de coordonnées présenté précédemment, et pour les paramètres $[t_1, t_2]$, les matrices \mathbf{M} et \mathbf{K} :

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \frac{1}{3}\rho S I_p L^3 + \sum_{k=1}^N J_{mn} l_{xn}^2 & \frac{1}{4}\rho I_p L^4 + \sum_{k=1}^N J_{mn} l_{xn}^3 \\ \frac{1}{4}\rho I_p L^4 + \sum_{k=1}^N J_{mn} l_{xn}^3 & \frac{1}{5}\rho I_p L^5 + \sum_{k=1}^N J_{mn} l_{xn}^4 \end{bmatrix} \quad (\text{IV.27})$$

$$\mathbf{K} = \begin{bmatrix} GJL & GJL^2 \\ GJL^2 & \frac{4}{3}GJL^3 \end{bmatrix} \quad (\text{IV.28})$$

À partir de l'équation C.9, une solution peut être obtenue :

$$f(l_{xk}, J_{mk}, \omega) = 0 \quad (k = 1, 2, \dots, N) \quad (\text{IV.29})$$

L'équation IV.29 ci-dessus, dépend de trois variables, la position longitudinale des microsphères l_{xk} , le moment d'inertie des masses J_{mk} et de la fréquence fondamentale ω du système poutre/objets. Ainsi, si nous connaissons la fréquence de résonance ω du système poutre/objets et les positions des microsphères, alors les masses peuvent être déterminées.

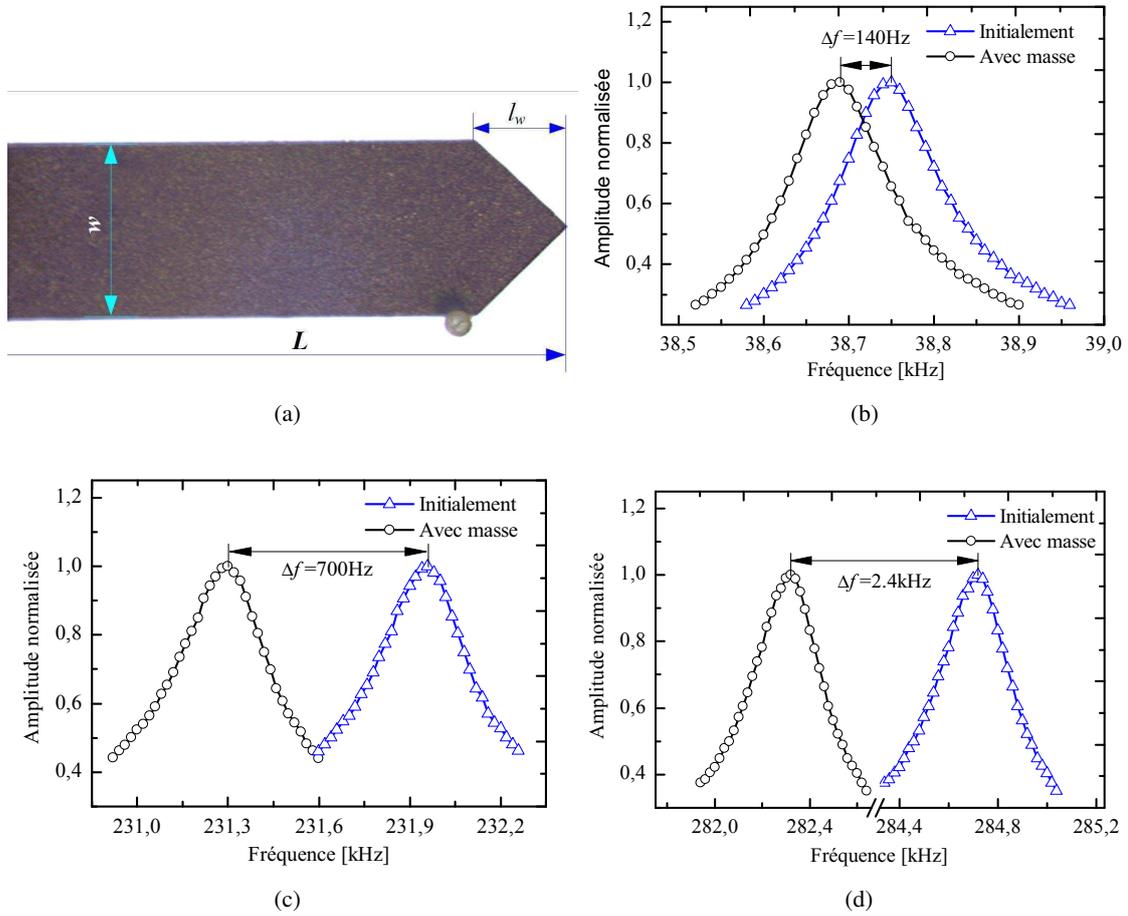
1.4 Évaluation expérimentale

1.4.1 Mise en place du capteur de masse et calibration

Le capteur de masse utilisé dans nos expériences consiste principalement en une poutre en silicium, une céramique piézoélectrique et le système de mesure présenté au chapitre précédent. La céramique piézoélectrique est utilisée comme oscillateur. Elle mesure $1 \text{ mm} \times 5 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$ ($t \times w \times l$).

Les résultats expérimentaux indiquent qu'il existe une relation linéaire entre la tension d'entrée et le déplacement en sortie, de 0 à 60 nm pour une entrée comprise entre 0 et 300V. Un générateur de signaux est utilisé pour actionner la céramique, qui peut produire des sinusoïdes d'amplitude entre 0 et 20V, pour une fréquence comprise entre 1 et 3 MHz (avec une résolution de 1 Hz entre 0 et 10 kHz, 10 Hz en dessous de 1 MHz et 100 Hz entre 1 et 3 MHz). Le dispositif de mesure est placé sous microscope optique avec un objectif $\times 20$ autorisant une résolution de $0,55 \mu\text{m} \cdot \text{pixel}^{-1}$ et permettant de déterminer les positions des micro/nano-objets et les dimensions de la poutre.

La constante de raideur de la poutre doit être déterminée de manière précise, par les méthodes présentées au chapitre précédent. Pendant la calibration, les dimensions de la poutre sont celles fournies par le constructeur et affinées en utilisant le microscope optique. Dans nos expériences, le paramètre clé, l'épaisseur de la poutre, est déterminé en utilisant la méthode des oscillations forcées basée sur la



F . IV.3 – (a) Image optique de la poutre avec un grain de pollen, (b) déplacement en fréquence pour le 1^{er} mode de flexion, (c) pour le 2^e mode de flexion, (d) pour le 1^{er} mode de torsion.

fréquence propre de la poutre.

La figure IV.3(a) présente la poutre utilisée dans nos expériences. Celle-ci possède une forme différente de celle du modèle développé, la forme de son extrémité en triangle entraîne un ajustement des matrices de raideur et de masse, IV.23 et IV.24 pour le 1^{er} mode de torsion.

$$k_{ij} = EI_y \int_0^{L-l_w} \frac{\partial^2 \phi_i(x)}{\partial x^2} \cdot \frac{\partial^2 \phi_j(x)}{\partial x^2} dx + EI_y \int_0^{L-l_w} \frac{(L-x)}{l_w} \cdot \frac{\partial^2 \phi_i(x)}{\partial x^2} \cdot \frac{\partial^2 \phi_j(x)}{\partial x^2} dx \quad (\text{IV.30})$$

$$m_{ij} = \rho S \int_0^{L-l_w} \phi_i(x) \cdot \phi_j(x) dx + \rho S \int_0^{L-l_w} \frac{(L-x)}{l_w} \cdot \phi_i(x) \cdot \phi_j(x) dx \quad (\text{IV.31})$$

où l_w est la hauteur de l'extrémité triangulaire selon l'axe x . Si la fréquence du 1^{er} mode de torsion est connue, alors l'épaisseur de la poutre peut être calculée à partir de l'équation IV.29 ainsi modifiée (on pose $J_m = 0$). Les dimensions de la poutre ont été mesurées sous microscope optique lors des expériences : $l = 596,5 \mu\text{m}$, $w = 141,5 \mu\text{m}$ et $l_w = 68,4 \mu\text{m}$. La constante de raideur de la poutre a été caractérisée et a pour valeur $20,15 \text{ N/m}$. Si le modèle utilisé pour le calcul de la raideur reste celui utilisé pour une poutre de forme rectangulaire et avec une extrémité triangulaire, alors la calibration de la raideur donne $29,32 \text{ N/m}$, soit une différence de 46% donnée par les équations IV.23 et IV.24.

1.4.2 Sensibilité à la masse pour les trois premiers modes de vibration

Les fréquences de résonance de la micropoutre ont été détectées au moyen du système de mesure par laser, selon le procédé explicité au chapitre précédent. Chacun des trois premiers modes a été examiné séparément. En effet, il est ainsi possible de localiser le spot laser au centre de l'extrémité de la poutre afin de maximiser la contribution des différents modes et notamment du mode de torsion [162]. Après avoir réglé la plate-forme expérimentale avec précaution, la première étape à réaliser est la caractérisation de la fréquence fondamentale de la poutre en procédant à un balayage en fréquence (entre 0 et 300 kHz avec un intervalle de 10 Hz) ; ensuite un grain de pollen d'Ambrosie avec un diamètre de 20–20,5 μm est déposé à l'extrémité de la poutre (voir figure IV.3(a)).

Pour obtenir une meilleure sensibilité pour la détection de masse, le grain de pollen est déposé assez proche de l'extrémité libre de la poutre. Sous microscope optique, la position de ce grain est relevée, et mesurée (519, -77) μm selon le système de coordonnées décrit sur la figure IV.2. Lorsque le pollen est déplacé, l'expérience est reconduite de manière à déterminer les trois premiers modes de vibration, pour obtenir les fréquences de résonance correspondantes. Durant le balayage en fréquences, les trois fréquences sont relevées pour les configurations avec et sans masse. En observant les figures IV.3(b)–(d) nous pouvons déduire les déplacements en fréquences pour les 3 premiers modes de vibration à 140 Hz, 700 Hz et 2,4 kHz, respectivement ; ce qui indique que le premier mode de torsion a une plus grande sensibilité à la détection de masse. Le second mode de flexion possède lui aussi une meilleure sensibilité comparée au premier mode de flexion, à cause de la masse relativement faible de la poutre [176]. Le tableau IV.1 présente les résultats obtenus pour la mesure de masse pour les trois modes, une masse moyenne de $3,841 \cdot 10^{-12}\text{kg}$ est obtenue avec une humidité relative de 60%, valeur en accord avec des résultats précédents [177].

	1 ^{er}	2 ^e	1 ^{er}	
Descriptions	flexion	flexion	torsion	Moyenne
Masse [10^{-12}kg]	3,795	3,879	3,848	3,841

T . IV.1 – Résultats de la détection de masse en utilisant les trois premiers modes.

Lors des expériences, la fréquence fondamentale du système poutre/objet est mesurée à l'aide d'un signal sinusoïdal, de faible amplitude afin de garantir une meilleure force d'adhésion entre la poutre et le grain de pollen, à haute fréquence (la fréquence de résonance du 1^{er} mode de vibration en torsion est de 284,72 kHz). Les résultats expérimentaux montre que cette dernière dépend fortement de la position de la microsphère.

Dans le but de valider cette relation entre la fréquence de résonance, les positions d'attache et les masses des microsphères, les grains de pollen sont placés sur quatre positions différentes le long de l'axe y , comme le montre la figure IV.4. À partir de l'équation IV.29 et parce que la fréquence fondamentale est déterminée par les positions sur les axes x et y aussi bien qu'à partir des masses, le problème se résoud comme expliqué ci-après.

Dans un premier temps, la vision par microscope est utilisée pour mesurer les positions des grains de pollen. Dans un second temps, la fréquence de résonance du système poutre/objets est détectée par balayage. Par conséquent la masse du grain de pollen est déterminée facilement à partir de l'équation IV.29. Les résultats expérimentaux sont présentés dans le tableau IV.2 ci-après.

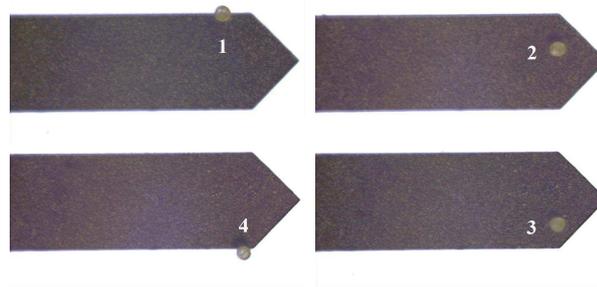


Fig. IV.4 – Le grain de pollen est placé dans quatre positions différentes le long de l'axe transversal de la poutre. Le grain fait $20\ \mu\text{m}$ de diamètre.

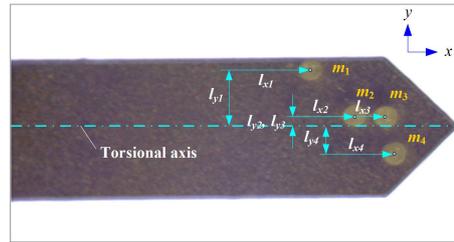
Grain de pollen	Positions (x, y) [μm]	1 ^{er} torsion dépl. fréq. [kHz]	Masse [10^{-12}kg]
- 1	(491, 68)	1,81	3,829
2	(536, 17)	0,12	2,984
3	(530, -38)	0,61	3,816
4	(519, -77)	2,40	3,848

Tab. IV.2 – Détection de la masse d'un grain de pollen d'Ambrosie adhérent à la poutre pour différentes positions.

Nous pouvons remarquer que le déplacement en fréquence, relativement à la sensibilité de la détection de masse, diminue lorsque la position d'attache du pollen s'approche de l'axe de torsion de la poutre (cf. masse de $2,984 \cdot 10^{-12}\text{kg}$ du tableau IV.2). Cette remarque s'explique simplement à cause de la diminution du moment d'inertie. Elle est en accord avec l'analyse du mode de torsion pour un capteur de masse basé sur une poutre. C'est pourquoi, pour obtenir une sensibilité accrue pour la détection de la masse, lors de l'utilisation du 1^{er} mode de torsion, la masse doit être placée assez proche de l'extrémité de la poutre.

1.4.3 Détection de plusieurs masses.

Dans le but de vérifier la méthode proposée, quatre grains de pollen sont déposés à l'extrémité de la poutre en différentes positions mesurées par microscopie optique (configuration présentée en figure IV.5). Le tableau IV.3 consigne les positions et présente la masse moyenne relevée égale à $3,905 \cdot 10^{-12}\text{kg}$. Cette valeur est légèrement plus élevée que la masse réelle du pollen. Deux facteurs contribuent à cette erreur. Le premier est la mesure du diamètre du grain de pollen. Le second est que deux des grains sont très proches de l'axe de torsion de la poutre (m_2 et m_3) ce qui a pour effet de réduire la sensibilité de la mesure. Cependant, contrairement à l'utilisation du mode de flexion conventionnel, le 1^{er} mode de torsion possède une meilleure sensibilité pour la mesure d'une masse disposée à l'extrémité de la poutre. Cela pourrait permettre d'utiliser des poutres ordinaires avec une meilleure sensibilité pour la détection de matériaux bio/chimiques.



F . IV.5 – Quatre grains de pollen d’ambroisie, adhérant à une poutre en différentes positions. Les positions sont mesurées par microscopie optique avec une résolution de $0,55 \mu\text{m}.\text{pixel}^{-1}$.

Grain de pollen	Positions $(l_{xk}, l_{yk})[\mu\text{m}]$	1 ^{er} torsion depl. fréq. [kHz]	Masse $[10^{-12}\text{kg}]$
1	(461, 55)		
2	(509, 10)		
3	(532, 10)	1,82	3,905
4	(540, -28)		

T . IV.3 – Résultats de la détection de plusieurs masses.

1.5 Conclusion

La détection de masse et le calcul de la position de micro/nano-objets adhérant à une micropoutre ont été développés. Pour la mesure de masse, un modèle basé sur le mode de flexion du système poutre/masse a été développé. Contrairement à la méthode conventionnelle, cette méthode peut non seulement être utilisée pour la mesure des masses de plusieurs objets à l’aide d’un microscope, mais aussi pour déterminer les positions de l’objet sur l’axe longitudinal de la poutre avec précision.

Un autre modèle basé sur le mode de torsion du système poutre/masse a été proposé pour la détection de la position sur l’axe transversal. Dans ce cas pratique, une fois que la position longitudinale de l’objet et la fréquence de résonance de la poutre sont connues, la masse peut être déterminée avec précision par le premier mode. A contrario, si la masse et la fréquence de résonance du 1^{er} mode de torsion sont connues, sur la base de ces deux modèles, la position de l’objet peut être facilement obtenue. Ces deux modèles peuvent être utilisés conjointement pour la mesure de masse et la détection de position des objets adhérant à la micropoutre.

2 Stratégies de retour d'effort pour la manipulation

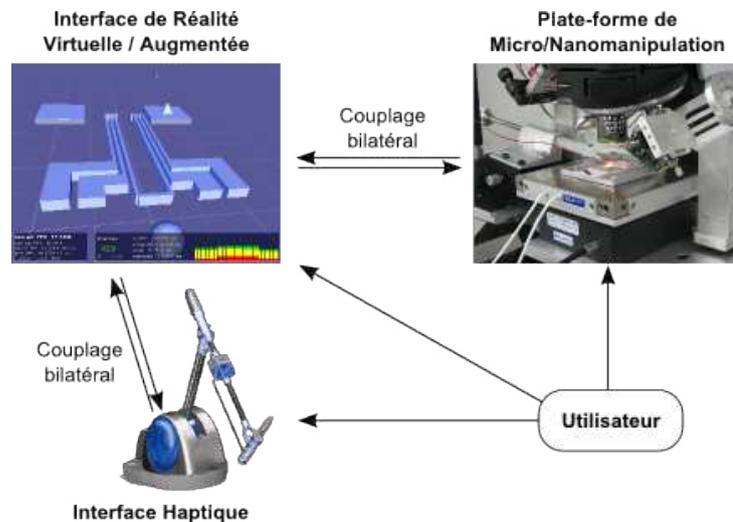
Cette partie présente l'apport pour l'utilisateur, d'un ressenti haptique approprié et d'une assistance à la micro/nanomanipulation. Le retour haptique ou ressenti haptique est l'utilisation d'une interface robotisée permettant d'appliquer des déplacements du monde macroscopique vers le monde micro/nanoscopique et de ressentir *via* cette interface les interactions à cette échelle.

La plate-forme NanoMAD est ainsi couplée à un système de réalité virtuelle qui permet de visualiser une scène reconstruite en trois dimensions et à une interface haptique qui permet de déplacer l'outil (poutre ou *cantilever*) et de ressentir les interactions de cet outil avec les objets micro/nanoscopiques. Ce système offre ainsi de nouveaux modes d'interaction en s'affranchissant de la vision sous microscope.

Cette partie s'intéresse,

2.1 Plate-forme de réalité augmentée

Dans le but d'expérimenter différentes stratégies de retour haptique, la plate-forme de réalité augmentée (décrite sur la figure IV.6) se compose des éléments suivants : l'interface haptique, le simulateur interactif, et la plate-forme expérimentale. Le couplage entre les différents éléments est dit bilatéral : l'utilisateur est ainsi capable d'agir dans les environnements virtuel et réel, et de recevoir des informations, à la fois visuelle et haptique, lorsque des changements s'opèrent.



F . IV.6 – Plate-forme de réalité augmentée

Grâce à cette configuration, l'opérateur humain peut réaliser des tâches de micro/nanomanipulation et peut intervenir sur les différents composants de la plate-forme. Pendant les phases de calibration et de manipulation, l'utilisateur ajuste les différents paramètres de la plate-forme (focalisation du laser, position initiale de la poutre, ...) alors que l'interaction avec l'environnement virtuel est continue au travers des interfaces robotisée et graphique/physique. Les caractéristiques principales et les performances des composants de la plate-forme sont présentées ci-après.

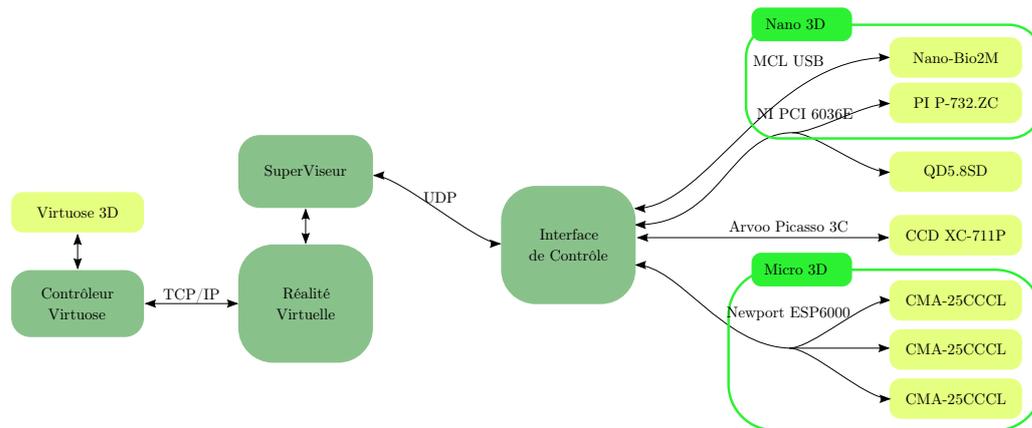
2.1.1 Description des principaux composants

Environnement virtuel Les simulations des micro/nanoscènes utilisent l'outil logiciel XDE, *eXtended Dynamical Engine*. C'est un moteur physique dédié à la modélisation temps réel des interactions méca-

niques. Il est réalisé par le CEA¹ et permet la manipulation d'objets virtuels dans un environnement 3D au moyen de périphériques externes (SpaceMouse, Interfaces haptiques ou périphériques de capture de mouvements). Il prend aussi en charge les chaînes cinématiques et leur contrôle. Des simulations temps réel adaptées au retour interactif réaliste peuvent être réalisées.

XDE est divisé en deux parties, GVM (*Generalized Virtual Mechanism*) le solveur numérique qui prend en charge la dynamique des modèles et LMD++ (*Local Minima Distances*) qui s'occupe de détecter les collisions entre objets en temps réel. Afin de satisfaire les critères d'interactivité entre le modèle et l'utilisateur, l'architecture logicielle du moteur physique sépare les boucles de contrôle haptique et de vision. La boucle physique tourne à haute fréquence (jusqu'à 1 kHz) et interagit avec l'interface haptique en assurant un retour d'effort en temps réel à l'opérateur. La boucle de retour visuel accède aux données physiques pour générer une vue 3D de la scène à une fréquence correspondante à celle de la perception humaine (30 Hz).

Plate-forme de micro/nanomanipulation Celle-ci est décrite en détail au chapitre III. Un module de communication a été rajouté afin de permettre la transmission des différentes données par un réseau Ethernet. Ce module est appelé « Superviseur » (*SuperVisor*) et intègre une couche de communication réseau UDP et Corba ainsi qu'une mémoire partagée pour faciliter les échanges de données avec l'environnement virtuel (voir figure IV.7).



F . IV.7 – Schéma de communication de la plate-forme

2.2 Évaluation expérimentale

Le couplage entre l'interface haptique, le simulateur interactif et la plate-forme de micro/nanomanipulation est un premier pas pour l'intégration avec le système final du projet NanoRAC (présenté au paragraphe 4 de ce chapitre). Malgré les avantages de notre plate-forme de micro/nanomanipulation, celle-ci diffère du système final. Cela est dû en partie au préhenseur et à la mesure d'efforts. La flexibilité de la poutre rend possible la mesure des interactions aux échelles micro/nanoscopiques et intervient aussi dans le rendu de ces efforts. L'opérateur humain n'a pas directement accès aux forces agissant entre la poutre et l'objet, mais à une mesure de cette interaction au travers de la raideur de la poutre. La valeur de cette raideur joue un rôle important dans le rendu des phénomènes.

¹<http://www.cea.fr/>

Les expériences réalisées sont présentées puis discutées dans les paragraphes suivants, en commençant par un point important : la calibration des environnements virtuel et réel.

2.2.1 Tests préliminaires et calibration

Calibration de la réalité virtuelle Lorsque la scène virtuelle est créée, une attention particulière est apportée à la cohérence visuelle avec la scène réelle de manipulation. C'est pourquoi les dimensions des objets virtuels sont proportionnelles à celles des objets réels et la disposition de la scène est conservée. En prenant en compte le ratio entre la taille des poutres utilisées (longueur/épaisseur de l'ordre de 10^2 à 10^3), alors la déflexion de l'extrémité libre de la poutre doit être assimilée à de petits déplacements. Ainsi, si dans la scène réelle, la poutre est montée avec un certain angle d'inclinaison, sa représentation dans la scène 3D restera horizontale.

Un autre paramètre intrinsèque à la réalité virtuelle est le seuil de détection des collisions. En effet, un seuil maximum doit être réglé. Pour un couple d'objets, le moteur physique détecte une distance minimale locale lorsque deux vecteurs locaux, normaux aux objets, de directions opposées sont alignés. Bien sûr, du fait de la géométrie de certains objets, il peut exister plusieurs distances pour une paire d'objets. Une collision est détectée lorsque le seuil imposé est dépassé. Cette propriété a pour conséquence, pendant la simulation, de l'application de forces d'interactions entre les objets virtuels (et indirectement sur l'opérateur humain), dès que ce seuil est atteint. Lorsque les forces mesurées sont utilisées pour générer un retour haptique alors, ce seuil de détection agit comme un filtre sur la variation temporelle de la force mesurée. Même si dans la scène réelle, il y a des forces agissant entre les objets, dans la scène virtuelle, ces forces seront seulement appliquées lorsque la distance de séparation est inférieure à ce seuil. L'ajustement de ce paramètre assure un retour haptique complet ou filtré.

Calibration de la plate-forme La phase de calibration passe d'abord par la détermination des positions des différents objets de la scène réelle (poutre et micro/nano-objet), puis par le réglage de la chaîne de mesure d'efforts (dont le principe est rappelé brièvement ici mais décrit plus en détail dans le chapitre précédent).

Les angles de déflexion θ sont déduits à partir des déplacements Δd de l'extrémité de la poutre, générés par les forces d'interaction :

$$\theta = \frac{3}{2L} \cdot \Delta d \quad (\text{IV.32})$$

Les déflexions de la poutre produisent des déplacements du spot laser qui sont enregistrés par les quatre segments de la photodiode. L'intensité du spot est ensuite traduite en tension par l'électronique embarquée. Ces composantes sont ensuite utilisées pour déterminer les déflexions verticale et latérale *via* la mesure de tensions de sortie :

$$U_d = \alpha_d \cdot \theta \quad (\text{IV.33})$$

Et la force peut être déduite de la déflexion de la poutre si la raideur de celle-ci est connue (voir chapitre précédent)

$$F = \beta_d \cdot U_d; \quad \beta_d = \frac{K_c \cdot \Delta d}{\Delta U_d} \quad (\text{IV.34})$$

Deux types de poutres ont été calibrées par les méthodes proposées précédemment puis utilisées lors de nos expériences. Leurs principales caractéristiques sont rappelées dans le tableau IV.4.

La configuration de la plate-forme est la suivante : la poutre reste fixe, et l'utilisateur contrôle le nano-translateur supportant le substrat, tout au long des expériences. La position initiale du substrat est

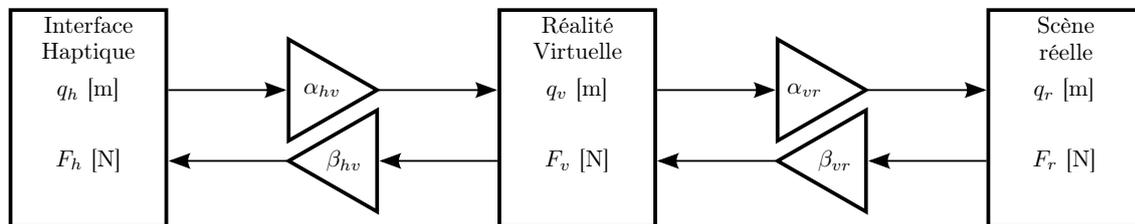
Type	β_d [$\mu\text{N/V}$]	k_c [N/m]
souple	72	0,09
raide	$19,2 \cdot 10^{-3}$	48

T . IV.4 – Principales caractéristiques des poutres utilisées lors des expériences

choisie égale à zéro, la position de la poutre en fonction du substrat permet de définir la distance de séparation, et la plage possible des déplacements.

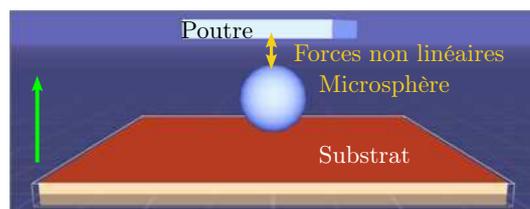
Couplage entre les environnements virtuel et réel La communication bidirectionnelle et le transfert de données entre les deux environnements, réel et virtuel, se font de manière efficace si les facteurs d'échelle sont appropriés. Le but est de créer un espace de travail de même taille pour l'opérateur (voir figure IV.8). Des coefficients unitaires $\alpha_{hv} = \beta_{hv} = 1$ sont choisis pour le couplage entre l'interface haptique et la scène virtuelle.

Dans toutes les expériences mettant en œuvre la réalité virtuelle, le substrat est contrôlé en position. Il s'avère ainsi nécessaire de choisir les gains à appliquer pour les changements de position entre les environnements virtuel et réel dans le respect des plages de déplacement du substrat réel. Les valeurs de ces facteurs d'échelle sont choisis afin de centrer le substrat réel dans les trois directions. Les gains appliqués sont les suivants $\alpha_{vr}^x = \alpha_{vr}^y = 12,5 \cdot 10^{-6}$ utilisés pour transformer les coordonnées (x, y) du substrat virtuel en commande latérale pour le substrat réel, alors qu'un gain $\alpha_{vr}^z = 2,5 \cdot 10^{-6}$ est appliqué pour la position selon l'axe z . Le schéma de couplage est présenté en figure IV.8.



F . IV.8 – Facteurs d'échelle existant entre les différents systèmes

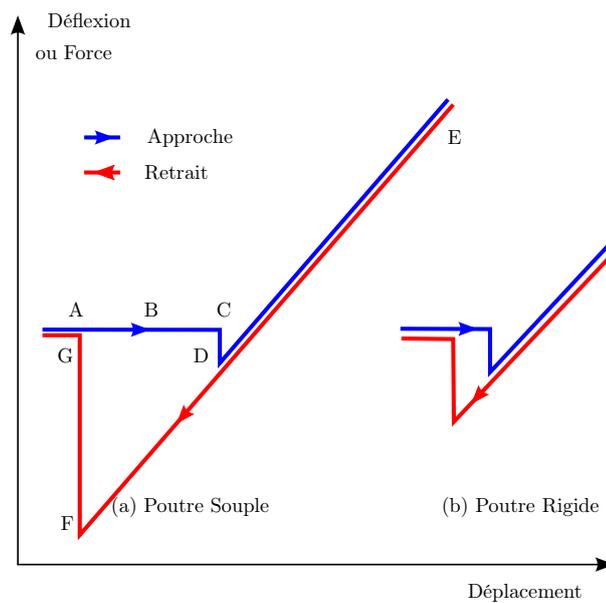
Les expériences réalisées consistent à contrôler le mouvement relatif d'une poutre (fixe) interagissant avec une microsphère située sur un substrat pouvant se déplacer (voir figure IV.9). Les forces utilisées pour générer le retour haptique peuvent être les forces réelles mesurées ou bien les forces simulées. Les tests se basent sur les forces mesurées dans la direction z car leurs magnitudes sont significatives en comparaison des forces latérales. Elles apportent les informations nécessaires à l'évaluation de différentes stratégies de retour d'effort.



F . IV.9 – Présentation de la scène virtuelle

2.2.2 Couplage bilatéral simple

Mesures d'effort Les forces d'interaction existantes entre une poutre et une surface génèrent les courbes caractéristiques présentées sur la figure IV.10. La technique de mesure consiste à enregistrer la déflexion de la poutre en fonction de la distance de séparation entre la poutre et la surface jusqu'au contact, dans les phases d'approche et de retrait.



F . IV.10 – Courbe d'approche-retrait : (a) poutre souple, (b) poutre rigide.

Nous pouvons remarquer plusieurs phases sur la figure IV.10 :

- A** La phase d'approche débute par l'absence d'interaction entre les deux objets. La distance de séparation entre la poutre et la surface est supérieure à une certaine distance.
- B** Une fois cette distance atteinte, la poutre et la surface commencent à s'attirer mutuellement avec une certaine force d'interaction (forces de van der Waals, électrostatique, capillaire). Il y a équilibre entre les forces d'attraction et de répulsion.
- C** L'équilibre est rompu, les forces attractives sont supérieures aux forces répulsives et la poutre vient au contact de la surface (*Snap-in* ou saut au contact)
- D** La poutre continue de descendre, la pointe est toujours en contact avec la surface.
- E** La poutre termine sa descente et la phase de retrait commence.
- F** La poutre et la surface se séparent, c'est la phase appelée *Pull-off*.
- G** La phase de retrait est terminée.

Les courbes de force-distance mesurées selon ce principe représentent la succession de points d'équilibre de la poutre lorsque toutes les forces sont prises en compte : la force de rappel élastique de la poutre, et les forces d'interaction aux échelles micro/nanoscopiques. Comme nous sommes dans la situation où

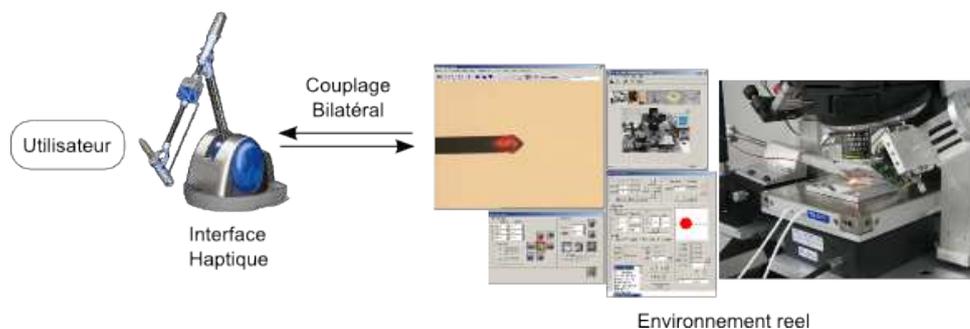
la mesure de l'effort dépend du déplacement, l'influence du capteur ne peut plus être négligée. Une analyse du rôle de la raideur de la poutre sur le rendu de l'effort montre les différences entre une poutre rigide et une poutre souple.

Une poutre rigide ne génère pas une déflexion très importante, spécialement pour les faibles forces d'attraction, mais un saut au contact facilement détectable (figure IV.10(b)). L'avantage d'utiliser une poutre rigide réside dans le fait d'accéder directement aux forces sans qu'elles soient modulées par la flexibilité de la poutre. Cependant, la détection de la déflexion représente la partie la plus difficile, empêchant une exploitation directe des résultats d'un point de vue visuel et haptique.

Inversement, une poutre souple (raideur faible) génère une courbe d'effort avec une hystérèse assez large (figure IV.10(a)). Malgré l'avantage d'une détection simple et claire des différentes phases d'une courbe d'effort, la difficulté concerne l'exploitation des résultats de mesures. La difficulté réside particulièrement dans le choix des facteurs de conversion des phases de saut au contact et de *Pull-off* pour les rendre cohérentes, stables et perceptibles par l'utilisateur.

Dans le but d'investiguer le rendu haptique pour une grande gamme de forces mesurées, plusieurs expériences ont été réalisées avec des poutres rigides et souples.

Couplage bilatéral direct Un couplage direct est réalisé entre l'interface haptique et la plate-forme expérimentale. L'opérateur manipule la poignée de l'interface haptique qui contrôle les déplacements du substrat (voir figure IV.11). La déflexion de la poutre est proportionnelle aux forces d'interaction, et sont enregistrées et utilisées pour générer le retour d'effort selon le schéma de contrôle en impédance. Une poutre avec une raideur $K_c=0,1 \text{ N/m}$ est utilisée. Les gains nécessaires pour adapter les mesures des échelles micro et macro ont les valeurs suivantes : $A_f = 10^7$ et $A_d = 25 \cdot 10^3$.



F . IV.11 – Configuration du couplage bilatéral

Pour comprendre les interactions de la scène réelle, l'utilisateur s'aide des mouvements du spot laser qui sont représentés sur l'interface de la plate-forme expérimentale et ressent les efforts d'interaction (proportionnels aux déplacements du spot) rendus par l'interface haptique.

Les expériences de couplage direct incluent des tracés de courbes d'approche–retrait (courbes déjà rencontrées précédemment). Les phases d'approche (saut au contact ou *Snap-in*) et le détachement (*Pull-off*) sont observées et sont ressenties sur un déplacement très court (de l'ordre de $0,2 \mu\text{m}$). Bien que l'interface haptique puisse générer des mouvements du substrat avec une résolution moindre, cela entraîne une perte de la configuration désirée. Même si l'opérateur effectue des mouvements lents et limités, il ne peut pas percevoir correctement tous les phénomènes présents.

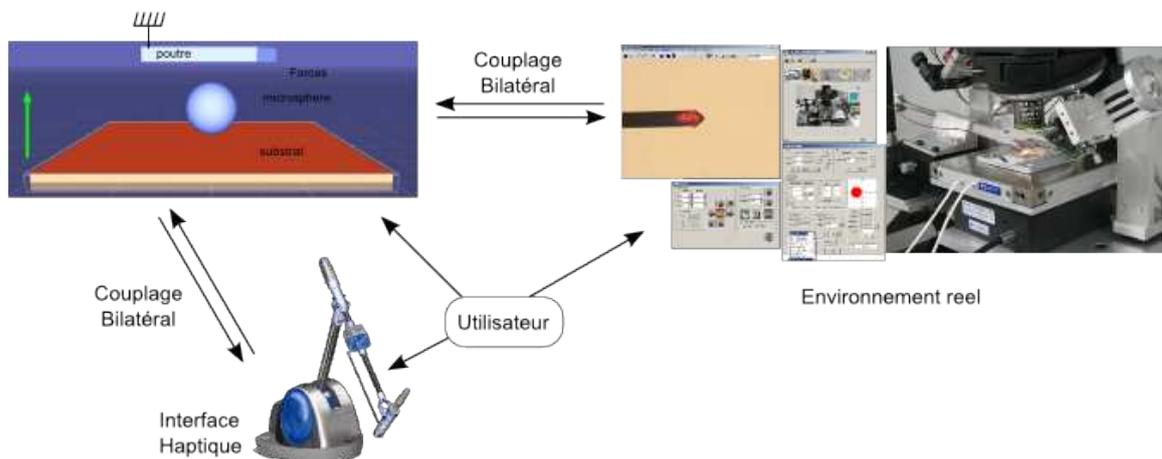
Ce type de couplage implique l'utilisation des forces mesurées brutes pour générer le retour haptique. Malgré l'utilisation d'une poutre souple permettant de détecter toutes les phases importantes de ce type de tracé, nous ne pouvons ajuster les paramètres pour reproduire toute la gamme d'efforts afin de rendre perceptible les deux variations d'efforts : saut au contact (faible variation) et *Pull-off* (forte variation).

De plus, le retour visuel de la plate-forme est limité à une vue 2D de dessus qui ne révèle rien de la direction de la déflexion, ou des parties de la poutre impliquées dans l'interaction. Par conséquent, l'opérateur humain n'a pas d'autres informations sur la flexion de la poutre (attraction ou répulsion) que les mouvements du spot sur la photodiode. Ces différents retours empêchent l'utilisateur d'adopter à temps certaines mesures de sécurité ou d'adapter ses mouvements lors de la manipulation à la configuration de la scène.

Réaliser une tâche de manipulation avec un couplage direct, c'est aussi traiter avec les conditions environnementales qui jouent un rôle important dans le rendu des phénomènes. Pour obtenir à chaque fois, et de manière satisfaisante, un rendu visuel et haptique des phénomènes, cela suppose de régler à chaque fois les paramètres du couplage pour trouver les ajustements appropriés.

2.2.3 Couplage haptique renforcé

Des expériences ont également été effectuées avec un couplage haptique renforcé (voir figure IV.12) en introduisant l'environnement virtuel entre l'interface haptique et l'environnement réel. Les stratégies de retour haptique testées reposent sur les forces simulées et/ou mesurées, ces dernières étant appliquées à la scène virtuelle, soit directement, en tenant compte de leurs variations complètes lors de la manipulation soit comme métaphore haptique.



F . IV.12 – Configuration du couplage haptique renforcé

Un bref aperçu des types d'expériences entreprises ainsi que leurs principales différences est présenté dans la tableau suivant IV.5 :

informations procurées à l'utilisateur	forces mesurées (cas de l'AFM)	forces simulées (cas du SEM)
modèle RV	retour « réaliste »	retour virtuel
poutre rigide	(a)	(c)
poutre souple	(b)	(d)

T . IV.5 – Aperçu des expériences

La plate-forme expérimentale offrant la possibilité de mesurer les interactions, plusieurs configurations ont été réalisées :

- (a) Dans la scène virtuelle, la poutre a été modélisée par un corps rigide afin de permettre à l'utilisateur de ressentir directement les interactions. Les forces agissant entre les objets (virtuels et réels) sont les forces mesurées. La calibration est faite de manière à reproduire un rendu « réaliste » sur l'ensemble de la plage d'efforts.
- (b) Des expériences similaires, mais utilisant une simulation virtuelle prenant en compte la flexibilité de la poutre n'ont pas été effectuées, car cela revenait à reproduire les effets (d'un point de vue haptique) d'un couplage direct.

Il y a des situations où la mesure des forces réelles n'est pas disponible ou pas exploitable. C'est le cas lors de manipulations effectuées sous SEM avec les pinces utilisées (sans dispositif de retour d'effort). Pour compenser cette absence de mesures, les *forces simulées* peuvent être utilisées pour générer des informations utiles à la réussite de diverses manipulations aux échelles micro et nanoscopiques.

- (c) et (d) Afin d'évaluer le retour haptique basé sur les forces simulées, une comparaison entre la simulation virtuelle et l'environnement réel est nécessaire. Les expériences ont été effectuées en configuration réalité augmentée, avec le simulateur interactif.

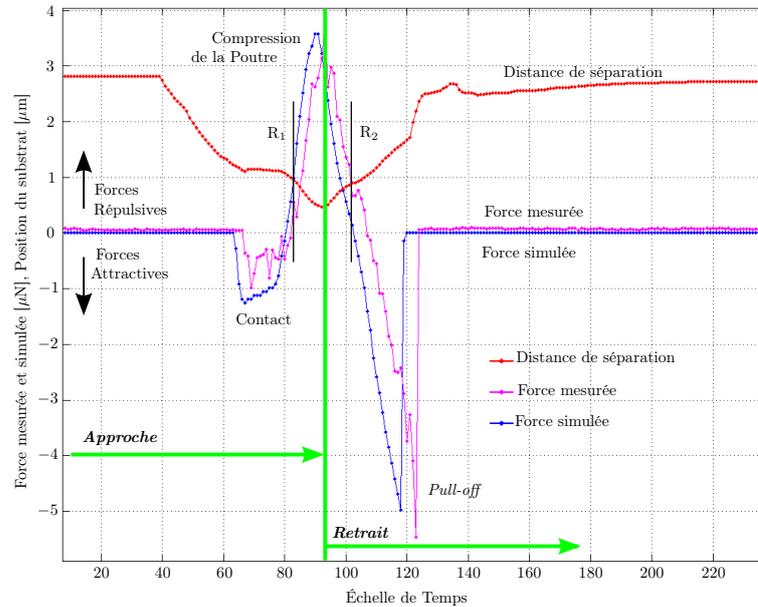
Retour haptique basé sur les forces mesurées Ces expériences procurent à l'utilisateur un retour de force en accord avec les différentes phases de manipulation et une rétroaction visuelle modifiée. Le modèle utilisé au cours de ces expériences consiste en une poutre fixe et placée horizontalement. Une microsphère est placée sur le support mobile. L'utilisateur contrôle la position du substrat avec le dispositif haptique. Les forces existantes dans la scène réelle sont mesurées avec une poutre souple, $K_c = 0,09 \text{ N/m}$. Celle-ci permet de détecter la force d'attraction jusqu'au contact ainsi que la différence d'amplitude lors des phases d'approche–retrait. Les forces mesurées sont appliquées dans la scène virtuelle comme des forces d'interaction et, par conséquent, ressenties par l'utilisateur *via* l'interface haptique.

La distance de séparation entre la poutre virtuelle et la microsphère a été choisie pour rendre perceptible toutes les phases qui caractérisent une courbe d'approche–retrait, *Snap-in* et *Pull-off*.

Au cours d'une manipulation, l'utilisateur commence l'approche du substrat vers la poutre dans les deux environnements réel et virtuel. La diminution de la distance de séparation (ligne rouge, figure IV.13) illustre les mouvements de l'utilisateur. Lorsque les forces attractives apparaissent dans la scène réelle (ligne magenta), elles commencent aussi à agir dans la scène virtuelle (ligne bleue). Par conséquent, l'utilisateur ressent l'attraction des objets virtuels (attraction). Toutefois, même si le contact poutre/microsphère apparaît dans la scène réelle, le rendu visuel ne l'indique pas à cause de la calibration des positions initiales. Par conséquent, l'utilisateur doit continuer à déplacer le substrat vers la poutre dans les deux scènes, mais il commencera à ressentir des forces répulsives (forces répulsives) qui correspondent à la compression de la poutre dans la scène réelle. La transition entre les forces attractives et répulsives est indiquée par la variation de pente de la distance de séparation (ligne verticale R1, fi-

gure IV.13).

Au début de la phase de retrait, pour une faible distance de séparation, l'utilisateur est repoussé par les forces répulsives jusqu'à une position d'équilibre (position qui correspond à une force mesurée nulle, ligne verticale R_2 , figure IV.13). À partir de ce seuil, si l'utilisateur continue à descendre le substrat (augmentant ainsi la distance de séparation), il ressentira les forces attractives avec une intensité croissante qui commencent à agir entre la poutre et la microsphère (*Pull-off*). S'il continue à éloigner le substrat, le seuil de détachement est atteint, l'interaction diminue brusquement à zéro, et le substrat tend à retourner à sa position initiale.



F . IV.13 – Position du substrat et variations des efforts lors d'une phase d'approche-retrait

Malgré la précision des sensations générées par le retour haptique de ces expériences, la représentation visuelle n'est pas adéquate et perturbe la perception des phénomènes par l'utilisateur. Le fait qu'il n'y ait aucun contact entre les objets virtuels lorsque les forces attractives apparaissent lors de la phase d'approche et, de manière symétrique, d'intenses forces attractives en l'absence de contact lors de la phase de retrait, a tendance à gêner l'utilisateur s'il doit réagir immédiatement et efficacement. Ces différences conduisent à une période de réflexion nécessaire pour combiner les informations visuelle et haptique.

Toutefois, une calibration du modèle virtuel et de la scène réelle pour fournir un retour visuel cohérent se traduira par une modification du retour d'effort. Bien que les forces attractives puissent être ressenties par l'opérateur, une fois le contact atteint, les mouvements de l'opérateur sont bloqués. Les conditions d'équilibre qui doivent être satisfaites dans le modèle virtuel vont empêcher l'opérateur d'aller plus loin. Par conséquent, il ne pourra que toucher les objets et non pas exercer sur eux un effort, à la fois dans les scènes virtuelle et réelle. Même s'il ressent le saut au contact et le *Pull-off*, il ne sera pas en mesure de détacher le micro/nano-objet.

Retour haptique basé sur les forces simulées Certaines expériences ont été effectuées pour évaluer le rôle de ces forces calculées lors de la manipulation avec la plate-forme expérimentale dans une

configuration de réalité augmentée.

Le mode de fonctionnement de la plate-forme fournit une mesure des forces d'interaction *via* la déflexion d'une poutre. Cela signifie que les forces sont modulées par la rigidité de la poutre lorsqu'elles sont transférées à l'échelle macroscopique. Utiliser une telle méthode pour mesurer les efforts d'interaction empêche l'utilisateur d'accéder directement aux forces micro/nanoscopiques. C'est pourquoi il est nécessaire d'inclure la raideur de la poutre dans la simulation.

Au cours des expériences, l'utilisateur, qui manipule l'interface haptique, contrôle la position du substrat dans les deux environnements. Les forces virtuelles sont appliquées entre les objets dans l'environnement virtuel générant ainsi un retour haptique tandis que les forces microscopiques agissent dans la scène réelle. Le couplage entre les environnements virtuel et réel devient alors un couplage unilatéral. Les forces d'interaction qui existent dans la scène réelle sont enregistrées et utilisées uniquement à titre de comparaison avec les résultats de réalité virtuelle.

Les figures ci-contre IV.14, IV.15 et IV.16 illustrent les scènes virtuelle et réelle au cours de phases de manipulation. Celles-ci présentent la concordance entre les changements opérés dans les différents environnements, virtuel et réel. Dans toutes ces figures, la région **A** indique la phase de manipulation en l'absence de forces d'interaction entre la poutre et la microsphère. La figure IV.14 présente, pour cette région, la position initiale de la poutre virtuelle. Dans le modèle virtuel, aucune interaction n'existe comme l'illustre la figure IV.16, **A**. L'interface expérimentale montre la position du spot de la photodiode (figure IV.15, **A**).

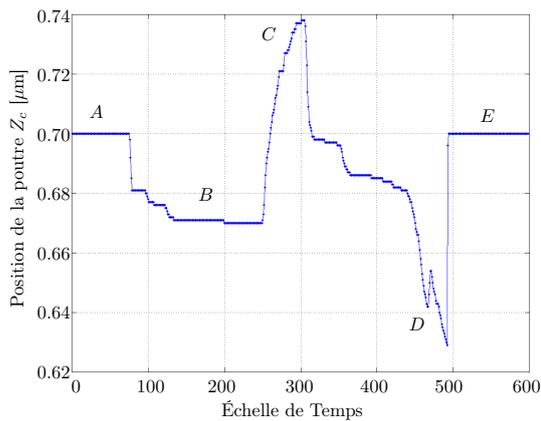
La distance de séparation diminue en fonction des mouvements de l'utilisateur, pour atteindre le seuil à partir duquel les forces commencent à apparaître (figure IV.16, **B1**). Ces forces attractives agissent à la fois sur la poutre virtuelle diminuant ainsi sa position initiale (figure IV.14, de **A** à **B**) et sur la poutre réelle, générant sa déflexion. Nous pouvons noter un saut au contact dû à la forte raideur de la poutre sur la figure IV.15, **B**. Dans le même temps, la loi de variation des forces virtuelles génère également un saut au contact sur la poutre virtuelle comme le montre la figure IV.14, **B** et la figure IV.14, **B2**.

Les flexibilités réelle et simulée de la poutre permettent de tester le régime répulsif (région **C**). Par conséquent, l'utilisateur peut continuer à monter le substrat et donc la microsphère (figure IV.14, figure IV.15, **C**) induisant une déflexion importante. Le signe opposé de ces déflexions indique des forces de répulsion alors que leur intensité, ressentie par l'utilisateur *via* l'interface haptique, sont également visualisées dans l'environnement virtuel par des flèches de tailles et couleurs différentes (figure IV.14, **C**). Les déplacements du substrat sont limités par la déflexion maximum de la poutre, cette valeur a été établie lors de la calibration.

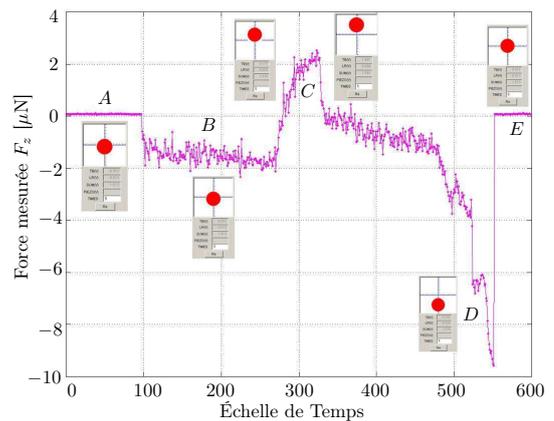
Pour débiter la phase de retrait, l'utilisateur redescend le substrat pour séparer la microsphère de la poutre dans les deux environnements. La région **D** présente le *Pull-off*, force nécessaire pour séparer les deux objets en contact. Cette phase de la manipulation et l'amplitude importante de la force sont clairement ressenties par l'utilisateur et illustrées par la variation de la position de la poutre virtuelle (figure IV.14, **D**), la taille de la flèche indiquant la présence de contact (figure IV.16, **D**) et la mesure de déflexion de la poutre (figure IV.14, **D**).

Si le substrat descend encore, le seuil de détachement est atteint, et l'amplitude de l'interaction change tout à coup pour atteindre zéro (région **E**) ainsi la microsphère se sépare de la poutre qui retrouve sa position initiale (figure IV.16, **E**).

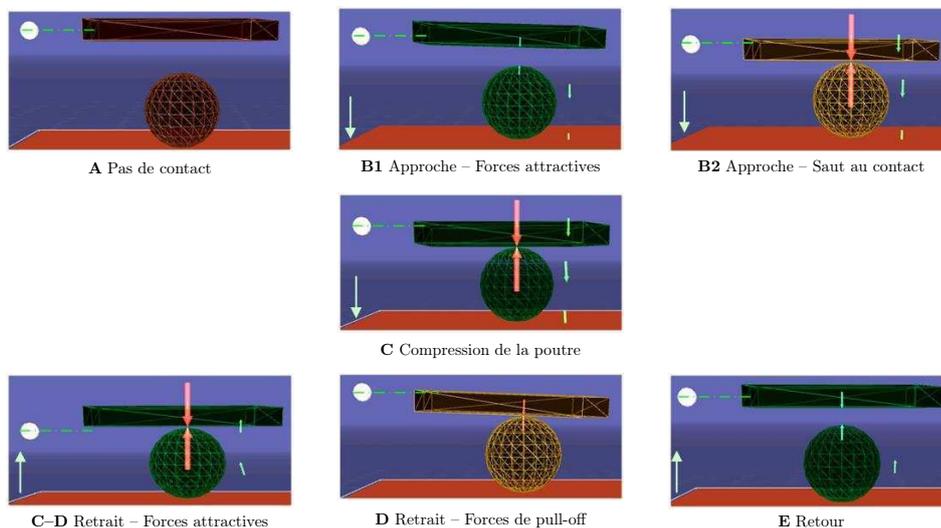
Pour fournir à l'utilisateur un large panel d'informations utiles, la corrélation entre les informations visuelle et haptique permettent une compréhension immédiate de la dynamique de la scène. Ainsi l'utilisateur peut s'adapter plus rapidement et intervenir de manière plus efficace lors d'une manipulation en ligne. Comme ces résultats le montrent, les principales phases de l'approche-retrait se produisent simultanément dans les environnements virtuel et réel, indiquant que les forces virtuelles (ou simulées) peuvent être utilisées comme un substitut aux forces réelles (ou mesurées) si ces dernières ne sont pas disponibles.



F . IV.14 – Variation de la position de la poutre virtuelle lors de la phase d'approche-retrait



F . IV.15 – Déflexion de la poutre réelle mesurée lors de la manipulation



F . IV.16 – Configuration de la scène virtuelle lors de la manipulation

2.3 Conclusion

Les résultats de ces expériences soulignent le rôle de la calibration des environnements virtuel et réel. Ils illustrent les possibilités d'utiliser les données mesurées comme sources d'informations pour l'utilisateur. L'application d'un effort constant sur l'objet peut être obtenu grâce à la Réalité Virtuelle fournissant à l'utilisateur un retour haptique stable. Des études complémentaires peuvent être menées à

la fois pour la définition de métaphores (pour aider l'utilisateur) et le couplage bilatéral.

Considérant le cas des mesures d'effort non disponibles, des forces simulées ont été utilisées pour générer le retour haptique. La comparaison de la simulation virtuelle et de l'environnement réel pendant une approche–retrait montre un bon accord. Ces résultats conduisent à l'idée d'utiliser un nouveau type de calibration. Un couplage bilatéral entre l'environnement virtuel et le SEM permettant ainsi une calibration adaptative en temps réel. Dans ce cas, si certaines mesures de la scène réelle sont disponibles, elles pourraient être utilisées pour ajuster la scène virtuelle afin de fournir à l'opérateur des retours visuel et haptique plus fiables et en accord avec les différentes phases de la manipulation.

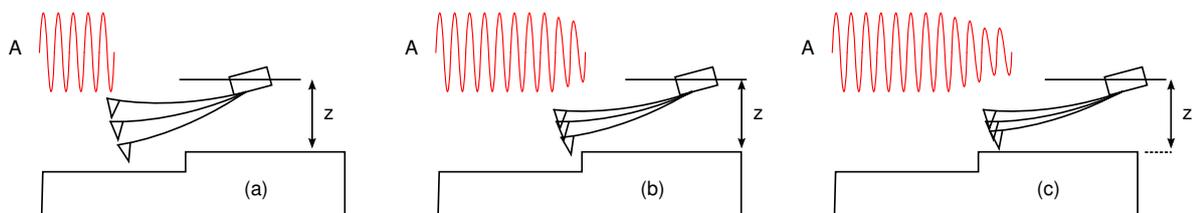
3 Quelques stratégies de manipulation

Ce paragraphe s'intéresse à présenter des stratégies développées pour l'échelle submicronique. Du fait de l'impossibilité de saisir par un simple contact adhésif (l'objet est trop petit par rapport à une poutre *tipless* par exemple) comme à l'échelle microscopique, des stratégies originales ont été développées sur notre plate-forme de micro/nanomanipulation. L'idée principale est d'exploiter les modes dynamiques, classiquement utilisés en imagerie, pour pousser de façon contrôlée des objets de taille submicronique.

3.1 Détection du contact

Dans cette partie nous présentons une méthode de détection du contact entre une pointe de poutre AFM et une surface. Nous avons présenté au chapitre précédent la possibilité d'imprimer à notre levier optique des oscillations afin de détecter différents paramètres propres de la poutre (épaisseur, raideur en flexion et en torsion). De même dans la 1^{re} partie de ce chapitre consacrée à la mesure de masse(s), le mode dynamique est aussi employé. Nous l'utilisons ici pour la détection du contact entre un micro/nano-objet et la pointe de notre poutre.

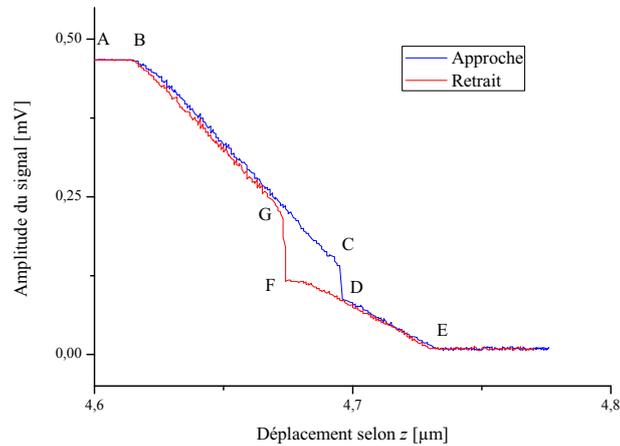
Pendant le mode non-contact (*Tapping mode*), l'amplitude des oscillations du levier est maintenue constante par une boucle d'asservissement. La fréquence d'oscillation de la poutre est fixée à sa fréquence de résonance et la force exercée sur l'échantillon peut être déterminée automatiquement connaissant la raideur de la poutre et sa déflexion. La schéma IV.17 présente la variation d'amplitude du signal de la photodiode selon la topographie de la surface. Quand la pointe passe au-dessus d'un relief à la surface, le contact est diminué et l'amplitude des oscillations diminue. Inversement, lorsque la pointe passe au-dessus d'une dépression, la géométrie du contact est plus importante et l'amplitude augmente (approchant le maximum d'amplitude fixé initialement).



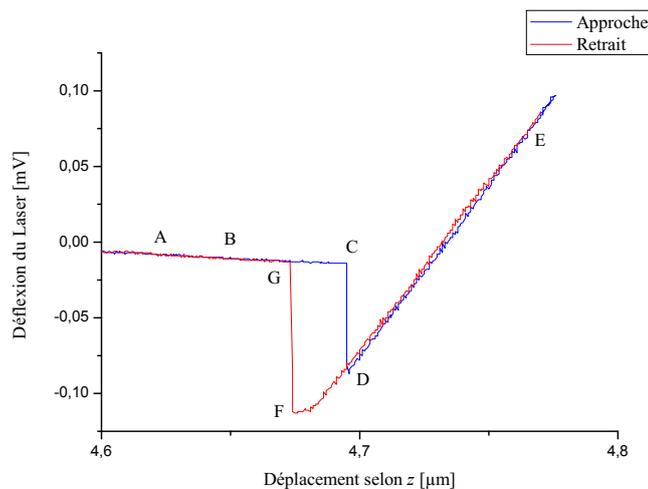
F . IV.17 – Détection du contact en utilisant le mode non-contact

Une courbe d'approche–retrait entre la pointe d'une poutre et une surface est présentée en figure IV.18. La poutre reste fixe et le substrat se déplace selon z . Les deux courbes (a) et (b) sont à étudier en parallèle.

Elles représentent respectivement l'amplitude des oscillations et la déflexion de la poutre (ou la force à un facteur multiplicatif près) en fonction du déplacement selon l'axe z .



(a) Amplitude en fonction du déplacement du levier



(b) Déflexion du levier en fonction du déplacement du levier

F . IV.18 – Détection du contact

- A :** Au début de la phase d'approche, l'amplitude d'entrée est constante à la valeur fixée par l'utilisateur, ici 0,45V (tracé (a)). La force est constante.
- B :** Lorsque la pointe approche de la surface, l'amplitude commence à diminuer et la force attirant la pointe augmente en valeur absolue.
- C :** Lorsque l'équilibre entre la force de rappel de la poutre et les forces d'attraction (Van der Waals, électrostatique, capillaire) est rompu, la pointe est attirée par la surface et arrive au contact. Cette phase est appelée saut au contact (*Snap-in*).
- D :** La pointe est en contact avec la surface, mais en contact intermittent du fait des oscillations imprimées au levier.

E : Lorsque l'amplitude des oscillations est nulle, la pointe est en contact permanent avec la surface. La phase de retrait commence.

F : Jusqu'en F, le contact est intermittent, puis la force d'attraction de la surface devient inférieure à la force de rappel de la poutre, et survient alors le décollement total de pointe (*Pull-off*).

G : La pointe est décollée de la surface mais encore assez proche de celle-ci. Puis lorsque la surface s'éloigne de la pointe, l'amplitude augmente (B) pour retrouver ensuite sa valeur initiale (A).

Cette approche peut être transposée à l'approche d'un micro/nano-objet. Nous pouvons alors observer de manière identique une modification de l'amplitude à l'approche ou au contact entre la pointe et l'objet.

3.2 Déplacement d'un nanotube de carbone

Dans ce paragraphe, nous présentons la réalisation du déplacement d'un nanotube de carbone sur un substrat en verre. Dans un premier temps, une image de la surface est réalisée afin de repérer un nanotube de carbone sur le substrat (figure IV.19(a)). Les images réalisées ont une longueur de 300 pixels (axe x) pour une largeur de 200 pixels (axe y), le nanotranslateur XY réalise un balayage selon les axes x et y avec une résolution de 60 nm entre chaque point. La hauteur z du point est moyennée sur un nombre de points paramétrable.

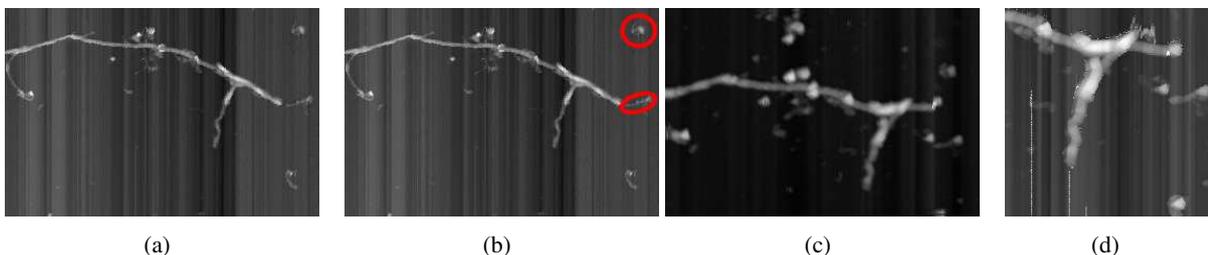
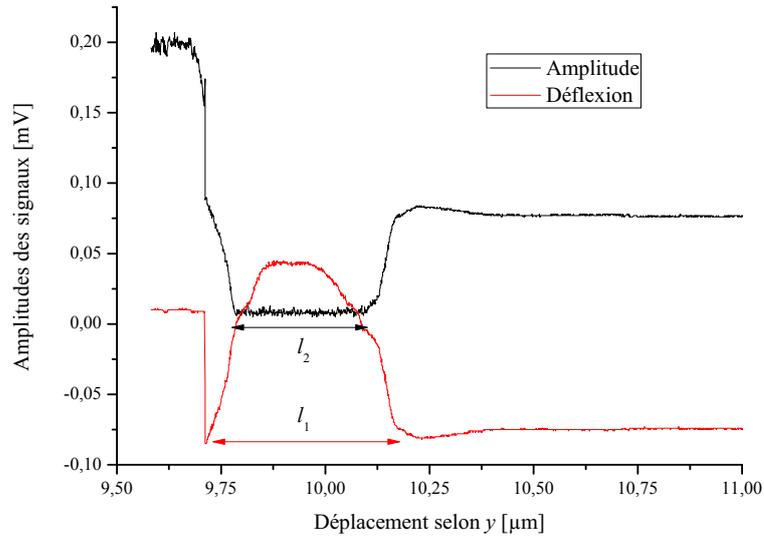


Fig. IV.19 – Déplacement d'un nanotube de carbone ($\approx 18 \mu\text{m}$ de long) sur un substrat de verre

Sur la figure IV.19(b), nous avons relevé deux « objets » entourés en rouge servant de repères. Nous plaçons la pointe de notre poutre entre l'extrémité droite du nanotube et ce qui semble être une jonction entre deux nanotubes. Puis nous réalisons une approche selon l'axe y , les graphiques de la figure IV.20 ci-après représentent la déflexion du laser et l'amplitude des oscillations en fonction du déplacement selon l'axe y .

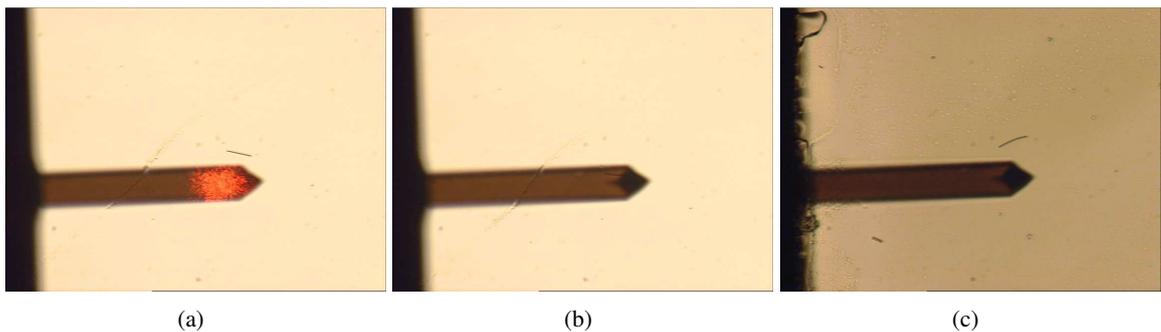
Sur la figure IV.20, nous pouvons remarquer au début une déflexion constante correspondant à une amplitude des oscillations constante. Ensuite arrive le contact (amplitude nulle) qui se poursuit sur environ $l_2 = 300 \text{ nm}$ et sur $l_1 = 500 \text{ nm}$ ce qui peut nous donner une estimation de la largeur du nano-objet (pour la ligne y donnée).

Une fois ce balayage selon y réalisé, nous imageons à nouveau la surface (figure IV.19(c)), nous pouvons remarquer alors que nous avons déplacé une partie du nanotube vers le repère le plus en haut de l'image. Un zoom de cette zone est présenté en figure IV.19(d). Ces deux images indiquent au regard des deux repères notifiés que cette partie du nanotube a été déplacée. Nous pouvons supposer que le balayage de la ligne, réalisé précédemment, a permis ce déplacement. Ainsi en exploitant une commande automatisée, le déplacement 2D d'un nanotube peut être effectué.

F . IV.20 – Déflexion du laser, et amplitude des oscillations en fonction du déplacement selon l'axe y

3.3 Manipulations sous environnement photonique

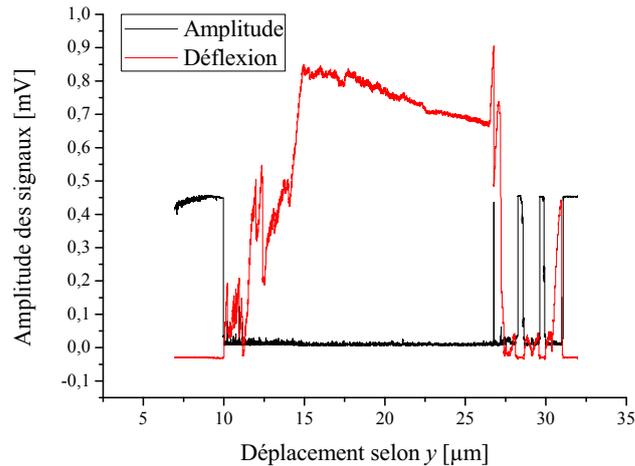
Les expériences suivantes sont réalisées sur des microfibres de verre déposées sur un substrat en verre. Dans un premier temps, la pointe de la poutre est placée à quelques micromètres de la microfibre, le déplacement se fait perpendiculairement à la fibre selon l'axe y . Les images de la figure IV.21 sont réalisées sous microscope optique avec un objectif $\times 20$. La figure (a) présente la microfibre d'une longueur approximative de $30 \mu\text{m}$ et d'un diamètre d'environ $2 \mu\text{m}$ placée à côté de la poutre. La figure (b) montre cette même microfibre à proximité de la pointe, par transparence. La figure (c) présente une microfibre de longueur supérieure à la microfibre précédente (environ $40 \mu\text{m}$) pour un diamètre identique.



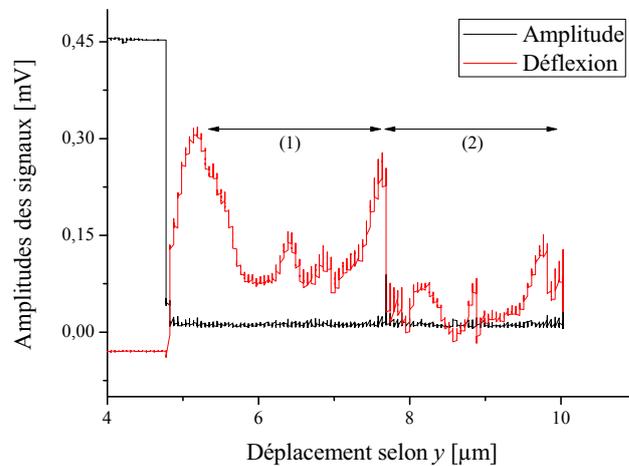
F . IV.21 – Déplacement d'une microfibre de verre sur un substrat de verre.

Les graphes de la figure suivante IV.22 présentent deux phénomènes observés lors de la tentative de manipulation d'une microfibre de verre. Sur le graphe IV.22(a) sont représentées l'amplitude des oscillations et la déflexion de la poutre en fonction du déplacement selon l'axe y correspondant à un déplacement perpendiculaire à la fibre. L'amplitude est fixée initialement à $0,45\text{V}$. D'abord constante puis nulle indiquant de fait le contact avec la fibre, la déflexion du laser augmente au fur et à mesure. Il arrive alors une zone où le contact se fait de manière saccadée sur quelques μm indiquant un phénomène de glissement pour ensuite indiquer une perte de contact (amplitude égale à $0,45\text{V}$).

La figure IV.22(b) présente comme précédemment l'amplitude des oscillations et la déflexion de la poutre tracées en fonction du déplacement selon y . L'amplitude est encore fixée initialement à 0,45V. À partir du point de contact celle-ci devient nulle, indiquant un contact permanent. Nous observons au cours du déplacement deux zones notées (1) et (2) sur le graphe. Ces deux zones correspondent à des zones où le contact est effectif mais la déflexion de la poutre indique une modification du comportement de l'objet.



(a)



(b)

FIG. IV.22 – Observations réalisées suite au déplacement d'une microfibre de verre.

3.4 Observations

La figure IV.23 présente des images d'une pointe de poutre AFM, réalisées sous SEM après une opération de manipulation. Le mode contact intermittent (ou mode *tapping* proche de la surface ou de l'objet) ou le mode contact, imprime à la pointe de la poutre utilisée une usure non négligeable. En effet, initialement la géométrie de la pointe est plus fine. Nous remarquons ici sur la figure (c) une pointe aplaniée ne permettant plus une mesure assez précise.

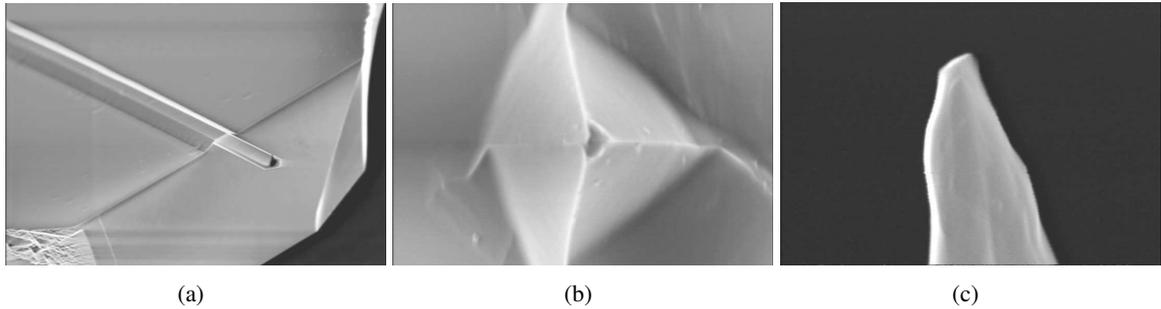


Fig. IV.23 – Images SEM d’une pointe de poutre AFM réalisées après une opération de manipulation

3.5 Vers une planification de trajectoire

Nous présentons ici les prémices de la planification de trajectoire pour la manipulation d’objets nanoscopiques et particulièrement la manipulation de nanosphères. La figure IV.24 présente le déroulement de l’une des étapes de la planification : la localisation des cibles.

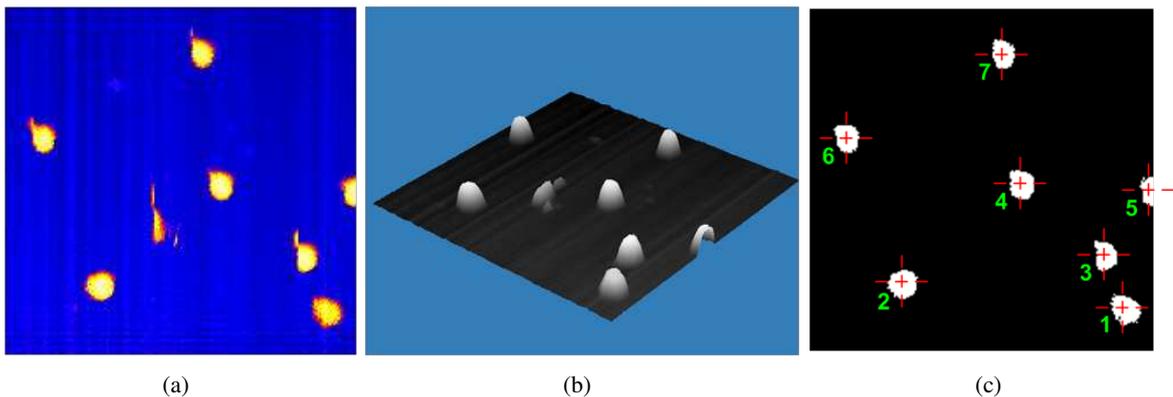
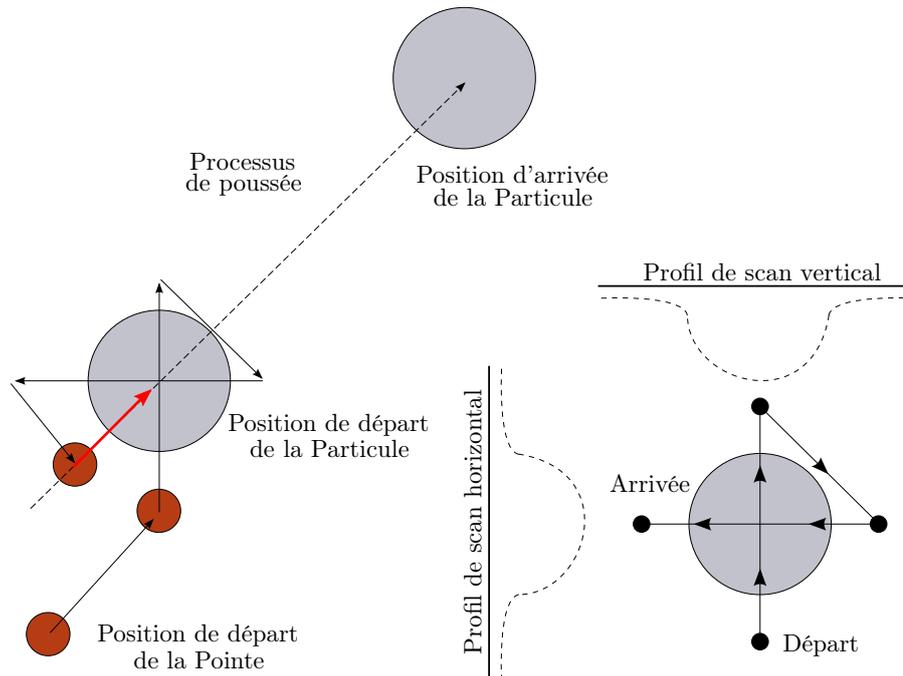


Fig. IV.24 – Traitement d’images après balayage d’une surface de verre ($10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$) comportant des nanoparticules d’oxyde de Fer de 300 nm à 800 nm de diamètre.

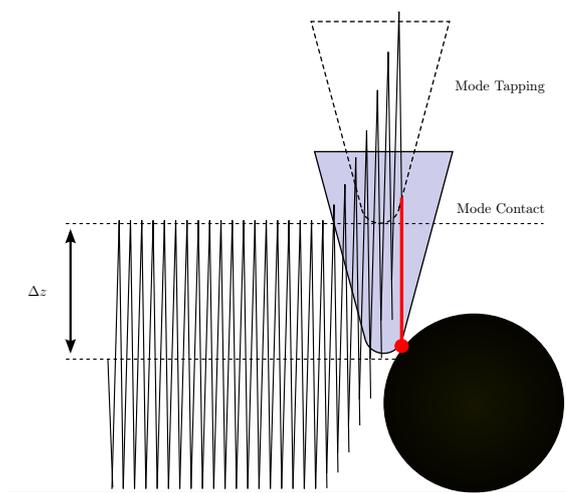
Dans un premier temps, un balayage de la surface réalisé par le nanotranslateur XY permet de localiser de manière assez précise les nanosphères (la résolution du nanotranslateur étant de 0,1 nm). Une carte 2D (a) est ainsi obtenue permettant d’accéder aux coordonnées (x, y) de chaque nanosphère. Une carte 3D (b) est déduite permettant de remonter aux différents diamètres des nanosphères correspondant à la hauteur maximum pour chacune d’elles. Pour terminer cette localisation de cibles, un traitement d’images positionne le centre des nanoparticules (c) pour un choix aisé de la particule à déplacer.

Une fois la localisation des cibles effectuée, nous pouvons en choisir une en particulier et positionner la pointe de la poutre au plus proche de la nanosphère. La figure suivante IV.25 présente le principe de manipulation d’une nanosphère. Dans un premier temps, le centre de la particule est scanné afin de trouver le point de poussée aligné avec la position désirée. Une fois la particule poussée, la procédure de suivi du centre peut commencer, afin de vérifier l’alignement entre la position initiale et la position finale. Et ainsi de suite jusqu’à ce que la particule arrive à la position désirée.



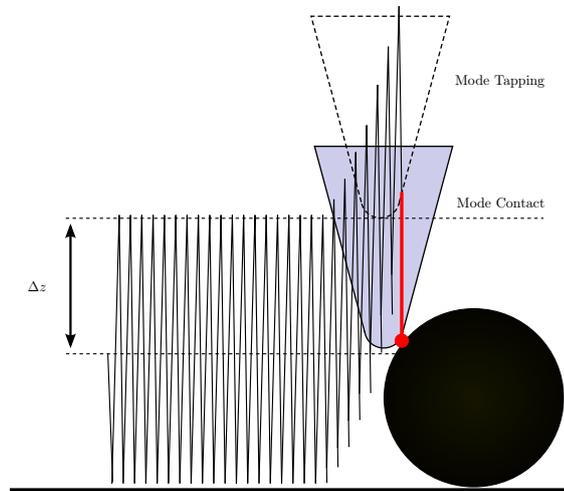
F . IV.25 – Planification de trajectoire

Les trois figures IV.26, IV.27 et IV.28 ci-après présentent brièvement différentes stratégies de manipulation de nano-objets basées sur les modes dynamiques de l'AFM avec ou sans asservissement en effort.



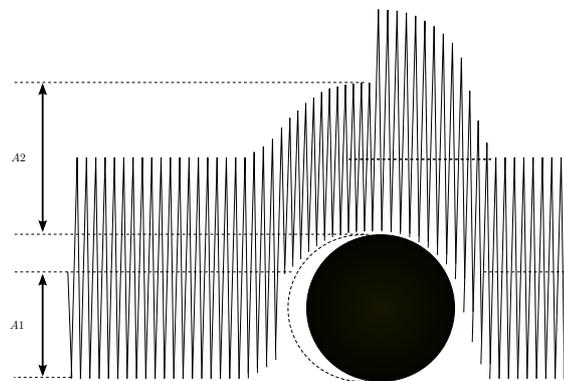
F . IV.26 – Mode non-contact/contact avec asservissement en effort

La figure IV.26 présente le mode non-contact/contact avec asservissement en effort. La pointe est située dans sa position initiale à distance de la particule. Le mode non-contact (*Tapping*) est utilisé afin de déterminer s'il y a contact ou non entre la pointe et la particule. Lorsqu'une certaine hauteur Δz est atteinte (comparée à une valeur seuil), alors le changement de mode est activé pour passer en mode contact avec asservissement en effort. La pointe s'approche alors de la nanosphère selon la direction verticale.



F . IV.27 – Mode non-contact/contact sans asservissement en effort

La figure IV.27 présente le mode non-contact/contact sans asservissement en effort. La pointe est située dans sa position initiale à distance de la particule. Le mode non-contact (*Tapping*) est utilisé afin de déterminer le contact (cf. § 3.1). Lorsqu'une certaine hauteur Δz est atteinte alors le changement de mode se produit pour passer en mode contact sans asservissement en effort. Cette transition procure à la pointe un mouvement de poussée horizontal.



F . IV.28 – Mode non-contact avec modulation d'amplitude

La figure IV.28 présente le mode non-contact (*Tapping*) avec modification d'amplitude. La pointe est située dans sa position initiale à distance de la particule. Lorsqu'elle se rapproche de la particule, l'amplitude diminue. Pour accentuer cet effet et permettre d'imprimer un mouvement de poussée à la particule, la position du substrat sur l'axe z est incrémentée. Une fois le sommet de la particule atteint, le mode non-contact est de nouveau actionné.

La figure IV.29 présente deux séquences de manipulation de nanoparticules utilisant le second des trois modes présentés, les séquences (a)–(d) et (e)–(f) utilisent le mode non-contact/contact sans asservissement en effort.

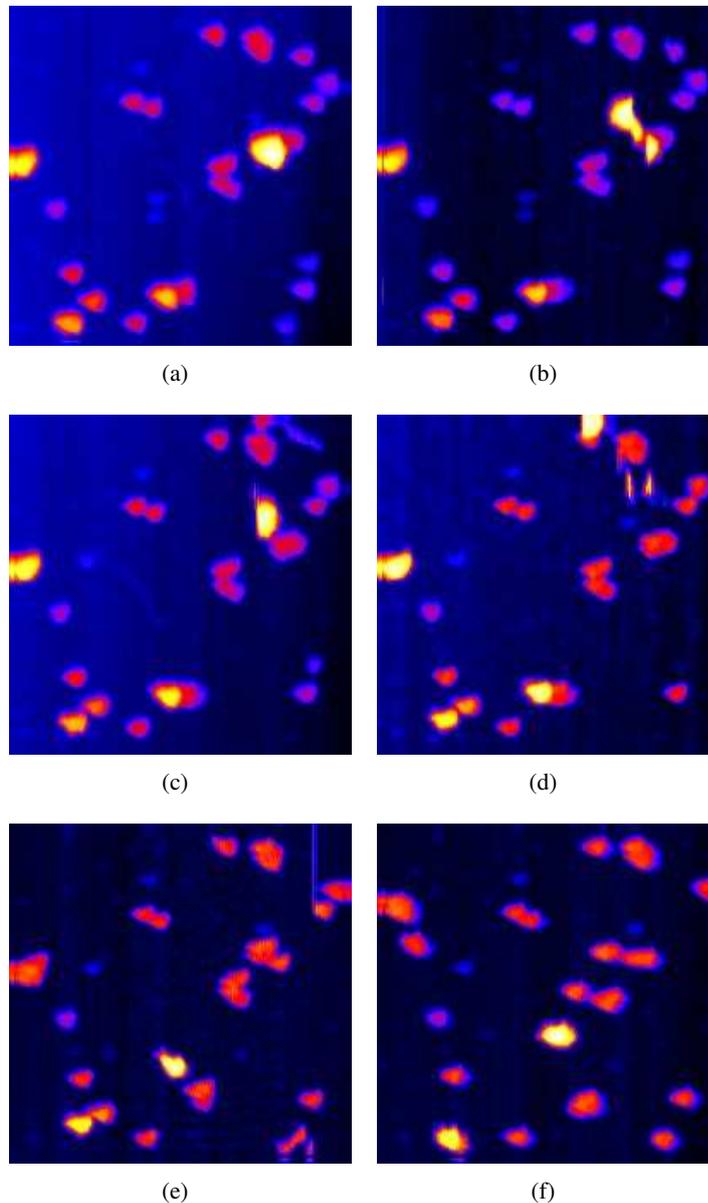


FIG. IV.29 – Manipulation d’une nanosphère

Les images réalisées ci-dessus sont des balayages de $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ sur un substrat de verre comportant des nanoparticules d’oxyde de Fer de 300 nm à 800 nm de diamètre. Sur l’image (a), nous déplaçons la nanoparticule (de couleur jaune-blanche) se situant en haut à droite. Pour réaliser ce déplacement, le mode non-contact est utilisé pour détecter la position de la particule comme présenté précédemment. Entre chaque déplacement une image de la surface est réalisée permettant de voir la progression de la nanoparticule (figure (a)–(d)). Une autre nanoparticule (au centre de la figure (e)) est déplacée en utilisant la même méthode dynamique que celle utilisée précédemment (figure (f)).

3.6 Conclusion

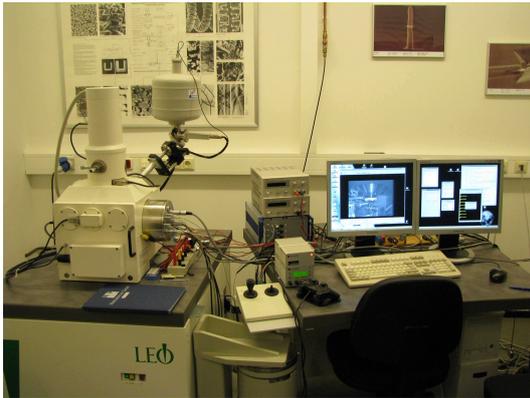
Cette partie présente divers résultats et observations concernant la manipulation d'objets de taille micro et nanoscopique sous un microscope optique, ou en utilisant les capacités d'imagerie de notre plate-forme. L'idée principale est d'exploiter des stratégies originales pour la manipulation reproductible et précise d'objets. Ici sont exploitées des techniques de détection du contact basée sur une modification de l'amplitude de vibration de la poutre permettant de distinguer le contact (amplitude nulle) d'une absence de contact (amplitude constante). Sont exploitées encore des techniques de poussée pour éviter les effets adhésifs, ceux-ci sont basés sur différents mode de l'AFM : contact, sans contact avec modulation d'amplitude, sans contact avec ou sans asservissement en effort. Nous pouvons néanmoins remarquer que l'utilisation du mode contact intermittent endommage l'outil (la pointe de la poutre AFM) ce qui à coup sûr limite la précision de la mesure d'efforts. Ces résultats sont prometteurs et sont encore en développement.

4 La manipulation téléopérée sous microscope électronique

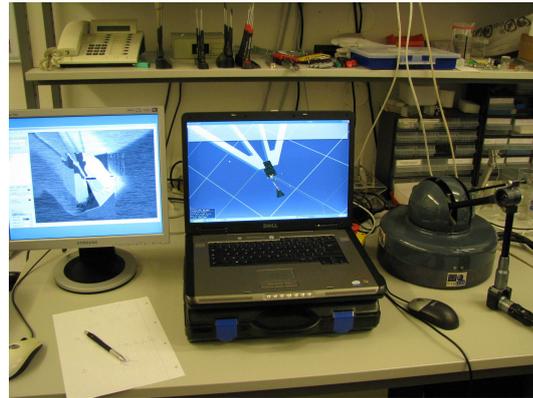
Ce paragraphe présente les résultats obtenus dans le cadre du projet NanoRAC (NanoRobotique pour l'Assemblage et la Caractérisation), projet présenté dans le premier chapitre de ce document.

4.1 Description du dispositif expérimental

Le démonstrateur NanoRAC s'articule autour de trois blocs principaux : le porte-outils et le porte-échantillons ; le dispositif d'imagerie ; le superviseur, le logiciel de réalité virtuelle et l'interface haptique.



(a) Le SEM et son dispositif de contrôle

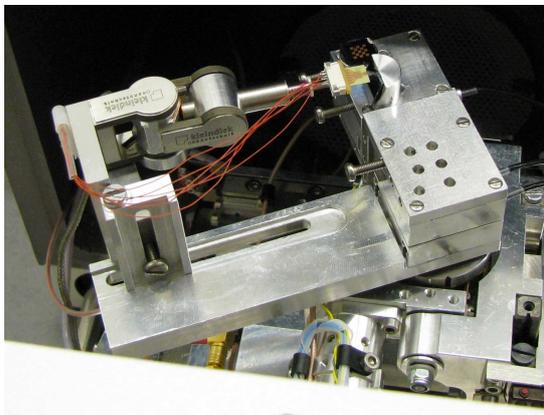


(b) Simulateur de réalité virtuelle et interface haptique

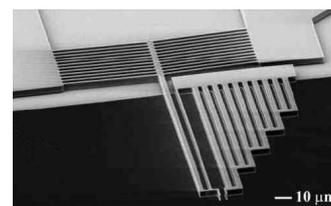
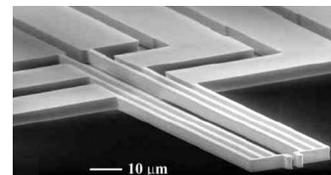
F . IV.30 – Vue d'ensemble du démonstrateur NanoRAC

4.1.1 Le dispositif de manipulation

Le porte-outils Celui-ci se compose d'un micromanipulateur Kleindiek, comportant deux rotations de 240° chacune, offrant une résolution théorique d'environ 5 nm et une translation de 12 mm avec une résolution de 0,25 nm ; l'espace de travail résultant est approximativement de 100 cm^3 . Les outils sont des pinces en Silicium de tailles microscopiques développées par MIC, ces pinces peuvent être actionnées selon différents principes (électrostatique et/ou thermique) [151]. Les tailles et formes ont été adaptées au fur et à mesure afin d'obtenir différents comportements : réduction des forces électrostatiques, augmentation de la force de serrage, réduction des effets d'adhésion par fonctionnalisation des mords, ...

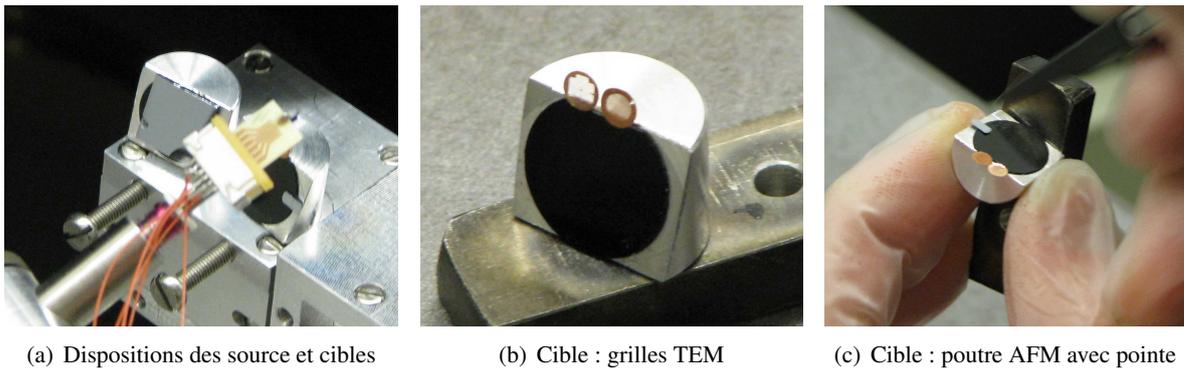


F . IV.31 – Dispositif de manipulation dans la chambre SEM



F . IV.32 – Nanopincers utilisées

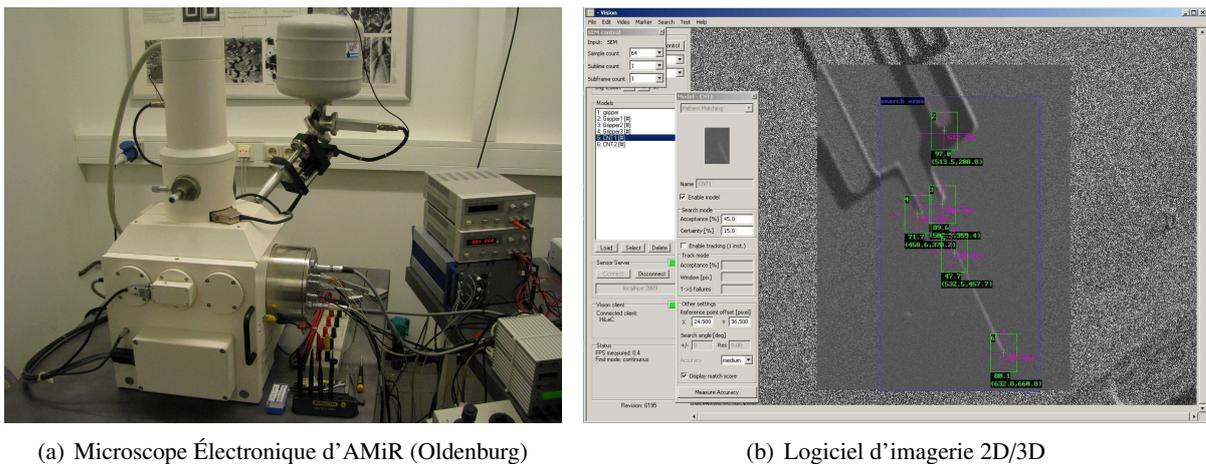
Le porte-échantillons Celui-ci se compose d'un nanotranslateur PI supportant à la fois le substrat source et le substrat cible. Il possède 3 degrés de liberté XYZ avec une course de 50 μm sur chaque axe et une résolution de 1.5 nm en boucle fermée. Le substrat source est réalisé par Cambridge. C'est un substrat (*wafer*) sur lequel des nanotubes de carbone sont alignés verticalement (un des procédés de fabrication est décrit au chapitre I) comme le présente la figure (a). Le substrat cible peut être différent selon les scénarii à réaliser : grille de caractérisation TEM afin de caractériser le nanotube déposé sous un microscope électronique en transmission (figure (b)), poutre AFM afin de réaliser une poutre dont la pointe peut être plus fine qu'à l'origine (figure (c)), ...



F . IV.33 – Le porte-échantillons

4.1.2 Le dispositif d'imagerie 2D/3D

Le dispositif de vision est basé sur un microscope électronique SEM LEO 1450 modifié pour acquérir des images 2D et 3D (figure (a)). Une lentille placée à l'extrémité du faisceau d'électrons permet de dévier ce dernier afin d'obtenir des images avec une orientation différente [178]. Un traitement numérique permet de remonter à des images 3D à partir d'images en 2D.



F . IV.34 – Le SEM LEO 1450 et son logiciel de suivi d'objets

Un suivi des objets peut être réalisé. L'image 2D nous donne les coordonnées (x, y) et la carte de disparités donne la coordonnée z . Si les coordonnées 2D peuvent être acquises à haute cadence, la dernière coordonnée est plus problématique et demande un temps de calcul plus long. La figure IV.35 présente

deux images (dont la résolution est 1024×768) d'une pointe AFM de $20 \mu\text{m}$, acquises à 40s et 90ms. La qualité des images, c'est à dire la présence de bruit ou non, dépend fortement du temps d'acquisition.

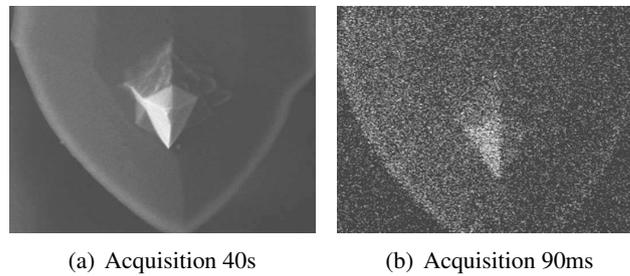


FIG. IV.35 – Aperçu de l'image d'une pointe AFM acquise par le SEM

4.1.3 Superviseur, simulateur de réalité virtuelle et interface haptique

Le superviseur est une interface en ligne de commande qui sert de liaison (à distance ou non) entre la plate-forme expérimentale et le simulateur de réalité virtuelle. Elle pilote la calibration de l'environnement réel, au travers de l'acquisition des coordonnées 2D/3D de la pince et du nanotube, ainsi que les positions du substrat pour les transférer *via* le bus de communication Corba à l'interface de réalité virtuelle.

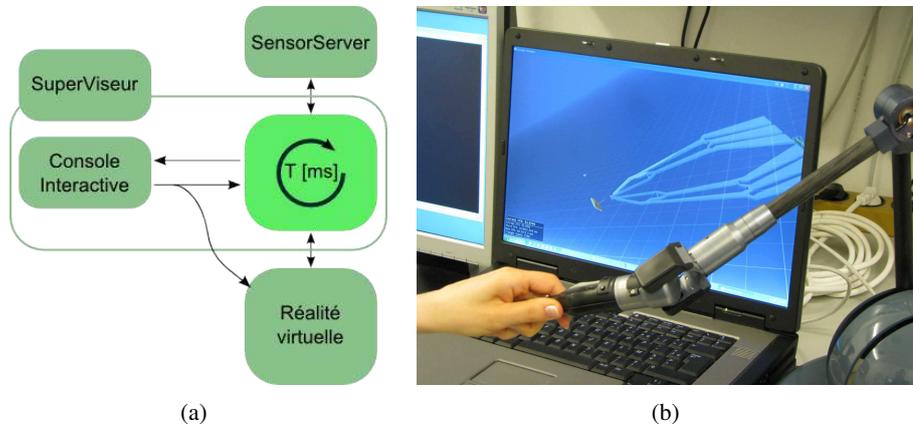
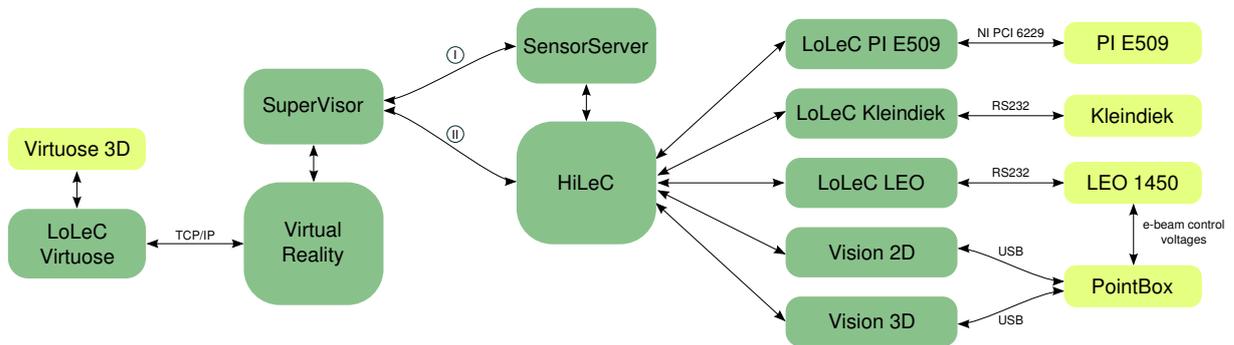


FIG. IV.36 – Schéma de l'interface entre le Superviseur, l'environnement virtuel et le bras haptique

4.1.4 Architecture de communication

La figure IV.37 ci-après présente l'architecture de communication du démonstrateur NanoRAC. La communication s'articule autour de l'architecture client/serveur Corba. A chaque élément constitutif de la plate-forme est associé un contrôleur bas niveau (LoLeC) à la fois client et serveur. Cette architecture permet ainsi l'échange de différentes données essentiellement issues des capteurs de positions du nano-translateur et des logiciels de traitement des images SEM. Un contrôleur haut niveau (HiLeC) intégré à une console de commande permet le dialogue avec les différents contrôleurs par l'intermédiaire d'un centralisateur des données appelé *SensorServer*.



F . IV.37 – Architecture de communication de la plate-forme expérimentale

Un logiciel de contrôle avancé, appelé Superviseur (*Supervisor*), assure le dialogue et l'échange de données entre la plate-forme expérimentale et le simulateur de réalité virtuelle. La communication côté plate-forme (par l'intermédiaire du *SensorServer* (I) ou du contrôleur haut niveau (II)) est basée sur le protocole Corba. La communication avec la réalité virtuelle se fait par l'intermédiaire de différents espaces mémoire partagés.

4.2 Description des scénarii

La nanomanipulation de nanostructures telles les nanotubes ou nanofils devient pertinente lorsqu'ils doivent être saisis, déplacés d'un substrat source vers une cible, puis déposés. Différents scénarii ont été identifiés à partir de situations réelles où la nanomanipulation 3D devient nécessaire :

- Transfert d'un nanotube à partir d'un substrat source sur une grille de caractérisation TEM pour réaliser une analyse structurale.
- Assemblage d'un nanotube sur des microélectrodes, pour réaliser par exemple un transistor ou un capteur, ou tout simplement pour analyser ses propriétés électriques. Ce scénario peut être combiné au précédent pour réaliser une analyse structurale et électrique.
- Assemblage de deux nanotubes, pour former un nouveau composant (telle une jonction p-n), ou une sorte de câblage, ou utiliser le composant supérieur comme un masque [179].
- Transfert d'un nanotube à partir d'un substrat source sur une pointe AFM, puis fixation mécanique. Le nanocomposant ainsi formé peut servir de sonde mécanique ou électrique [180]

4.2.1 Transfert d'un nanotube sur une grille TEM



F . IV.38 – Saisie et dépose d'un nanotube sur une grille TEM

Il y a une très forte activité dans la synthèse de nouvelles nanostructures, qui pourraient être utilisées dans de nouveaux nanocomposants. Pour vérifier ces propriétés, il est courant de réaliser diverses caractérisations.

térisations, en utilisant par exemple la microscopie à force atomique, pour en déterminer les dimensions extérieures, les propriétés mécaniques et électriques.

Un autre type de tests, comme la connexion à des microélectrodes, permet de vérifier les propriétés de transport. Le TEM offre toutefois la possibilité unique d'observer la structure cristalline des nanostructures, qui est étroitement liée à leur propriétés. Il s'agit donc d'un outil clé dans l'analyse et l'optimisation de nanocomposants.

Les méthodes standards d'analyse de nanotubes ou de nanofils se font au hasard par dispersion sur une grille TEM (une fine pellicule métallique avec des trous, éventuellement recouverte d'une membrane en nitrure transparente aux électrons) afin de caractériser les spécimens un par un pour obtenir une idée de leur structure.

La nanomanipulation permet de sélectionner une nanostructure (avec, par exemple, une forme particulièrement intéressante) parmi un ensemble dispersé ou à partir d'un substrat structuré pour les déposer de manière contrôlée, à un endroit désigné sur une grille TEM.

4.2.2 Assemblage d'un nanotube sur une paire d'électrodes



F . IV.39 – Saisie et dépose d'un nanotube entre deux électrodes

Le but est de saisir avec la micro/nanopince, un nanotube de carbone multiparois (MWNT) à partir d'une position verticale et de venir le déposer entre deux microélectrodes sur une puce TEM. La puce est une puce de silicium spécialement conçue pour permettre à un courant de traverser la nanostructure tout en inspectant sa structure avec le microscope en transmission.

En maintenant le nanotube fixe entre les électrodes, celui-ci peut être « soudé » (mécaniquement et électriquement) en concentrant un faisceau d'électrons ou par effet joule. Lorsque la pince est retirée, le nanotube reste en place sur les électrodes.

Cette tâche est assez commune pour l'utilisation de nanostructures dans des dispositifs électriques et nécessite de connecter les deux extrémités du nanotube aux électrodes. Dans la plupart des cas, la connexion électrique se fait comme suit : des nanostructures sont dispersées de manière aléatoire sur une surface, puis une nanostructure est localisée avec un SEM ou le plus souvent avec un AFM, et finalement les électrodes sont réalisées par lithographie électronique. Des avancées ont également été réalisées pour faire croître *in situ* entre les électrodes un nanotube de carbone [181].

L'importance de la manipulation réside dans la flexibilité. La nanostructure est déposée sur les électrodes et non l'inverse. Ces électrodes peuvent alors être fabriquées sans tenir compte du type de na-

nostructures. Cela rend les pré-analyses et le prototypage de nanostructures beaucoup plus rapides pour trouver des candidats à de nouveaux nanocomposants.

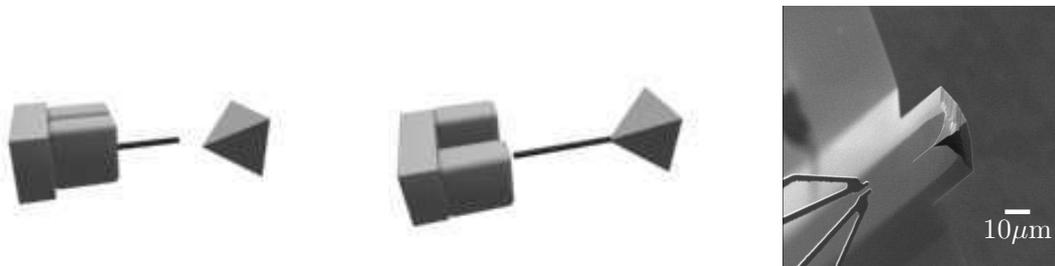
4.2.3 Réalisation d'une jonction entre deux nanotubes



F . IV.40 – Réalisation d'une jonction entre deux nanotubes

Un nanotube de carbone doit être placé entre deux électrodes puis déposé. Un autre nanotube est ensuite placé sur le premier et déposé. Cette tâche est importante pour réaliser les connexions électriques sur un nanocomposant. Le second nanotube peut alors être utilisé comme un masque pour une déposition métallique par évaporation. Celle-ci est réalisée dans la direction verticale au plan, une fois la métallisation réalisée, le second nanotube est enlevé laissant apparaître une partie non métallisée. Une application potentielle est la détection du transport au travers de cette nanostructure.

4.2.4 Réalisation d'une poutre à pointe super fine



F . IV.41 – Saisie et dépôt d'un nanotube à l'extrémité d'une pointe AFM

Un nanotube doit être placé sur la pointe d'une poutre AFM. Pour réaliser une liaison mécanique fiable entre le nanotube et l'extrémité de la sonde, un dépôt par faisceau d'électrons est utilisé. Lorsque la pince est retirée, le nanotube reste en place, suspendu au sommet de la pointe de la poutre.

Depuis les débuts de la microscopie à force atomique, la finesse (rayon de courbure) de la pointe, est un sujet préoccupant. Pour la caractérisation de nanostructures, la forme de la pointe est déterminante pour obtenir des informations précises à partir des images AFM. La solution est d'utiliser un nanotube de carbone comme pointe dont le ratio longueur/diamètre est très élevé pour obtenir plus de précision. Cette solution a déjà été utilisée avec succès.

La dépose du nanotube peut se faire par différentes méthodes, allant du trempage de la pointe dans un échantillon de nanotubes jusqu'à ce qu'un nanotube adhère à l'extrémité, à la croissance de nanotubes au sommet de la pointe après avoir préalablement déposé un catalyseur. La première méthode est

relativement facile, mais imprévisible et non reproductible, et la seconde exige d'élaborer un procédé de fabrication et nécessite de l'équipement, ce qui représente plusieurs limitations à la conception. Ces restrictions sont en partie dues à la croissance catalytique qui exige la dépose de particules de métal à l'extrémité de la pointe AFM (ce qui n'est pas désiré dans de nombreux processus réalisés en salle blanche, où l'environnement est strictement contrôlé) et en partie aussi parce que les processus de dépôt catalytique se déroulent à 600–900°C, ce qui peut détruire la pointe AFM.

Être capable d'apprendre rapidement et de manière fiable à déposer un nanotube (ou d'autres objets) à une l'extrémité d'une pointe AFM peut permettre d'envisager d'autres possibilités comme par exemple choisir la position et l'angle du nanotube, ainsi que procurer plus de souplesse dans le choix des dimensions et du type de nanopointe souhaitée, possibilités qui sont très intéressantes pour le prototypage.

4.3 Réalisation complète du dernier scénario

Cette section présente la réalisation complète du dernier scénario : la saisie puis la dépose d'un nanotube de carbone à l'extrémité d'une pointe AFM et pour terminer l'utilisation de cette poutre nouvellement fonctionnalisée pour l'étude d'une surface. Ce scénario est aussi le prétexte pour présenter de manière détaillée le découpage en tâches élémentaires inhérent aux différents scénarii présentés précédemment. Il présente également tout le processus de calibration des environnements réels et virtuels, phase indispensable au bon déroulement de l'opération de nanomanipulation et de télénanomanipulation.

4.3.1 Prérequis

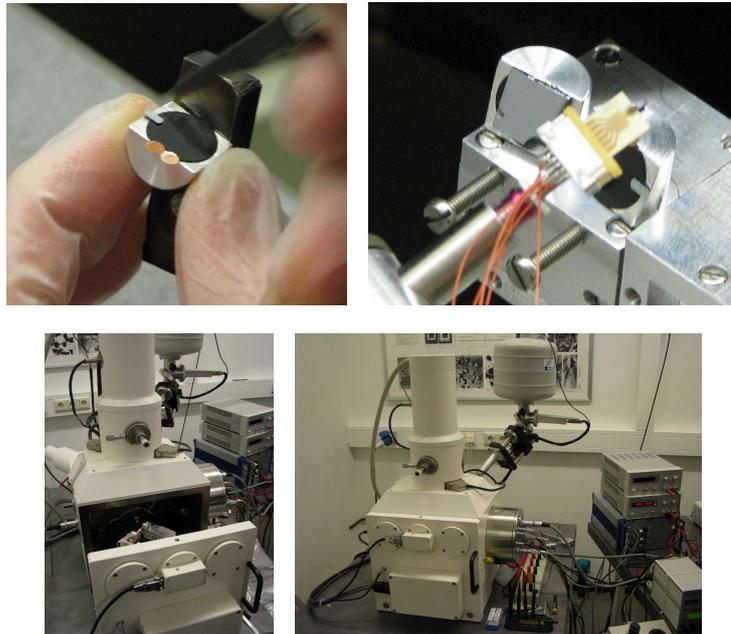
Avant de commencer une tâche de manipulation à proprement parler, il est nécessaire de réaliser certains préparatifs inhérents aux deux environnements.

Dans l'environnement réel :

- la préparation des différents substrats : le substrat source, comportant les nanotubes de carbones alignés verticalement et le substrat cible, ici la poutre AFM, sont disposés sur des porte-substrats puis positionnés sur le nanotranslateur PI.
- l'étalonnage des micro/nanopinces se fait en amont par simulations et/ou tests préliminaires, afin d'obtenir des paramètres comme la force de préhension en fonction de la tension appliquée ou bien ses dimensions afin de réaliser un modèle 3D exploitable par la réalité virtuelle. Une fois la micropince choisie, celle-ci est placée au bout du micropositionneur Kleindiek, puis reliée à un générateur de tension afin de permettre son ouverture et sa fermeture.
- une fois le système de manipulation préparé, la chambre du SEM est fermée hermétiquement et le vide est fait à l'intérieur.
- la micropince et le substrat source sont amenés dans la même image, puis une région d'intérêt est choisie afin de n'acquérir qu'une portion de l'image, pour des raisons de temps de traitement des images.
- les réglages et l'étalonnage du SEM sont ensuite effectués afin d'avoir une image de bonne qualité exploitable par les logiciels de traitement 2D/3D.

Dans l'environnement virtuel :

- préalablement à la manipulation et dans un souci de sécurité, des butées logicielles sont réglées afin d'éviter les collisions entre les différents substrats et la pince.
- le modèle 3D de la micropince doit être accessible.

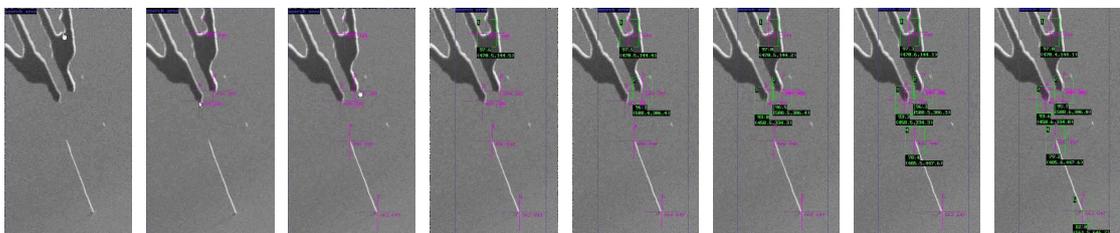


F . IV.42 – Réglages et préparatifs avant la calibration

4.3.2 Calibration des environnements réel et virtuel

Par calibration, nous entendons l'acquisition et/ou le réglage de divers paramètres relatifs aux environnements. La réalité virtuelle nécessite divers paramètres pour effectuer une première mise en place de la scène virtuelle, comme les positions de la pince et du nanotube de carbone, ainsi que la position du nanotranslateur PI. Si ce dernier possède des capteurs permettant l'acquisition directe des positions, les positions de la pince et du nanotube doivent être déduites à partir des différents traitements d'images.

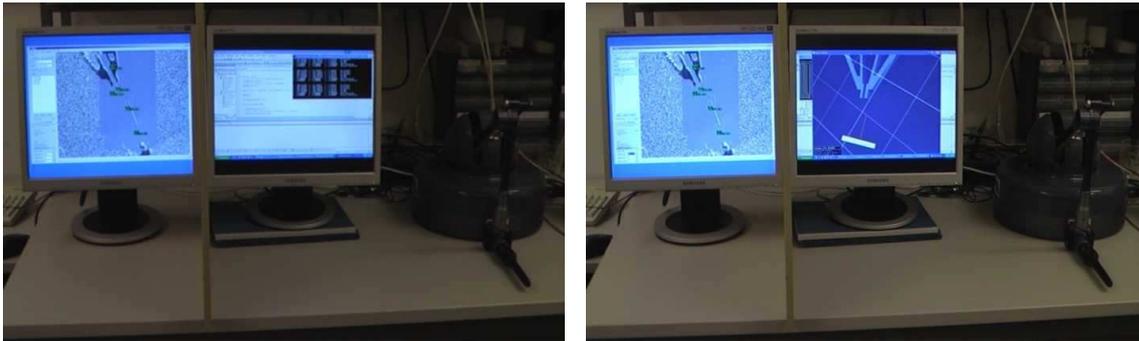
Dans un premier temps, l'opérateur choisit dans l'image SEM cinq points qui seront suivis tout au long du processus de manipulation. Trois de ces points appartiennent à la micropinçe (un point sur chacun des mords, et un dernier appartenant au corps de la pinçe), et les deux autres points appartiennent au nanotube (l'un à l'extrémité, l'autre à la base). La figure IV.43 ci-après illustre cette succession d'étapes. Une fois les différents points choisis, le traitement d'image commence et les positions 2D dans l'image sont déterminées.



F . IV.43 – Processus de calibration des positions 2D

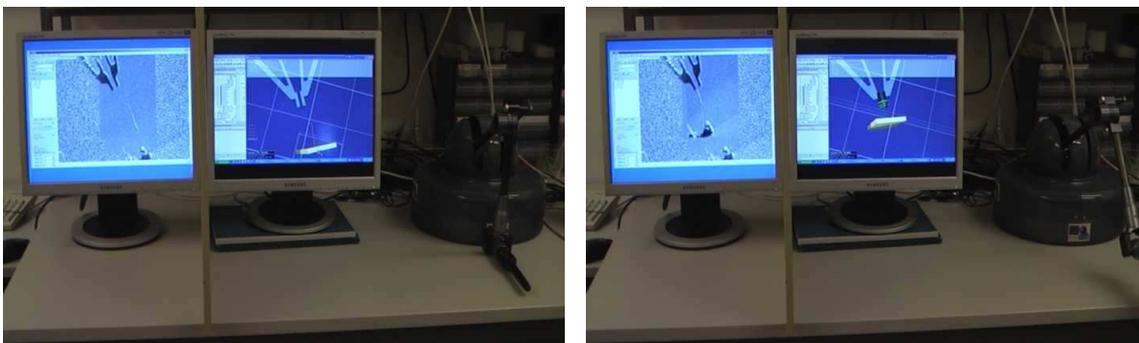
Cette calibration est initiée par le Superviseur qui demande au Serveur de capteurs les différentes informations. Vient ensuite la phase de calibration 3D, c'est à dire l'acquisition de la coordonnée en z pour les cinq points. Le Superviseur commande en position le nanotranslateur supportant le substrat cible (celui comportant le nanotube) et déplace ce dernier dans les trois directions de manière à obtenir les co-

ordonnées du nanotube relativement aux coordonnées de la micropince. Ils permettent aussi d'obtenir une valeur approximative de la longueur du nanotube et de créer un modèle 3D du nanotube exploitable par la réalité virtuelle. Ces déplacements permettent aussi de remonter à des facteurs d'échelle nécessaires à cette dernière pour régler les déplacements des divers éléments de la scène virtuelle. Une fois cette phase de calibration 2D/3D terminée, les différents paramètres sont inscrits dans la mémoire partagée entre le Superviseur et le simulateur de Réalité Virtuelle. La simulation peut alors commencer.



F . IV.44 – Interface en ligne de commande du Superviseur, calibration de la scène virtuelle

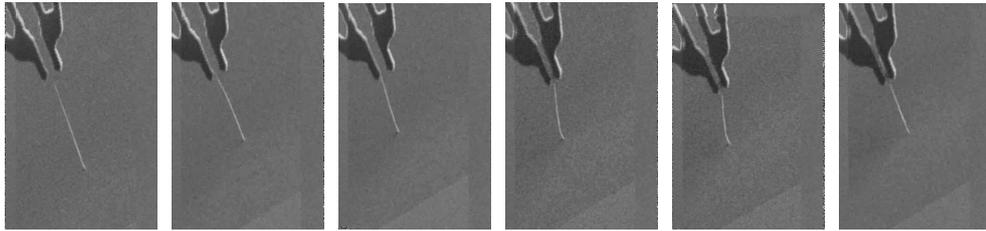
Nous pouvons noter que la manipulation a été réalisée en semi-« aveugle », c'est à dire qu'un panneau sépare la vue réelle de la vue virtuelle, pour que l'opérateur ne puisse qu'utiliser la vue virtuelle pour réaliser la manipulation.



F . IV.45 – Changement de vue, aide pour la détection de contact

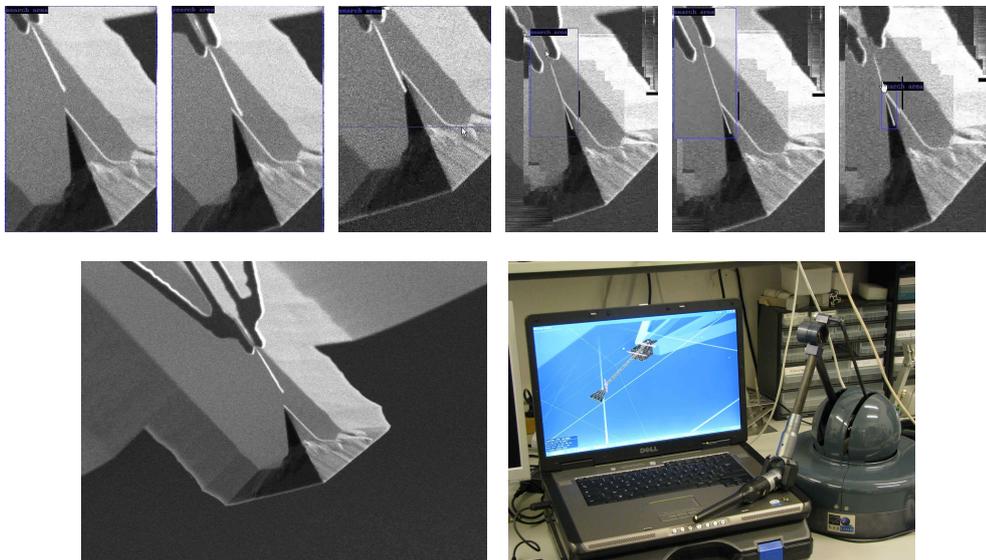
La réalité virtuelle permet à l'utilisateur d'appréhender cette manipulation d'une façon différente. Si un angle de vue ne lui convient pas, il peut en changer. Diverses aides lui sont apportées comme, par exemple, une représentation de la proximité du contact par changement de couleur des surfaces, ou par la présence de flèches plus ou moins épaisses pour représenter les normales à ces surfaces. Ces diverses aides sont appelées métaphores, et peuvent être plus complexes, comme par exemple la possibilité de bloquer les mouvements de l'utilisateur dans un plan ou seulement dans une direction. L'utilisateur à l'aide du bras haptique approche et oriente le substrat de manière à aligner le nanotube virtuel et les mors de la pince.

Vient ensuite la phase de saisie du nanotube, décrite par la séquence ci-dessus (figure IV.46). La vérification de l'alignement entre la pince et le nanotube est visible par la déformation du nanotube. Une fois



F . IV.46 – Phase d’approche, saisie d’un nanotube

l’alignement réalisé, une augmentation progressive de la tension appliquée à la pince initie sa fermeture. Un déplacement latéral permet alors de décrocher le nanotube du substrat.

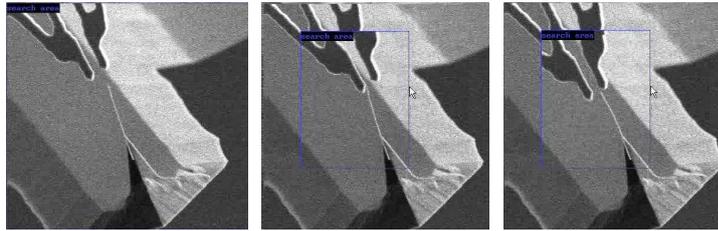


F . IV.47 – Approche d’un nanotube de la pointe d’une poutre AFM

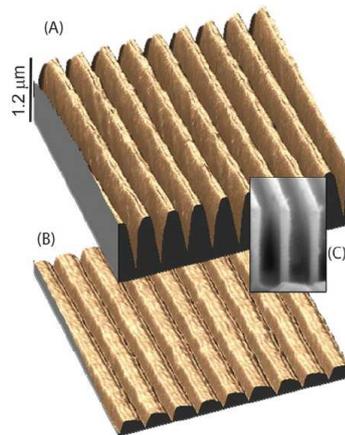
Vient ensuite l’approche du nanotube au contact de la pointe AFM, toujours à l’aide du bras haptique et de l’environnement virtuel. Le nanotube enserré dans les mords de la pince doit être placé sur une des faces de la pointe afin d’y être soudé. Cette « soudure » est réalisée en focalisant le faisceau d’électrons (*electron beam deposition*) sur la jonction. La zone est alors échauffée et les particules présentes dans l’atmosphère confinée de la chambre servent de joint. Une fois cette opération réalisée (elle dure environ 30min), il ne reste plus qu’à retirer la pince en espérant que la soudure tienne correctement pour ne pas perdre le nanotube.

Une fois la pince retirée, il est temps de vérifier si la soudure est assez solide. Une force est appliquée à l’extrémité du nanotube attaché à la pointe afin de le fléchir. Si le nanotube reste correctement attaché à la pointe, ses performances peuvent être testées, par exemple en réalisant le balayage d’une surface. Si au contraire le nanotube se détache et est perdu, le processus complet doit être recommencé à nouveau.

La réalisation d’un tel outil (« super »-pointe) permet d’imager une surface, une image SEM (c) de rainures d’une hauteur calibrée de $2,5\ \mu\text{m}$. Les figures (a) et (b) présentent un balayage de $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ de cette surface, l’image (b) est réalisée avec une poutre à pointe pyramidale en silicium comme celle



F . IV.48 – Retrait de la pince, et test de flexion



F . IV.49 – Balayage d’une surface à l’aide de la « super »-pointe réalisée [182]

utilisée précédemment, l’image (a) quant à elle est obtenue avec la « super »-pointe à partir de la poutre précédente. Nous pouvons remarquer sans problème le gain de précision obtenu sur l’image de cette nanostructure en utilisant la « super »-pointe par rapport à une pointe conventionnelle.

4.4 Conclusion

Nous avons présenté dans cette partie une application du projet NanoRAC. Celui-ci a donné lieu à la réalisation d’une plate-forme de démonstration en télénanomanipulation. Cette plate-forme s’articule autour d’un microscope électronique SEM dans lequel est monté une plate-forme de nanomanipulation composée d’un module de nanositionnement supportant les substrats source et cible, et d’un micro-positionneur permettant de déplacer la micro/nanopince. Un simulateur de réalité virtuelle couplé à une interface haptique permet de représenter une scène virtuelle à partir de la scène réelle. Celle-ci est agrémentée de différentes aides pour permettre à l’utilisateur de manipuler avec plus de facilité. Ce simulateur permet de recréer des efforts calculés à partir de divers modèles présentés dans les chapitres précédents car l’outil de manipulation n’intègre pas de mesure d’efforts. Le superviseur se situe à la jonction de ces deux systèmes afin d’assurer la communication et les différentes phases de calibrations nécessaires au bon déroulement de la manipulation.

Différents scénarii ont été présentés pour leurs diverses applications potentielles, l’un d’eux – la réalisation d’une « super »-pointe AFM – est développé en détails. À partir de sa description, sont abordées la procédure complète de nanomanipulation, des préparatifs du SEM à la caractérisation finale d’une surface, en passant par la phase de saisie et dépose du nanotube de carbone sur la pointe.

Conclusion

Ce travail scientifique s'intéresse à la problématique de la manipulation d'objets de tailles submicro-niques et nanoscopiques. Il s'agit de positionner des objets avec une forte reproductibilité en adéquation avec leur taille. Des difficultés majeures apparaissent à cette échelle :

- les effets physiques dominants ne sont plus les mêmes. La gravité est ainsi négligeable devant les forces d'adhésion engendrant des difficultés pour déplacer ou relâcher un objet saisi par contact.
- la microscopie photonique atteint ses limites et il faut utiliser des outils d'imagerie différents, soit à partir de la microscopie à champ proche qui pose le problème de l'impossibilité d'imager et de manipuler en même temps, soit à partir de la microscopie électronique, dispositif dont le coût est élevé et posant des problèmes d'accessibilité et d'imagerie 3D temps réel.
- les outils de manipulation sont issus des microtechnologies et il n'existe aujourd'hui pas de préhenseurs bidigitaux capables de mesurer des efforts sur une gamme du μN avec une résolution de la centaine de nN.

Pour faire face à ces difficultés, nous avons abordé ce problème autour de deux voies complémentaires symbolisées par l'outil de microscopie et des techniques de manipulation différentes :

- la manipulation assistée avec un outil contrôlé à un doigt capable de mesurer les efforts d'interaction : il s'agit dans ce cadre de rechercher des solutions nouvelles issues de la problématique des microscopes à force atomique en utilisant les outils de la robotique appliquée à l'échelle nanoscopique. Cette recherche concerne ainsi la conception technologique d'une plateforme ouverte et évolutive, sa calibration pour la mesure des forces latérales et normales, la recherche de méthodes dynamiques pour évaluer les propriétés mécaniques des objets mis en jeu et la recherche de stratégies pour des manipulations par adhésion ou par poussées contrôlées.
- la manipulation automatisée ou téléopérée sous microscope électronique : ce thème s'inscrit dans le cadre d'un projet européen pour bénéficier de l'infrastructure et des équipements de nos différents partenaires. Notre recherche concerne ainsi la modélisation et la simulation des forces d'interaction mises en jeu dans un environnement sous vide, la synthèse d'un outil logiciel pour la réalité augmentée (on simule la tâche sans mesure) dans le cadre de recherche de stratégies pour la manipulation par préhenseur sans capteur d'effort ou la téléopération ressentie à partir des efforts simulés par le composant logiciel.

Ces deux thèmes de recherche ont montré leur potentialité respective pour des applications sur les NEMS par exemple ou pour coller des nanotubes sur des pointes AFM afin d'augmenter la résolution et la raideur du capteur.

De nombreux thèmes de recherche peuvent encore s'inscrire dans la continuité de ces travaux. En effet, il subsiste encore de nombreuses difficultés scientifiques.

Le premier thème concerne la manipulation sous microscope à force atomique et l'ensemble des laboratoires équipés de cette classe d'outils. La poussée à un doigt ne répond pas à nos exigences de reproductibilité et de résolution. En effet, de nombreuses difficultés ne sont pas encore surmontées (la trajectoire de l'objet ne reste pas totalement maîtrisée comme le chapitre 4 le montre) et les stratégies mises en oeuvre ne semblent pas pouvoir répondre à des exigences de résolution nanométrique. Ainsi, deux difficultés majeures ne semblent pas résolues. La première concerne le choix d'un *cantilever* pour pousser des objets de forme plus complexe comme les nanotubes, nécessitant de multiples repositionnements et poussées de l'objet ainsi que de l'imagerie associée rendant les manipulations trop lentes. Le second concerne les mesures des déplacements et les bruits intrinsèques dans le positionnement de systèmes de translation (bruits thermique, hystérèse, dérive des systèmes de positionnement piézoélectrique).

Pour répondre à cette difficulté de reproductibilité, un projet pourrait concerner la manipulation avec deux doigts avec des mesures de déplacement absolu de l'outil par interférométrie laser externe. Ce choix pourrait permettre de positionner les outils de façon reproductible avec une haute résolution. En particulier, la recherche de stratégies de planification de trajectoire à l'échelle nanoscopique et du contrôle d'interaction en deux points représentent des challenges originaux pour un champ applicatif émergent. Ce second thème, la création d'un démonstrateur de nanomanipulation unique en France par ses capacités, s'inscrit dans le cadre d'un projet ANR blanc nommé NOCTEA.

Le second volet concerne la manipulation sous microscope électronique. De nombreuses voies sont encore ouvertes tant au niveau de l'automatisation (commande référencée vision 3D avec des temps de rafraîchissement de l'ordre de la seconde), de la conception de préhenseur avec capteurs d'efforts utilisant des matériaux actifs, par exemple piézorésistifs, de la synthèse de substrats fonctionnalisés pour minimiser les efforts des forces d'interaction d'origine nanophysique. Tous ces champs seront proposés en partenariat avec des acteurs majeurs de la recherche dans ces thèmes. En particulier, nous concentrerons sur la téléopération, champ de recherche majeur avec les problématiques de changement d'échelle à grande dynamique et sur la recherche de simulateur temps réel pour la manipulation téléopérée utilisant les informations virtuelles de l'outil logiciel et pour l'aide à la conception de stratégies de manipulations originales en adéquation avec les forces mises en jeu. Ce second thème, la création d'un outil logiciel dédié à l'échelle nanoscopique, s'inscrit dans le cadre d'un projet ANR PSIROB labellisé NANOROL.

La nanomanipulation reste un thème majeur scientifique à cette échelle et un verrou de recherche pour de nombreuses applications. Cette thèse montre l'apport de la robotique dans ce cadre et ouvre un vaste ensemble de perspectives.

Équivalence analytique prisme/plan

Nous présentons ici la démonstration complète de l'équivalence entre les deux méthodes présentées au chapitre II pour le calcul de la force capillaire entre un prisme et un plan.

L'approche de Laplace nous donne l'expression de F suivante II.44 :

$$F = 2L\gamma \left(\frac{h}{h+z} \left(\frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{\tan \phi} \right) + \sin \alpha \right)$$

La méthode énergétique, elle, nous donne l'expression suivante II.58 :

$$\frac{dW}{dz} = 2L\gamma \left[\frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} + \frac{z}{z+h} \left(\beta - \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right) \frac{1}{1 + \mu \tan \phi} \right]$$

Pour montrer l'équivalence, les équations II.44 et II.58 doivent être égales. Dans l'équation II.58 (méthode énergétique), le terme en facteur de $\frac{z}{z+h}$ peut s'exprimer ainsi :

$$\underbrace{\left(\beta - \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right)}_A \underbrace{\frac{1}{1 + \mu \tan \phi}}_B \quad (\text{A.1})$$

$$\begin{aligned} A &= \frac{\pi - \alpha - \theta_1 - \sin \alpha \cos \theta_1 + \cos \theta_1}{\cos \theta_1 + \cos \alpha} - \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \\ &= \frac{\pi - \alpha - \theta_1 - \sin \alpha \cos \theta_1 + \cos \theta_1}{\cos \theta_1 + \cos \alpha} - \frac{\cos \phi \cos \theta_1}{\sin \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \\ &= \frac{(\pi - \alpha - \theta_1 - \sin \alpha \cos \theta_1 + \cos \theta_1) \sin \phi - (\cos \phi \cos \theta_1 + \cos \theta_2)(\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{(\cos \theta_1 + \cos \alpha) \sin \phi} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} B &= \frac{1}{1 + \frac{2 \sin \alpha \cos \theta_1 - \pi - \alpha - \theta_1 + \cos \alpha - \cos \theta_1}{(\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2} \tan \phi} \\ &= \frac{1}{1 + \frac{2 \sin \alpha \cos \theta_1 - \pi - \alpha - \theta_1 + \cos \alpha - \cos \theta_1}{\cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2} \sin \phi} \\ &= \frac{\cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2}{\cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2 + (\cos \alpha \sin \alpha + 2 \sin \alpha \cos \theta_1 - \pi + \alpha + \theta_1 - \cos \theta_1 \sin \theta_1) \sin \phi} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
A \cdot B &= \frac{\cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\sin \phi} \dots \\
&\dots \left[\frac{\overbrace{(\pi - \alpha - \theta_1)}^{n_1} \sin \phi - \sin \alpha \cos \theta_1 \sin \phi + \overbrace{\cos \theta_1 \sin \theta_1}^{n_2} \sin \phi - (\cos \theta_1 \cos \phi + \cos \theta_2)(\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2 + (\sin \alpha \cos \alpha + 2 \sin \alpha \cos \theta_1 \underbrace{-\pi + \alpha + \theta_1}_{-n_1} - \underbrace{\cos \theta_1 \sin \theta_1}_{-n_2}) \sin \phi} \right] \\
&= \frac{\cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\sin \phi} \dots \\
&\dots \left[\frac{\overbrace{(\pi - \alpha - \theta_1 + \cos \theta_1 \sin \theta_1)}^{n_1+n_2} \sin \phi - \sin \alpha \cos \theta_1 \sin \phi - (\cos \theta_1 \cos \phi + \cos \theta_2)(\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\underbrace{(-\pi + \alpha + \theta_1 - \cos \theta_1 \sin \theta_1)}_{-(n_1+n_2)} \sin \phi + \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha)^2 + (\cos \alpha \sin \alpha + 2 \sin \alpha \cos \theta_1) \sin \phi} \right]
\end{aligned} \tag{A.2}$$

Maintenant, en remplaçant α par $\phi + \theta_2$, $n_1 + n_2$ par n et en simplifiant la dernière expression, il est possible de montrer que l'expression entre crochets dans l'équation A.2 est égale à -1 .

$$\frac{n \sin \phi - \sin(\phi + \theta_2) \cos \theta_1 \sin \phi - (\cos \theta_1 \cos \phi + \cos \theta_2)(\cos \theta_1 + \cos(\phi + \theta_2))}{-n \sin \phi + \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos(\phi + \theta_2))^2 + (\cos(\phi + \theta_2) \sin(\phi + \theta_2) + 2 \sin(\phi + \theta_2) \cos \theta_1) \sin \phi} = \frac{C}{D} = -1 \tag{A.3}$$

$$\begin{aligned}
C &= n \sin \phi - \sin(\phi + \theta_2) \cos \theta_1 \sin \phi - (\cos \theta_1 \cos \phi + \cos \theta_2)(\cos \theta_1 + \cos(\phi + \theta_2)) \tag{A.4} \\
&= n \sin \phi - (\sin \phi \cos \theta_2 + \cos \phi \sin \theta_2) \cos \theta_1 \sin \phi - (\cos \theta_1 \cos \phi + \cos \theta_2)(\cos \theta_1 + (\cos \phi \cos \theta_2 - \sin \phi \sin \theta_2)) \\
&= n \sin \phi - (\sin^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 + \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2) \\
&\quad - (\cos \phi \cos^2 \theta_1 + \cos \theta_1 \cos \theta_2 + \cos^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2 + \cos \phi \cos^2 \theta_2 - \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2) \\
&= n \sin \phi - \sin^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2 \\
&\quad - \cos \phi \cos^2 \theta_1 - \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \cos^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 + \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2 - \cos \phi \cos^2 \theta_2 + \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 \\
&= n \sin \phi - \cos \theta_1 \cos \theta_2 (\cos^2 \phi + \sin^2 \phi) - \cos \phi \cos^2 \theta_1 - \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \cos \phi \cos^2 \theta_2 + \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 \\
&= n \sin \phi - 2 \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \cos \phi \cos^2 \theta_1 - \cos \phi \cos^2 \theta_2 + \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
D &= -n \sin \phi + \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos(\phi + \theta_2))^2 + (\cos(\phi + \theta_2) \sin(\phi + \theta_2) + 2 \sin(\phi + \theta_2) \cos \theta_1) \sin \phi \\
&= -n \sin \phi + \cos \phi (\cos^2 \theta_1 + \cos^2 \phi \cos^2 \theta_2 + \sin^2 \phi \sin^2 \theta_2 + \dots \\
&\quad + 2 \cos \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 - 2 \sin \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2 - 2 \cos \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2) + \sin \phi (\cos \phi \cos^2 \theta_2 + \dots \\
&\quad + \cos^2 \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 - \sin^2 \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 - \cos \phi \sin^2 \theta_2 + 2 \sin \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 + 2 \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2) \\
&= -n \sin \phi + \cos \phi \cos^2 \theta_1 + \cos^3 \phi \cos^2 \theta_2 + \cos \phi \sin^2 \phi \sin^2 \theta_2 + 2 \cos^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 \\
&\quad - 2 \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2 - 2 \cos^2 \phi \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 + \cos \phi \sin^2 \phi \cos^2 \theta_2 + \cos^2 \phi \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 \\
&\quad - \sin^3 \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 - \cos \phi \sin^2 \phi \sin^2 \theta_2 + 2 \sin^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 + 2 \cos \phi \cos \theta_1 \sin \theta_2 \\
&= -n \sin \phi + \cos \phi \cos^2 \theta_1 + \cos^3 \phi \cos^2 \theta_2 + 2 \cos^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 - 2 \cos^2 \phi \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 \\
&\quad + \cos \phi \sin^2 \phi \cos^2 \theta_2 + \cos^2 \phi \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 - \sin^3 \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 + 2 \sin^2 \phi \cos \theta_1 \cos \theta_2 \\
&= -n \sin \phi + \cos \phi \cos^2 \theta_1 + \cos \phi \cos^2 \theta_2 (\cos^2 \phi + \sin^2 \phi) + 2 \cos \theta_1 \cos \theta_2 (\cos^2 \phi + \sin^2 \phi) \\
&\quad - \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2 (\cos^2 \phi + \sin^2 \phi) \\
&= -n \sin \phi + \cos \phi \cos^2 \theta_1 + \cos \phi \cos^2 \theta_2 + 2 \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= -(n \sin \phi - 2 \cos \theta_1 \cos \theta_2 - \cos \phi \cos^2 \theta_1 - \cos \phi \cos^2 \theta_2 + \sin \phi \cos \theta_2 \sin \theta_2) \\
&= -C
\end{aligned}$$

Par conséquent, B est donné par :

$$\left(\beta - \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} - \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} \right) \frac{1}{1 + \mu \tan \phi} = -\frac{(\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\tan \phi} \quad (\text{A.5})$$

Et l'équation II.58 peut se mettre sous la forme

$$\frac{1}{2L\gamma} \frac{dW}{dz} = \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} - \frac{z}{z+h} \frac{(\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\tan \phi} \quad (\text{A.6})$$

En soustrayant et en ajoutant $\sin \alpha$ à cette dernière équation, l'expression de la force peut être déduite :

$$\frac{1}{2L\gamma} \frac{dW}{dz} = \frac{\cos \theta_1}{\tan \phi} + \frac{\cos \theta_2}{\sin \phi} - \frac{z}{z+h} \frac{(\cos \theta_1 + \cos \alpha)}{\tan \phi} - \sin \alpha + \sin \alpha \quad (\text{A.7})$$

$$= \frac{(\cos \phi \cos \theta_1 + \cos \theta_2)(z+h) - z \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha) - \sin \alpha \sin \phi (z+h)}{(z+h) \sin \phi} + \sin \alpha$$

$$= \frac{(\cos \phi \cos \theta_1 + \cos \theta_2)h - z \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha) - \sin \alpha \sin \phi (z+h)}{(z+h) \sin \phi} + \sin \alpha \quad (\text{A.8})$$

Le numérateur peut se réécrire comme :

$$\begin{aligned}
&= (\cos \phi \cos \theta_1 + \cos \theta_2)h - z \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha) - \sin \alpha \sin \phi (z+h) \\
&= (\cos \phi \cos \theta_1 + \cos \theta_2)h - z \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \alpha) - \sin \alpha \sin \phi (z+h) \\
&= h \cos \phi \cos \theta_1 + (z+h) \cos \theta_2 - z \cos^2 \phi \cos \theta_2 + z \cos \phi \sin \theta_2 - z \sin^2 \phi \cos \theta_2 \\
&\quad - z \cos \phi \sin \theta_2 - h \sin^2 \phi \cos \theta_2 - h \cos \phi \sin \theta_2 \\
&= h \cos \phi \cos \theta_1 + h \cos \theta_2 - h \sin^2 \phi \cos \theta_2 - h \cos \phi \sin \theta_2 \\
&= h \cos \phi \cos \theta_1 + h((1 - \sin^2 \phi) \cos \theta_2 - \cos \phi \sin \theta_2) \\
&= h \cos \phi \cos \theta_1 + h(\cos^2 \phi \cos \theta_2 - \cos \phi \sin \theta_2) \\
&= h \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos \phi \cos \theta_2 - \sin \phi \sin \theta_2) \\
&= h \cos \phi (\cos \theta_1 + \cos(\phi + \theta_2))
\end{aligned}$$

L'expression énergétique de la force capillaire (équation II.58) est égale à :

$$\frac{1}{2L\gamma} \frac{dW}{dz} = \frac{h}{h+z} \left(\frac{\cos \theta_1 + \cos \alpha}{\tan \phi} \right) + \sin \alpha$$

Nous avons démontré l'équivalence des deux méthodes dans le cas simple de l'interaction prisme/plan, ce qui nous permet d'utiliser l'une ou l'autre méthode pour le calcul d'autres interactions, et particulièrement l'interaction cylindre/plan.

Spécifications techniques de la plate-forme

Préhenseurs

Sonde AFM

Les sondes utilisées sont de différents types selon le mode choisi pour la manipulation, elles proviennent des sociétés NanoSensors, BudgetSensors, AppNano, ...

Actionneurs

Microtranslateurs

Il s'agit de vérins motorisés (cf. B.1 page suivante) CMA-25CCCL produits par la société Newport¹. Ils sont pilotés par une carte PCI, qui permet une commande en boucle fermée avec un contrôleur PID réglable, nécessairement installée sur un PC fonctionnant sous Windows. Le PC envoie des consignes en position ou en vitesse au boîtier de puissance qui gère les asservissements.

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur numérique</i>
Capacité de charge axiale	90 N
Course	25 mm
Incrément Minimum	0,2 μm
Masse	0,1 kg
Pas de la vis d'entraînement	0,5 mm
Réducteur	256 :1
Résolution	49 nm
Résolution codeur	40 pt/tr
Vitesse maximale	$\pm 400 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$

T . B.1 – Spécifications des microtranslateurs CMA-25CCCL

¹<http://www.newport.com/>

Nano-translateurs

Le nano-translateur en Z (cf. B.2 page suivante) est une platine de translation piézoélectrique P-732.ZC, associée à un boîtier de puissance E-610.CO, de la société Physik Instrument², commandée en position. L'ensemble est commandé par une carte d'acquisition DAQ-6036E de la société National Instrument³, installée sur un PC tournant sous Windows XP.

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur numérique</i>
Course	12 μm
Ratio	1,2 $\mu\text{m} \cdot \text{V}^{-1}$
Résolution	2,8 nm
Tension de commande	de 0 à 10 V
Tension de mesure	de 0 à 10 V

T . B.2 – Spécifications du nano-translateur P-732.ZC

La nano-translateur en XY (cf. B.3) est une platine de translation piézoélectrique Nano-Bio2M, associée à une baie de contrôle Nano-Drive, de la société Mad City Labs⁴.

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur numérique</i>
Course	50 $\mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$
Résolution	0,1 nm
Fréquence de résonance (X)	500 Hz \pm 20%
Fréquence de résonance (Y)	300 Hz \pm 20%
Raideur	1,0 N/ μm
Charge maximale horizontale	0,5 kg
Charge maximale verticale	0,2 kg
Matériau	Titane

T . B.3 – Spécifications du nano-translateur Nano-Bio2M

Céramique piézoélectrique

Les céramiques piézoélectriques utilisées proviennent de la société PI Ceramics⁵

Capteurs

Photodiode

La photodiode QP5.8-6SD utilisée est une photodiode à quatre cadrants réalisée par la société Pacific Sensor⁶.

²<http://www.physikinstrumente.com/>

³<http://www.ni.com/>

⁴<http://www.madcitylabs.com/>

⁵<http://www.piceramic.de/>

⁶<http://www.pacific-sensor.com/>

Dispositif optique : microscope, caméra CCD et carte d'acquisition

La caméra CCD couplée au microscope est une caméra Sony XC-711P. L'acquisition d'images se fait en temps-réel à l'aide d'une carte d'acquisition vidéo Arvoos Picasso⁷ PCI-3C.

<i>Paramètre</i>	<i>Valeur numérique</i>
Format du capteur	2/3 in
Nombre de cellules	756 × 581
Surface sensible	8,8 × 6,6 mm ²
Taille d'une cellule	11 × 11 μm ²

T . B.4 – Spécifications de la caméra CCD XC-711P

⁷<http://www.arvoos.nl/html/home.htm>

Méthode de Rayleigh–Ritz

De nombreux articles utilisent une méthode appelée « Méthode de Rayleigh–Ritz », pour obtenir les fréquences propres d'un système continu. Cette désignation est employée à tort, c'est la méthode de Rayleigh qui est utilisée, elle est dissociée de la méthode de Ritz [183]. Nous nous attacherons ici à employer l'exacte méthode pour déterminer les fréquences propres du système poutre/masse.

Dans la méthode de Rayleigh, les énergies potentielle (U) et cinétique (T) du système en flexion, sont considérées pour calculer les fréquences propres du système. Les maxima des énergies potentielle et cinétique atteints au cours du temps, U_{max} et T_{max} sont définis comme :

$$U_{max} = \frac{1}{2} \int_0^L EI(x) \left[\frac{\partial^2 z(x)}{\partial x^2} \right]^2 dx \quad (C.1)$$

$$T_{max} = \frac{1}{2} \omega^2 \int_0^L \rho S(x) \left[\frac{\partial z(x)}{\partial t} \right]^2 dx \quad (C.2)$$

avec E le module de Young du système continu, $I(x)$ le moment d'inertie, ρ la densité, $S(x)$ est l'aire de la section de poutre, et $z(x)$ est la fonction de déformation.

La vibration d'un système conservatif étant un échange d'énergie permanent entre énergie cinétique et énergie de déformation (énergie potentielle), nous avons la propriété suivante :

$$\frac{U_{max}}{T_{max}} = 1 \quad (C.3)$$

La propriété de conservation de l'énergie, donnée par l'équation C.3, nous permet d'extraire l'expression du quotient de Rayleigh, carré de la pulsation propre ω du mode :

$$\omega^2 = \frac{\int_0^L EI(x) \left[\frac{\partial^2 z(x)}{\partial x^2} \right]^2 dx}{\int_0^L \rho S(x) \left[\frac{\partial z(x)}{\partial t} \right]^2 dx} \quad (C.4)$$

Il est évident que la précision du calcul dépend fortement de la proximité de la fonction de déformation $z(x)$ et de la déformée réelle de la poutre. Dans la méthode de Ritz, la fonction de déformation est représentée sous la forme d'une série de fonctions de déformation admissibles ayant des coefficients arbitraires. Cette fonction est définie comme suit :

$$v(x) = \sum_{i=0}^n a_i \phi_i(x) \quad (C.5)$$

où les $\phi_i(x)$ sont des fonctions polynomiales ou trigonométriques connue, et les coefficients a_i sont des paramètres arbitraires. La minimisation du quotient de Rayleigh par rapport aux paramètres a_i donne le système :

$$\frac{\partial \omega^2}{\partial a_i} = 0 \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (\text{C.6})$$

À partir des équations C.4 et C.5, on peut réécrire le quotient de Rayleigh comme :

$$\omega^2 = \frac{\{a\}^T [K] \{a\}}{\{a\}^T [M] \{a\}} = \frac{\mathbf{K}}{\mathbf{M}} \quad (\text{C.7})$$

où $\{a\}^T = \{a_1, a_2, \dots, a_n\}$, \mathbf{K} et \mathbf{M} sont les matrices de raideur et matrice de masse, respectivement. Selon l'équation C.7, la minimisation donne :

$$[\mathbf{K} - \omega^2 \mathbf{M}] \{a\} = 0 \quad (\text{C.8})$$

Les quantités a_i qui assurent le minimum du quotient de Rayleigh sont donc les termes qui annulent le déterminant :

$$\det(\mathbf{K} - \omega^2 \mathbf{M}) = 0 \quad (\text{C.9})$$

Pour un système plus complexe, composé de plusieurs sous-systèmes, comme d'autres masses ajoutées sur le système oscillant, les énergies potentielles (U) et cinétiques (T) doivent être ajoutées à celles du système complet. Il est alors possible d'obtenir la fréquence propre du système ainsi formé.

Références bibliographiques

- [1] D. S. Haliyo. *Les forces d'adhésion et les effets dynamiques pour la micro-manipulation*. PhD thesis, Université Paris 6, Décembre 2002. .
- [2] F. Dionnet. *Télé-micro-manipulation par adhésion*. PhD thesis, Université Paris 6, Juillet 2005.
- [3] E. Ruska and M. Knoll. Die magnetische sammelspule für schnelle elektronenstrahlen (the magnetic concentrating coil for fast electron beams.). *Z. techn. Physik*, 12 :389–400 and 448, Avril 1931.
- [4] E. Ruska. *Nobel Lectures in Physics 1981-1990*. Ed. Gösta Ekspong. World Scientific Publishing Co. The Development of the Electron Microscope and of Electron Microscopy, Décembre 1986.
- [5] V. K. Zworykin, J. Hillier, and R. L. Snyder. A scanning electron microscope. *ASTM Bull.*, pages 15–23, 1942.
- [6] G. Binnig and H. Rohrer. Scanning tunneling microscopy. *Helvetica Physica Acta*, 55 :726–735, 1982. bibliothèque.
- [7] G. Binnig and H. Rohrer. Scanning Tunnelling Microscope – from birth to adolescence. Royal Swedish Academy of Sciences : The Nobel Prize in Physics, 1986.
- [8] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 56(9) :930–933, March 1986.
- [9] J. Tersoff and D. R. Hamann. Theory and Application for the Scanning Tunneling Microscope. *Physical Review Letters*, 50(25) :1998–2001, Juin 1983.
- [10] A. J. G. Mank. Scanning Probe Microscopy (SPM) – an overview of possibilities. Philips Research, Avril 2005.
- [11] M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, and P. C. Eklund. *Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes*. Academic Press, 1996.
- [12] R. Saito, M. Fujita, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus. Electronic structure of chiral graphene tubules. *Applied Physics Letters*, 60(18) :2204–2206, Mai 1992.
- [13] M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, and R. Saito. Physics of carbon nanotubes. *Carbon*, 33(7) :883–891, Février 1995.

- [14] S. Iijima. Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 354 :56–58, Novembre 1991.
- [15] Y. Saito, T. Yoshikawa, S. Bandow, M. Tomita, and T. Hayashi. Interlayer spacings in carbon nanotubes. *Physical Review B*, 48(3) :1907–1909, Juillet 1993.
- [16] W. Krätschmer, L. D. Lamb, K. Fostiropoulos, and D. R. Huffman. Solid C_{60} : a new form of carbon. *Nature*, 347 :354–358, Septembre 1990.
- [17] D. S. Bethune, Kiang C. H., M. S. de Vries, G. Gorman, Sovay R., J. Vazquez, and R. Beyers. Cobalt-catalysed growth of carbon nanotubes with single-atomic-layerwalls. *Nature*, 363 :605–607, Juin 1993.
- [18] S. Iijima and T. Ichihashi. Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter. *Nature*, 363 :603–605, Juin 1993.
- [19] Y. Saito, T. Yashihawa, Okuda M., N. Fujimoto, K. Sumiyana, K. Suzuki, A. Kasuya, and Y. Nishina. Carbon nanocapsules encaging metals and carbides. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 54(12) :1849–1860, Décembre 1993.
- [20] C. Journet, W. K Maser, P. Bernier, M. Loiseau, A. and Lamy de la Chapelle, S. Lefrant, P. Deniard, R. Lee, and Fischer R. E. Large-scale production of single-walled carbon nanotubes by the electric-arc technique. *Nature*, 388 :756–758, Août 1997.
- [21] T. W. Ebbesen and P. M. Ajayan. Large-scale synthesis of carbon nanotubes. *Nature*, 358 :220–222, Juillet 1992.
- [22] L. Alvarez, T. Guillard, G. Olalde, J. F. Rivoire, B. and Robert, P. Bemier, G. Flamant, and D. Laplace. Large scale solar production of fullerenes and carbon nanotubes. *Synthetic Metals*, 103(1–3) :2476–2477, Juin 1999.
- [23] A. Thess, R. Lee, P. Nikolaev, H. Dai, P. Petit, J. Robert, C. Xu, Y. H. Lee, D. T. Kim, S. G. and Colbert, G. Scuseria, D. Tománek, J. E. Fischer, and R. E. Smalley. Crystalline ropes of metallic carbon nanotubes. *Science*, 273(5274) :483–487, Juillet 1996.
- [24] N. M. Rodriguez. A review of catalytically grown carbon nanofibers. *Journal of Materials Research*, 8(12) :3233, Décembre 1993.
- [25] K. Hernardi, A. Fonseca, J. B. Nagy, J. Bernaerts, D. and Riga, and A. Lucas. Catalytic synthesis and purification of carbon nanotubes. *Synthetic Metals*, 77(1–3) :31–34, Février 1996.
- [26] M. José-Yacaman, M. Niki-Yoshida, L. Rendón, and J. G. Santiesteban. Catalytic growth of carbon microtubules with fullerene structure. *Applied Physics Letters*, 62(6) :657–659, Février 1993.
- [27] V. Ivanov, J. B. Nagy, Ph. Lambin, X. B. Lucas, A. and Zhang, X. F. Zhang, D. Bernaerts, G. Van Tendeloo, S. Amelinck, and J. Van Landuyt. The study of carbon nanotubules produced by catalytic method. *Chemical Physics Letters*, 223(4) :329–335, Juin 1994.
- [28] M. Endo, K. Takeuchi, K. Kobori, H. W. Takahashi, K. and Kroto, G. Wang, and A. Sarkar. Pyrolytic carbon nanotubes from vapor-grown carbon fibers. *Carbon*, 33(7) :873–881, Février 1995.
- [29] H. M. Cheng, F. Li, X. Sun, S. D. M. Brown, M. A. Pimenta, A. Marucci, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus. Bulk morphology and diameter distribution of single-walled carbon nanotubes synthesized by catalytic decomposition of hydrocarbons. *Chemical Physics Letters*, 289(5–6) :602–610, Juin 1998.

- [30] A. Peigney, Ch. Laurent, F. Dobigeon, and A. Rousset. Carbon nanotubes grown *in-situ* by a novel catalytic method. *Journal of Materials Research*, 12(3) :613–615, Novembre 1997.
- [31] Ch. Laurent, E. Flahaut, A. Peigney, and A. Rousset. Metal nanoparticles for the catalytic synthesis of carbon nanotubes. *New Journal of Chemistry*, 22(11) :1229–1237, 1998.
- [32] Ch. Laurent, A. Peigney, and A. Rousset. Synthesis of carbon nanotubes-Fe-Al₂O₃ nanocomposite powders by selective reduction of different Al_{1.8}Fe_{0.2}O₃ solid solutions. *Journal of Materials Chemistry*, 8(5) :1263–1271, 1998.
- [33] H. Dai, A. G. Rinzler, P. Nikilaev, D. T. Thess, A. and Colbert, and R. E. Smalley. Single-wall nanotubes produced by metal-catalyzed disproportionation of carbon monoxide. *Chemical Physics Letters*, 260(3–4) :471–475, Septembre 1996.
- [34] J. H. Hafner, M. J. Bronikowski, B. R. Azamian, P. Nikilaev, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, and R. E. Smith, K. A. and Smalley. Catalytic growth of single-wall carbon nanotubes from metal particles. *Chemical Physics Letters*, 296(1–2) :195–202, Octobre 1998.
- [35] P. Chen, H. B. Zhang, G. D. Lin, Q. Hong, and K. R. Tsai. Growth of carbon nanotubes by catalytic decomposition of CH₄ or CO on a Ni–MgO catalyst. *Carbon*, 35(10–11) :1495–1501, Avril 1997.
- [36] A. A. Khassin, T. M. Yureva, V. I. Zaikovskii, and V. N. Parmon. Effect of metallic cobalt particles size on occurrence of CO disproportionation. role of fluidized metallic cobalt-carbon solution in carbon nanotube formation. *Reaction Kinetics and Catalysis Letters*, 64 :63–71, 1998.
- [37] P. Pinheiro, M. C. Schouler, P. Gadelle, M. Mermoux, and E. Dooryhée. Effect of hydrogen on the orientation of carbon layers in deposits from the carbon monoxide disproportionation reaction over Co/Al₂O₃ catalysts. *Carbon*, 38(10) :1469–1479, Juin 2000.
- [38] N. Hamada, S. Sawada, and A. Oshiyama. New one-dimensional conductors : Graphitic microtubules. *Physical Review Letters*, 68(10) :1579–1581, Mars 1992.
- [39] R. Saito, M. Fujita, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus. Electronic structure of graphene tubules based on C₆₀. *Physical Review B*, 46(3) :1804–1811, Juillet 1992.
- [40] J. W. G. Wildöer, L. C. Venema, A. G. Rinzler, R. E. Smalley, and C. Dekker. Electronic structure of atomically resolved carbon nanotubes. *Nature*, 391 :59–62, Janvier 1998.
- [41] S. J. Tans, Devoret M. H., Dai H., A. Thess, R. E. Smalley, Geerligs L. J., and C. Dekker. Individual single-wall carbon nanotubes as quantum wires. *Nature*, 386 :474–477, Avril 1997.
- [42] J. W. Mintmire, B. I. Dunlap, and C. T. White. Are fullerene tubules metallic ? *Physical Review Letters*, 68(5) :631–634, Février 1992.
- [43] X. Blase, A. Rubio, S. G. Louie, and M. L. Cohen. Stability and band gap constancy of boron-nitride nanotubes. *Europhys. Lett.*, 28 :35, 1994.
- [44] O. Lourie and H. Wagner. Evaluation of young's modulus of carbon nanotubes by micro-Raman spectroscopy. *Journal of Material Research*, 13(9) :2418–2422, Septembre 1998.
- [45] M.-F. Yu, B. S. Files, S. Arepalli, and R. S. Ruoff. Tensile loading of ropes of single wall carbon nanotubes and their mechanical properties. *Physical Review Letters*, 84(24) :5552–5555, Juin 2000.

- [46] M.-F. Yu, O. Lourie, M. J. Dyer, K. Moloni, and R. S. Kelly T. F. and Ruoff. Strength and breaking mechanism of multiwalled carbon nanotubes under tensile load. *Science*, 287(5453) :637–640, Janvier 2000.
- [47] M. M. J. Treacy, T. W. Ebbesen, and J. M. Gibson. Exceptionally high young's modulus observed for individual carbon nanotubes. *Nature*, 381(6584) :678–680, Juin 1996.
- [48] G. G. Tibbetts. Why are carbon filaments tubular. *Journal of Crystal Growth*, 66(3) :632–638, Mai 1984.
- [49] R. S. Ruoff and D. C. Lorents. Mechanical and thermal properties of carbon nanotubes. *Carbon*, 33(7) :925–930, Janvier 1995.
- [50] D. H. Robertson, D. W. Brenner, and J. W. Mintmire. Energetics of nanoscale graphitic tubules. *Physical Review B*, 45(21) :12592–12595, Juin 1992.
- [51] B. I. Yakobson, C. J. Brabec, and J. Bernholc. Nanomechanics of carbon tubes : Instabilities beyond linear response. *Physical Review Letters*, 76(14) :2511–2514, Avril 1996.
- [52] S. Timoshenko and J. Gere. *Theory of Elastic Stability*. McGraw-Hill, 1988.
- [53] E. W. Wong, P. E. Sheehan, and C. M. Lieber. Nanobeam Mechanics : Elasticity, Strength, and Toughness of Nanorods and Nanotubes. *Science*, 277 :1971–1975, Septembre 1997.
- [54] A. Krishnan, E. Dujardin, Ebbesen T. W., and Yianilos P. N. and Treacy M. M. J. Young's modulus of single-walled nanotubes. *Physical Review B*, 58(20) :14013–14019, Novembre 1998.
- [55] J.-P. Salvetat, J.-M. Bonard, N. H. Thomson, A. J. Kulik, L. Forró, W. Benoit, and L. Zuppiroli. Mechanical properties of carbon nanotubes. *Applied Physics A*, 69(3) :255–260, Septembre 1999.
- [56] T. W. Tomblor, C. Zhou, L. Alexseyev, H. Kong, J. and Dai, L. Liu, C. S. Jayanthi, M. Tang, and S.-Y. Wu. Reversible electromechanical characteristics of carbon nanotubes under local-probe manipulation. *Nature*, 405 :769–772, Juin 2000.
- [57] C. A. Cooper, R. J. Young, and M. Halsall. Investigation into the deformation of carbon nanotubes and their composites through the use of Raman spectroscopy. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 32(3) :401–411, Mars 2001.
- [58] A. Sears and R. C. Batra. Macroscopic properties of carbon nanotubes from molecular-mechanics simulations. *Physical Review B*, 69(23) :235406, Juin 2004.
- [59] C. F. Cornwell and L. T. Wille. Elastic properties of single-walled carbon nanotubes in compression. *Solid State Communications*, 101(8) :555–558, Février 1997.
- [60] T. Halicioglu. Stress calculations for carbon nanotubes. *Thin Solid Films*, 312(1-2) :11–14, Juin 1997.
- [61] J. P. Lu. Elastic properties of carbon nanotubes and nanoropes. *Physical Review Letters*, 79(7) :1297–1300, Août 1997.
- [62] E. Hernandez, C. Goze, P. Bernier, and A. Rubio. Elastic Properties of C and $B_xC_yN_z$ Composite Nanotubes. *Physical Review Letters*, 80(20) :4502–4505, Mai 1998.
- [63] N. Yao and V. Lordi. Young's modulus of single-walled carbon nanotubes. *Journal of Applied Physics*, 84(4) :1939–1943, Août 1998.

- [64] T. Ozaki, Y. Iwasa, and T. Mitani. Stiffness of single-walled carbon nanotubes under large strain. *Physical Review Letters*, 84(8) :1712–1715, Février 2000.
- [65] G. Van Lier, C. Van Alsenoy, V. Van Doren, and P. Geerlings. Ab initio study of the elastic properties of single-walled carbonnanotubes and graphene. *Chemical Physics Letters*, 326(1–2) :181–185, Août 2000.
- [66] J. Zhou, X. and Zhou and Z. Ou-Yang. Strain energy and young’s modulus of single-wall carbon nanotubes calculated from electronic energy-band theory. *Physical Review B*, 62(20) :13692–13696, 2000.
- [67] T. Belytschko, S. P. Xiao, G. C. Schatz, and R. S. Ruoff. Atomistic simulations of nanotube fracture. *Physical Review B*, 65 :235430, Juin 2002.
- [68] B. I. Yakobson and R Smalley. Fullerene nanotubes : $C_{1,000,000}$ and beyond. *American Scientist*, 85 :324–337, Juillet 1997.
- [69] J. Z. Liu, Q. Zheng, and Q. Jiang. Effect of a rippling mode on resonances of carbon nanotubes. *Physical Review Letters*, 86(21) :4843–4846, Mai 2001.
- [70] M.-F. Yu, G. J. Wagner, R. S. Ruoff, and M. J. Dyer. Realization of parametric resonances in a nanowire mechanical system with nanomanipulation inside a scanning electron microscope. *Physical Review B*, 66 :073406, Août 2002.
- [71] J-P. Salvetat, G. A. D. Briggs, J-M. Bonard, R. R. Bacsá, A. J. Kulik, T. Stöckli, N. A. Burnham, and L. Forró. Elastic and shear moduli of single-walled carbon nanotube ropes. *Physical Review Letters*, 82(5) :944–947, Février 1999.
- [72] S. Govindjee and J. L. Sackman. On the use of continuum mechanics to estimate the properties of nanotubes. *Solid State Communications*, 110(4) :227–230, Décembre 1999.
- [73] P. Poncharal, Z. L Wang, D. Ugarte, and W. A. de Heer. Electrostatic deflections and electromechanical resonances of carbonnanotubes. *Science*, 283(5407) :1513–1516, Mars 1999.
- [74] M. R. Falvo, G. J. Clary, R. M. 2nd. Taylor, V. Chi, F. P. Jr Brooks, S. Washburn, and Superfine R. Bending and buckling of carbon nanotubes under large strain. *Nature*, 389 :582–584, Octobre 1997.
- [75] J-P. Salvetat, A. J. Kulik, J-M. Bonard, T. Briggs, G. A. D. and Stöckli, K. Méténier, S. Bonnamy, F. Béguin, N. A. Burnham, and L. Forró. Elastic modulus of ordered and disordered multiwalled carbon nanotubes. *Advanced Materials*, 11(2) :161–165, Septembre 1999.
- [76] J. Cumings and A. Zettl. Low-friction nanoscale linear bearing realized from multiwall carbon nanotubes. *Science*, 289 :602–604, Juillet 2000.
- [77] M.-F. Yu, B. I. Yakobson, and R. S. Ruoff. Controlled sliding and pullout of nested shells in individual multiwalled carbon nanotubes. *Journal of Physical Chemistry B*, 104(37) :8764–8767, 2000.
- [78] J. Cumings, P. G. Collins, and A. Zettl. Materials : Peeling and sharpening multiwall nanotubes. *Nature*, 406 :586, Août 2000.
- [79] K. Yamamoto, S. Akita, and Y. Nakayama. Orientation and purification of carbon nanotubes using ac electrophoresis. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 31(8) :8, Avril 1998.

- [80] J. Tang, B. Gao, H. Geng, O. D. Velev, L. C. Qin, and O. Zhou. Assembly of 1d nanostructures into sub-micrometer diameter fibrils with controlled and variable length by dielectrophoresis. *Advanced Materials*, 15(16) :1352–1355, Août 2003.
- [81] J. Zhang, J. Tang, G. Yang, Q. Qiu, L.-C. Qin, and O. Zhou. Efficient fabrication of carbon nanotube point electron sources by dielectrophoresis. *Advanced Materials*, 16(14) :1219–1221, Juillet 2004.
- [82] S. K. Doorn, 3rd Fields, R. E., H. Hu, M. A. Hamon, R. C. Haddon, J. P. Selegue, and Majidi V. High resolution capillary electrophoresis of carbon nanotubes. *Journal of the American Chemical Society*, 124(12) :3169–3174, Mars 2002.
- [83] B. H. Fishbine. Carbon Nanotube Alignment and Manipulation Using Electrostatic Fields. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 4(1) :87–100, 1996.
- [84] T. B. Jones. *Electromechanics of Particles*. Cambridge University Press, 1995.
- [85] A. Ashkin. Acceleration and Trapping of Particles by Radiation Pressure. *Physical Review Letters*, 24(4) :156–159, Janvier 1970.
- [86] A. Ashkin. Atomic-Beam Deflection by Resonance-Radiation Pressure. *Physical Review Letters*, 25(19) :1321–1324, Novembre 1970.
- [87] P. C. Chaumet, A. Rahmani, and M. Nieto-Vesperinas. Selective nanomanipulation using optical forces. *Physical Review B*, 1966(19) :195405, Novembre 2002.
- [88] J. Plewa, E. Tanner, D. M. Mueth, and D. G. Grier. Processing Carbon Nanotubes with Holographic Optical Tweezers. *Optics Express*, 12(9) :1978–1981, Avril 2004.
- [89] R. Agarwal, K. Ladavac, Y. Roichman, G. Yu, C. M. Lieber, and D. G. Grier. Manipulation and assembly of nanowires with holographic optical traps. *Optics Express*, 13(22) :8906–8912, Octobre 2005.
- [90] D. M. Eigler and E. K. Schweizer. Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope. *Nature*, 344(6266) :524–526, Avril 1990.
- [91] L. Bartels, G. Meyer, and K.-H. Rieder. Basic steps of lateral manipulation of single atoms and diatomic clusters with a scanning tunneling microscope tip. *Physical Review Letters*, 79(4) :697–700, 1997.
- [92] G. Meyer, L. Bartels, S. Zöphel, and H.-H. Rieder. Lateral manipulation of adatoms and native substrate atoms with the low-temperature scanning tunneling microscope. *Applied Physics A*, 68(2) :125–129, Février 1999.
- [93] G. Meyer, J. Repp, S. Zöphel, K.-F. Braun, S. W. Hla, S. Fölsch, L. Bartels, F. Moresco, and K.-H. Rieder. Controlled manipulation of atoms and small molecules with a low temperature scanning tunneling microscope. *Single Molecules*, 1(1) :79–86, 2000.
- [94] T. Junno, K. Deppert, L. Montelius, and L. Samuelson. Controlled manipulation of nanoparticles with an atomic force microscope. *Applied Physics Letters*, 66(26) :3627–3629, Juin 1995.
- [95] D. M. Schaefer, R. Reifenberger, A. Patil, and R. P. Andres. Fabrication of two-dimensional arrays of nanometer-size clusters with the atomic force microscope. *Applied Physics Letters*, 66(8) :1012–1014, Février 1995.

- [96] L. Theil-Hansen, A. Kühle, A. H. Sørensen, J. Bohr, and P. E. Lindelof. A technique for positioning nanoparticles using an atomic force microscope. *Nanotechnology*, 9(4) :337–342, Décembre 1998.
- [97] G. Li, N. Xi, M. Yu, and W. Fung. 3-D nanomanipulation using scanning probe microscopy. In IEEE, editor, *International Conference on Robotics and Automation*, pages 3642–3647. IEEE, Septembre 2003.
- [98] Y. Hatamura and H. Morishita. Direct coupling system between nanometer world and human world. In *Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, pages 203–208, Février 1990.
- [99] T. Sato, T. Kameya, H. Miyazaki, and Y. Hatamura. Hand-eye system in nano manipulation world. In *International Conference on Robotics and Automation*, volume 1, pages 59–66, Mai 1995.
- [100] T. Kasaya, H. Miyazaki, S. Saito, and T. Sato. Micro object handling under sem by vision-based automatic control. In *International Conference on Robotics and Automation*, volume 3, pages 2189–2196, Mai 1999.
- [101] M. Weck, J. Huemmler, and B. Petersen. Assembly of hybrid microsystems in a large-chamber scanning electron microscope by use of mechanical grippers. In *Proc. SPIE Vol. 3223, p. 223-229, Micromachining and Microfabrication Process Technology III, Shih-Chia Chang ; Stella W. Pang ; Eds.*, volume 3223, pages 223–229, Septembre 1997.
- [102] O. Fuchiwaki and H. Aoyama. Micromanipulation by Miniature Robots in a SEM Vacuum Chamber. *Journal of Robotics and Mechatronics*, 14(3) :221–226, 2002.
- [103] F. Schmoeckel, S. Fahlbusch, J. Seyfried, A. Buerkle, and S. Fatikow. Development of a microrobot-based micromanipulation cell in a scanning electron microscope (SEM). In *SPIE's International Symposium on Intelligent Systems & Advanced Manufacturing*, pages 129–140, 2000.
- [104] H. Woern, J. Seyfried, St. Fahlbusch, A. Buerkle, and F. Schmoeckel. Flexible Microrobots for Micro Assembly Tasks. In *International Symposium on Micromechatronics and Human Science*, 2000.
- [105] M.-F. Yu, M. J. Dyer, G. D. Skidmore, H. W. Rohrs, X.K. Lu, K. D. Ausman, J. R. Von Ehr, and R. S. Ruoff. Three-dimensional manipulation of carbon nanotubes under a scanning electron microscope. *Nanotechnology*, 10(3) :244–252, Septembre 1999.
- [106] T. Fukuda, F. Arai, and L. Dong. Assembly of nanodevices with carbon nanotubes through nanorobotic manipulation. In *Proceedings of IEEE*, volume 91, pages 1803–1818, 2003.
- [107] M. Nakajima, F. Arai, L. Dong, M. Nagai, and T. Fukuda. Hybrid nanorobotic manipulation system inside scanning electron microscope and transmission electron microscope. In *Proceedings of the International Conference on Intelligent Robots and Systems 04*, pages 589–594, Sendai, Japon, Octobre 2004.
- [108] M. Nakajima, F. Arai, L. Dong, M. Nagai, and T. Fukuda. A hybrid nanorobotic manipulation system integrated with nanorobotic manipulators inside scanning and transmission electron microscopes. In *IEEE Conference on Nanotechnology*, pages 462–464, 2004.
- [109] R. M. Taylor, W. Robinett, V. L. Chi, F. P. Brooks Jr., W. V. Wright, R. S. Williams, and E. J. Snyder. The nanomanipulator : a virtual-reality interface for a scanning tunneling microscope. In *International Conference on Computer Graphics and Interactive Techniques*, pages 127–134. SIGGRAPH, 1993.

- [110] B. J. Nelson. Microassembly and its applications. In *Proc. of Symposium of Mechatronics and Microsystems*, page 59, TU Delft, 10–11 Avril 2003.
- [111] B. J. Nelson. Microassembly processes and microassembled devices : Which comes first ? In *Proc. of the International Symposium on Assembly and Task Planning 05*, Montreal, Canada, 19–21Juillet 2005.
- [112] F. London. The London - van der Waals attraction between spherical particles. *Physica*, 4(10) :1058–1072, 1937.
- [113] J. N. Israelachvili. The nature of van der Waals forces. *Contemporary Physics*, 15(2) :159–177, 1974.
- [114] J. N. Israelachvili. *Intermolecular & Surface Forces*. Harcourt Brace & Company, 2nd edition, 1991.
- [115] W. B. Russel, D. A. Saville, and W. R. Schowalter. *Colloidal dispersions*. Cambridge, 1989.
- [116] H. B. C Casimir and D. Polder. The influence of retardation of the london – van der waals forces. *Physical Review*, 73(4) :360–372, 1948.
- [117] E. Lifshitz. The theory of molecular attractive forces between solids. *Soviet Physics*, 2 :73–83, 1956.
- [118] A. W. Adamson and A. P. Gast. *Physical Chemistry of Surfaces*. Wiley-Interscience, 6th edition, 1997.
- [119] M. van den Tempel. Interaction forces between condensed bodies in contact. *Advances in Colloid and Interface Science*, 3(2) :137–159, 1972. cited by [118].
- [120] H. C. Hamaker. The london–van der waals attraction between spherical particles. *Physica*, 4(10) :1058–1072, Octobre 1937. .
- [121] L. H. Lee. *The Chemistry and Physics of Solid Adhesion, in Fundamentals of Adhesion*, pp 1-86. Edited by Lieng-Huang Lee, Plenum Press, 1991.
- [122] Y. Rollot. *Micro-manipulation par adhésion : modélisations dynamiques et expérimentations*. PhD thesis, Université Paris 6, Janvier 2000. .
- [123] A. McLachlan. Three-body dispersion forces. *Molecular Physics*, 6(4) :423–427, 1963.
- [124] L. A. Girifalco and R. A. Lad. Energy of Cohesion, Compressibility, and the Potential Energy Functions of the Graphite System. *Journal of Chemical Physics*, 25(4) :693–697, Octobre 1956.
- [125] L. X. Benedict, V. H. Crespi, N. G. Chopra, A. Zettl, M. L. Cohen, and S. G. Louie. Microscopic determination of the interlayer binding energy in graphite. *Chemical Physics Letters*, 286(5–6) :490–496, Avril 1998.
- [126] R. Zacharia. *Desorption of gases from graphitic and porous carbon surfaces*. PhD thesis, Université de Berlin, 2004.
- [127] L. A. Girifalco and M. Hodak. Van der waals binding energies in graphitic structures. *Physical Review B*, 65(12) :125404, 2002.

- [128] R. Setton. Carbon nanotubes – II. cohesion and formation energy of cylindrical nanotubes. *Carbon*, 34(1) :69–75, 1996.
- [129] T. Hertel, R. E. Walkup, and P. Avouris. Deformation of carbon nanotubes by surface van der waals forces. *Physical Review B*, 58(20) :13870–73, 1998.
- [130] R. Saito, R. Matsuo, T. Kimura, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus. Anomalous potential barrier in double-wall carbon nanotube. *Chemical Physics Letters*, 348(3–4) :187–193, Novembre 2001.
- [131] J. E. Lennard-Jones and B. M. Dent. Cohesion at a crystal surface. *Transactions of the Faraday Society*, 24 :92–108, 1928.
- [132] D. A. Hays. Electrostatic adhesion of non-uniformly charged dielectric sphere. *Int. Phys. Conf. ser. No. 118 : section 4*, pages 223–228, 1991.
- [133] D. A. Hays. *Role of Electrostatics in Adhesion, in Fundamentals of Adhesion*,. Plenum Press, 1991.
- [134] D. S. Rimai and Quesnel D. J. *Fundamentals of Particle Adhesion*. Polymer Surfaces and Interfaces Series, Global Press, 2001.
- [135] R. Bowling. A theoretical review of particle adhesion. In *Particules on surface 1 : Detection, Adhesion and Removal*, pages 129–142. Edited by K.L. Mittal, Plenum Press, 1986.
- [136] L. Lee. Dual mechanism for metal-polymer contact electrification. *Journal of Electrostatics*, 32 :1–29, 1994.
- [137] M. Sausse-Lhernould, A. Delchambre, S. Régnier, and P. Lambert. Electrostatic forces in micro-manipulations : review of analytical models and simulations including roughness. *Applied Surface Science*, 253(14) :6203–6210, Mai 2007.
- [138] M. Sausse-Lhernould, S. Régnier, and P. Lambert. Displacement of an object placed in an electric field. In *Actes de 7th International EUSPEN Conference Bremen Congress Centre, Germany*, 2007.
- [139] M. Sausse-Lhernould, S. Régnier, and P. Lambert. Electrostatic forces and micromanipulator design : on the importance of surface topography parameters. In *Actes de IEEE/ASME International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics. ETH Zürich, Suisse*, 2007.
- [140] P. Lambert and A. Delchambre. Parameters Ruling Capillary Forces at the Submillimetric Scale. *Langmuir*, 21(21) :9537–9543, 2005.
- [141] A. Marmur. Tip-surface capillary interactions. *Langmuir*, 9(7) :1922–1926, 1993.
- [142] A. de Lazzar, M. Dreyer, and H. J. Rath. Particle-Surface Capillary Forces. *Langmuir*, 15(13) :4551–4559, 1999.
- [143] Y. I. Rabinovich, M. S. Esayanur, and B. M. Moudgil. Capillary Forces between Two Spheres with a Fixed Volume Liquid Bridge : Theory and Experiment. *Langmuir*, 21(24) :10992–10997, 2005.
- [144] P. Lambert. *A Contribution to Microassembly : a Study of Capillary Forces as a gripping Principle*. PhD thesis, Université Libre de Bruxelles, Belgique, 2004.

- [145] D. Maugis. Adhesion of spheres : the J.K.R–D.M.T transition using a dugdale model. *Journal of Colloid and Interface Science*, 150(1) :243–269, 1992.
- [146] M. Barquins and E. R. Shanahan-Martin. Effect of surface cavities on static and dynamic adhesion to an elastomer. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 17(4) :313–317, Novembre 1997.
- [147] H. Hertz. Über die berührung fester elastischer körper. *J. Reine Angew. Math.*, 92 :156–171, 1882.
- [148] G. Hertz and H. Mende. Der schallstrahlungsdruck in flüssigkeiten. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 114(5–6) :354–367, 1939.
- [149] K. L. Johnson, K. Kendall, and A. D. Roberts. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc. R. Soc. Lond.*, A 324 :301–313, 1971.
- [150] T. Debski. Deliverable d5.4 : Specifications for micromanipulator. Octobre 2006.
- [151] P. Bøggild, K. Møhlhave, K. Nordstrøm Andersen, and T. Debski. Deliverable d5.1 : Investigation of tool morphologies. 2005.
- [152] K. Nordstrøm Andersen and P. Bøggild. Deliverable d5.4 : Demonstration of contact and non-contact tools. Juin 2007.
- [153] J. Cleveland, S. Manne, D. Bocek, and P. Hansma. A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 64(2) :403–405, Février 1993.
- [154] J. Ruan and B. Bhushan. Atomic-Scale Friction Measurements Using Friction Force Microscopy. part 2. Application to Magnetic Media. *ASME J. Tribol.*, 116 :378, 1994.
- [155] J. E. Sader, J. W. M. Chon, and P. Mulvaney. Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers. *Review of Scientific Instruments*, 70(10) :3967, Octobre 1999.
- [156] S. B. Aksu and J. A. Turner. Calibration of atomic force microscope cantilevers using piezolevers. *Review of Scientific Instruments*, 78(4) :043704, Avril 2007.
- [157] E. D. Langlois, G. A. Shaw, J. A. Kramar, J. R. Pratt, and D. C. Hurley. Spring constant calibration of atomic force microscopy cantilevers with a piezosensor transfer standard. *Review of Scientific Instruments*, 78(9) :093705, Septembre 2007.
- [158] B. Ohler. Cantilever spring constant calibration using laser Doppler vibrometry. *Review of Scientific Instruments*, 78 :063701, Juin 2007.
- [159] R. W. Carpick, D. F. Ogletree, and M. Salmeron. Lateral stiffness : A new nanomechanical measurement for the determination of shear strengths with friction force microscopy. *Applied Physics Letters*, 70(12Mzrs) :1548–1550, Mars 1997.
- [160] M. A. Lantz, S. J. O’shea, A. C. F. Hoole, and M. E. Welland. Lateral stiffness of the tip and tip-sample contact in frictional force microscopy. *Applied Physics Letters*, 70(8) :970–972, Février 1997.
- [161] R. G. Cain, S. Biggs, and N. W. Page. Force calibration in lateral force microscopy. *J. Colloid Interf. Sci.*, 227(1) :55–65, Juillet 2000.

- [162] R. J. Cannara, M. Eglin, and R. W. Carpick. Lateral force calibration in atomic force microscopy : A new lateral force calibration method and general guidelines for optimization. *Review of Scientific Instruments*, 77(5) :053701, Mai 2006.
- [163] E. Liu, B. Blanpain, and J. P. Celis. Calibration procedures for frictional measurements with a lateral force microscope. *Wear*, 192(1–2) :141–150, Septembre 1996.
- [164] S. Ecke, R. Raiteri, E. Bonaccorso, C. Reiner, H. J. Deiseroth, and H. J. Butt. Measuring normal and friction forces acting on individual fine particles. *Review of Scientific Instruments*, 72(11) :4164–4170, Novembre 2001.
- [165] D. F. Ogletree, R. W. Carpick, and M. Salmeron. Calibration of frictional forces in atomic force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 67(9) :3298–3306, Septembre 1996.
- [166] M. Varenberg, I. Etsion, and G. Halperin. An improved wedge calibration method for lateral force in atomic force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 74(7) :3362–3367, 2003.
- [167] C. P. Green, H. Lioe, J. P. Cleveland, R. Proksch, P. Mulvaney, and J. E. Sader. Normal and torsional spring constants of atomic force microscope cantilevers. *Review of Scientific Instruments*, 75(6) :1988–1996, Mars 2004.
- [168] W. Liu, K. Bonin, and M. Guthold. Easy and direct method for calibrating atomic force microscopy lateral force measurements. *Review of Scientific Instruments*, 78(6) :063707, Juin 2007.
- [169] R. G. Cain, M. G. Reitsma, S. Biggs, and N. W. Page. Quantitative comparison of three calibration techniques for the lateral force microscope. *Review of Scientific Instruments*, 72(8) :3304–3312, Août 2001.
- [170] S. M. Hues, C. F. Draper, K. P. Lee, and R. J. Colton. Effect of PZT and PMN actuator hysteresis and creep on nanoindentation measurements using force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 65(5) :1561–1565, Mai 1994.
- [171] T. E. Schäffer and P. K. Hansma. Characterization and optimization of the detection sensitivity of an atomic force microscope for small cantilevers. *Journal of Applied Physics*, 84(9) :4661–4666, Novembre 1998.
- [172] D. J. Gorman. Free vibration analysis of beams and shafts. *Materials and Structures*, 8(6) :483–484, Novembre 1975.
- [173] C. T. F. Ross. *Finite element programs for structural vibrations*. Springer-Verlag, 1991.
- [174] G. Y. Chen, T. Thundat, E. A. Wachter, and R. J. Warmack. Adsorption-induced surface stress and its effects on resonance frequency of microcantilevers. *Journal of Applied Physics*, 77(8) :3618–3622, Avril 1995.
- [175] B. Ilic, D. Czaplewski, M. Zalalutdinov, H. G. Craighead, P. Neuzil, C. Campagnolo, and C. Batt. Single cell detection with micromechanical oscillators. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 19, :2825, 2001.
- [176] D. Jin, X. Li, J. Liu, G. Zuo, Y. Wang, M. Liu, and H. Yu. High-mode resonant piezoresistive cantilever sensors for tens-femtogram resolvable mass sensing in air. *J. Micromech. Microeng.*, 16(5) :1017–1023, Mai 2006.
- [177] J. B. Jr. Harrington and K. Metzger. Ragweed pollen density. *American Journal of Botany*, 50(6) :532–539, Juillet 1963. BU Jussieu Biologie Recherche format papier.

- [178] V. Eichhorn, M. Jähnisch, and T. Sievers. Deliverable d1.1 : Software module for position and orientation estimation of nanotubes by processing sem images. Mars 2006.
- [179] S. Dohn, J. Kjelstrup-Hansen, D. N. Madsen, K. Mølhave, and P. Bøggild. Multi-walled carbon nanotubes integrated in microcantilevers for application of tensile strain. *Ultramicroscopy*, 105(1–4) :209–214, Juillet 2005.
- [180] R. Lin, P. Bøggild, and O. Hansen. Microcantilever equipped with nanowire template electrodes for multiprobe measurement on fragile nanostructures. *Journal of Applied Physics*, 96(5) :2895–2900, 2004.
- [181] H. Dai. Carbon nanotubes : opportunities and challenges. *Surface Science*, 500(1–3) :218–241, Mars 2002.
- [182] K. Carlson, K. N. Andersen, V. Eichhorn, D. H. Petersen, K. Molhave, I. Y. Y. Bu, K. B. K. Teo, W. I. Milne, S. Fatikow, and P. Boggild. A carbon nanofibre scanning probe assembled using an electrothermal microgripper. *Nanotechnology*, 18 :345501 (7pp), 2007.
- [183] A. W. Leissa. The historical bases of the rayleigh and ritz methods. *Journal of Sound and Vibration*, 287(4–5) :961–978, Novembre 2005.

Articles dans des Revues Internationnales

H. Xie, **J. Vitard**, M. Boukallel, S. Haliyo, and S. Régnier.
Calibration of lateral force measurements of atomic force microscopy with a piezoresistive force sensor.
Review of Scientific Instruments, 79, 033708 (6 pages) 2008.

H. Xie, **J. Vitard**, S. Haliyo, and S. Régnier.
Enhanced sensitivity of mass detection using the first torsional mode of microcantilevers
Measurement Science and Technology, 19, 055207 (7 pages) 2008.

Articles dans des Conférences Internationnales

J. Vitard, S. Régnier, and P. Lambert.
Capillary forces models for the interaction between a cylinder and a plane.
In *Acte sur CD-ROM de IWMMF'06 : International Workshop on Microfactories*, Besançon, France, Octobre 2006.

J. Vitard, S. Régnier, and P. Lambert.
Study of cylinder/plan capillary force near millimeter scale and experimental validation.
In *Actes de ISAM'07 : IEEE International Symposium on Assembly and Manufacturing*, Ann Arbor, Michigan, USA, Juillet 2007.

Rapports Projet NanoRAC

J. Vitard.
Nrc deliverable 4.1 : Analytical model of adhesion forces, including modified hamaker constants depending on environmental parameters and dynamics, 30 pages, Novembre 2005.

J. Vitard, S. D. Haliyo, and S. Régnier.
Nrc deliverable 4.2 : Real-time simulator for 3D interactions, 19 pages, Juin 2006.

J. Vitard, S. D. Haliyo, and S. Régnier.
Nrc deliverable 6.1 : Analytical model of gripping for realistic simulations, 22 pages, Septembre 2006.

D. Urma, A. Micaelli, P. Gravez, and **J. Vitard**.
Nrc deliverable 3.1 : Direct haptic teleoperation : theory, design and experimental evaluation results, 34 pages, Janvier 2007.

J. Vitard, D. Urma and Sinan D. Haliyo.
Nrc deliverable 6.2 : Manipulation Strategies, 24 pages, Mai 2007