



HAL
open science

Exploitation de nouveaux phénomènes dans les systèmes nanoélectromécaniques : réalisation d'un nanorésonateur accordable

Vincent Gouttenoire

► To cite this version:

Vincent Gouttenoire. Exploitation de nouveaux phénomènes dans les systèmes nanoélectromécaniques : réalisation d'un nanorésonateur accordable. Autre [cond-mat.other]. Université Claude Bernard - Lyon I, 2009. Français. NNT : 2009LYO10234 . tel-00552278v2

HAL Id: tel-00552278

<https://theses.hal.science/tel-00552278v2>

Submitted on 30 May 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ CLAUDE BERNARD LYON 1

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

THÈSE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR de l'Université de Lyon

Spécialité : **Physique des Matériaux**

préparée au **Laboratoire de Physique de la Matière Condensée et
Nanostructures**

dans le cadre de l' **École Doctorale Matériaux de Lyon**

présentée et soutenue publiquement

par

Vincent GOUTTENOIRE

le 26 Novembre 2009

Titre:

**Exploitation de nouveaux phénomènes dans les systèmes
nanoélectromécaniques :
Réalisation d'un nanorésonateur accordable.**

Directeur de thèse: **S. T. PURCELL**

Co-directeur de thèse: **G. BREMOND**

Jury

M. L. NICU,	Rapporteur
M. B. LEGRAND,	Rapporteur
M. A. SAN MIGUEL,	Président du jury
M. L. MONTES,	Examineur
M. M. F. GOFFMAN,	Examineur
M. A. ZIAEI,	Examineur
M. S. T. PURCELL,	Directeur de thèse
M. G. BREMOND,	Co-directeur de thèse

Remerciements

Ce travail a principalement été effectué au *Laboratoire de Physique de la Matière Condensée et Nanostructure* au sein de l'équipe *Physique des Nanostructures et Emission de Champ*. Ainsi, mes premiers remerciements s'adressent à messieurs **Alain Perez** et **Jean-Louis Barrat**, les deux directeurs successifs du laboratoire, qui m'ont accueilli pendant ces trois années.

Je remercie grandement **Steve Purcell**, mon directeur officiel de thèse et **Georges Bremond**, co-directeur de cette thèse pour avoir accepté de diriger mes recherches tout en me laissant jouir d'une grande autonomie. Ils m'ont également permis d'établir de nombreux contacts avec la communauté scientifique.

Mes sincères remerciements sont adressés à l'ensemble des membres du jury. Tout d'abord, je remercie **Alfonso San Miguel** pour avoir eu l'amabilité de bien vouloir présider le jury de ma thèse. Je remercie particulièrement messieurs **Liviu Nicu** et **Bernard Legrand** pour avoir accepté d'être les deux rapporteurs de ce manuscrit et pour leurs différents échanges qui m'ont permis d'améliorer la version finale de ce dernier. Leur véritable implication dans la relecture de ce manuscrit m'a procuré une réelle satisfaction après les nombreux mois passés à le rédiger. Merci à **Laurent Montes** pour les divers entretiens et échanges que nous avons pu avoir durant ces trois années de thèse, ils ont débouché sur de précieux conseils. Enfin, merci à **Marcelo Goffman** et **Afshin Ziaei** pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux et la qualité de leurs questions et remarques lors de la soutenance.

Je tiens évidemment à remercier les principales personnes qui ont contribué à la qualité des travaux répertoriés dans ce manuscrit. Tout d'abord, mon encadrant **Pascal Vincent** dont j'ai apprécié la disponibilité, les conseils avisés, la pédagogie et l'application dont il a fait preuve lors de la relecture de ce manuscrit. Je remercie **Sorin Perisanu** pour les nombreuses discussions scientifiques que nous avons partagées. Elles m'ont toujours permis

d'avancer plus rapidement dans mes travaux. De même pour **Anthony Ayari**, même si nos rapports furent parfois houleux. Merci à **Dominique Guillot** pour sa disponibilité et son expertise inestimable dans la conception des dispositifs expérimentaux.

Une partie de ce travail a été réalisée dans la salle blanche de l'INL et je remercie **Jean-Louis Leclercq**, **Radoslaw Mazurczyk** et **Pierre Cremillieu** pour leur formidable accueil, leur disponibilité et les conseils qu'ils m'ont procuré.

Merci à l'ensemble des membres du laboratoire indispensables : secrétaires, techniciens, ingénieurs, informaticiens, électroniciens, femmes de ménages . . . qui nous permettent de travailler dans de très bonnes conditions. Merci à **Ruben Mascart** pour nos discussions parfois un peu « geek » et à **Christelle Macheboeuf** pour sa gentillesse et son travail sérieux. Je remercie également les différents doctorants et stagiaires que j'ai pu cotoyer tout au long de ces trois années dans les différents laboratoires où j'ai été amené à travailler.

J'aimerais exprimer toute ma gratitude à **Jean-Michel Benoit**, **Catherine Journet** ainsi qu'à mes collègues de bureau **Mickaël Marchand**, **May Choueib**, **Thomas Barois** et **Nicholas Blanchard**. Leur agréable compagnie durant ces trois années de thèse fut un réconfort dans les moments de doutes et j'ai particulièrement apprécié tous les bons moments que nous avons pu passer ensemble au laboratoire mais aussi en dehors. Plus précisément, je remercie Jean-Michel pour son implication constante dans mes travaux, notamment lors des synthèses de nanotubes et les caractérisations AFM et Raman de mes échantillons. Un grand merci à Cathy pour la correction ultime des fautes d'orthographe mais surtout pour sa sympathie et son sourire. Merci à May, pour sa bonne humeur, pour les nombreux services que nous nous sommes rendus mutuellement et nos fameuses discussions sur la langue de Molière. Pour terminer cette rubrique émotion, je tiens tout particulièrement à remercier Mick, le plus émotif de l'équipe qui s'évanouit et s'écroule devant moi sans véritable raison . . . Nous avons pu partager non seulement notre intérêt pour la recherche mais aussi les nombreuses passions que nous avons en commun.

A présent, je souhaiterais remercier profondément l'ensemble de mes proches. Je dois beaucoup au soutien de **mes parents**, toujours présents et attentionnés, de **mon frère** avec qui je m'entends à merveille, mais aussi de **ma belle famille**.

Un véritable et inestimable merci du plus profond de mon coeur pour toi, **Claire**, ma chère et tendre pour toutes ces merveilleuses années passées ensemble. Tu m'accompagnes (et surtout me supportes) depuis le début de mes études dans l'enseignement supérieur et tu m'as encouragé et soutenu tout au long de cette longue route qui m'amène à écrire les dernières lignes de ce manuscrit. Tu as été jusqu'à relire et corriger ce manuscrit dont les pages étaient clairesemées de fautes d'orthographe. Tu as toujours montré un intérêt à l'évolution de mes recherches et lors de mes retours tardifs dans notre foyer, j'ai énormément apprécié les bons repas que tu me préparais et le réconfort que tu pouvais m'apporter dans les moments les plus difficiles. Le plus important pour moi, c'est que notre aventure commune continue encore très longtemps dans la bonne humeur qui nous caractérise.

Pour terminer, je tiens à exprimer un vif remerciement à l'ensemble de ma bande de potes, les deux **Julien, Laura, Philippe, Gregory, Pierrick, Laure, Nicolas, Nathalie, Charles, Jean-Philippe, Delphine, Luc, Julie, Quentin, Chloé, François, Thomas, Elodie** et tous les autres que j'aurais pu oublier involontairement. Les différentes soirées passées avec vous autour d'un verre, dans un restaurant, dans les gradins de Gerland, dans une salle de concert ou dans un festival de musique . . . ont été et seront toujours appréciées, un grand merci pour vous qui m'avez permis d'obtenir un équilibre important entre le labeur et les distractions.

Table des matières

Remerciements	iii
Introduction	1
1 Les systèmes électromécaniques	5
1.1 Introduction	7
1.2 Les nanorésonateurs	9
1.2.1 Les nanotubes de carbone	9
1.2.2 Les nanofils	10
1.3 Etat de l'art sur les NEMS	12
1.3.1 Propriétés mécaniques	13
1.3.2 Propriétés électriques	17
1.3.3 Les différents types d'excitations	18
1.3.4 Les différents types de détections	22
1.3.5 Applications des NEMS envisagées	28
1.4 Epilogue	33
2 Réalisation des échantillons	35
2.1 Objectifs	37
2.2 Synthèses et caractérisations des nanorésonateurs	38
2.2.1 Synthèse de nanotubes monofeuillets par CVD	38
2.2.2 Caractérisations des nanotubes monofeuillets	41
2.2.3 Synthèse de nanotubes multifeuillets par PECVD	43
2.2.4 Synthèse de nanotubes multifeuillets par arc électrique	45
2.2.5 Procédé de croissance des nanofils	46
2.3 Configuration encastrée-libre	47
2.3.1 Préparation de la pointe et de la colle	49
2.3.2 Collage à l'aide d'un microscope optique	49
2.3.3 Collage dans un MEB avec un nano-manipulateur	50
2.4 Configuration encastrée-encastrée	51
2.4.1 Lithographie électronique	52

2.4.2	Photolithographie	55
2.4.3	Dépôt aléatoire	59
2.4.4	Croissance directe sur substrat lithographié	62
2.4.5	Gravure du SiO ₂ et séchage supercritique au CO ₂	67
2.5	Conclusion	72
3	Nanomécanique et émission de champ	73
3.1	Introduction	75
3.2	Principe de l'émission de champ	76
3.2.1	Avant-propos	76
3.2.2	Modélisation de Fowler et Nordheim	77
3.2.3	Influence de l'effet de pointe et du champ électrique sur l'EC à base de nanorésonateurs	79
3.3	Systèmes Expérimentaux	81
3.3.1	Système sous Ultra Haut Vide	81
3.3.2	Adaptation d'un MEB et d'un TEM	87
3.4	Etudes de propriétés mécaniques	89
3.4.1	Modèle théorique : Influence des conditions aux limites	89
3.4.2	Validation du modèle par l'expérimentation	98
3.4.3	Mesure expérimentale du module de Young	101
3.4.4	Etude du facteur de qualité	107
3.5	Nanoradio par Emission de Champ	110
3.5.1	Contexte et principe	110
3.5.2	Modulation AM et FM	112
3.5.3	Démodulation	113
3.5.4	Expérimentation	118
3.5.5	Exploitation des résultats	123
3.5.6	Limitations et perspectives	126
3.6	Conclusion	128
4	Auto-oscillations	129
4.1	Introduction	131
4.2	Génération de signaux alternatifs	131
4.2.1	Historique	131
4.2.2	Générateurs AC usuels	132
4.2.3	Auto-oscillations dans les NEMS	133
4.3	Auto-oscillations entretenues par le faisceau du MEB	134
4.3.1	Présentation du phénomène	135
4.3.2	Elaboration d'un modèle et simulations	137
4.3.3	Expériences complémentaires	142

4.3.4	Enseignements et perspectives	144
4.4	Auto-oscillations en émission de champ	145
4.4.1	Préliminaires	145
4.4.2	Expérience dans le MEB	146
4.4.3	Modèle théorique et simulation	150
4.5	Conclusion	153
5	Nanorésonateurs accordables à base de nanotubes	155
5.1	Présentation	157
5.2	Testeurs sous pointes	158
5.3	Caractérisation électrique	160
5.3.1	Effet transistor	161
5.3.2	Destruction de feuillets de nanotubes	162
5.3.3	Influence d'un recuit sous atmosphère contrôlée	162
5.3.4	Disparition de l'hystérésis et comportement ambipolaire	163
5.4	Détection des résonances	165
5.4.1	Les techniques de détection électriques : mixing et modulation	166
5.4.2	Protocole expérimental et instrumentation	170
5.4.3	Mesure des résonances	172
5.5	Démodulation FM	182
5.5.1	Présentation	182
5.5.2	Mesures expérimentales	182
5.5.3	Modélisation du phénomène	186
5.6	Transfert de données	190
5.7	Conclusion	192
	Conclusion générale	195
	Annexes	
A	Nanoradio : Etude détaillé de la démodulation FM	199
A.1	Développement en série de Taylor de l'équation de Fowler Nordheim	199
A.2	Etude de l'expression de $X(t)$ pour un signal FM	201
A.3	Etude de l'expression de $\delta\beta$ pour un signal FM	201
A.4	Etude de l'expression de $\delta\beta^2$ pour un signal FM	202
A.5	Etude de l'expression de $\delta\beta\delta V$ pour un signal FM	204
A.6	Développement Jacobi-Anger de l'expression d'un signal FM	205
B	L'oscillateur harmonique	207
	Références bibliographiques	227

Introduction générale

De plus en plus d'applications industrielles utilisent des systèmes électromécaniques et plus particulièrement les microsystèmes électromécaniques (MEMS). L'association d'un ou plusieurs éléments mécaniques de taille micrométrique à de l'électronique a permis l'intégration de capteurs ultra-sensibles dans les circuits intégrés ou la réalisation d'actions mécaniques précises et reproductibles. Les MEMS ont été développés à partir des années 1970 en tant que dérivés de la micro-électronique et leur première commercialisation remonte aux années 1980 avec des capteurs de pression sur silicium. Les applications envisagées et réalisées par les chercheurs sont extrêmement variées allant de l'électronique aux biopuces en passant par l'optique. Les produits industriels les plus connus sont les injecteurs pour imprimantes à jet d'encre et les accéléromètres présents dans les coussins gonflables de sécurité pour l'automobile, qui permettent également la détection du mouvement des manettes de la console de jeux vidéo Wii de Nintendo. Les successeurs des MEMS sont déjà à l'étude et il s'agit naturellement des systèmes nano-électromécaniques (NEMS) puisque la réduction des dimensions procure de nombreux avantages (miniaturisation des composants, diminution de la consommation électrique, amélioration de la sensibilité ...).

En 2002, notre équipe a mis en valeur une méthode simple pour étudier les propriétés mécaniques des nanotubes de carbone et des nanofils en complément des études classiques d'émission de champ (EC) [Purcell *et al.* 2002b]. A partir de ce moment, nous avons poursuivi nos investigations dans le domaine de la nanomécanique en utilisant toujours l'EC. Puis, progressivement, cette activité est devenue un thème de recherche à part entière où l'émission de champ n'est plus une composante essentielle dans nos dispositifs même si une grande proximité est toujours entretenue.

Dans l'ensemble des études développées dans ce manuscrit, nous nous limiterons aux résonateurs sous formes de fils ou de tubes dans une géométrie de poutre suspendue. Dans le premier chapitre, nous présenterons une introduction sur les systèmes électromécaniques en commençant par détailler les principales caractéristiques des nanorésonateurs que

nous utiliserons, à savoir les nanotubes de carbone et les nanofils SiC. Ensuite, nous développerons les propriétés élémentaires des NEMS par l'intermédiaire d'une revue de l'état de l'art avec notamment l'explication de diverses applications envisagées à partir de ces systèmes électromécaniques de taille nanométrique.

Le deuxième chapitre sera consacré aux différentes méthodes employées afin de concevoir les échantillons nécessaires à nos études. Les nanorésonateurs sont suspendus selon deux configurations : la première consiste à coller le résonateur au bout d'une pointe afin qu'il se trouve en configuration encastré-libre, la deuxième nécessite plusieurs étapes technologiques en salle blanche dans le but d'encaster les deux extrémités du résonateur dans des électrodes.

Nos premiers résultats sur la nanomécanique seront exposés dans le troisième chapitre où nous relaterons deux études liées au phénomène d'émission de champ. La caractérisation des vibrations d'un nanofil SiC par microscopie sous EC sera comparée à la caractérisation visuelle réalisée dans un microscope électronique à balayage (MEB). Nous développerons également une étude complète du phénomène de démodulation de la nanoradio obtenu à partir de l'EC d'un nanotube de carbone. Une analyse théorique sera couplée à des expériences dans un microscope électronique en transmission (TEM).

Le quatrième chapitre sera quant à lui dédié à deux phénomènes portant sur les auto-oscillations d'un nanofil SiC en configuration encastré-libre. Dans ce cas, une source d'énergie constante est suffisante pour générer l'entrée spontanée du nanorésonateur en oscillation. La première expérimentation repose sur l'utilisation du faisceau d'électrons constant d'un MEB afin d'entretenir les vibrations. La deuxième nécessite l'usage de nanorésonateurs fortement résistifs et repose sur la création d'une chute de potentiel le long du résonateur lorsqu'un courant d'EC est établi. Cette chute de potentiel modifie la force électrostatique et permet l'entrée du nanorésonateur dans un cycle d'auto-oscillation.

Enfin, le dernier chapitre sera consacré aux nanotubes de carbone dans une géométrie transistor où nous développerons notamment les caractérisations électriques et mécaniques de nos composants. Nous montrerons que la réalisation de nanorésonateurs accordables permet d'ajuster et de contrôler la fréquence de résonance à partir d'une unique tension DC. Les différents techniques de mixing (terme anglais utilisé pour désigner le mélange de fréquences de signaux électriques périodiques) autorisant une détection électrique des résonances seront également répertoriées avant d'expliquer plus en détails le principe et les avantages de la nouvelle méthode de détection que nous avons mise au point. Elle

repose sur l'utilisation d'un signal modulé en fréquence et permet notamment de générer un signal électrique de détection nettement moins bruité que les autres techniques de mixing. De plus, cette technique nous a permis de démontrer pour la première fois la possibilité de transférer des données digitales à partir d'un NEMS.

Chapitre 1

Les systèmes électromécaniques

Sommaire

1.1	Introduction	7
1.2	Les nanorésonateurs	9
1.2.1	Les nanotubes de carbone	9
1.2.2	Les nanofils	10
1.3	Etat de l'art sur les NEMS	12
1.3.1	Propriétés mécaniques	13
1.3.2	Propriétés électriques	17
1.3.3	Les différents types d'excitations	18
1.3.4	Les différents types de détections	22
1.3.5	Applications des NEMS envisagées	28
1.4	Epilogue	33

1.1 Introduction

Un système électromécanique classique peut être décomposé en trois parties distinctes (Figure 1.1) [Roukes 2000]. En effet, un dispositif électromécanique peut être décrit comme un système où l'application de signaux électriques permet de mettre en mouvement un élément mécanique et la réponse mécanique de cet élément doit pouvoir être transformé en un signal électrique exploitable. L'élément mécanique peut être un résonateur, un interrupteur, une masse inertielle ... Les parties électriques d'entrée et de sortie peuvent être de la connectique simple ou des composants intégrés permettant par exemple, le traitement du signal de sortie afin qu'il soit directement mesurable. Certains MEMS/NEMS possèdent une faculté supplémentaire leur permettant de détecter une faible variation d'une grandeur physique. En effet, l'ajout d'une perturbation extérieure va modifier la réponse du système mécanique et à partir de cette nouvelle réponse, il est possible de caractériser cette perturbation. Il est possible de soumettre le même élément mécanique à plusieurs types de perturbations que nous développerons plus en détails dans la suite de ce manuscrit.

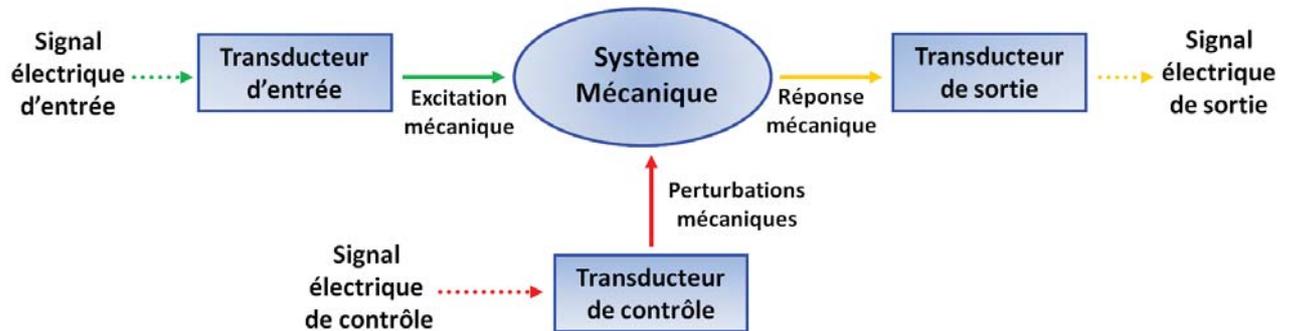


Figure 1.1 – Représentation schématique d'un système électromécanique [Roukes 2000]. Le signal électrique d'entrée permet d'exciter l'élément mécanique qui va fournir une réponse mécanique exploitable électriquement. Lorsque l'élément mécanique est soumis à une perturbation supplémentaire, sa réponse est modifiée et permet de caractériser la grandeur physique qui a engendré la perturbation.

La conception d'un NEMS peut s'envisager suivant différentes approches (Figure 1.2). La première démarche appelée « top-down » est intuitive puisqu'elle consiste à diminuer les dimensions des MEMS en profitant des améliorations des techniques de production comme la lithographie [Cleland et Roukes 1996]. La deuxième approche provient de la

physique mésoscopique et consiste à développer de nouveaux systèmes destinés à des études fondamentales spécifiques comme l'étude d'effets quantiques [Beil *et al.* 2007]. La dernière méthode dénommée « bottom-up » réside dans la construction du système NEMS à partir de nanorésonateurs déjà disponibles. Par exemple, le positionnement au bout d'une pointe d'un nanotube ou d'un nanofil correspond à ce type de technique [Vincent 2002]. Enfin, la réalisation d'un NEMS peut également nécessiter la combinaison de deux approches comme par exemple, la localisation sur un réseau d'électrodes de nombreux nanofils synthétisés indépendamment [Li *et al.* 2008].

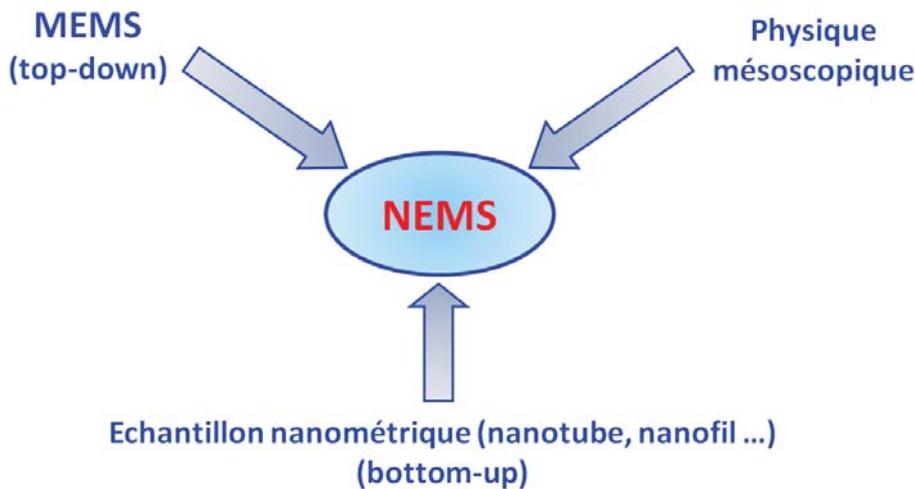


Figure 1.2 – Représentation schématique des différentes approches envisageables afin de concevoir un système nanoélectromécanique.

La fabrication de ces composants submicroniques permet de miniaturiser d'avantage les appareillages, diminuer la consommation d'électricité ainsi que le coût de fabrication unitaire lorsque la production atteint un niveau industriel. Mais ces composants de taille nanométrique permettent surtout d'augmenter les caractéristiques du système comme sa fréquence de travail ou sa sensibilité. Ainsi, il est possible d'atteindre une fréquence supérieure à 50 GHz [Rosenblatt *et al.* 2005] et même théoriquement jusqu'au THz [Li *et Chou* 2003] ou de mesurer des masses ultra-faibles [Lavrik *et Datskos* 2003] pouvant atteindre la résolution atomique [Jensen *et al.* 2008]. En contrepartie, les difficultés s'accroissent car des éléments de cette taille deviennent très difficiles à maîtriser (diminution du facteur de qualité, détection de signaux très faibles à haute fréquence, cross-talk ...) et leurs sensibilités accrues imposent un isolement parfait vis à vis des perturbations (température, ondes radiofréquences, environnement ...).

Parmi les divers types de nanorésonateurs existants (graphène, nanotube, nanofil, membrane, plaque . . .), nous avons choisi de nous consacrer essentiellement aux nanotubes de carbone et aux nanofils pour l'ensemble de nos études vibratoires. Ainsi nous allons présenter ces deux types de nanorésonateurs et plus particulièrement leurs propriétés électriques et mécaniques qui nous intéressent pour la réalisation de nos NEMS. Ensuite, nous développerons les différentes techniques d'excitations et de détections des oscillations utilisées pour les NEMS à base de nanotubes ou de nanofils puis nous terminerons par une présentation de diverses applications pouvant être réalisées par ce type de NEMS.

1.2 Les nanorésonateurs

1.2.1 Les nanotubes de carbone

Depuis la découverte des nanotubes multifeuillets par Iijima [1991] l'intérêt de la communauté scientifique pour ces nanomatériaux est motivé par leurs fascinantes propriétés. En effet, suivant leur structure (Figure 1.3), les nanotubes peuvent être métalliques, semi-conducteurs [Tans *et al.* 1998] ou semi-métalliques à faible bande interdite [Zhou *et al.* 2000]. Mécaniquement, ils sont d'une remarquable rigidité et présentent également une extraordinaire flexibilité sous des contraintes importantes leur permettant des pliages réversibles jusqu'à des angles très élevés.

Ces différentes propriétés ont déclenché un intérêt croissant de la communauté scientifique internationale pour les nanotubes. De nombreuses applications sont explorées dans des domaines variés comme la nanoélectronique (transistors à effet de champs, sources d'électrons pour les écrans plats), la nanoélectromécanique (nanobalance, nanoradio, oscillateur accordable), le stockage d'énergie (batteries au Lithium, stockage d'hydrogène), le renforcement mécanique de composites ou encore diverses applications comme les pointes ultra-fines pour la microscopie à sonde locale, des capteurs de pression . . .

Différentes techniques permettent de produire des nanotubes de carbone : arc électrique, ablation laser, vaporisation solaire, décomposition d'hydrocarbures, électrolyse . . . Chaque méthode possède ses avantages en fonction des caractéristiques nécessaires à l'expérimentateur pour mener à bien son projet à base de nanotubes. Suivant la technique de production, la qualité et les dimensions des nanotubes peuvent considérablement varier. De même, certaines méthodes ne peuvent être envisagées suivant le type d'applications

visées (nanotubes sur substrat ou volatiles) et le coût de ces différentes technologies diffère grandement.

Un nanotube monofeuillet peut être défini comme étant l'enroulement d'un feuillet de graphite, appelé graphène, et refermé sur lui-même. Il forme un cylindre creux, exclusivement constitué de carbone dont le diamètre est généralement compris entre 0.7 et 2 nm alors que sa longueur peut atteindre quelques millimètres. Un tel nanotube est appelé nanotube monofeuillet pour le différencier des nanotubes multifeuillets, constitués de plusieurs couches de graphène concentriques. Les nanotubes monofeuillets ont été découverts peu de temps après les nanotubes multifeuillets [Iijima et Ichihashi 1993]. Dans un nanotube, chaque atome de carbone possède trois voisins auxquels il est lié par des liaisons covalentes hybrides sp^2 . Comme la molécule de fullerène dont il dérive, le nanotube obéit à la règle d'Euler. Ainsi, le cylindre du tube est formé d'un très grand nombre d'hexagones mais chacune de ses extrémités est constituée uniquement d'une portion de sphère contenant 6 pentagones.

Il existe plusieurs types de nanotubes monofeuillets, définis par leur angle d'enroulement par rapport à la feuille de graphène. En effet, si on définit l'angle d'enroulement comme l'angle entre l'axe du nanotube et une direction qui s'appuie sur un côté d'un hexagone du feuillet de graphène, on obtient un angle θ , appelé hélicité, qui varie de 0 à 30°. Compte tenu de la symétrie du réseau hexagonal, cet angle permet de classer toutes les configurations possibles en trois catégories appelées « armchair », « zigzag » et « chirale » (Figure 1.3). Les nanotubes monofeuillets peuvent également se rassembler en fagots et s'organiser selon un arrangement « triangulaire ».

Un nanotube multifeuillet parfait peut être considéré comme un arrangement concentrique de plusieurs nanotubes monofeuillets (Figure 1.4). Le nanotube central détermine le diamètre interne du nanotube multifeuillet. Les nanotubes suivants s'arrangent autour du nanotube central et leur diamètre augmente progressivement. La distance entre deux nanotubes adjacents correspond à la distance inter-plans du graphite. Elle a été déterminée expérimentalement par diffraction et vaut 3.4 Å.

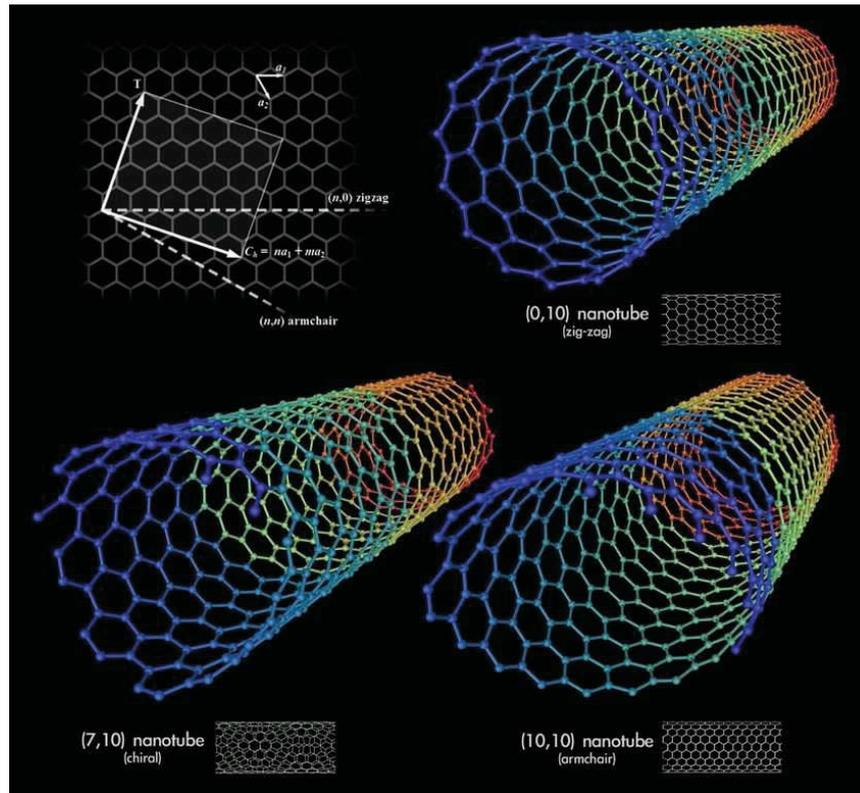


Figure 1.3 – Structure de type nid d'abeille du graphène. Soient \vec{a}_1 et \vec{a}_2 deux vecteurs directeurs du système cristallin. On définit m et n , deux entiers, tels que le vecteur de chiralité \vec{C}_h , axe selon lequel s'enroule le nanotube, soit $\vec{C}_h = n\vec{a}_1 + m\vec{a}_2$.

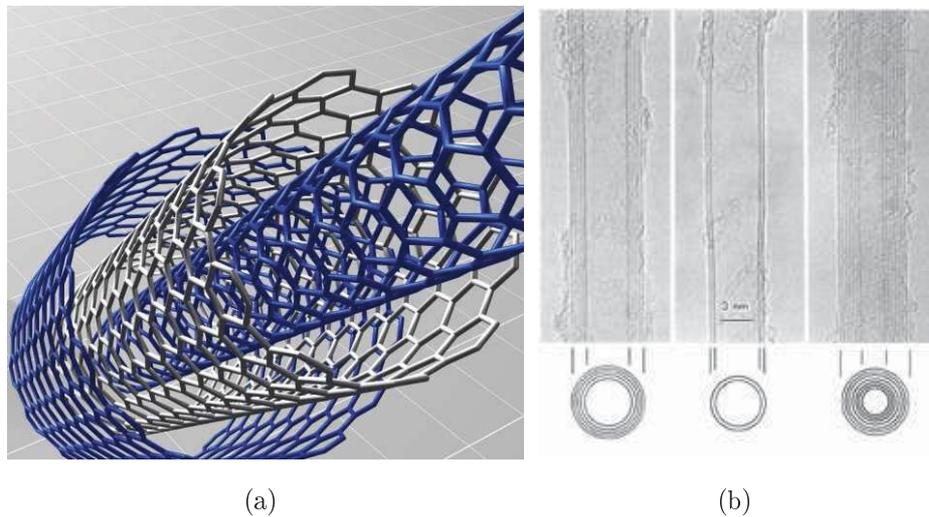


Figure 1.4 – (a) Schéma d'un nanotube multifeuillets comportant trois feuillets (b) Images haute résolution de nanotubes multifeuillets possédant respectivement cinq, deux puis sept feuillets [Iijima 1991].

1.2.2 Les nanofils

La découverte des nanotubes a permis l'essor de nombreuses structures de tailles nanométriques dont les nanofils. Ce sont des nanostructures quasi-unidimensionnelles qui possèdent des liaisons inter-atomiques en trois dimensions et ils sont donc pleins. Leur section peut être considérée comme circulaire en première approximation et habituellement, ils ont un diamètre de quelques dizaines de nanomètres (10 - 200 nm) avec une longueur qui peut atteindre plusieurs centaines de micromètres. A partir d'un nanofil, il est possible d'obtenir un nanocâble formé d'une nanofibre centrale dénommée « le cœur », recouverte d'une ou plusieurs couches successives (Figure 1.5). Celles-ci se distinguent du cœur par leur composition chimique et/ou leur structure cristallographique.

Les nanofils peuvent être synthétisés par voie chimique comme les nanotubes et ainsi être utilisés dans des NEMS conçus par une approche « bottom-up » mais ils peuvent également être fabriqués par des procédés de lithographie pour la réalisation de NEMS « top-down ». La diversité des nanofils pouvant être produits permet l'étude de nombreuses propriétés variées. En effet, les caractéristiques semiconductrices et d'émission de champs [Choueib *et al.* 2009], les propriétés mécaniques [Vincent *et al.* 2007, Ayari *et al.* 2007, Perisanu *et al.* 2007a;b; 2008] tout comme les propriétés optiques [Bechelany *et al.* 2007] et le renforcement des matériaux sont de nombreux domaines étudiés afin de trouver des applications.

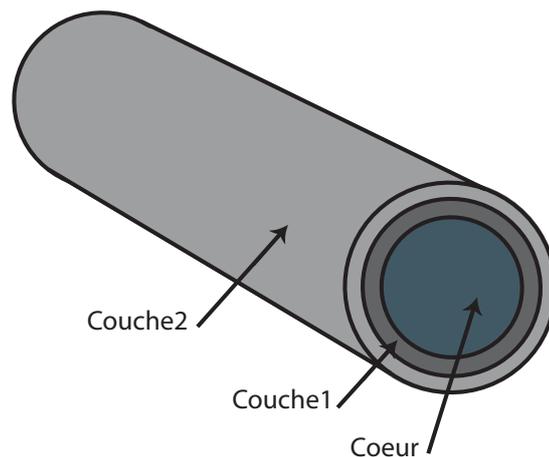


Figure 1.5 – Représentation schématique d'un nanofil constitué du « cœur » et de deux couches superposées. Nomenclature : Cœur@Couche1@Couche2.

1.3 Etat de l'art sur les NEMS

Il existe deux principales configurations pour les NEMS, définies en fonction du positionnement du nanorésonateur lors de sa mise en suspension. Dans la configuration que nous nommerons « encastrée-libre », le résonateur est maintenu uniquement par l'une de ses extrémités tandis que l'autre est complètement libre. La deuxième configuration que nous désignerons par l'appellation « encastrée-encastrée », repose sur un maintien des deux extrémités du résonateur.

Dans cette partie, nous présentons un ensemble de précédents travaux sur les NEMS à travers l'explication des principales propriétés mécaniques et électriques des nanorésonateurs que nous venons d'exposer. Nous poursuivrons par une présentation des différents types d'excitations permettant de générer la résonance du nanorésonateur ainsi que des principales méthodes de détections de cette résonance. Enfin, nous concluons cet état de l'art en développant certaines applications envisagées à partir de NEMS à base de nanotubes ou de nanofils. Pour la rédaction de cette revue, nous nous sommes en partie inspirés des articles de Roukes [2000] et Ekinici et Roukes [2005] ainsi que de la thèse de Sazonova [2006].

1.3.1 Propriétés mécaniques

Les deux paramètres les plus importants pour caractériser les propriétés mécaniques d'un matériau sont sa résistance à la traction ou tension de rupture R_m et son module de Young Y . Ce dernier est un élément essentiel dans le choix des nanorésonateurs pour une utilisation dans des NEMS car il définit sa rigidité. D'un point de vue classique, le module de Young lie la contrainte exercée σ à l'élongation relative ε par la loi de Hooke :

$$\sigma = Y\varepsilon \quad (1.1)$$

alors que la résistance à la traction définit la contrainte maximale qu'un matériau peut endurer avant rupture.

Les propriétés mécaniques des nanotubes de carbone ont été parmi les premières étudiées tant d'un point de vue théorique qu'expérimental. Les calculs théoriques réalisés concordent plus ou moins avec une valeur de Y de 1 TPa pour un nanotube parfait en considérant « l'épaisseur » d'un feuillet égale à 3.4 Å [Lu 1997] (c'est à dire proche du module de Young du plan de graphène). Les valeurs supérieures trouvées, par exemple 5 TPa, semblent être liées à un choix différent dans l'épaisseur du feuillet graphitique [Yakobson *et al.* 1996, Lu 1997]. Les valeurs théoriques de R_m pour les nanotubes de carbones sont estimées entre 10 GPa et 40 GPa [Yakobson 1997].

Compte tenu des faibles dimensions de ces nanorésonateurs, les mesures expérimentales de ces paramètres sont difficiles. Toutefois, à partir d'un microscope électronique ou d'un microscope à force atomique (AFM), il est possible de réaliser des mesures fiables. Ainsi, les premières expériences portant sur l'étude des propriétés mécaniques de nanotubes concernent principalement les nanotubes multifeuillets et les fagots de nanotubes. [Treacy *et al.* \[1996\]](#) ont utilisé un TEM afin d'imager les vibrations thermiques d'un nanotube multifeuillets à haute température. A partir de la forme de la résonance, ils ont pu extraire le module de Young de leurs échantillons et ont trouvé des valeurs comprises entre 0.4 et 4.15 TPa. Toujours dans un TEM et avec la même méthode, [Krishnan *et al.* \[1998\]](#) ont estimé le module de Young de leurs nanotubes multifeuillets à 1.4 TPa. Puis une étape supplémentaire a été franchie lorsque [Babić *et al.* \[2003\]](#) ont utilisé cette méthode à température ambiante et dans un MEB pour déterminer le module de Young de nanotubes monofeuillets avec des valeurs comprises entre 18 GPa et 2.5 TPa.

[Poncharal *et al.* \[1999\]](#) ont développé une technique alternative. Elle nécessite également l'utilisation d'un microscope électronique et consiste à exciter électrostatiquement les nanotubes à leur fréquence de résonance f_0 pour extraire la valeur du module de Young à partir de la relation suivante :

$$f_0 = \frac{\beta_n^2}{8\pi L^2} \sqrt{D^2 - D_i^2} \sqrt{\frac{Y}{\rho}} \quad (1.2)$$

où L est la longueur du nanotube, D et D_i sont respectivement les diamètres externe et interne du nanotubes, ρ est la masse volumique du nanotube et β_n est une constante qui dépend de l'harmonique excitée. Cette équation provient de la physique macroscopique mais reste toujours valable pour des nanorésonateurs. Dans la littérature, le diamètre interne des nanotubes est souvent négligé et l'approximation sur un diamètre externe homogène sur toute la longueur du nanotube est constamment utilisée. [Poncharal *et al.* \[1999\]](#) ont utilisé cette méthode dans un TEM avec des nanotubes multifeuillets synthétisés par la technique de l'arc électrique dont les fréquences de résonance étaient de l'ordre du MHz et des facteurs de qualités d'environ 500. Ils ont démontré que pour leurs nanotubes, le module de Young diminuait fortement (de 1 à 0.1 TPa) lorsque le diamètre augmente (de 8 à 40 nm) (Figure 1.6). Cette expérience a également été réalisée dans les mêmes conditions par [Gao *et al.* \[2000\]](#) afin d'étudier l'effet des défauts dans les nanotubes sur la valeur du module de Young. Pour ces nanotubes synthétisés par pyrolyse et comportant de nombreux défauts structuraux, ils ont mesuré des valeurs de Y très faibles (de 2 à 30 GPa).

Une autre approche pour évaluer le module de Young d'un nanorésonateur consiste à utiliser la pointe d'un AFM pour courber directement ce dernier et mesurer son élasticité. Ainsi, [Wong et al. \[1997\]](#) rapportent une valeur moyenne de Y de 1.28 TPa pour des nanotubes multifeuillets en configuration encastree-libre. La même méthode fut utilisée plus tard sur des fagots de nanotubes ou des nanotubes monofeuillets doublement encastres [[Salvetat et al. 1999](#), [Walters et al. 1999](#), [Kim et al. 2002](#), [Minot et al. 2003](#)] (Figure 1.7(a)). Tous s'accordent autour d'une valeur moyenne de 1 TPa pour le module de Young des nanotubes monofeuillets.

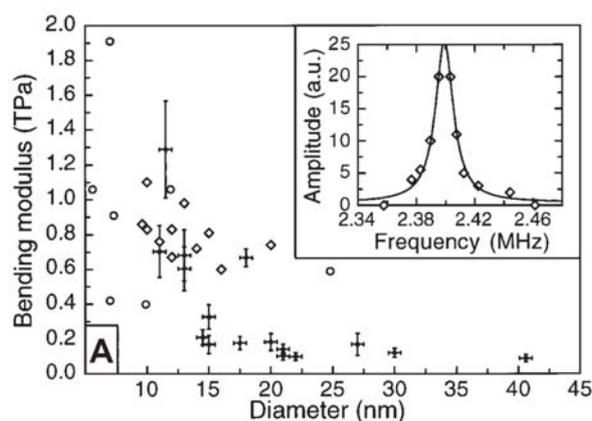


Figure 1.6 – Estimation du module de Young en fonction du diamètre de nanotubes multifeuillets à partir de la fréquence de résonance [[Poncharal et al. 1999](#)].

[Walters et al. \[1999\]](#) ont également pu estimer la résistance à la traction de fagots de nanotubes $R_m = 45 \pm 7$ GPa. De leur côté, [Yu et al. \[2000\]](#) ont utilisé un AFM dans un MEB de façon à pouvoir attacher un fagot de nanotubes à la fois sur un substrat et sur la pointe AFM et permettre ainsi la mesure des propriétés mécaniques de leurs échantillons. Sur les quinze échantillons testés, ils rapportent une valeur de Y comprise entre 320 et 1470 GPa ($Y(\text{moyen})=1$ TPa) et une valeur de R_m comprise entre 13 et 52 GPa ($R_m(\text{moyen})=30$ GPa).

Plus récemment, [Wu et al. \[2008\]](#) ont combiné une détection optique associée à une excitation magnétique afin de mesurer le module de young de nanotubes en fonction de leur chiralité. Quelque soit l'hélicité du nanotube ($20^\circ < \theta < 25^\circ$), les auteurs ont montré une homogénéité des résultats conforme à la valeur admise de 1 TPa.

Enfin, [Williams et al. \[2003\]](#) ont mesuré le module de cisaillement de nanotubes multifeuillets. Ils ont fabriqué et suspendu un petit bloc métallique au milieu du nanotube afin de pouvoir ajouter une force de torsion par l'intermédiaire d'une pointe AFM (Figure

1.7(b)). Ainsi, ils ont pu mesurer la constante de torsion C_t du nanotube et déduire le module de cisaillement G_c à partir de la relation suivante :

$$C_t = \pi(r_{out}^4 - r_{in}^4) \frac{G_c}{2L} \quad (1.3)$$

où r_{out} et r_{in} sont respectivement les rayons externes et internes du nanotube et L la longueur correspondant à la portion suspendue du nanotube. En négligeant r_{in} , les auteurs rapportent une valeur de G_c d'environ 600 GPa en accord avec les calculs théoriques [Lu 1997].

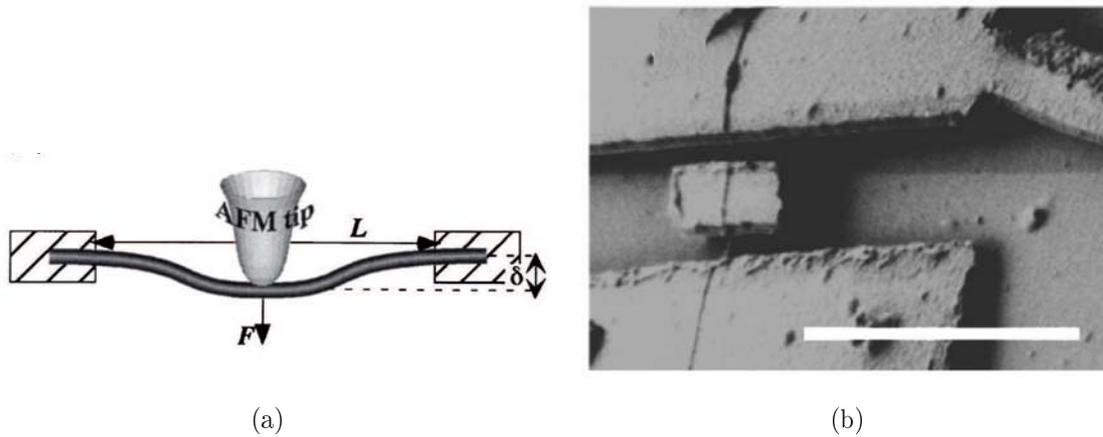


Figure 1.7 – (a) Schéma d'un nanotube suspendu, courbé par une pointe AFM [Salvetat et al. 1999]. (b) Image MEB d'un nanotube multifeuillets suspendu avec un bloc métallique permettant d'appliquer une force de torsion sur le nanotube par l'intermédiaire d'une pointe AFM. Il est ainsi possible de déduire le module de cisaillement du nanotube [Williams et al. 2003].

Pour exemple, le tableau 1.1 rassemble les résultats que nous avons obtenus concernant la mesure du module de Young de deux nanocâbles SiC@C utilisés dans nos applications. Une étude complète sur des nanofils SiC sera développée dans le chapitre 3. La méthode de mesure est semblable à celle de Poncharal et al. [1999] hormis le fait qu'elle est réalisée dans un MEB. Le module de Young est calculé à partir de l'équation (1.2) :

- en faisant l'hypothèse que le diamètre externe du nanofil est homogène sur toute sa longueur, ce qui n'est pas forcément le cas ;
- en assimilant la nanostructure SiC@C à une nanofibre SiC de même diamètre, c'est à dire en négligeant la contribution de la couche de carbone en surface sur la valeur de la masse volumique du nanofil.

Les différences relativement importantes entre les deux valeurs de Y obtenues sont essentiellement dues aux variations de la densité de défauts structuraux et du degré de

Diamètre (nm)	Longueur (μm)	Module de Young (GPa)
270	250	530
176	30	207

Tableau 1.1 – Valeurs du module de Young de nanofils SiC@C déduites à partir de leur fréquence de résonance mesurée par l’observation des vibrations dans un MEB.

graphitisation du revêtement de carbone surfacique. En effet, dans les différents nanofils que nous exploitons, ces deux paramètres ne sont pas homogènes et sont susceptibles de faire varier fortement la valeur du module de Young. Wong *et al.* [1997] ont estimé par AFM le module de young de nanofibres SiC et rapportent une valeur de 610 GPa pour un diamètre de 23 nm et une valeur de 660 GPa pour un diamètre de 21.5 nm. Ces résultats sont du même ordre de grandeur que les prédictions théoriques donnant un module de Young de 600 GPa pour un monocristal SiC orienté selon la direction [111] [Lambrecht *et al.* 1991].

1.3.2 Propriétés électriques

Les nanotubes de carbones possèdent de remarquables propriétés électriques héritées de la structure de bandes du graphène. Ainsi, suivant leur chiralité, les nanotubes peuvent être métalliques, semi-conducteurs [Tans *et al.* 1998] ou semi-métalliques à faible bande interdite [Zhou *et al.* 2000]. La structure cylindrique d’un nanotube monofeuillet impose le transport d’électrons uniquement le long de l’axe du tube et définit ce type de nanotubes comme des conducteurs à une dimension. La conductance G d’un canal à une dimension est donnée par le modèle de Landauer-Büttiker [Landauer 1970, Büttiker 1985, Datta 1997],

$$G = \left(\frac{e^2}{h}\right) \sum_i T_i \quad (1.4)$$

avec T_i décrivant la probabilité de transmission à travers le i -ème canal, et e^2/h la conductance quantique. Dans un nanotube, il existe quatre canaux à une dimension dégénérés : deux dépendant de la dégénérescence de spin et deux autres provenant de la structure de bande du graphène. Ainsi la conductance théorique à faible polarisation d’un nanotube avec une transmission parfaite est :

$$G = 4 \left(\frac{e^2}{h}\right) \quad (1.5)$$

La première équipe à rapporter une mesure de cette conductance quantique a utilisé un nanotube multifeuillets plongé dans un bain de mercure liquide [Frank *et al.* 1998,

[Poncharal *et al.* 2001]. Cela leur a permis de réaliser une étude de la conductance en fonction de la longueur du nanotube et prouver ainsi, la présence d'un transport balistique (Figure 1.8). Ensuite, ce type de mesure fut réalisé avec des nanotubes monofeuillets métalliques d'une longueur de 200 nm [Kong *et al.* 2001, Liang *et al.* 2001] et des nanotubes semiconducteurs dans l'état « passant » [Javey *et al.* 2003, Yaish *et al.* 2004]. Pour des nanotubes de plus grandes longueurs, la principale origine de la résistivité, à faible polarisation, est attribuée à la diffusion de phonons acoustiques [Kane *et al.* 1998].

Les nanotubes semiconducteurs dont le diamètre D est compris entre 0.7 et 2 nm ont une bande interdite E_G , séparant les bandes de valence et de conduction, inversement proportionnelle à D [Wildöer *et al.* 1998, Odom *et al.* 1998, Dresselhaus et Avouris 2001].

$$E_G[eV] = \frac{0.7 \text{ eV.nm}}{D[nm]} \quad (1.6)$$

La valeur de cette bande interdite peut être très faible dans certains nanotubes semiconducteurs ($E_g \leq 100 \text{ meV}$) à cause de déformations locales de leur structure comme la courbure, la torsion, l'entortillement ou tout autre type de perturbations provoquant un effort dans le nanotube [Heyd *et al.* 1997, Yang *et al.* 1999, Zhou *et al.* 2000].

Avec un champ électrostatique, il est possible de déplacer le niveau de Fermi d'un nanotube semiconducteur dans la bande de valence, dans la bande interdite ou dans la bande de conduction. Ainsi, la conductance de ces nanotubes peut-être maîtrisée et modifiée par une simple tension continue appliquée sur une électrode placée à proximité du nanotube [Tans *et al.* 1998, Martel *et al.* 1998]. À partir de ces nanotubes semiconducteurs, il est possible de réaliser des transistors à effet de champs (FET) qui peuvent être intégrés dans des circuits classiques ou des capteurs.

La figure 1.9 représente un exemple de FET à base de nanotubes où les trois régimes de conduction possibles sont illustrés [Minot 2004]. Dans cet exemple, lorsque la tension de grille V_g est inférieure ou égale à 0 V, le niveau de Fermi E_F est situé dans la bande de valence et le transport est réalisé par les trous (FET de type p à l'état passant). Pour V_g compris entre 0 et 4 V, E_F est placé dans la bande interdite et aucun transport n'est possible (FET à l'état bloqué). Enfin, le transport peut également être effectué par les électrons lorsque V_g est supérieur à 4 V et que le niveau de Fermi se situe dans la bande de conduction (FET de type n à l'état passant).

Le type de conduction présent dans les zones de contacts est directement relié à la nature du métal utilisé pour la fabrication des électrodes puisqu'il dépend de la différence entre les travaux de sorties du nanotube et du métal [Léonard et Tersoff 2000]. Ainsi, la tension appliquée sur la grille modifie principalement le niveau de Fermi au centre

du nanotube. Le régime de conduction d'un nanotube peut également être affecté par des adsorbats ou la présence d'une fine couche d'eau et cela peut expliquer le régime de conduction de type p pour une tension de grille nulle et lorsque les mesures sont effectuées à l'air [Martel *et al.* 2001].

1.3.3 Les différents types d'excitations

Un des points essentiels lors de l'étude de systèmes résonants est le phénomène physique qui permet d'induire les forces permettant d'exciter la résonance du NEMS. Le choix du type d'excitation dépend généralement de la géométrie du NEMS et ne doit pas détruire l'échantillon. Dans la suite, nous décrirons les principales méthodes utilisées pour exciter les NEMS à base d'un nanotube ou d'un nanofil.

Électrostatique

L'instauration des oscillations par une force électrostatique est effectuée en appliquant une tension alternative V_{AC} sur une électrode placée à proximité de l'élément résonant conducteur [Carr et Craighead 1997]. L'expression de cette force $F_{Electrostatique}$ est obtenue en dérivant l'équation (1.7) qui exprime l'énergie électrostatique $E_{Electrostatique}$ de la capacité C définie entre l'électrode et le nanorésonateur.

$$E_{Electrostatique} = \frac{1}{2}CV_{AC}^2 \quad (1.7)$$

$$\vec{F}_{Electrostatique} = -\overrightarrow{grad}E_{Electrostatique} = \frac{V_{AC}^2}{2}\overrightarrow{grad}C \quad (1.8)$$

Piézoélectrique

L'effet piézoélectrique est la propriété que possèdent certains corps à se polariser électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique et réciproquement, de se déformer lorsqu'un champ électrique leur est appliqué. Ces deux effets sont indissociables : le premier est appelé « effet piézoélectrique direct » et le second « effet piézoélectrique inverse ».

Ce phénomène peut être utilisé pour exciter un NEMS en le plaçant sur un substrat piézoélectrique qui va induire directement les vibrations à l'élément résonant. Li et Evoy [2005] ont réalisé ce type d'excitation avec un substrat piézoélectrique macroscopique. Bien que cette méthode soit assez simple, quelques limitations sont apparues à cause de l'actionneur piézoélectrique. La réponse en fréquence de l'élément piezo est non-uniforme et s'atténue rapidement avec l'augmentation en fréquence. De plus, la tension nécessaire

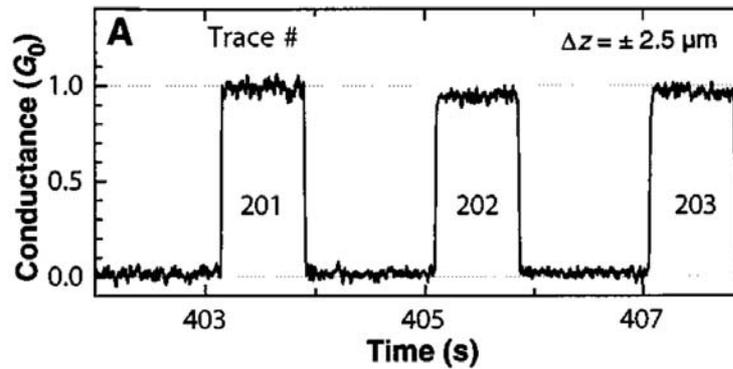


Figure 1.8 – Mesure de la conductance d'un nanotube avec un transport balistique [Frank et al. 1998]. $G_0 = 2\frac{e^2}{h}$ correspond à la conductance quantique en prenant en compte les deux canaux à une dimension provenant de la dégénérescence de spin.

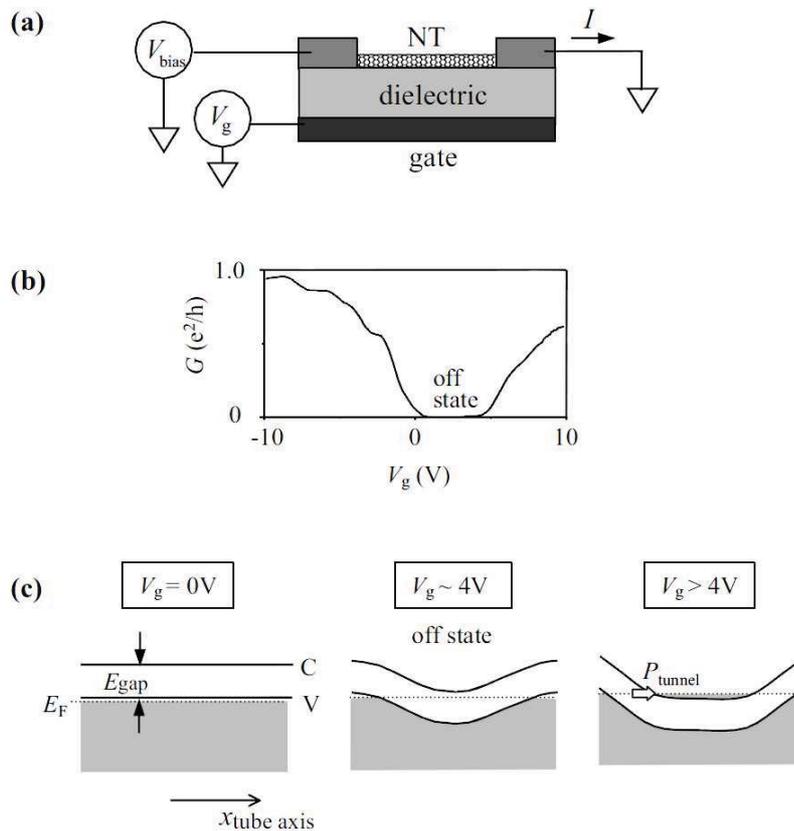


Figure 1.9 – (a) Schéma d'un transistor à effet de champ réalisé à partir d'un nanotube de carbone (b) Conductance G à travers le FET en fonction de la tension de grille appliquée (c) Diagramme d'énergie du nanotube lors des trois différents régimes de conduction [Minot 2004]

pour obtenir une déformation du matériau est de l'ordre du volt et rend la détection des vibrations difficile compte tenu des fuites de courant capacitives qui peuvent interférer avec le signal de détection.

Afin d'utiliser efficacement ce type d'excitation, la conception du NEMS doit intégrer de façon optimale le positionnement et l'épaisseur d'un matériau piézoélectrique de bonne qualité à proximité ou même directement sur le nanorésonateur. Ce type d'optimisation est déjà largement effectué sur des MEMS à base de membranes [Nicu *et al.* 2005] ou de poutre en nitrure de gallium [Faucher *et al.* 2009] par exemple. La réduction des dimensions procure un challenge intéressant car les déformations du matériau sont plus faibles et engendre une variation de charge réduite.

Electromagnétique

Une excitation magnétique du résonateur nécessite la création d'une force de Lorentz. Par conséquent, une structure mécanique conductrice, typiquement une poutre encastrée à ces deux extrémités, est placée dans une bobine magnétique pour établir ce type d'excitation [Cleland et Roukes 1996]. Le champ magnétique statique B doit être perpendiculaire au plan où les vibrations sont instaurées (Figure 1.10). L'établissement d'un courant alternatif I_{AC} dans une poutre encastrée de longueur L induit la force de Lorentz $F_{Lorentz}$ qui excite la résonance. Sous forme différentielle, la relation entre cette force et le champ magnétique s'exprime par :

$$d\vec{F}_{Lorentz} = I_{AC}d\vec{L} \wedge \vec{B} \quad (1.9)$$

avec $d\vec{L}$ une portion infinitésimale de la poutre sur laquelle la force $d\vec{F}_{Lorentz}$ s'applique.

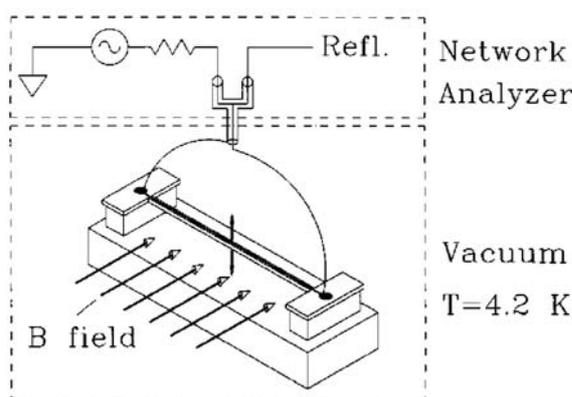


Figure 1.10 – Schéma d'illustration du dispositif expérimental permettant une excitation et une détection magnétique [Cleland et Roukes 1996].

Opto-thermique

Ilic *et al.* [2005] ont réalisé une excitation optique pour un NEMS. Dans ce type de dispositif expérimental, un laser est modulé avec un signal alternatif et focalisé à proximité de la structure résonante (Figure 1.11). La puissance du faisceau du laser pulsé est convertie en chaleur et produit un champ de contraintes oscillatoires dans le matériau provoquant ainsi, les vibrations de la structure. Le principal avantage d'une excitation opto-thermique réside dans le fait qu'aucun contact électrique avec le nanorésonateur n'est nécessaire. Néanmoins, l'efficacité de cette méthode dépend essentiellement de la conductivité thermique du matériau ainsi que de la distance entre le spot du laser et la structure résonante. Cette technique n'est donc pas applicable à tous types de NEMS et son intégration dans un composant est difficilement envisageable à partir des technologies actuelles.

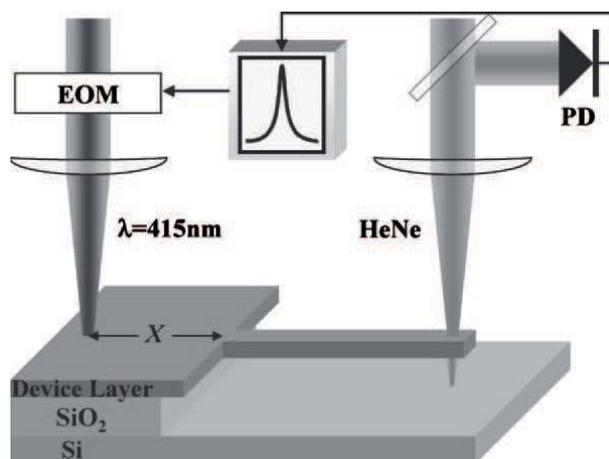


Figure 1.11 – Schéma d'illustration du dispositif expérimental permettant une excitation opto-thermique [Ilic *et al.* 2005]

1.3.4 Les différents types de détections

Après avoir réussi à exciter l'élément résonant du NEMS, il est indispensable de détecter la réponse afin d'exploiter les différents paramètres du système. Compte tenu de l'extrême sensibilité des oscillations, une attention particulière doit être apportée à cette détection. Il faut notamment prendre en compte :

- les fuites de courant ;
- les différents types de bruit ;

- l'effet de « crosstalk » qui correspond à un brouillage du signal de sortie par le signal d'excitation ;
- ou encore le régime non-linéaire provoqué par une excitation trop puissante.

De la même façon que pour l'excitation, le choix du type de détection dépend généralement de la géométrie du NEMS et ne doit pas être destructif. Dans la suite, nous décrivons les principales méthodes de détections utilisées pour les NEMS à base d'un nanotube ou d'un nanofil.

Visualisation directe du nanorésonateur

La méthode la plus simple pour détecter des vibrations est la visualisation directe de ces dernières sur un écran. En effet, lorsque le NEMS est placé dans un MEB ou dans un TEM, la visualisation des oscillations du nanorésonateur est relativement facile (Figure 1.12). Les microscopes peuvent être adaptés et améliorés et cette technique présente alors des avantages tels que :

- la mesure précise des caractéristiques du nanorésonateur (longueur, diamètre) et la détection d'éventuels défauts structuraux ;
- la détermination instantanée du mode de vibration [Poncharal *et al.* 1999] ;
- la possibilité d'ajouter un nano-manipulateur et ainsi, faire varier les paramètres géométriques du NEMS (forme et distance des contre-électrodes [Perisanu *et al.* 2008]) ;
- l'évaporation de matière pour la mesure de masse ultra-faible [Jensen *et al.* 2008], application que nous développerons plus en détails à la fin de ce chapitre.

Cependant, il est difficile d'extraire des informations quantitatives sur les vibrations du résonateur avec ce type de méthode. En effet, les fréquences de résonance des NEMS sont comprises entre quelques dizaines de kHz et plusieurs GHz et le détecteur est seulement capable de fournir des images qui correspondent à une moyenne des positions successives du nanorésonateur. C'est pour cette raison que nous observons l'enveloppe de l'oscillation sur les images obtenues à partir de ces microscopes. De plus, la nécessité d'avoir des amplitudes d'oscillations relativement élevées pour pouvoir les observer peut impliquer un comportement non-linéaire à ne pas négliger lors des expériences. Autre élément important, l'irradiation des nanotubes de carbone par un faisceau d'électrons peut entraîner leur détérioration [Mølhave *et al.* 2007] et suivant la pression à l'intérieur de la chambre sous vide, une contamination du nanorésonateur peut s'effectuer.

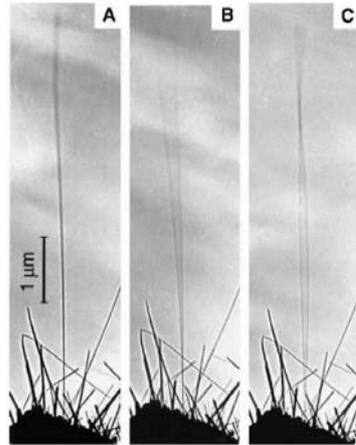


Figure 1.12 – *Détection des vibrations par visualisation directe dans un TEM, nanotube (A) au repos (B) oscillant suivant le mode fondamental (C) oscillant suivant la deuxième harmonique [Poncharal et al. 1999].*

Emission de champ

Cette technique de détection a été découverte et exploitée par notre équipe depuis plusieurs années [Purcell *et al.* 2002b]. Elle est uniquement réservée au NEMS dont l'élément mécanique est métallique ou semi-conducteur et encastré seulement à l'une de ses extrémités (Figure 1.13). Sous l'effet d'un champ électrique intense F , établi en appliquant une tension continue V_A sur l'échantillon, la barrière de potentiel du vide se rétrécit d'un facteur proportionnel à F et permet ainsi d'extraire des électrons du matériau par effet tunnel. L'impact des électrons émis est observée par l'intermédiaire d'un écran phosphore sur lequel les électrons créent un diagramme d'émission. Lorsque le nanorésonateur se met à osciller, le diagramme s'élargit instantanément, rendant compte de la trajectoire de l'extrémité libre de l'élément mécanique. Cette méthode de détection est principalement associée à une excitation électrostatique. Une analyse numérique de l'évolution du pattern d'émission en fonction d'un balayage en fréquence du signal d'excitation permet la détection de très faibles amplitudes d'oscillation [Perisanu *et al.* 2007a;b]. Compte tenu de leurs faibles dimensions, les nanorésonateurs sont des objets particulièrement intéressants pour réaliser l'émission de champ car ils permettent de bénéficier de « l'effet de pointe » qui amplifie le champ électrique.

Aussi, le champ électrique nécessaire pour établir l'émission de champ doit-être supérieur à 3 V/nm. Suivant le facteur d'amplification, directement lié à l'effet de pointe du nanorésonateur et suivant la distance entre l'extrémité libre du nanorésonateur et

l'écran phosphore, la nécessité d'un champ électrique aussi élevé peut conduire à des valeurs de tension d'extraction très importantes (jusqu'à plusieurs centaines ou milliers de volts). Enfin, ce type de détection doit être réalisé dans une enceinte sous ultra haut vide (UHV) afin d'augmenter le libre parcours moyen des électrons et obtenir un courant et un diagramme d'émission le plus stable possible. Nous reviendrons plus en détails sur ce type de technique dans le chapitre 3.

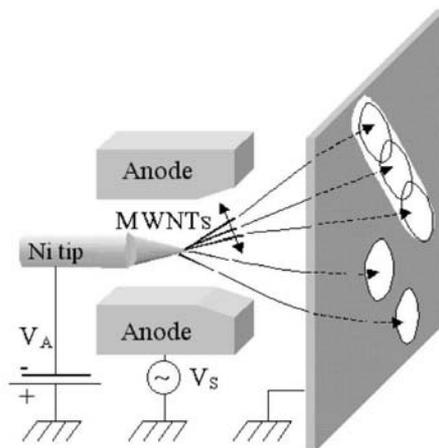


Figure 1.13 – Schéma expérimental du dispositif permettant de détecter les vibrations par l'intermédiaire du phénomène d'émission de champ [Purcell et al. 2002b].

Magnétomotrice

La détection magnétomotrice est principalement utilisée pour des poutres doublement encastrées et excitées magnétiquement. Lorsque la structure entre en résonance, la variation au cours du temps du flux magnétique dans le système induit une force électromotrice (f.e.m.) le long de la poutre [Cleland et Roukes 1996]. Cette technique de détection présente un inconvénient significatif pour les résonateurs de petites tailles. Typiquement, ces derniers possèdent des résistances beaucoup plus élevées que l'impédance du circuit de mesure et cela rend difficile la détection du signal haute fréquence. De plus, même si l'impédance du résonateur correspond à celle du circuit, un autre problème intervient lors de l'utilisation de cette technique avec des résonateurs de faibles dimensions. En effet, étant donné que les pertes sont inversement proportionnelles à la masse du résonateur, les forces dissipatives créées par cette technique de détection dominent les forces d'excitations [Schwab 2002].

Capacitive

La détection capacitive consiste à mesurer la variation de capacité entre une structure mécanique vibrante et une électrode fixe placée à proximité [Nguyen 1998]. Depuis la réalisation de résonateurs à l'échelle nanométrique, ces capacités sont typiquement de l'ordre de 10^{-18} F. Leurs détections sont perturbées par la présence de capacités parasites dont les valeurs sont supérieures de plusieurs ordres de grandeurs. Habituellement, ce problème est contourné par l'utilisation d'un amplificateur comme par exemple, le transistor à « électron unique » [LaHaye *et al.* 2004] placé extrêmement proche du nanorésonateur.

Les travaux de l'équipe de P. L. McEuen [Sazonova *et al.* 2004, Rosenblatt *et al.* 2005, Sazonova 2006] ont permis de franchir un cap important dans ce type de détection. En effet, ils ont adapté une méthode de détection, dénommée « mixing », parfaitement adaptée aux NEMS à base de nanotubes de carbone. Le principal avantage de cette technique provient du fait que le nanotube joue le rôle d'un mélangeur de fréquence (mixeur) et permet ainsi la détection de la réponse à basse fréquence (entre quelques Hz et 100 KHz) malgré une fréquence de résonance pouvant être très élevée (jusqu'à plusieurs GHz). Cette technique a également donné lieu à plusieurs variantes toujours basées sur le même principe [Witkamp *et al.* 2006, Peng *et al.* 2006]. Nous reviendrons plus en détails sur le « mixing » dans le chapitre 5.

Optique

Pour cette technique de détection, un interféromètre optique est composé d'un faisceau laser focalisé sur la partie de la poutre dont l'amplitude de vibration est maximum. Les variations de la réflexion du laser incident dans l'espace sont détectées par un photodétecteur et permettent ainsi de déterminer la résonance de l'élément mécanique. L'adaptation de cette technique pour des structures mécaniques de taille nanométrique est difficile à réaliser. En effet, compte tenu des faibles dimensions de la poutre et par conséquent de son amplitude de vibration, cela impose l'utilisation d'un faisceau laser très fin et d'un photo-détecteur ultra-sensible afin de récupérer un signal exploitable et s'abroger du problème de diffraction de la lumière [Kouh *et al.* 2005]. Néanmoins, ce type de détection est utilisé avec des NEMS depuis plusieurs années et est principalement combiné avec une excitation électrostatique [Carr *et al.* 1999, Karabacak *et al.* 2005] mais elle peut également être couplée à une excitation opto-thermique [Ilic *et al.* 2005].

Il existe également une autre technique optique nommée couteau tranchant ou « knife-edge » en anglais [Karabacak *et al.* 2006]. Cette méthode est complémentaire à l'interfé-

rométrie optique car elle est destinée à détecter les vibrations transversales d'une poutre. En effet, ce ne sont plus les variations du faisceau réfléchi dans l'espace qui sont étudiées mais la puissance du faisceau réfléchi (Figure 1.14).

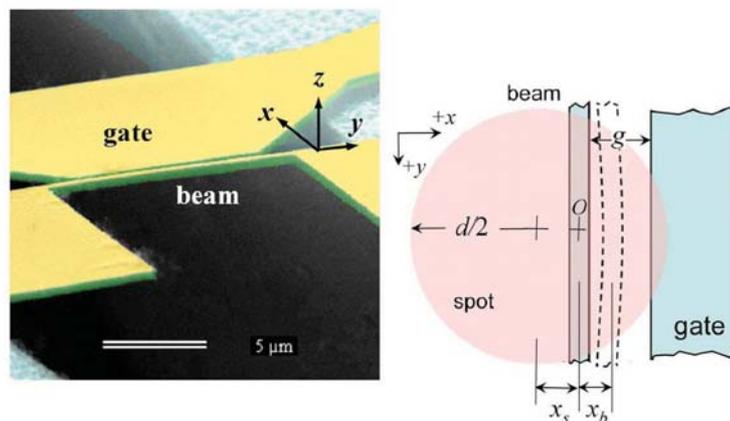


Figure 1.14 – Méthode de détection optique du couteau tranchant [Karabacak et al. 2006]

Piézoélectrique et piézorésistive

L'effet piézoélectrique de certains matériaux peut être utilisé pour détecter les oscillations d'un nanorésonateur. L'élément résonant, recouvert en partie par un matériau piézoélectrique, crée un champ électrique alternatif en se déformant lorsqu'il vibre. Ce champ électrique peut être détecté par une électrode placée à proximité de la structure piézoélectrique comme par exemple la grille d'un transistor à effet de champ [Beck et al. 1998] ou un transistor à « électron unique » [Knobel et Cleland 2002; 2003].

L'effet piézorésistif est utilisé dans les jauges de contraintes vendues dans le commerce depuis de nombreuses années. Bargatin et al. [2005] ont adapté cet effet piézorésistif à la détection de résonance dans les NEMS en utilisant la dépendance entre la résistance d'un matériau piézo et la contrainte auquel il est soumis.

Les résistances élevées des structures mécaniques de taille nanométrique compliquent l'utilisation de ces méthodes piézos. En effet, toutes les techniques de détection qui consistent à mesurer de faibles variations de charges dans de tels éléments sont soumises à ce genre de complication. Cela provient du fait qu'à très haute fréquence de résonance, des valeurs élevées de résistances aboutissent à une atténuation du signal haute fréquence

due à une constante de temps RC très grande. Pour contourner ce problème, il existe deux techniques différentes. La première est intuitive et consiste à transformer l'impédance de sortie du composant de façon à obtenir une valeur de 50Ω à la fréquence de résonance [Hagen 1996, Schoelkopf *et al.* 1998]. Toutefois, l'inconvénient majeur de cette technique réside dans la nécessité d'adapter le circuit de mesure pour chaque composant. La seconde technique consiste à utiliser des composants non-linéaires dans le circuit, tels que la piézorésistance ou un transistor à « électron unique ». Cela permet de réaliser un mélange de fréquences afin de mesurer le signal de sortie à une fréquence plus faible et par conséquent nettement moins atténué [Hagen 1996, Knobel et Cleland 2002; 2003, Bargatin *et al.* 2005].

Visualisation par AFM

Un nouveau procédé qui nécessite l'utilisation d'un microscope à force atomique a été mis au point. Il permet de détecter la fréquence de résonance mais aussi d'imager les vibrations de nanotubes [Garcia-Sanchez *et al.* 2007] et de multi-couches de graphène [Garcia-Sanchez *et al.* 2008]. Le nanorésonateur est excité électrostatiquement par un signal alternatif dont la fréquence f_{RF} est modulée en amplitude par un signal de fréquence f_{mod} . Ainsi, lorsque f_{RF} correspond à une fréquence de résonance f_n du nanotube, l'oscillation est alternativement excitée puis non-entretenu de façon cyclique (Figure 1.15(a)). L'enveloppe de l'amplitude de vibration résultant d'une telle excitation modulée est balayée par la pointe AFM. Le microscope opère en mode « tapping » afin de limiter les forces appliquées par la pointe sur le nanotube. La modulation est indispensable car la bande passante de la pointe AFM est largement plus faible que f_n et cette dernière est incapable de suivre les oscillations rapides.

Afin d'optimiser la détection de f_n , f_{mod} est fixée à la fréquence de résonance du premier mode de vibration de la pointe AFM. Ainsi, ce mode propre de la pointe est excité avec une amplitude proportionnelle à l'amplitude du nanotube et mesuré par un amplificateur lock-in réglé à une fréquence f_{mod} . Avec cette méthode, Garcia-Sanchez *et al.* [2007] ont réussi à détecter une fréquence de résonance de 3.12 GHz correspondant au premier mode de vibration d'un nanotube multifeuillets. Les mesures sont réalisées à l'air et sont en accord avec les prédictions théoriques pour les nanotubes multifeuillets. Concernant les nanotubes monofeuillets, les mesures montrent une significative différence avec les calculs théoriques. Cet écart est attribué soit à la contamination du nanotube (ajout de masse) soit au fait que ces nanorésonateurs ne sont pas totalement tendus entre les électrodes (i.e. la longueur du tube est plus grande que la distance inter-électrodes).

Le second mode de vibration de la pointe est utilisé pour l'imagerie afin de supprimer les couplages possibles entre la détection et la topographie. Ainsi, [Garcia-Sanchez et al. \[2007\]](#) ont pu observer l'enveloppe de vibrations des trois premiers modes d'un nanotube multifeuillets (Figure 1.15(b)). Par rapport aux autres méthodes de détection, celle-ci a l'avantage de détecter la fréquence de résonance et de l'attribuer directement à un mode propre de vibration.

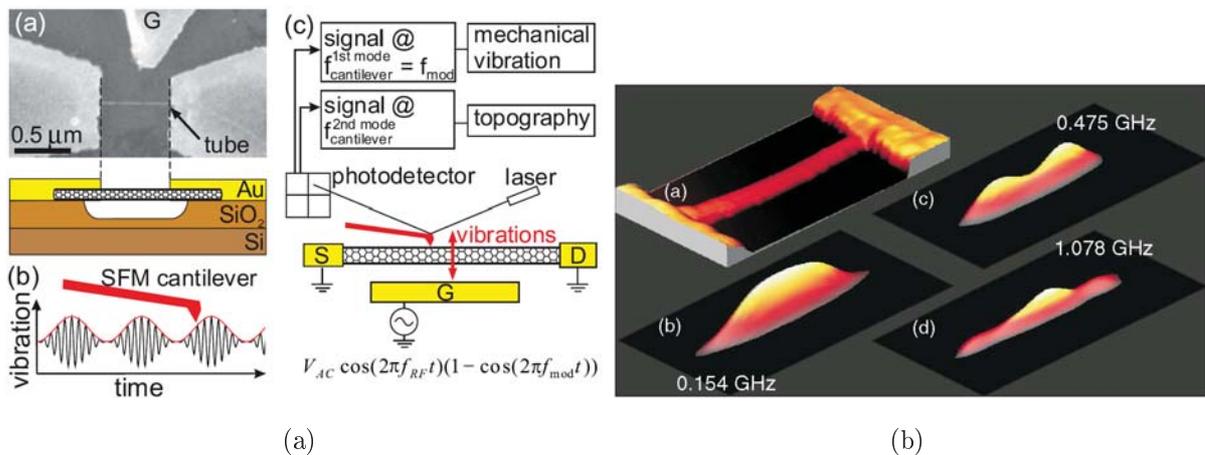


Figure 1.15 – (a) Image MEB et schéma du résonateur à base d'un nanotube. (b) Mouvement du nanotube en fonction du temps. Un signal à haute fréquence (f_{RF}) est utilisé pour exciter la fréquence de résonance du nanotube et les oscillations haute fréquence sont modulées à une fréquence f_{mod} . Ainsi le nanotube est alternativement au repos puis en résonance de façon continue. (c) Schéma expérimental du dispositif de mesure. (b) Topographie de l'enveloppe des vibrations des trois premiers modes propres d'un nanotube multifeuillets [[Garcia-Sanchez et al. 2007](#)].

1.3.5 Applications des NEMS envisagées

Leurs caractéristiques électriques et mécaniques des nanotubes et nanofils associées à leurs dimensions ultra faibles, permettent aux NEMS d'opérer à des fréquences très élevées. Cette particularité peut s'avérer très intéressante car elle procure une sensibilité inégalée autorisant des applications uniques. Dans cette partie, nous développerons plus particulièrement les principes de la détection de force puis de la mesure de masse avant de clôturer cette revue succincte par une présentation de la nanoradio.

Détection de force

Le développement constant des systèmes de mesures de forces a permis la détection de la force de Casimir entre deux métaux distincts, avec une sensibilité de quelques fN/\sqrt{Hz} [Decca *et al.* 2003]. Ensuite, l'utilisation d'un capteur de force à base de « nanopoutres » piézorésistives en silicium a permis d'atteindre une sensibilité remarquable de $235 aN/\sqrt{Hz}$ à température ambiante et même $17 aN/\sqrt{Hz}$ à 10 K [Arlett *et al.* 2006]

Les microscopes à force atomique font également partie des systèmes qui nécessitent une grande sensibilité aux forces d'interactions entre leur pointe et la matière scannée. Pour cela, il est indispensable d'utiliser des pointes avec un rayon de courbure le plus faible possible et les nanotubes monofeuillets sont les éléments ultimes pour réaliser des pointes à une dimension. De nombreuses équipes ont exploré cette voie et réalisé des pointes AFM avec des nanotubes collés [Dai *et al.* 1996a, Wong *et al.* 1998a;b] ou directement synthétisés [Hafner *et al.* 1999a;b, Tang *et al.* 2005, Marty *et al.* 2006] sur une pointe. Rugar *et al.* [2004] ont réalisé, à partir d'une pointe magnétique « ultra-souple », la détection d'une force magnétique correspondant à un unique spin d'électron.

La sensibilité de ces procédés est principalement limitée par les nombreuses sources de bruits possibles qui ont été répertoriées par Cleland et Roukes [2002]. L'ultime limite de ces méthodes de détection est reliée à la vibration thermique de la pointe utilisée. Ainsi, la force minimum détectable est :

$$F_{min} = \sqrt{\frac{2k_B T k \Delta\nu}{Q \pi f_0}} \quad (1.10)$$

où $\Delta\nu$ est la bande passante du système de mesure, k_B la constante de Boltzmann, T la température, Q le facteur de qualité, f_0 la fréquence de résonance et k la constante de rappel de la pointe [Itoh et Suga 1995].

Mesure de masse

La mesure de masse par l'intermédiaire de NEMS représente la technique ultime pour détecter des masses ultra-faibles. Elle repose sur le décalage $\delta\omega_0$ de la fréquence de résonance de l'oscillateur lorsque qu'une masse δm est ajoutée à ce dernier (Figure 1.16). A partir de la relation entre la fréquence de résonance $f_0 = \omega_0/(2\pi)$ et la masse effective m_{eff} d'un oscillateur harmonique simple dont la constante de raideur est k ($\omega_0 = \sqrt{k/m_{eff}}$), Ekinici *et al.* [2004b] ont exprimé la sensibilité δm en fonction de $\delta\omega_0$:

$$\delta m = \frac{dm_{eff}}{d\omega_0} \delta\omega_0 = -2m_{eff} \frac{\delta\omega_0}{\omega_0} \quad (1.11)$$

Dans ce même article, [Ekinici et al. \[2004b\]](#) ont également étudié l'ensemble des limitations thermiques et environnementales afin de déterminer la sensibilité ultime d'un détecteur de masse à base de NEMS.

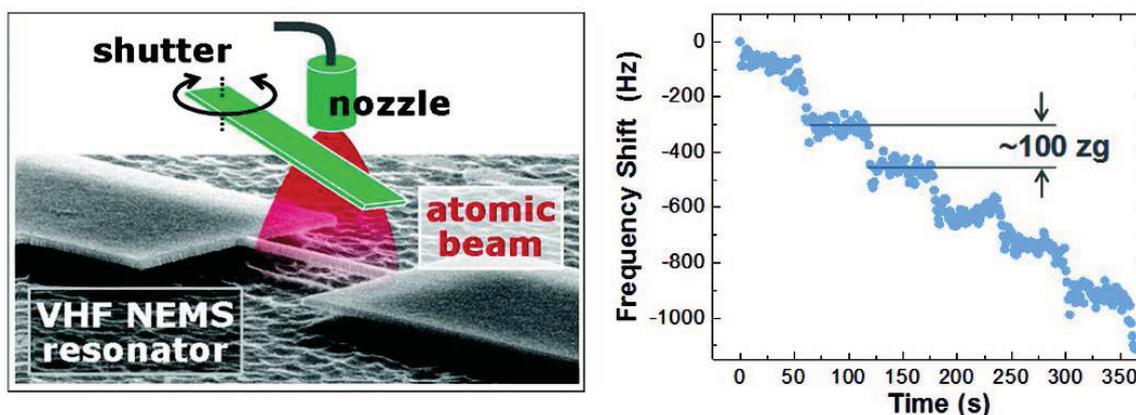


Figure 1.16 – Schéma expérimental du dispositif permettant la mesure de masse et courbe représentant le décalage de la fréquence de résonance par rapport à une masse déposée [[Yang et al. 2006](#)]

Les premières réalisations de tels capteurs ont été effectuées à partir de poutres ou nanofils en silicium. Au départ, la détection minimale fut de quelques femtogrammes [[Lavrik et Datskos 2003](#)] pour rapidement accéder à une résolution proche de l'attogramme [[Ilic et al. 2004](#), [Ekinici et al. 2004a](#)]. A la même époque, [Gupta et al. \[2004\]](#) démontraient la possibilité d'utiliser ce type de systèmes afin de mesurer la masse de protéines mais également détecter la présence de cellules bactériologiques en effectuant une fonctionnalisation de la surface du nanorésonateur. Plus tard, des mesures à très basses températures et sous UHV ont permis d'accéder à des sensibilités proches de la dizaine de zeptogrammes [[Yang et al. 2006](#), [Feng et al. 2007](#)] alors que des mesures à l'air et à température ambiante avec une résolution de 1 *ag* étaient réalisées [[Li et al. 2007](#)].

Comme nous l'avons vu précédemment, les nanotubes sont un matériau de prédilection pour fabriquer des nanorésonateurs. La masse d'un nanotube de carbone est extrêmement faible, typiquement quelques attogrammes. Par conséquent, la déposition d'une infime quantité d'atomes sur un tel résonateur augmente significativement sa masse totale. De plus, leur rigidité mécanique élevée induit des fréquences de résonance importantes. Ainsi, d'après l'équation (1.11), ces deux paramètres permettent d'obtenir une sensibilité accrue pour la mesure de masses ultra-faibles. La première mesure de masse à partir d'un NEMS

à base d'un nanotube a été effectuée par Peng *et al.* [2006] et ils ont obtenu une résolution de l'ordre de l'attogramme à température ambiante et sous ultra vide. Par la suite, un nouveau palier a été franchi lorsque Lassagne *et al.* [2008] ont atteint une sensibilité de 25 zg à température ambiante et surtout 1.4 zg à 6 K. Au même moment, Chiu *et al.* [2008] et Jensen *et al.* [2008] détiennent une mesure corrélée à une étude statistique leur permettant d'aboutir à la mesure de la masse d'un atome.

Nanoradio

Récemment, deux équipes ont exploité au même moment un nanotube de carbone afin de réaliser une nanoradio [Rutherglen et Burke 2007, Jensen *et al.* 2007]. Ces deux radios à base de nanotubes ont des configurations géométriques différentes mais elles permettent toutes les deux de démoduler un signal et de restituer de la musique à partir d'un signal modulé soit en fréquence (FM) soit en amplitude (AM).

La première nanoradio de Jensen *et al.* [2007] consiste à utiliser un nanotube collé au bout d'une pointe. L'ensemble est inséré dans un TEM afin de visualiser la résonance du nanotube et profiter du vide du système (10^{-7} torr) pour réaliser l'émission de champ (Figure 1.17).

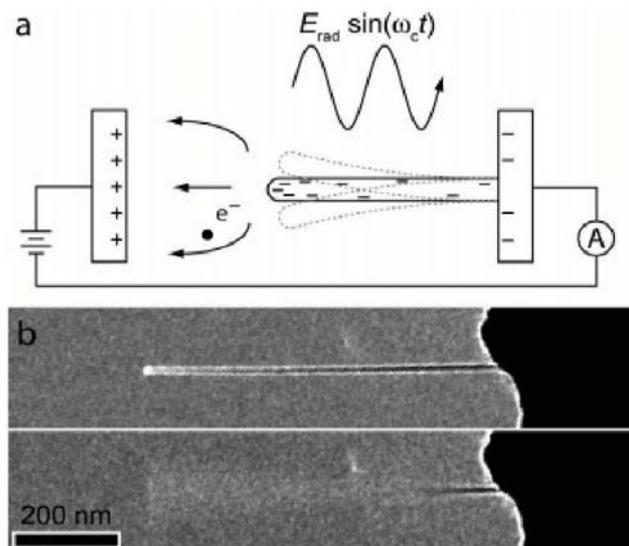


Figure 1.17 – (a) Schéma expérimental d'une nanoradio réalisée à partir des vibrations d'un nanotube sous émission de champ. (b) Images MEB d'un nanotube au repos puis en résonance lors d'une démodulation d'un signal audio [Jensen *et al.* 2007].

Dans cette configuration, le nanotube est capable de réaliser les quatre composantes nécessaires pour faire fonctionner une radio. Premièrement, le nanotube joue le rôle d'antenne de réception car il est sensible au champ électrique oscillant dû au signal radio présent dans l'environnement. Ce signal modulé provoque une excitation électrostatique du nanorésonateur. Deuxièmement, la fréquence de résonance du nanotube peut être modifiée en variant la tension mécanique du nanotube et il est ainsi possible d'accorder cette fréquence sur celle de la porteuse du signal reçu. Enfin, les propriétés d'émission de champ des nanotubes permettent de réaliser l'amplification (facteur d'amplification dû à l'effet de pointe du nanotube) et la démodulation du signal (effets non-linéaires).

Toutefois, le signal obtenu nécessite une amplification extérieure supplémentaire avant d'être connecté à un haut parleur. Ainsi, le signal audio est remarquablement bien restitué avec peu de fréquences parasites quelque soit le type de modulation utilisé (FM ou AM). Nous détaillerons plus précisément cette application dans le chapitre 3.

Parallèlement à ce premier type de nanoradio, [Rutherglen et Burke \[2007\]](#) ont développé une configuration complètement différente. Leur expérimentation repose sur un nanotube non suspendu et intégré dans un composant correspondant à un transistor à base d'un nanotube. Cette radio fonctionne à l'air avec un signal modulé en amplitude uniquement. Elle repose essentiellement sur les non-linéarités présentes dans la caractéristique électrique source-drain $I_{DS}(V_{DS})$ d'un nanotube.

$$I = I_0 \frac{1}{4} \frac{d^2 I}{dV^2} V_{RF} \quad (1.12)$$

avec V_{RF} l'amplitude du signal AM et la dérivée seconde représente les non-linéarités I_{DS} vs V_{DS} du nanotube.

Par conséquent, dans cette nanoradio, seule l'étape de démodulation est réalisée par le nanotube. Ce système fonctionne pour des fréquences de la porteuse jusqu'à 1 GHz car les capacités parasites dégradent la qualité du signal reçu lorsque la fréquence dépasse cette valeur. Nous reviendrons plus en détails sur ce type de nanoradio à base d'un nanotube intégré dans un composant dans la dernière partie du chapitre 5.

1.4 Epilogue

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord présenté les propriétés importantes des différents nanorésonateurs que nous utilisons dans nos diverses expérimentations. Nous avons mis l'accent sur le fait qu'une grande partie des propriétés électriques et mécaniques prévues théoriquement ont été vérifiées expérimentalement.

Ensuite, nous avons recensé les différentes techniques d'excitation et de détection possibles pour les NEMS à base de nanotubes ou de nanofils. Ces méthodes possèdent toutes leurs propres avantages et inconvénients et le choix entre toutes ces techniques dépend essentiellement du type de mesures souhaité ainsi que de la configuration étudiée. L'extrême sensibilité des mesures nécessite une réalisation très précise de ces deux étapes afin de ne pas perturber la quantification de la perturbation à déterminer. Il est important de noter que parmi ces nombreuses techniques, certaines ne peuvent être dédiées qu'aux études fondamentales (optique, microscopie, magnétique) car l'encombrement de l'appareillage nécessaire ne permet pas, pour le moment, d'envisager une intégration dans un composant industrialisable. A contrario, les méthodes d'excitation et de détection basées sur l'électrostatique et la piézoélectricité ont un fort potentiel en vue d'être intégrées directement dans le composant. L'ensemble des nombreuses recherches effectuées sur les NEMS par la communauté scientifique depuis plus d'une décennie commence à déboucher sur un certain nombre d'applications. Les plus prometteuses sont la mesure de masse ultra-faible où la résolution atomique a déjà été atteinte ainsi que la nanoradio à base d'un nanotube.

Ainsi, il y a toujours un intérêt croissant pour la réalisation et l'étude des NEMS, fabriqués soit par une approche « top-down » soit par une méthode « bottom-up ». Notre travail de recherche se situe dans cette perspective où les NEMS sont fabriqués à partir de nanotubes de carbone ou de nanofils en carbure de silicium. Deux principaux aspects sont abordés dans cette thèse : l'étude des propriétés fondamentales des NEMS où le nanorésonateur est collé au bout d'une pointe et l'intégration du nanorésonateur dans un composant prototype afin de valider la miniaturisation de phénomènes propres aux NEMS.

Chapitre 2

Réalisation des échantillons

Sommaire

2.1 Objectifs	37
2.2 Synthèses et caractérisations des nanorésonateurs	38
2.2.1 Synthèse de nanotubes monofeuillets par CVD	38
2.2.2 Caractérisations des nanotubes monofeuillets	41
2.2.3 Synthèse de nanotubes multifeuillets par PECVD	43
2.2.4 Synthèse de nanotubes multifeuillets par arc électrique	45
2.2.5 Procédé de croissance des nanofils	46
2.3 Configuration encastrée-libre	47
2.3.1 Préparation de la pointe et de la colle	49
2.3.2 Collage à l'aide d'un microscope optique	49
2.3.3 Collage dans un MEB avec un nano-manipulateur	50
2.4 Configuration encastrée-encastrée	51
2.4.1 Lithographie électronique	52
2.4.2 Photolithographie	55
2.4.3 Dépôt aléatoire	59
2.4.4 Croissance directe sur substrat lithographié	62
2.4.5 Gravure du SiO ₂ et séchage supercritique au CO ₂	67
2.5 Conclusion	72

2.1 Objectifs

Afin d'étudier de nouveaux phénomènes dans les systèmes nanoélectromécaniques et principalement les phénomènes vibratoires, nous avons décidé de nous consacrer en priorité à l'étude de deux types de nanorésonateurs. En premier lieu, il s'agit des nanotubes de carbone qui, comme nous l'avons vu, peuvent être décomposés en plusieurs familles : les nanotubes monofeuillets, les fagots de nanotubes monofeuillets ou encore les nanotubes multifeuillets. L'autre type de nanorésonateur étudié concerne les nanofils synthétisés en différents matériaux et fournis par le Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces de l'université de Lyon. Pour pouvoir réaliser l'étude des vibrations de ces nanorésonateurs, il est impératif d'obtenir des échantillons suspendus pour lesquels deux configurations sont envisageables.

La première que nous nommons « encastrée-libre » consiste à positionner individuellement au bout d'une pointe le nanorésonateur (Figure 2.1(a)). L'échantillon ainsi obtenu peut ensuite être placé soit dans un microscope électronique à balayage où l'on observe directement les vibrations, soit dans une enceinte sous ultra haut vide (10^{-10} torr) pour effectuer des mesures sous émission de champ. Cette géométrie permet une plus grande flexibilité pour le contrôle des différents paramètres géométriques (par exemple la forme et la position d'une anode) comme nous le verrons plus en détails dans les chapitres 3 et 4.

La deuxième configuration, que nous désignerons sous l'appellation « encastrée-encastrée » consiste à suspendre un nanorésonateur entre deux électrodes en se rapprochant de la structure d'un composant industrialisable. Dans notre cas, il s'agit d'un transistor à base de nanotubes ou nanofils (Figure 2.1(b)). Pour mener à bien ces travaux, nous avons accès à la plate-forme technologique Nanolyon de l'Institut des Nanotechnologies de Lyon. Les caractérisations électriques et mécaniques de ces composants prototypes sont effectuées dans un testeur sous pointes sous UHV et seront présentées au chapitre 5.

Dans ce chapitre, nous commencerons par présenter les techniques utilisées pour produire les différents types de nanorésonateurs que nous avons caractérisés dans nos applications. Ensuite, nous expliquerons de façon détaillée les différentes méthodes employées pour mettre en suspension les nanorésonateurs dans les deux configurations.

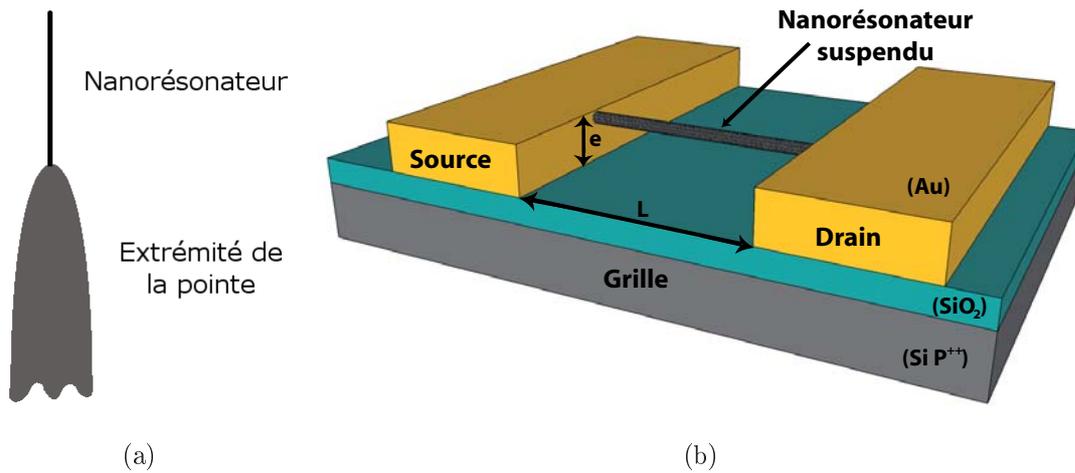


Figure 2.1 – (a) Schéma de principe d'un nanorésonateur suspendu dans la configuration « encastrée-libre », le nanorésonateur est parfaitement encastré dans la pointe et orienté suivant l'axe de la pointe.

(b) Schéma de principe d'un nanorésonateur suspendu dans la configuration « encastrée-encastrée ». Dans cette configuration transistor, la grille est réalisée par le substrat tandis que chaque électrode peut jouer le rôle du drain ou de la source.

2.2 Synthèses et caractérisations des nanorésonateurs

2.2.1 Synthèse de nanotubes monofeuillets par CVD

La formation de filaments de carbone par décomposition catalytique d'un gaz d'hydrocarbures (CVD) sur des surfaces métalliques est connue depuis de nombreuses années et a été adaptée pour synthétiser des nanotubes de carbone multifeuillets [Yacamàn *et al.* 1993] puis des nanotubes monofeuillets [Dai *et al.* 1996b]. Elle consiste à décomposer un hydrocarbure sur un substrat chauffé et recouvert de catalyseur. La croissance du nanotube est initiée à l'endroit précis où est déposé le catalyseur (Ni, Fe, Co). Le gaz d'hydrocarbures circule pendant plusieurs minutes au voisinage du catalyseur à des températures allant de 500 à 1200°C.

Initialement, cette méthode produisait essentiellement des nanotubes multifeuillets constitués de couches de graphite bien cristallisées. Les nanotubes obtenus peuvent adopter différentes formes : parfaitement droits, courbés ou encore hélicoïdaux. Les nombreux paramètres réactionnels de cette méthode influencent la nature, la quantité et la qualité des échantillons produits. Ces paramètres sont la nature du support, la nature ainsi que la

taille et la quantité de catalyseur, le type d'hydrocarbure, le débit du mélange réactionnel (hydrocarbure et gaz porteur), la température de synthèse et le temps de réaction. Au fil des années, l'optimisation de tout ces paramètres a permis la synthèse de nanotubes monofeuillets en fagots ou isolés.

Pour nos applications dans la configuration encastrée-encastree, le choix de synthétiser des nanotubes monofeuillets isolés par CVD s'est rapidement imposé. En effet, les techniques de production par arc électrique ou ablation laser ne permettent pas de croissance sur substrat du fait de la géométrie des systèmes employés et de la température élevée nécessaire. Elles n'étaient donc pas du tout adaptées à la réalisation de nos échantillons. De plus, la technique CVD fut relativement facile à mettre en place car des membres de notre équipe maîtrisent parfaitement les rouages de ce type de synthèse. Enfin, l'excellente qualité des nanotubes produits convient parfaitement à nos applications et un taux élevé et satisfaisant de nanotubes semiconducteurs est atteint lors de chaque synthèse. Notre dispositif expérimental est composé d'un four classique avec un tube en quartz d'un diamètre interne de 2.5 cm et de quatre débitmètres électroniques reliés à différents types de gaz (Figure 2.2). Parmi les nombreuses variantes de CVD, nous avons choisi la décomposition catalytique d'éthylène sur des particules de fer.

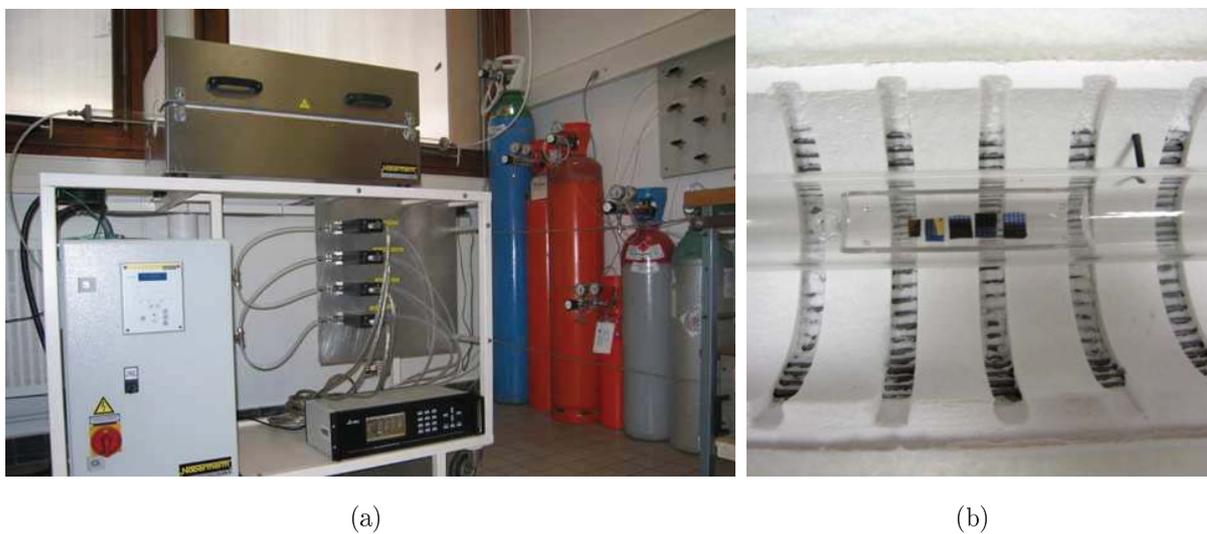


Figure 2.2 – (a) Dispositif expérimental dédié à la synthèse par CVD de nanotubes monofeuillets par synthèse CVD sur substrats. (b) Photo de la nacelle en quartz à l'intérieur du four avec quatre substrats lithographiés.

Le catalyseur est préparé à partir de nitrate de fer ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) dilué dans de l'isopropanol [Dürkop 2004]. La concentration en particules de fer de cette solution catalytique est un paramètre primordial pour maîtriser la densité de nanotubes synthétisés sur l'échantillon. Le dépôt du catalyseur sur le substrat s'effectue par un trempage de 10 secondes dans la solution contenant le catalyseur suivi d'un deuxième bain de 10 secondes dans de l'hexane. L'hexane permet la précipitation des particules de fer sur le substrat et cette étape de dépôt se termine par un séchage à l'azote. La solution catalytique nécessite une agitation permanente afin d'éviter l'agglomération des particules de fer. Dans le cas contraire, une augmentation de la taille moyenne des particules de fer provoque la formation de nanotubes monofeuillets en fagots ou, plus rarement, une augmentation du diamètre des nanotubes synthétisés et par conséquent la disparition de nanotubes monofeuillets.

Après avoir placé les échantillons à l'intérieur du four, un flux d'argon est établi afin d'éviter l'oxydation du catalyseur lors de la montée en température et contrôler l'atmosphère à l'intérieur du réacteur. Ce flux d'argon permet également de protéger les électrodes en or. Une fois la température optimale de 900°C atteinte et stabilisée, les différents gaz nécessaires à la croissance remplacent le flux d'argon. Un mélange entre un gaz porteur (hydrogène) et deux gaz hydrocarbures (éthylène et méthane) est instauré pendant 10 minutes. Les différents débits des gaz utilisés pendant une synthèse CVD à 900°C sont répertoriés dans le tableau 2.1 [Dürkop 2004]. A la fin de la synthèse, un flux d'argon est de nouveau établi pendant la descente en température pour préserver les électrodes mais également les nanotubes de l'oxydation. Ces conditions ont été utilisées pour la plupart des synthèses avec de bons résultats.

Gaz	Débit (cm^3/min)
Argon (Ar)	729
Hydrogène (H_2)	500
Méthane (CH_4)	1200
Éthylène (C_2H_4)	26

Tableau 2.1 – *Débits optimaux des gaz utilisés pour la synthèse de nanotubes monofeuillets par CVD sur substrats lithographiés.*

2.2.2 Caractérisations des nanotubes monofeuillets

Mesure du diamètre par AFM

Le microscope à force atomique est un microscope à sonde locale qui sert à visualiser la topographie de la surface d'un échantillon. Le principe se base sur les interactions entre l'échantillon et une pointe montée sur un microlevier. La pointe scanne la surface à analyser et l'opérateur agit sur sa hauteur selon un paramètre de rétroaction. Un ordinateur enregistre cette hauteur et peut ainsi reconstituer une image de la surface. Nous avons caractérisé les croissances CVD avec ce type de microscope car il s'agit d'un moyen très fiable pour estimer le diamètre des nanotubes. Les diamètres mesurés sont compris entre 1 et 2 nm et confirment la production de nanotubes monofeuillets (Figure 2.3).

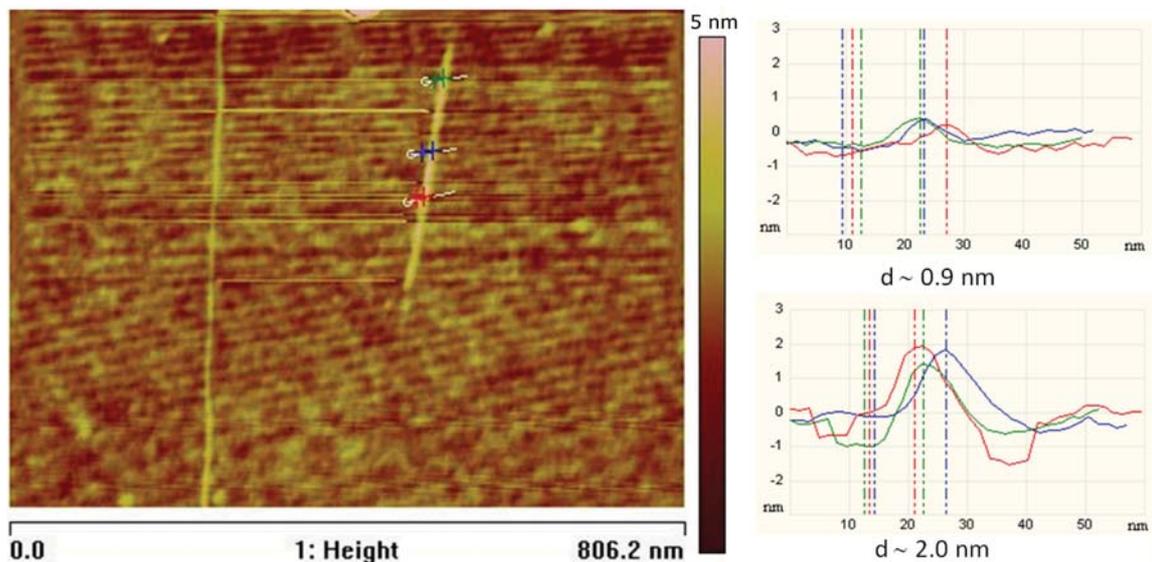


Figure 2.3 – Image AFM de nanotubes synthétisés par CVD sur un substrat et profils d'un nanotube monofeuillet dont le diamètre est compris entre 1 et 2 nm.

Détermination du diamètre par spectroscopie Raman

La diffusion Raman consiste en la diffusion inélastique d'un photon, c'est-à-dire le phénomène physique par lequel un milieu peut diffuser de la lumière en modifiant légèrement sa fréquence. Ce décalage en fréquence correspond à un échange d'énergie entre le rayon lumineux et le milieu. La mesure de ce décalage sur un nanotube permet de remonter à certaines de ces propriétés comme son diamètre, sa nature, ses défauts de surface ...

Le spectre de diffusion Raman obtenu sur des nanotubes monofeuillets se distingue par la présence de bandes de vibrations basse fréquence, typiquement comprises entre 100 et 250 cm^{-1} . Ce mode de vibration, appelé mode de respiration des nanotubes (ou RBM pour Radial Breathing Mode), est caractéristique des nanotubes monofeuillets et permet de déterminer leurs diamètres. En effet, le nombre d'onde f_D (cm^{-1}) de ce mode est directement inversement proportionnel au diamètre du nanotube D (nm) [Bandow *et al.* 1998].

$$f_D = \frac{273.75}{D} \quad (2.1)$$

Ainsi, à partir de cette équation et des spectres obtenus sur nos échantillons (Figure 2.4), nous estimons des diamètres compris entre 1 et 2 nm pour les nanotubes produits par synthèse CVD (Tableau 2.2). L'observation du mode de respiration radial et les grandeurs calculées confirment la production de nanotubes monofeuillets. Nous pouvons remarquer que l'intensité de la bande D permettant d'évaluer les défauts du nanotube (la longueur d'onde du carbone amorphe est de 1350 cm^{-1}) a une très faible intensité alors que la raie relative au graphite (1590 cm^{-1}) est importante. Les nanotubes monofeuillets que nous produisons par CVD sont donc de bonne qualité.

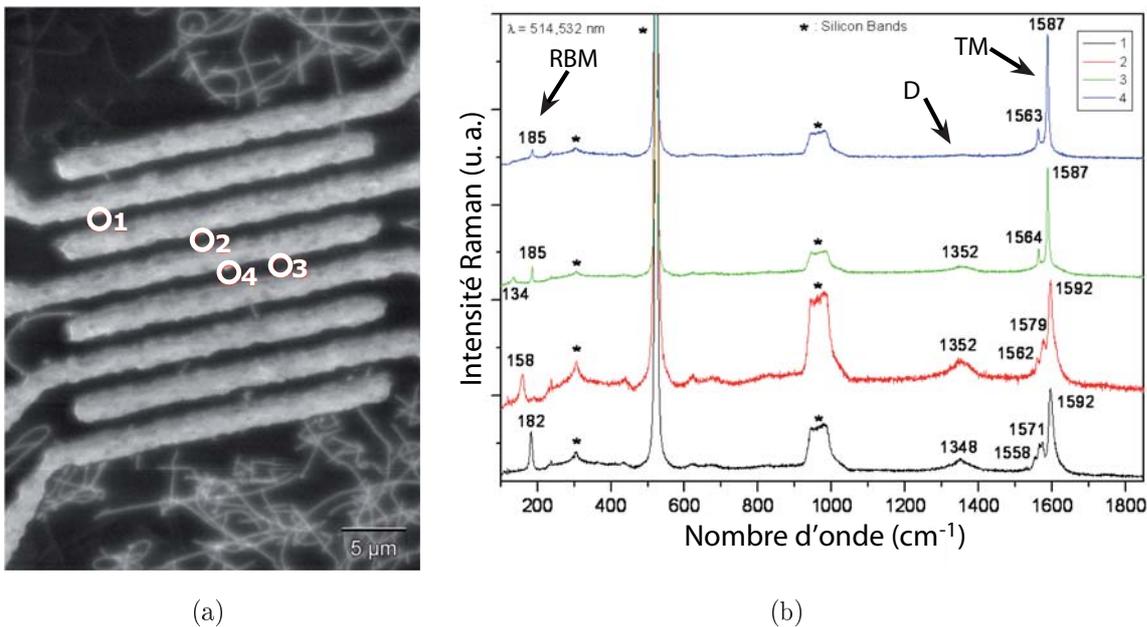


Figure 2.4 – (a) Image MEB de nanotubes monofeuillets synthétisés par CVD sur des électrodes en or. (b) Spectres de diffusion Raman ($\lambda = 514.5$ nm) réalisés par J.-M. Benoit sur différents nanotubes de l'échantillon de la figure (a).

Zone	f_D (cm^{-1})	D (nm)
1	182	1.504
2	158	1.733
3	134	2.043
3	185	1.480
4	185	1.480

Tableau 2.2 – Nombre d'onde f_D du mode de respiration et estimations des diamètres de nanotubes correspondant à différentes zones de l'échantillon.

2.2.3 Synthèse de nanotubes multifeuillets par PECVD

La méthode PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) est une évolution de la technique classique de CVD. Elle consiste à ajouter un plasma au dessus de la surface du substrat (Figure 2.5) et permet ainsi de synthétiser des nanotubes de carbone alignés perpendiculairement à la surface de l'échantillon [Chhowalla *et al.* 2001]. Nous utilisons cette technique afin de produire des nanotubes multifeuillets qui seront soit collés individuellement au bout d'une pointe, soit déposés sur les électrodes en or.

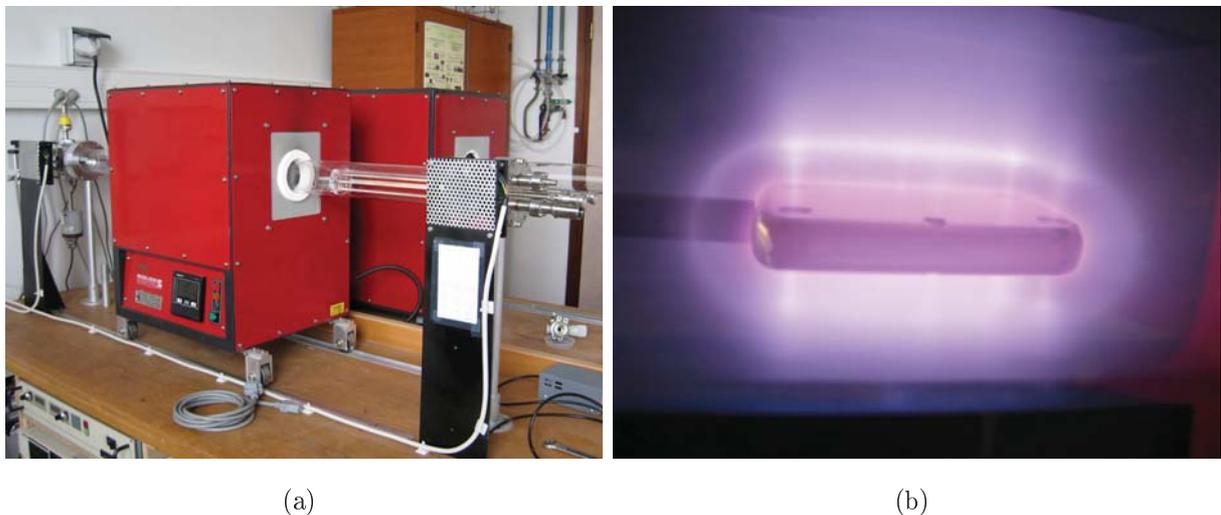


Figure 2.5 – (a) Dispositif expérimental de croissance des nanotubes multifeuillets par synthèse PECVD. Le four mobile permet de refroidir rapidement l'échantillon lorsque la synthèse est terminée.

(b) Photo du plasma établi pendant la synthèse PECVD pour une tension de 600 V.

Notre protocole expérimental nécessite une préparation des substrats de silicium avec une étape d'oxydation de la surface puis un dépôt de catalyseur. Nous avons choisi le nickel comme catalyseur car ce métal a permis d'obtenir des nanotubes de bonne qualité. Il est déposé par pulvérisation cathodique de façon à maîtriser parfaitement l'épaisseur car c'est ce paramètre qui permet de définir en grande partie le diamètre des nanotubes. Il faut noter que l'ajout de silice est indispensable pour éviter la formation de siliciure de nickel qui modifierait totalement le catalyseur. Le SiO_2 joue donc le rôle de barrière de diffusion pour les particules de nickel. Les échantillons sont ensuite placés sur une nacelle en quartz puis dans un tube également en quartz à l'intérieur duquel une pression de 10^{-3} torr est établie. Une fois le vide obtenu, l'échantillon est placé dans le four porté à une température optimale de 750°C . Nous introduisons de l'hydrogène H_2 (pression 20 torr) afin d'effectuer un prétraitement de la surface pendant une durée de 15 minutes (Figure 2.6). Ce prétraitement permet de réduire l'oxyde natif et de structurer la fine couche de nickel sous la forme de plusieurs îlots nanométriques. Le système est ensuite soumis à un mélange réactionnel contenant approximativement 20% d'hydrocarbure (acétylène C_2H_2) et 80% d'un gaz porteur (ammoniac NH_3). L'application d'une différence de potentiel de l'ordre de 600 V entre une plaque métallique servant d'anode et l'échantillon provoque l'ionisation du mélange et donc l'apparition d'un plasma. Dans les conditions optimales de synthèse, le mélange réactionnel circule sous une pression de 3.5 torr pendant une durée de 10 minutes. Les échantillons obtenus présentent des nanotubes multifeuillets alignés verticalement et de façon homogène. Ils sont généralement désignés par l'appellation : forêt de nanotube (Figure 2.7).

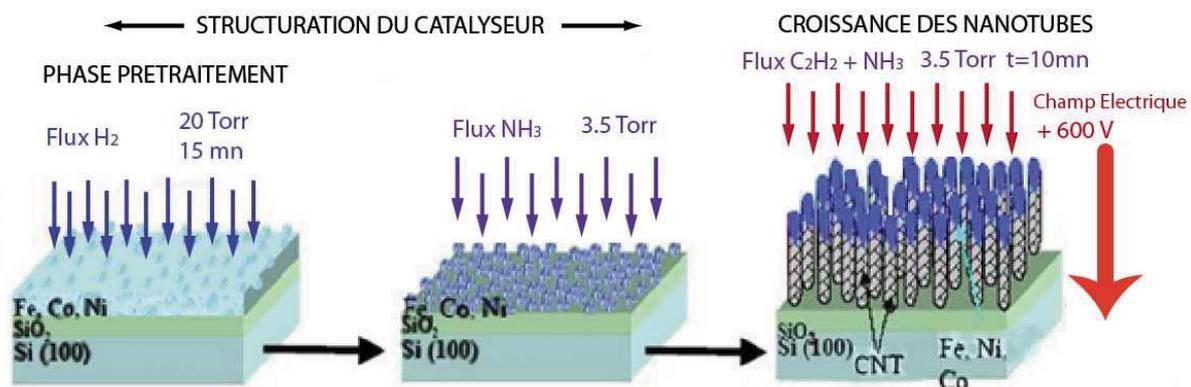


Figure 2.6 – Étapes récapitulatives de la croissance de nanotubes multifeuillets par la méthode PECVD.

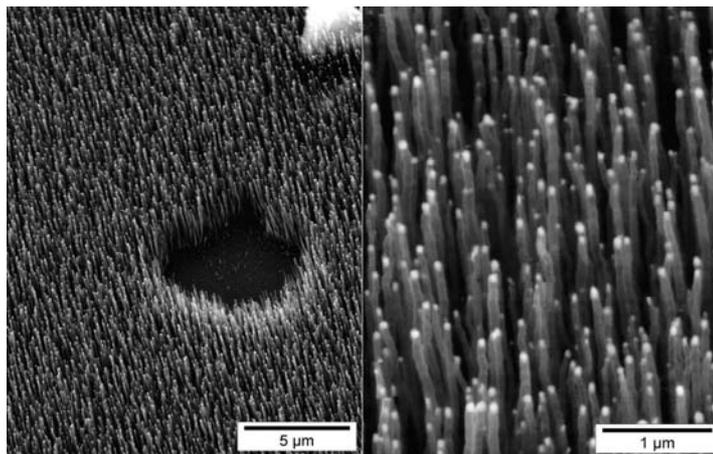


Figure 2.7 – Image MEB d'une « forêt » de nanotubes multifeuillets obtenue avec la synthèse PECVD.

2.2.4 Synthèse de nanotubes multifeuillets par arc électrique

La méthode de l'arc électrique, qui consiste à établir une décharge électrique entre deux électrodes, fut introduite dès le début des années 60 pour produire des fibres de carbone [Bacon 1960] et a été ensuite reprise pour la production des fullerènes [Krätschmer *et al.* 1990], avant de permettre la synthèse de nanotubes de carbone [Iijima 1991].

Les nanotubes multifeuillets par arc électrique que nous avons collés individuellement au bout d'une pointe sont produits par le Groupe de Dynamique des Phases Condensées de l'université Montpellier II (aujourd'hui LCVN - UMR 5587). Dans leur réacteur, l'arc est généré sous atmosphère inerte d'hélium (660 mbar) entre deux électrodes refroidies à l'eau. La cathode est constituée d'un barreau de graphite (16 mm de diamètre, 40 mm de long) de même que l'anode (6 mm de diamètre, 100 mm de long). L'arc est créé en approchant progressivement l'anode de la cathode jusqu'à ce que la distance entre les deux soit assez faible pour permettre la circulation d'un courant de 100 A. La tension de 30 V entre les électrodes est maintenue par la translation continue de l'anode vers la cathode de façon à garder une distance constante entre les deux (~ 3 mm). La température dans la zone inter-électrodes provoque la sublimation du carbone et l'électrode positive (l'anode) est consommée (Figure 2.8). Les temps de synthèse sont typiquement de ~ 2 min. La quantité et la qualité des nanotubes de carbone produits par arc électrique dépendent énormément des conditions expérimentales [Journet 1998].

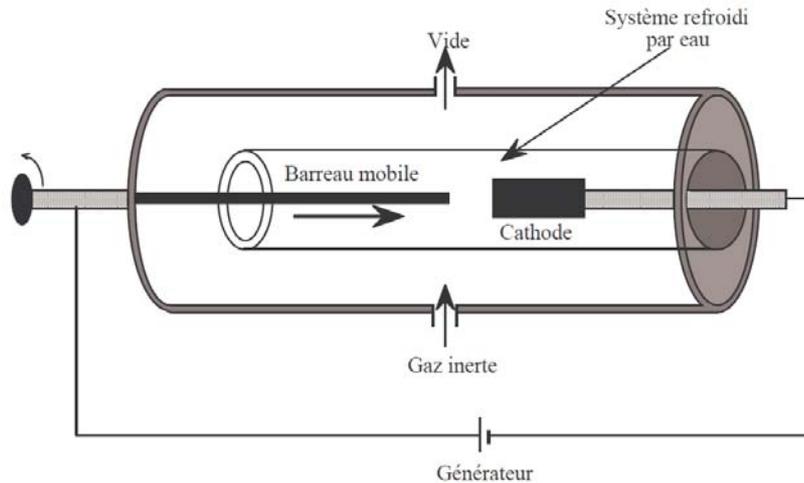


Figure 2.8 – Schéma du four utilisé pour produire des nanotubes multifeuillets par la technique de l'arc électrique [Journet 1998].

2.2.5 Procédé de croissance des nanofils

Les nanofils que nous utilisons principalement dans la configuration encastrée-libre sont produits par l'équipe « précurseurs moléculaires et matériaux » du Laboratoire des Multimatériaux et Interfaces. Une nouvelle technique de synthèse de nanofils à base de carbure de silicium (SiC) a été mise au point [Bechelany 2006]. Elle permet d'obtenir des nanofils SiC et également de les recouvrir d'une couche de composition déterminée et d'épaisseur nanométrique pour former des nanocâbles SiC@C, SiC@SiO₂ ou SiC@BN. Cette méthode de synthèse s'apparente à la CVD et consiste en la pyrolyse d'une source de carbone et d'une source de silicium, confinées dans un four tubulaire (Figure 2.9). Le four comprend un tube d'alumine non poreuse équipé de flasques d'étanchéité. Ce système permet de travailler sous vide ou sous balayage de gaz (azote, argon, ammoniac, ...). Une nacelle d'alumine contenant une source de carbone est placée en amont d'une deuxième nacelle contenant une source de silicium. Cette dernière est recouverte de façon non étanche par un support de condensation en carbone graphite.

Dans une expérience type permettant d'obtenir des nanofils SiC, le polypropylène tient lieu de « source de carbone » et un mélange de silicium et de silice celui de « source de silicium ». L'ensemble décrit ci-dessus est chauffé sous balayage d'argon jusqu'à 1400°C. Cette température est maintenue pendant 10 heures avant refroidissement. En fin d'expérience, une masse d'environ 250 mg d'un solide est collectée sur le support de condensation. Ce solide, blanc translucide avec des nuances bleues ou vertes, se présente sous l'aspect

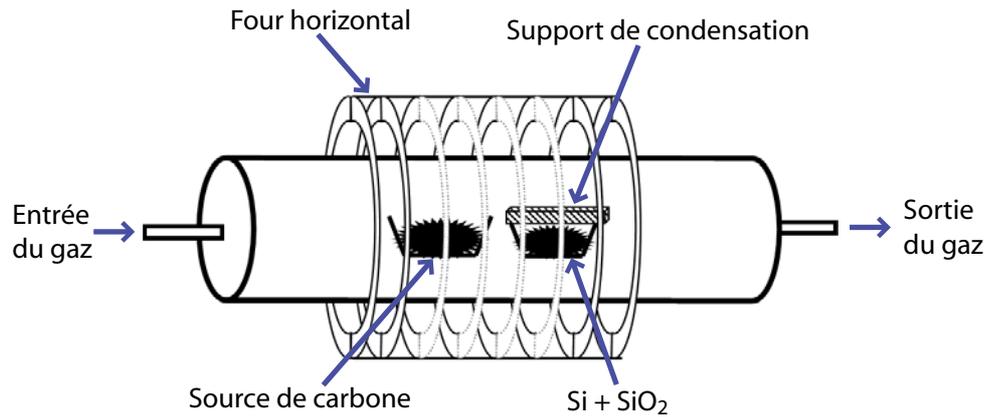


Figure 2.9 – Schéma du dispositif expérimental dédié à la production de nanofils.

d'un feutre et rappelle de façon plus imagée les toiles et nids d'araignées (Figure 2.10(a)). En effet, le solide obtenu est entièrement constitué de nanofils entremêlés qui présentent trois particularités remarquables (Figure 2.10(b)) :

- l'absence de particules résiduelles emprisonnées au milieu des nanostructures sans étape de purification ;
- l'homogénéité des diamètres des nanofils ;
- l'extrême longueur des nanofils (plusieurs centimètres).

Une étude par microscopie électronique en transmission à haute résolution a été réalisée sur ces nanofils (Figure 2.10(c)). Les nanofils présentent une structure cristalline homogène avec des distances interplans de 2.51 Å caractéristiques du β -SiC (cubique). L'axe de croissance principal est orienté suivant [111]. On note également la présence d'une couche mince de SiO₂ d'une épaisseur régulière de 2 nm qui peut être éliminée par un lavage à l'acide fluorhydrique. Néanmoins, ces nanofils peuvent aussi présenter des défauts structuraux importants de type fautes d'empilement ainsi qu'une fine couche de SiO₂.

2.3 Configuration encastrée-libre

Pour étudier les vibrations d'un nanorésonateur en configuration « encastrée-libre », nous choisissons de coller le nanorésonateur au bout d'une pointe en tungstène (W). Ainsi, nous pouvons utiliser le même échantillon dans nos différents systèmes sous UHV mais également dans un MEB ou encore dans un TEM. Cette flexibilité est un point essentiel pour combiner et comparer la détection des phénomènes vibratoires par émission de champ ou par visualisation directe sur les écrans des microscopes (cf. chapitre 3).

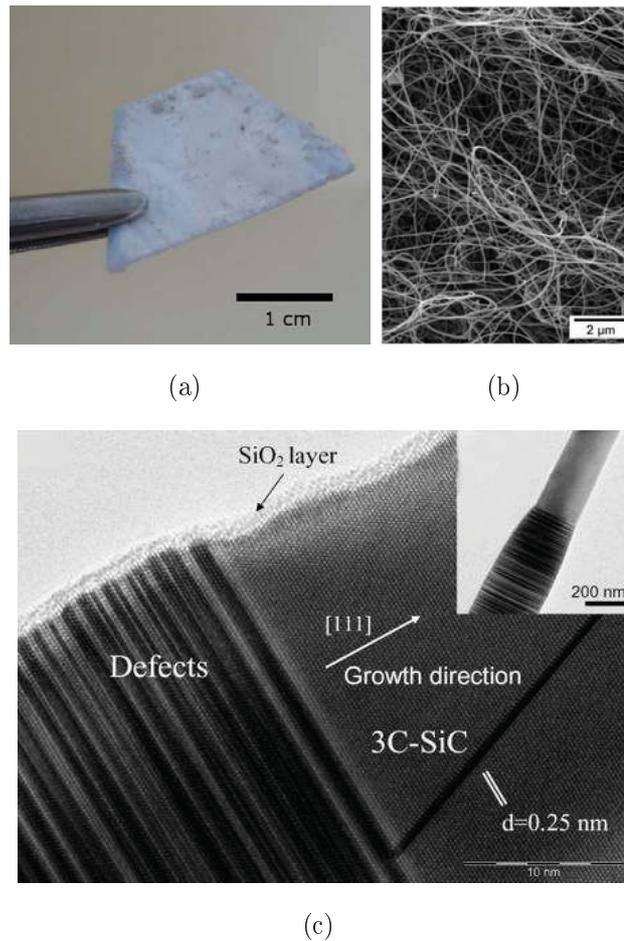


Figure 2.10 – (a) Feutre obtenu après la synthèse de nanofils. (b) Image MEB de nanofils entremêlés (composition du feutre). (c) Image TEM haute résolution d'un nanofil SiC [Bechelany et al. 2007].

Suivant la taille des nanorésonateurs, le collage est réalisé soit par l'intermédiaire d'un microscope optique soit dans un MEB équipé d'un nano-manipulateur. Le nanorésonateur doit avoir une excellente tenue mécanique sur la pointe afin de pouvoir supporter les forts champs et hautes températures auxquels il peut être soumis. Aussi, idéalement, le nanorésonateur doit être parfaitement orienté suivant l'axe de la pointe comme il est indiqué sur la figure 2.1(a). La pointe en tungstène est tout d'abord taillée puis imprégnée de colle avant d'être placée sur un manipulateur dont la géométrie dépend du type de microscope utilisé. Ensuite, nous sélectionnons le nanorésonateur dont les caractéristiques géométriques sont attrayantes (longueur, diamètre, nanorésonateur droit et avec peu de défauts ...). Enfin, nous établissons un contact entre la pointe et le nanorésonateur puis nous retirons l'ensemble.

2.3.1 Préparation de la pointe et de la colle

Nous avons décidé d'utiliser une pointe en tungstène comme support du nanorésonateur car ce métal présente de nombreux avantages. Tout d'abord, ce matériau est réputé pour sa dureté et il est facile à tailler. De plus, le tungstène est très réfractaire et résiste donc parfaitement à de très hautes températures (point de fusion : 3 422°C). Ce paramètre est déterminant pour nos applications qui nous amènent à chauffer nos échantillons à des températures supérieures à 1 000°C et de façon répétée.

Les pointes en tungstène sont obtenues à partir d'un fil de 125 μm de diamètre, découpé à une longueur de 10 mm. Pour tailler le bout de la pointe, nous préparons une solution à base de quatre grammes de soude dissous dans 50 mL d'eau distillée. La pointe est plongée dans cette solution électrolytique et nous appliquons une tension alternative de 3 V pulsée. La durée de la taille est déterminante pour définir la finesse de la pointe. Cet élément a nécessité une étude poussée afin d'établir un compromis entre une pointe assez fine permettant d'avoir un nanorésonateur collé dans l'axe de la pointe et une pointe assez rigide pour pénétrer dans la colle sans se tordre. Finalement, dans les conditions expérimentales citées précédemment, la durée optimale de taille s'avère être de 10 minutes. La taille est stoppée par un rinçage de la pointe dans de l'eau distillée.

Le choix du type de colle utilisée avec les nanorésonateurs doit répondre à des contraintes spécifiques aux études sous UHV et elle doit être conductrice. En effet, cette colle ne doit produire aucun dégazage afin de ne pas contaminer l'échantillon et le système expérimental. Par conséquent, nous avons basé nos recherches sur une colle à base de carbone. Plusieurs colles industrielles ont été testées et ont conduit à divers problèmes (viscosité trop faible entraînant la détérioration des pointes, diffusion de carbone amorphe le long du nanorésonateur après recuit ...). Au final, nous produisons notre propre colle à partir du polymère d'un adhésif à base de carbone. Cette colle a permis le collage en bout de pointe de nanorésonateurs variés (nanofils, nanotubes multifeuillets, fagot de nanotubes monofeuillets) (Figure 2.11 et 2.12) et satisfait parfaitement l'ensemble des contraintes mentionnées précédemment.

2.3.2 Collage à l'aide d'un microscope optique

Avec cette technique, nous utilisons soit un microscope optique usuel avec un grossissement maximal de 100 (objectif x10 et oculaire x10) soit une loupe binoculaire avec un grossissement pouvant atteindre 322 (objectif x2, colonne x16.1 et oculaire x10). Cette

méthode est dédiée aux nanorésonateurs dont le diamètre est supérieur à 100 nm. La pointe taillée et imbibée de colle est placée sur un support relié à un micro-manipulateur manuel en trois dimensions. La pointe est approchée du nanorésonateur sélectionné puis retirée lentement de façon à maintenir l'échantillon au maximum dans l'axe de la pointe. Ainsi, nous avons réussi à coller solidement des nanofils de tailles variées (Figure 2.11). Pour les nanotubes et les nanofils plus fins, il est quasiment impossible de sélectionner de tels nanorésonateurs avec nos microscopes optiques et seul un collage aléatoire peut être réalisé avec cette technique.

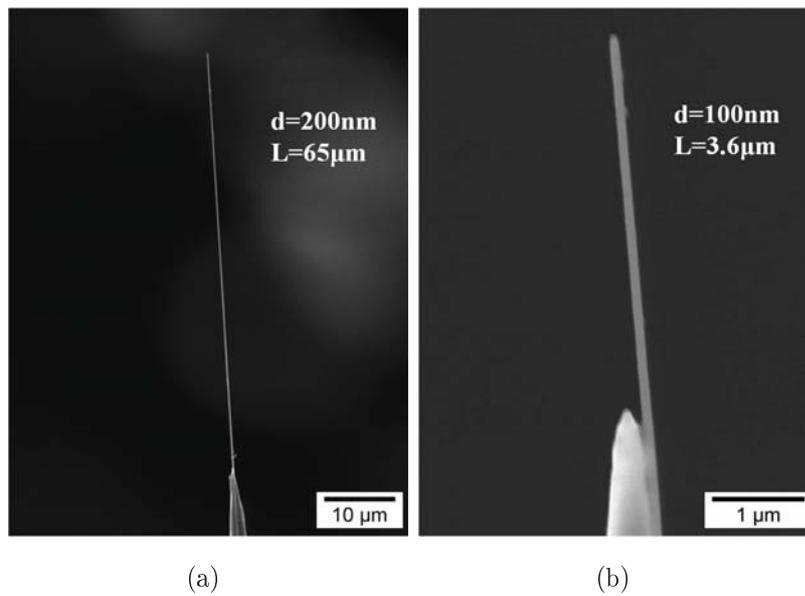


Figure 2.11 – Images MEB de nanofils collés individuellement sur des pointes en tungstène (a) Nanofil de grande taille $d = 200\text{ nm}$ et $L = 65\ \mu\text{m}$. (b) Nanofil de petite dimension $d = 100\text{ nm}$ et $L = 3.6\ \mu\text{m}$ [Choueib 2009].

2.3.3 Collage dans un MEB avec un nano-manipulateur

Pour contrer la limitation due au grossissement relativement faible des microscopes optiques, nous utilisons un nano-manipulateur à l'intérieur d'un MEB (Figure 2.12(a)). Cette méthode permet le collage sélectif de nanorésonateurs dont le diamètre peut atteindre seulement une dizaine de nanomètres [de Jonge *et al.* 2003, Heeres *et al.* 2007]. Le nano-manipulateur est composé de trois mouvements piézoélectriques. Ainsi nous plaçons la source de nanorésonateurs sur le mouvement Z alors que la pointe est placée sur l'ensemble composé de mouvements X et Y. De la même manière qu'avec un microscope optique, la pointe est approchée de l'échantillon puis retirée lentement. Des difficultés

supplémentaires liées au faisceau d'électrons du MEB ou au vide dans l'enceinte du MEB sont apparues avec les échantillons les plus résistifs ou les plus fragiles. En effet, les nanorésonateurs peuvent se charger petit à petit et leur extrémité finit par se recourber et se coller sur la pointe de façon à former une boucle. Aussi, nous avons rencontré des problèmes lors de la remise à l'air et la manipulation des échantillons. Les échantillons dont les dimensions sont très faibles ne supportent pas une dépression trop rapide ou des chocs sur la pointe. Au final nous arrivons à coller des fagots de nanotubes monofeuillets d'un diamètre minimal de 10 nm (Figure 2.12(b)) et des nanotubes multifeuillets synthétisés par la méthode de l'arc électrique d'un diamètre minimal de 30 nm (Figure 2.12(c)).

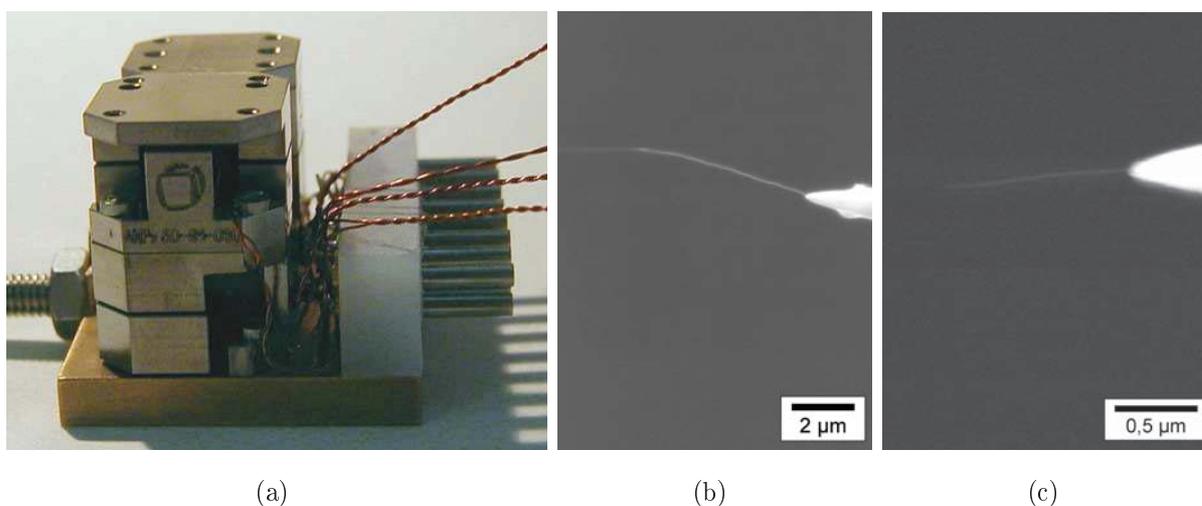


Figure 2.12 – (a) Photo du nanomanipulateur XYZ avec au premier plan les mouvements X et Y et au second plan le mouvement en Z. (b) Fagot de nanotubes collé au bout d'une pointe dans un MEB [Marchand 2009]. (c) Nanotube multifeuillet synthétisé par arc électrique et collé au bout d'une pointe dans un MEB.

2.4 Configuration encastrée-encastrée

La suspension de nanorésonateurs dans la configuration « encastrée-encastrée » nécessite une approche complètement différente par rapport à la précédente configuration. Un travail en salle blanche est nécessaire pour fabriquer des électrodes par lithographie. Ces électrodes servent de supports pour la suspension des nanorésonateurs et également à appliquer les divers signaux électriques qui permettent les caractérisations électriques et mécaniques. Dans cette optique, nous avons utilisé tout d'abord la lithographie électronique puis la photolithographie.

Nous avons développé plusieurs méthodes spécialement étudiées suivant le type de nanorésonateurs à suspendre. Pour les nanotubes multifeuillets et les nanofils qui possèdent des diamètres relativement élevés (supérieurs à 20 nm) nous procédons à un dépôt aléatoire. Compte tenu de leurs caractéristiques (Module de Young très élevé : environ 1 TPa, diamètre inférieur à 5 nm ...), les nanotubes monofeuillets sont les nanorésonateurs les plus prometteurs pour nos applications dans cette configuration. Cependant, la synthèse CVD que nous utilisons produit des nanotubes fortement attachés au substrat qui sont difficiles à mettre en solution en vue d'être déposés aléatoirement. Ainsi, pour ce type de nanorésonateurs, nous avons approfondi une méthode consistant à faire croître directement les nanotubes monofeuillets sur les électrodes puis une autre technique comportant une étape de gravure de la silice et une étape de séchage supercritique au dioxyde de carbone.

2.4.1 Lithographie électronique

Description

Pour réaliser des composants prototypes à base de nanorésonateurs, nous avons tout naturellement commencé notre travail en salle blanche par l'utilisation de la lithographie électronique afin de valider la géométrie des électrodes. Cette technique repose sur l'utilisation d'un faisceau d'électrons convergent pour insoler certaines zones d'une résine électrosensible afin de dessiner différents motifs sur la résine. Il est possible d'accéder à des résolutions extrêmement faibles pouvant atteindre seulement quelques nanomètres [Sidorikina *et al.* 2008]. Dans notre cas, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage (JEOL 5500 - Filament de tungstène) spécialement modifié et adapté à cette technique et permettant d'obtenir une résolution minimale de quelques dizaines de nanomètres [Monat *et al.* 2002, Grillet *et al.* 2001]. Il permet de lithographier des substrats dont la surface peut atteindre jusqu'à 1 cm².

Préparation des substrats

Les « wafers » en silicium utilisés pour cette technique sont dopés p et nécessitent des étapes préliminaires avant d'être soumis à la lithographie électronique. Le « wafer » est tout d'abord découpé en substrats carrés d'un centimètre de côté et ensuite nous procédons à l'oxydation de leurs surfaces. Pour cela, les substrats sont placés pendant 20 minutes dans un four porté à une température de 900°C sous un flux d'oxygène afin d'obtenir une épaisseur d'oxyde d'environ 10 nm [Massoud *et al.* 1985] (Figure 2.13). En complément de l'oxyde natif qui est très fin, cette oxydation supplémentaire est indispensable pour deux

raisons. Elle a pour premier effet d'empêcher la diffusion des particules de catalyseur dans le silicium lors de la synthèse de nanotubes. De plus, le substrat en silicium joue le rôle de grille dans notre configuration transistor à base de nanorésonateurs et l'augmentation de l'épaisseur de cet oxyde de silicium permet d'éviter les courants de fuite qui engendrent un claquage de l'oxyde lorsque le champ électrique auquel il est soumis est trop important.

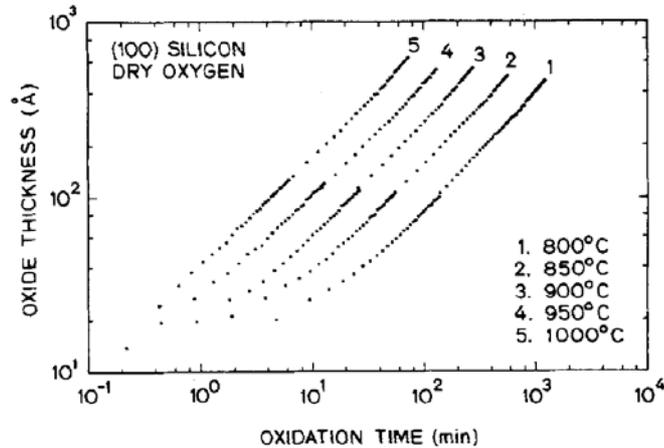


Figure 2.13 – Courbe donnant l'épaisseur d'oxyde de silicium obtenu en fonction du temps et de la température d'oxydation [Massoud et al. 1985].

Dépôt de résine

La dernière étape de préparation consiste à déposer la résine sensible au faisceau d'électrons. Compte tenu de la valeur relativement élevée de l'épaisseur finale de résine désirée, nous sommes contraints de superposer trois couches successives. Les deux premières couches sont réalisées avec de la résine MMA (Methyl-MetAcrylate) car elle permet d'obtenir une épaisseur relativement importante. La dernière couche est de type PMMA (polyMethyl-MetAcrylate) car elle a l'avantage d'avoir une meilleure résolution que la résine MMA. Suivant les réglages des vitesses de rotation et d'accélération de la tournette pour les deux types de résine, nous obtenons une épaisseur totale finale de l'ordre de 400 nm.

Lithographie

Les échantillons sont désormais prêts pour être placés dans le microscope électronique à balayage. La lithographie électronique est réalisée à partir du programme Elphy-Raith qui permet de piloter les éléments du microscope en fonction de la forme des motifs à lithographier. Nous avons décomposé l'insolation de la résine en trois étapes correspondant

aux trois formes ou zones particulières du motif (Figure 2.14). Ceci dans le but d'optimiser la taille et l'intensité du spot d'électrons arrivant sur la surface à insoler tout en gardant une dose de courant par élément de surface de $150 \mu\text{A.s.cm}^{-2}$. La première insolation correspond aux plots qui permettront de mettre en contact les pointes du testeur sous pointe. La deuxième zone est dédiée à la réalisation des électrodes de liaisons permettant la connexion entre les plots et la dernière zone qui elle, définit les électrodes de contact où les nanorésonateurs seront situés. Une fois que l'insolation de ces trois zones a été effectuée, la dernière étape consiste à révéler la résine en plongeant l'échantillon dans un révélateur (MIBK/IPA 1 :1) pendant 25 secondes. Au final, nous obtenons des tranches correspondant à l'ensemble des électrodes et le dépôt de métaux peut être effectué.

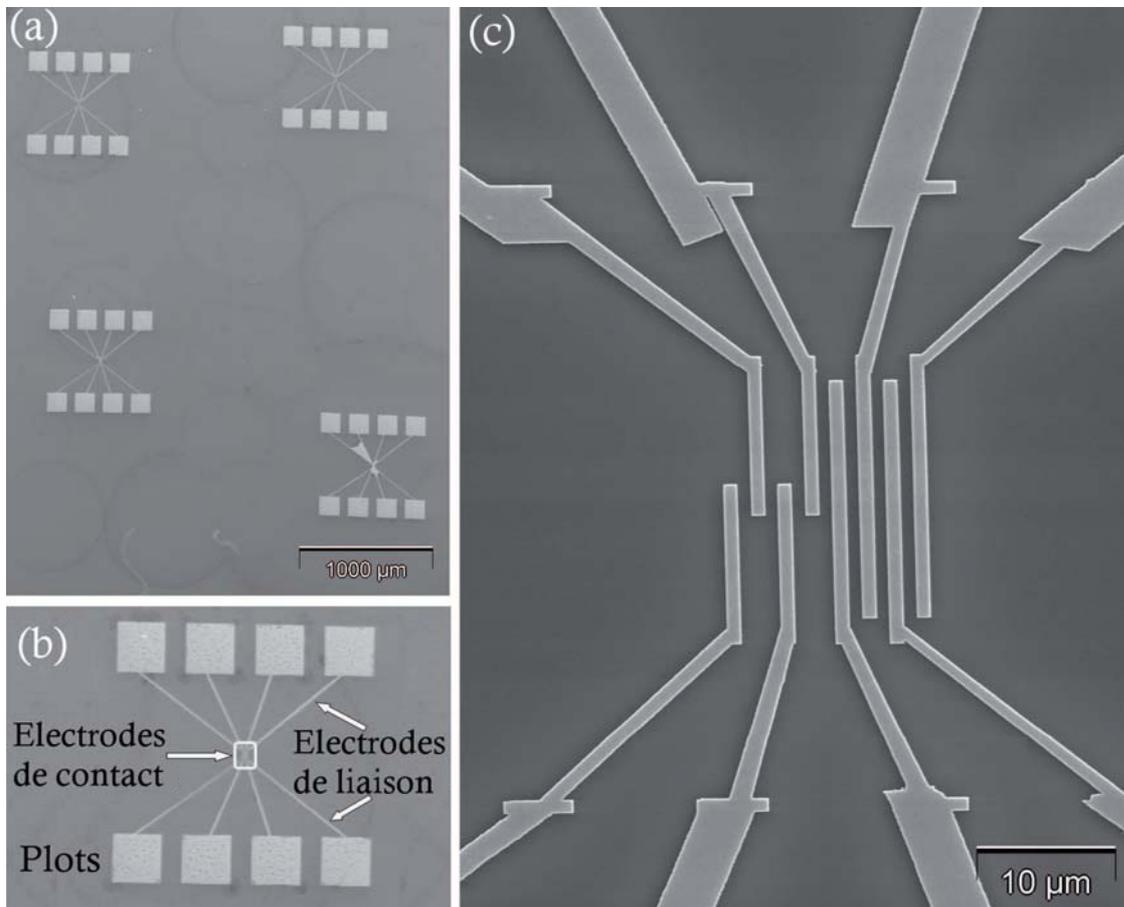


Figure 2.14 – Photos MEB de motifs obtenus par lithographie électronique. (a) Substrat avec quatre motifs. (b) Motif où nous pouvons observer les trois zones particulières correspondant aux plots, aux électrodes de liaison et aux électrodes de contact. (c) Zoom sur les électrodes de contact ; la largeur des électrodes ainsi que la distance inter-électrode sont de $1 \mu\text{m}$.

Métallisation

Pour la métallisation des électrodes, nous utilisons un bâti d'évaporation par effet Joule (Leybold) permettant d'évaporer successivement jusqu'à quatre matériaux différents dans un vide de l'ordre de 10^{-7} torr. Désirant un métal non oxydable et permettant un bon contact électrique entre le métal et les nanorésonateurs, notre choix s'est porté sur l'or. Cependant, il est indispensable d'évaporer une fine sous-couche d'accroche entre la silice et l'or afin d'obtenir une bonne tenue mécanique des électrodes sur le substrat. Ainsi cette sous-couche d'accroche est composée de 5 à 20 nm de Titane ou de Chrome et l'épaisseur d'or évaporé permet d'atteindre une hauteur finale des électrodes d'environ 200 nm. L'ultime étape consiste à effectuer le « lift-off » qui permet de supprimer l'ensemble de la résine qui reste sur le substrat avec un bain d'acétone pour finalement, obtenir du métal seulement sur le ou les motifs présents sur le substrat (Figure 2.14).

Avantages et Inconvénients

La lithographie électronique a pour principal avantage sa flexibilité qui nous permet d'adapter les dimensions et formes des motifs en fonction de nos besoins. De plus, il est relativement facile d'obtenir des électrodes d'une largeur de $1\ \mu\text{m}$ espacées d' $1\ \mu\text{m}$ avec des flancs parfaitement réguliers. Les principales limitations observées sur ce système concernent la fragilité du filament de tungstène (durée de vie ~ 60 heures), quelques instabilités en courant du filament et des imprécisions d'alignement (décalage récurrent de $2\ \mu\text{m}$) pouvant provoquer des difficultés pour raccorder les différentes zones d'insolation. Toutefois, même si nous avons rencontré quelques problèmes au niveau de la reproductibilité du procédé, le principal inconvénient pour nos applications concerne surtout la lenteur de cette technique de lithographie pour obtenir un nombre important de motifs par substrat.

2.4.2 Photolithographie

Principe

Après avoir effectué des tests de dispersion et de suspension de nanotubes multi-feuillets sur les substrats obtenus par lithographie électronique, nous avons opté pour la photolithographie qui a l'avantage d'avoir un rendement nettement supérieur. D'un point de vue technique, les principales différences entre ces deux procédés proviennent de la méthode utilisée pour définir les motifs dans la résine. Ainsi, pour la lithographie optique, nous utilisons des résines photosensibles qui subissent un rayonnement ultraviolet

à travers un masque formé de zones opaques et transparentes. Il existe deux types de résines photosensibles :

- la résine positive pour laquelle la partie exposée à la lumière devient soluble au révélateur et où la portion de résine photosensible non exposée reste insoluble ;
- la résine négative pour laquelle la partie exposée à la lumière devient insoluble au révélateur et où la portion de résine photosensible non exposée reste soluble.

Contrairement à la lithographie électronique, toute la surface du substrat est irradiée en une seule fois d'où un gain de temps considérable pour produire un nombre important de substrats comportant beaucoup de motifs.

Matériels

Toujours dans l'optique d'améliorer la qualité des échantillons, nous utilisons désormais des wafers de silicium fortement dopés p et qui ont l'avantage d'avoir déjà subi une oxydation de haute qualité. L'épaisseur totale d'oxyde est de 300 nm et nous verrons que cette épaisseur relativement importante est indispensable pour la suspension de nanorésonateurs par la technique de gravure d'une partie du SiO_2 suivie d'un séchage supercritique. Les wafers ne sont plus pré-découpés puisque l'insolation se fait sur toute leur surface.

Avec les moyens techniques de l'Institut de Microélectronique Electromagnétisme et Photonique, nous avons dessiné et fait fabriquer un masque 4" avec une résolution de $1\ \mu\text{m}$ que nous utilisons avec une résine (référence AZ5214E) qui a la particularité de pouvoir être négative ou positive. La photolithographie est réalisée à la plate-forme technologique Nanolyon soit sur un photomasqueur Karl-Suss MA-750 soit sur un MJB3 de la même marque. L'épaisseur de résine est de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$ et nous avons choisi de procéder à une photolithographie négative qui implique une double insolation avec cette résine AZ5214E. En effet, en plus d'une radiation classique au travers du masque il est nécessaire d'effectuer une seconde radiation complète du substrat. Ensuite les étapes de métallisation et de « lift-off » restent semblables à la lithographie électronique.

Résultat

Au final, la lithographie optique nous permet d'obtenir des « wafers » d'une taille de 3" pouvant être découpés en plus d'une trentaine de substrats avec des motifs variés (Figure 2.15). Par exemple l'espacement entre deux électrodes peut varier de $1\ \mu\text{m}$ à $8\ \mu\text{m}$ ou encore des motifs spécialement dédiés aux mesures très haute fréquence sont intégrés au

masque. De plus, toute la surface du substrat est recouverte de motifs, ce qui permet d'augmenter considérablement les chances d'obtenir des nanorésonateurs suspendus entre deux électrodes comme nous le verrons par la suite.

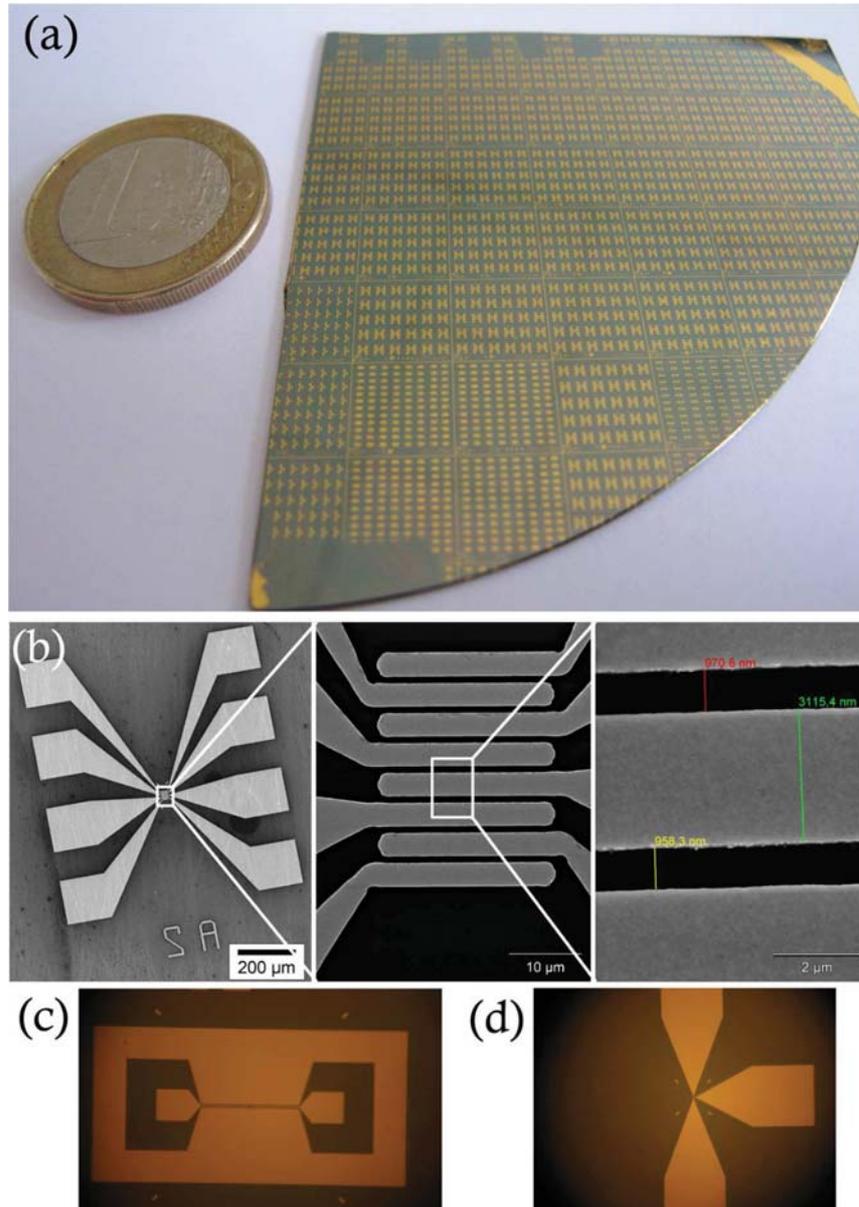


Figure 2.15 – (a) Photo d'un wafer 3" obtenu à partir d'une photolithographie dont les électrodes sont métallisées avec de l'or. (b) Images MEB d'un motif classique avec des électrodes de contact espacées d'environ 1 μm. (c) Photo d'un motif dédié aux mesures très haute fréquence. (d) Photo d'un motif pour une configuration transistor avec grille localisée.

Optimisation

Dans le but d'optimiser le procédé, des tests avec le palladium en remplacement de l'or ont également été effectués. Le palladium est réputé pour être le meilleur métal à utiliser avec des nanotubes de carbone car il possède un travail de sortie parfaitement adapté à ce type d'échantillons [Javey *et al.* 2003, Babić *et al.* 2004]. Toutefois nous avons rencontré des problèmes technologiques notamment lors de la croissance de nanotubes sur ces électrodes en palladium. L'hydrogène est indispensable pour la synthèse de nos nanotubes et il a la particularité de se diffuser dans le palladium ce qui dans notre cas, provoque une détérioration des électrodes (Figure 2.16). Le palladium étant perméable sélectivement à l'hydrogène, il sert souvent dans la purification de ce gaz et il sert également de catalyseur pour des réactions mettant en jeu l'hydrogène. C'est pour cette raison que les nanofils de palladium peuvent servir de détecteur d'hydrogène [Walter *et al.* 2002] ou que les membranes en palladium permettent de filtrer l'hydrogène, notamment dans les piles à combustible [Lin et Rei 2000].

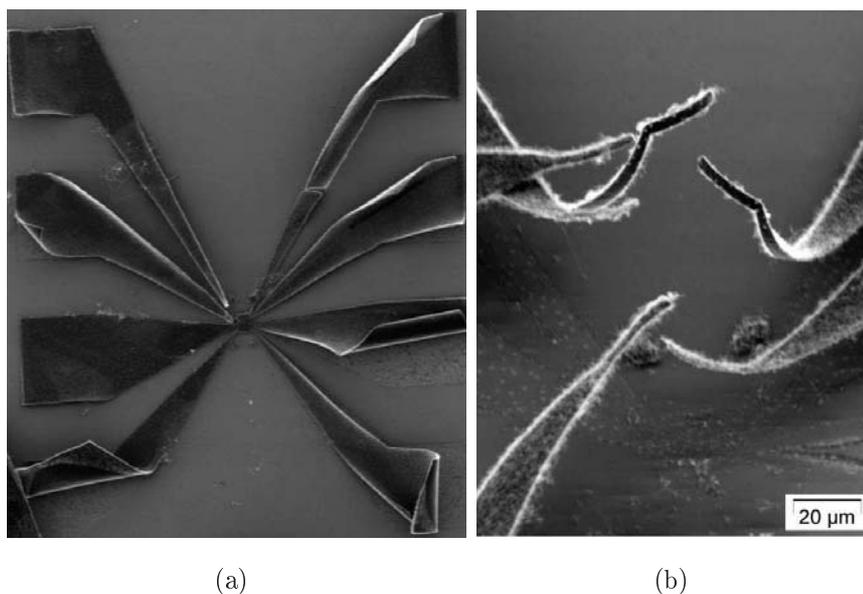


Figure 2.16 – (a) Photo MEB d'un motif en palladium après synthèse par CVD.
(b) Zoom sur les électrodes de contact qui se sont décollées du substrat.

Pour améliorer le taux de nanorésonateurs suspendus avec la méthode de croissance directe sur les électrodes, la photolithographie a également été optimisée afin d'obtenir des électrodes avec une hauteur plus importante. En utilisant une nouvelle résine (TI-35) et une déposition du métal par canon à électrons, nous avons pu atteindre une hauteur d'électrode de plus de 400 nm au lieu des 200 nm initialement (Figure 2.17). Le changement

de résine et de sa hauteur finale a demandé des ajustements sur les paramètres de la photolithographie (temps et durée d'exposition, durée du recuit de la résine ...). Nous pouvons observer sur la photo MEB de la figure 2.17(b) que le dépôt de chrome semble s'étaler au fond. Il est possible que cette anomalie soit due à un effet de mouillage du chrome sur le SiO_2 avec cette technique de métallisation. Toutefois, cela ne provoque pas de court-circuit entre deux électrodes adjacentes et la couche d'or, quant à elle, reste bien homogène et respecte l'ouverture supérieure de la résine. Même si les tests se sont avérés concluants, nous n'avons pas exploré l'optimisation et l'utilisation de cette méthode au maximum de son potentiel. En effet, c'est à ce moment là que nous avons commencé la mise en suspension des nanorésonateurs par gravure du SiO_2 et séchage supercritique, méthode qui ne nécessite pas une hauteur élevée des électrodes.

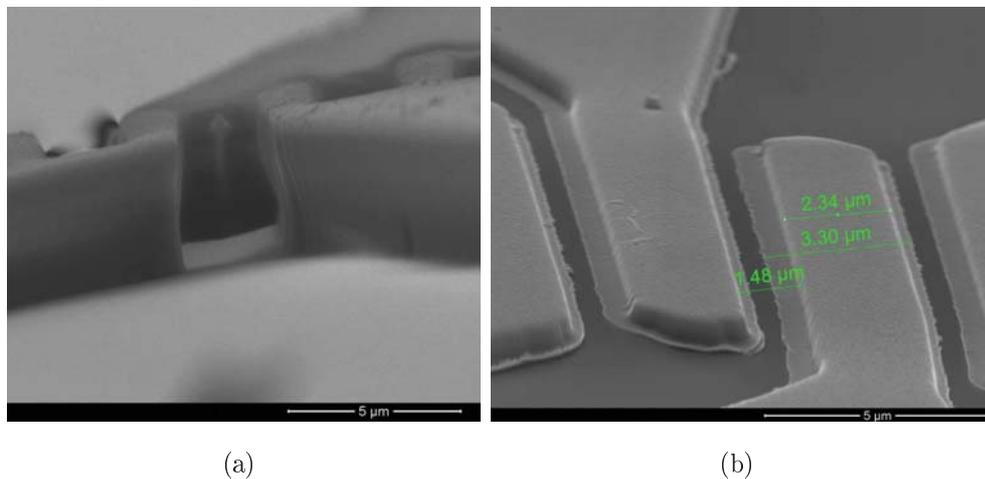


Figure 2.17 – (a) Photo MEB du profil obtenu avec la résine TI35 après photolithographie. (b) Photo MEB d'un motif réalisé avec la résine TI35 et une métallisation par canon à électrons. La couche de chrome est étalée sur l'oxyde mais ne provoque pas de court-circuit entre les électrodes.

2.4.3 Dépôt aléatoire

Cette technique est uniquement dédiée aux nanofils et aux nanotubes multifeuillets car ces résonateurs ont des diamètres relativement importants (supérieurs à 20 nm). Cette méthode consiste à maîtriser la concentration de nanorésonateurs dans une solution afin d'obtenir un seul nanotube ou nanofil suspendu entre deux électrodes lors du dépôt de la solution sur le substrat. C'est pour cette raison que le fait d'avoir des motifs sur toute la surface du substrat permet de grandement améliorer le taux de succès. Nous

avons choisi l’isopropanol comme alcool car il s’évapore rapidement en laissant peu de trace sur le substrat.

Les nanotubes obtenus par PECVD doivent tout d’abord être séparés du substrat sur lequel ils ont été synthétisés. Pour cela, on place le substrat dans un bain à ultrasons de façon à découper les nanotubes au niveau de leur base (Figure 2.18(a)). La puissance des ultrasons doit permettre de découper les nanotubes du substrat sans toutefois les casser en morceaux trop petits. Pour les nanofils, cette étape diffère légèrement car ils ne sont pas attachés sur un substrat mais par contre ils sont emmêlés et très longs. Pour les démêler et les découper, nous plaçons une partie du feutre dans de l’isopropanol et nous utilisons une sonde à ultrasons puissante pendant plusieurs dizaines de minutes. Après cette première étape, nous obtenons une solution mère contenant une grande quantité de nanorésonateurs. Nous procédons à un premier dépôt sur un substrat afin d’estimer la concentration en nanorésonateurs de cette solution (Figure 2.18(b) et 2.18(c)). Ce dépôt consiste à prélever une faible quantité de la solution avec une pipette puis à déposer une goutte au centre du substrat. L’isopropanol s’évapore rapidement et les nanorésonateurs adhèrent aux électrodes grâce aux forces de van der Waals prédominantes avec des objets de taille nanométrique. Plus d’un an après le dépôt initial, nous avons pu observer que les nanorésonateurs sont toujours en place (Figure 2.19).

Pour parvenir à obtenir un seul nanotube ou nanofil suspendu entre deux électrodes, nous testons et optimisons la concentration en nanorésonateurs d’une solution fille obtenue par dilution de la solution mère. Avant chaque dilution et déposition, il est indispensable de bien mélanger la solution mère dans un bain à ultrason pour séparer les nanorésonateurs qui, au fil du temps, ont tendance à s’agglomérer. Nous avons testé plusieurs variantes pour optimiser la déposition des nanorésonateurs telles que :

- le chauffage du substrat lors du dépôt de la solution afin que l’isopropanol s’évapore instantanément ;
- le dépôt de plusieurs gouttes d’une solution très faiblement concentrée ;
- le trempage du substrat dans la solution en variant la durée et le nombre des trempes ;
- le séchage de la goutte avec un flux d’azote dans le but d’accentuer la direction des nanorésonateurs déposés ;
- le nettoyage du substrat après dépôt avec du papier optique non pelucheux pour éliminer les paquets de nanorésonateurs ;
- diverses combinaisons des précédentes techniques.

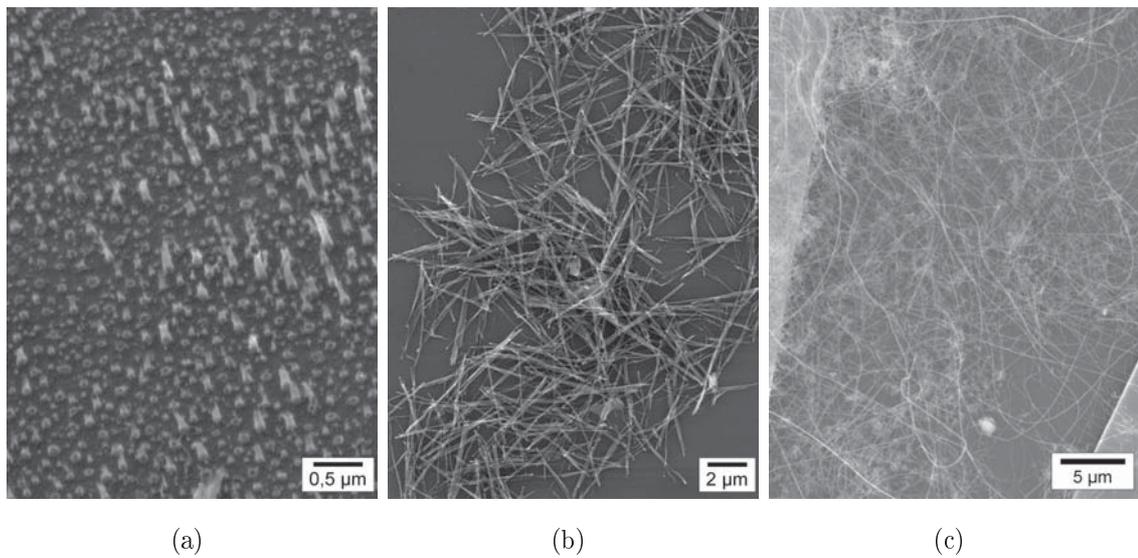


Figure 2.18 – *Images MEB*

(a) d'un substrat après découpage des nanotubes PECVD dans un bain à ultrason. Concentration élevée d'une solution mère (b) de nanotubes PECVD (c) de nanofils SiC

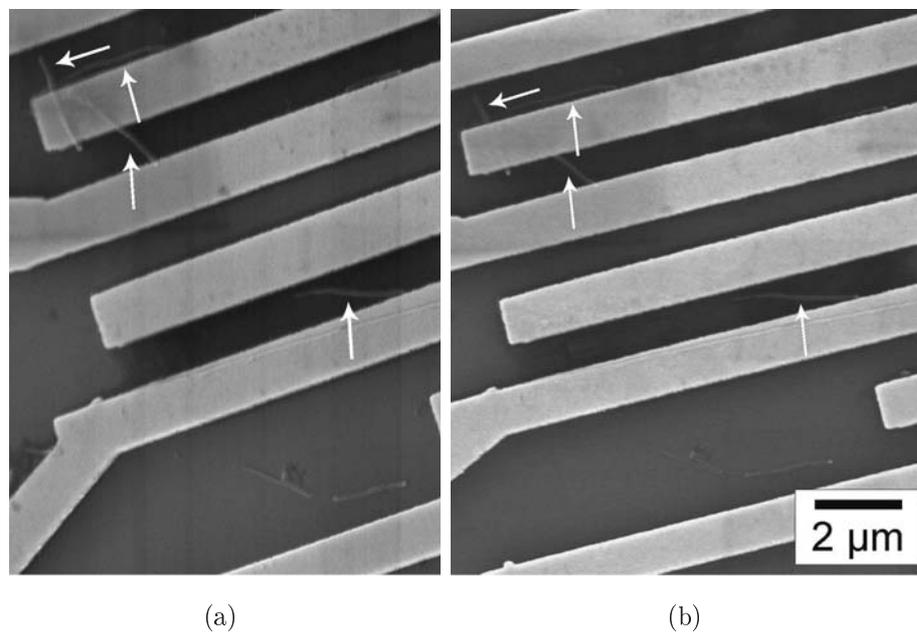


Figure 2.19 – *Images MEB d'un motif avec des nanotubes PECVD déposés aléatoirement le 23 novembre 2006 : (a) photo prise le 24 novembre 2006 et (b) photo datant du 14 décembre 2007. Les nanotubes sont toujours à la même position un an après le dépôt initial.*

Au final, le dépôt de plusieurs gouttes d'une solution avec une concentration très faible combiné à un séchage du substrat nous a permis d'obtenir le meilleur taux de nanorésonateurs suspendus individuellement entre deux électrodes (Figure 2.20).

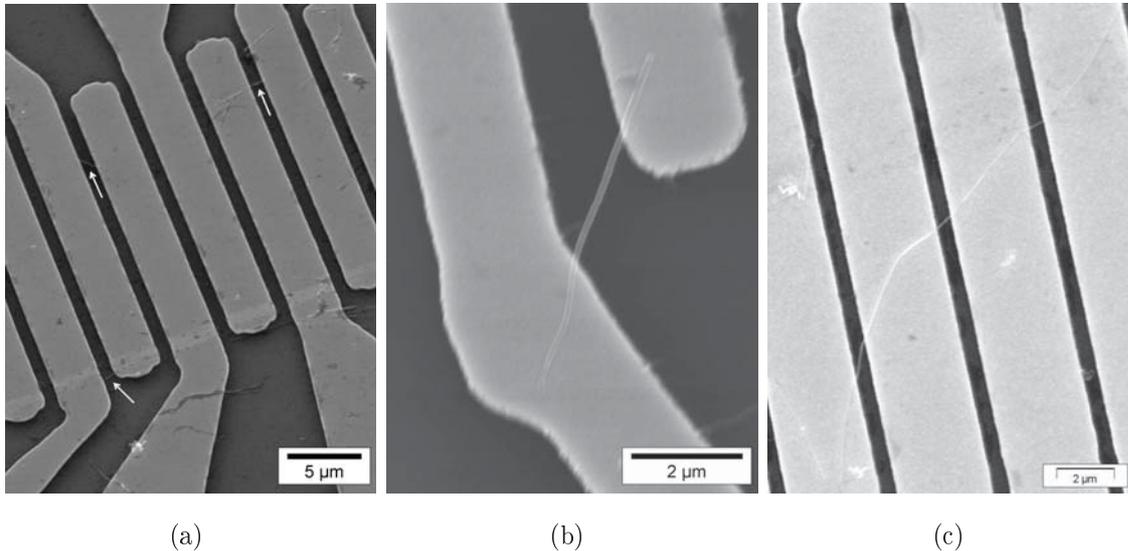


Figure 2.20 – Images MEB de nanorésonateurs suspendus par dépôt aléatoire. (a) Optimisation de la concentration de nanotubes PECVD : trois nanorésonateurs suspendus individuellement entre deux électrodes. (b) Zoom sur un nanotube PECVD suspendu. (c) Long nanofil SiC suspendu entre quatre électrodes.

2.4.4 Croissance directe sur substrat lithographié

Cette technique de mise en suspension est uniquement utilisée avec les nanotubes monofeuillets car les spécificités de la croissance CVD rendent difficile la mise en solution de tels nanorésonateurs. En effet, compte tenu de leur diamètre extrêmement faible (quelque nanomètres), ces nanotubes sont fortement attachés au substrat sur lequel ils sont synthétisés. De plus, lors de l'évaporation de la solution, les forces de capillarité provoquent l'affaissement des nanotubes monofeuillets qui se collent au substrat.

Maîtrise de la densité de nanotubes

La première étape consiste à contrôler la densité de nanotubes obtenue lors de la synthèse CVD sur les substrats lithographiés. Ce paramètre est principalement déterminé par la concentration en molécules de fer du catalyseur car la technique de dépôt du catalyseur et la synthèse CVD sont toujours strictement identiques. Une multitude de

concentrations différentes en particules de fer ont été testées et une caractérisation systématique de la densité de nanotubes obtenue est effectuée par l'intermédiaire de photos MEB (Figure 2.21). D'après ces photos, il est très difficile de déterminer une différence notable de densité lorsque que la concentration est élevée (supérieure à $40\mu\text{g/mL}$) car nous observons un « tapis » de nanotubes très dense. Toutefois il est apparu à plusieurs reprises des incohérences sur la densité de nanotubes obtenue en fonction du catalyseur utilisé. Ce nouveau paramètre qui intervient sur la quantité de nanotubes synthétisés est attribué à la vétusté du catalyseur malgré une agitation permanente de la solution. Par conséquent, il devient important de réaliser des synthèses à partir de catalyseur préparé depuis moins d'un mois.

Sur certaines photos MEB, nous observons des déformations voire même des trous sur les électrodes dont l'épaisseur d'or est inférieure ou égale à 200 nm. Malgré l'excellente pureté des matériaux utilisés, il se forme des cloques sur les électrodes lorsqu'elles sont soumises pendant plusieurs heures à une température de 900°C même si l'atmosphère est saturée en argon en dehors du temps de synthèse. Ceci est un véritable handicap lorsque nous plaçons des pointes en contact avec les plots pour réaliser des mesures. En effet, ces plots se détériorent rapidement et nous privent de mesures répétitives. Par conséquent nous avons augmenté l'épaisseur d'or déposé pour atteindre jusqu'à 400 nm de hauteur totale. Ce type d'électrodes a montré une parfaite tenue à la haute température nécessaire à la synthèse et les plots en or restent d'une excellente qualité après plusieurs mises en contact des pointes. Instinctivement, cette augmentation de la hauteur des électrodes doit nous permettre d'améliorer le taux de suspension de nanotubes étant donné que le rapport de forme entre la hauteur et la distance inter-électrodes augmente. Toutefois, les synthèses CVD réalisées sur ce type de motifs font apparaître un problème supplémentaire au niveau des électrodes et particulièrement au niveau des électrodes de contact. La densité de nanotubes est beaucoup plus faible dans ces zones par rapport au reste de la surface du substrat. Nous sommes persuadés que ce problème provient de la hauteur des électrodes car ce phénomène s'accroît avec l'augmentation de cette hauteur. Les électrodes jouent un rôle de barrière au début de la croissance et repoussent les nanotubes qui ont tendance à croître dans une direction opposée aux électrodes. Cet élément perturbe énormément la faisabilité de cette technique car pour obtenir une densité faible de nanotubes entre deux électrodes de contact, cela impose une grande densité de nanotubes sur le reste de la surface du substrat. Il en résulte alors une connexion entre les différentes électrodes par le « tapis » de nanotubes qui rend impossible l'étude d'un nanotube individuel.

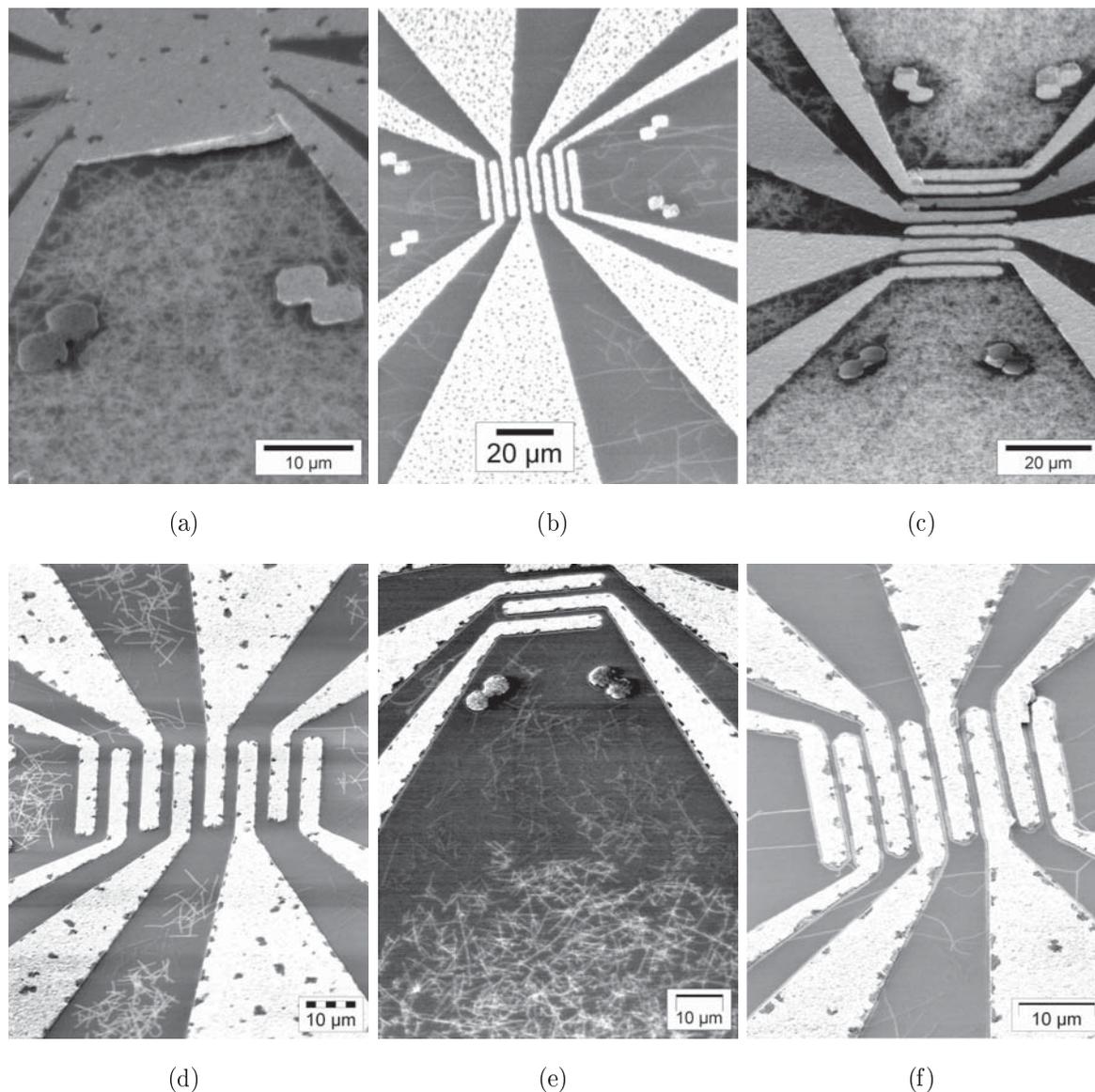


Figure 2.21 – Images MEB de nanotubes monofeuillets synthétisés par CVD sur substrats lithographiés avec différentes concentrations du catalyseur (a) 143 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (b) 105 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (c) 45 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (d) 37 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (e) 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (f) 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$.

Le meilleur taux de nanotubes chevauchant les électrodes de contact sans poser de problème de densité élevée sur le substrat est obtenu avec une concentration en particules de fer de 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$. En dessous de cette valeur, trop peu de nanotubes sont observés dans la zone qui nous intéresse.

Optimisation de l'orientation préférentielle des nanotubes

Afin d'augmenter les chances d'obtenir des nanotubes suspendus entre deux électrodes, il est primordial d'optimiser l'orientation préférentielle des nanotubes lors de la synthèse. A partir des nombreuses synthèses destinées à maîtriser la densité de nanotubes, nous avons remarqué que la croissance des nanotubes s'orientait principalement suivant la direction du flux de gaz instauré pendant la synthèse. Cette orientation intervient uniquement lorsque la quantité de nanotubes synthétisés est faible, c'est à dire quand la concentration du catalyseur est inférieure à $20 \mu\text{g/mL}$. En effet, de la même manière que les électrodes peuvent provoquer un changement de direction de la croissance des nanotubes, les nanotubes peuvent se percuter entre eux et provoquer une synthèse désordonnée comme nous l'observons dans les « tapis ». Ainsi, avec une solution catalytique optimale, nous plaçons systématiquement les électrodes de contact perpendiculairement à la direction du flux de gaz. Nous avons également perfectionné le design de la nacelle supportant les substrats dans le four afin qu'elle ne provoque que des perturbations mineures du flux (tourbillonnement, changement de direction ...). De même, la position des différents substrats dans la nacelle est agencée de façon à ce que les gaz puissent « lécher » la surface de tous les substrats de manière homogène. Les nanotubes obtenus montrent bien un alignement dans le sens du flux et atteignent des longueurs jusqu'à plusieurs dizaines de micromètres (Figure 2.22).

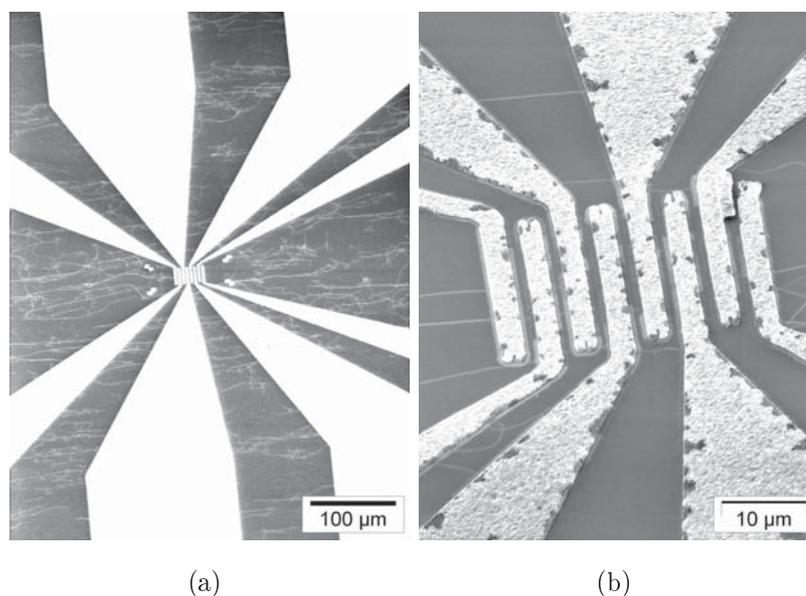


Figure 2.22 – Images MEB de croissances de nanotubes monofeuillets orientés suivant la direction du flux de gaz.

Résultats et problèmes rencontrés

D'autres équipes étudient la possibilité de suspendre un nanotube monofeuillet avec une croissance directe sur les électrodes. Récemment, [Marcus *et al.* \[2009\]](#) ont développé un modèle permettant de prédire le taux de chance de mise en suspension avec cette méthode en fonction de la distance inter-électrodes et du diamètre du nanotube. D'après ce modèle, la distance inter-électrodes de nos motifs (entre 1 et 2 μm) et le diamètre estimé de nos nanotubes monofeuillets (entre 1 et 2 nm) nous placent dans des conditions limites pour parvenir à suspendre nos nanotubes avec cette technique. En pratique, nous vérifions très bien ce modèle puisque nous avons réussi à maîtriser partiellement la mise en suspension de nanotubes monofeuillets (Figure 2.23). L'observation des nanotubes suspendus entre les électrodes est extrêmement difficile à cause de l'effet de charge sur les électrodes en or. Un réglage minutieux de la luminosité et du contraste est indispensable pour visualiser correctement les nanotubes avec le MEB utilisé (Hitachi S-800).

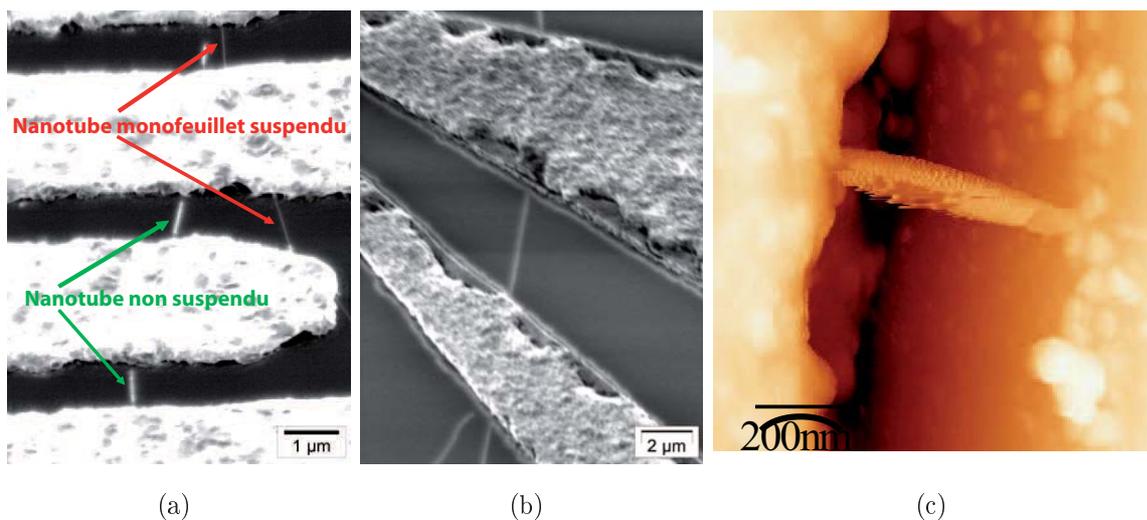


Figure 2.23 – (a) et (b) Images MEB de nanotubes monofeuillets suspendus par croissance directe sur motifs lithographiés. (c) Image AFM en mode tapping d'un nanotube suspendu. Ce dernier vibre à cause des interactions avec la pointe AFM d'où la visualisation de l'enveloppe des oscillations.

Cette technique a montré quelques limites dans la reproductibilité de l'orientation préférentielle de la croissance à cause du problème de hauteur des électrodes qui ont tendance à repousser les nanotubes lors de la synthèse. Aussi une attention particulière doit être apportée à la qualité de la solution catalytique. Il est notamment très important de surveiller le vieillissement de cette solution pour maintenir une reproductibilité de

la densité de nanotubes synthétisés. Cela permet également de s'affranchir du problème d'agglomération des particules de fer qui peuvent provoquer l'apparition de nanotubes multifeuillets. L'ensemble des difficultés rencontrées lors de la mise au point de cette technique nous a décidés à étudier une voie différente pour suspendre les nanotubes monofeuillets.

2.4.5 Gravure du SiO_2 et séchage supercritique au CO_2

Cette méthode nécessite des étapes supplémentaires par rapport à la croissance directe sur substrats lithographiés (Figure 2.24). L'optimisation de la synthèse des nanotubes monofeuillets afin de maîtriser à la fois leur densité et leur orientation reste un élément primordial. Avec cette technique, la synthèse des nanotubes est réalisée directement sur le substrat avant la réalisation des motifs. Les paramètres utilisés pour cette synthèse sont exactement identiques aux paramètres optimaux permettant d'obtenir une faible densité de nanotubes orientés suivant une direction principale.

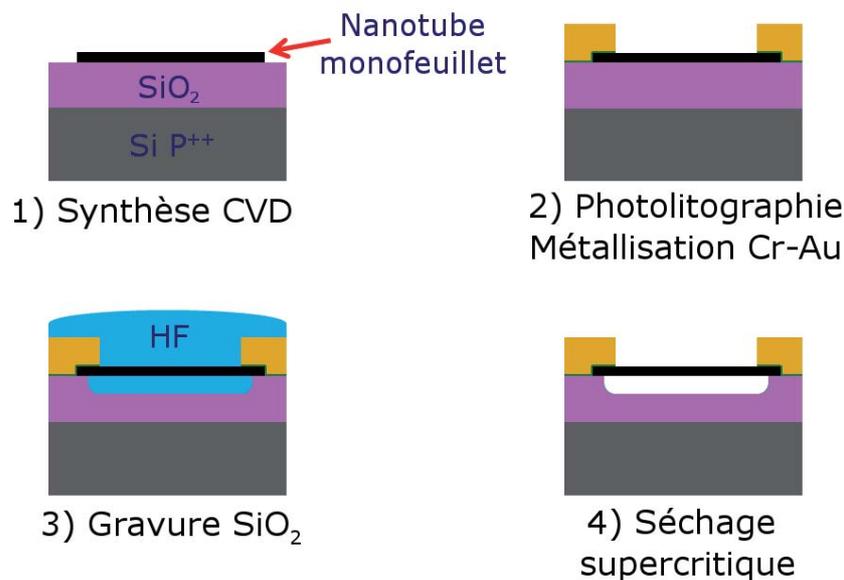


Figure 2.24 – Étapes récapitulatives de la suspension d'un nanotube monofeuillet par gravure du SiO_2 et séchage supercritique CO_2 . La synthèse CVD des nanotubes est effectuée sur un substrat vierge puis les électrodes en or sont fabriquées par dessus. Ensuite, une partie de l'oxyde de silicium est gravée par une solution à base d'acide fluorhydrique et un séchage supercritique au CO_2 est réalisé pour suspendre les nanotubes.

La deuxième étape consiste à réaliser la photolithographie et la métallisation des électrodes directement sur les nanotubes. Les électrodes de contact doivent être placées perpendiculairement à l'orientation préférentielle des nanotubes. L'épaisseur d'or déposée est de seulement 150 nm à 200 nm car les électrodes restent parfaitement stables mécaniquement vu qu'elles ne subissent pas de montée en température à 900°C.

Gravure du dioxyde de silicium

Ce type de mise en suspension des nanotubes nécessite une gravure chimique d'une partie de la silice par une solution à base d'acide fluorhydrique. Ensuite, il est primordial de garder constamment les nanotubes dans un milieu liquide jusqu'à l'étape de séchage supercritique qui permet d'évaporer instantanément la solution liquide. Cette étape est indispensable pour s'affranchir du collage des nanotubes sur le substrat par capillarité lors d'une évaporation progressive du milieu liquide.

Pour la gravure, nous utilisons une solution diluée à base d'acide fluorhydrique (Oxyde Etch 7 :1 modified) qui permet de graver 80 nm de dioxyde de silicium par minute. Ce type de gravure présente une bonne sélectivité des matériaux mais est fortement isotrope. L'épaisseur initiale de SiO_2 sur nos substrats est de 300 nm et nous devons graver seulement une partie de cet oxyde. En effet, dans la configuration transistor, le substrat sert d'électrode de grille et il est important de laisser une couche de silice jouer le rôle d'isolant. Cela permet notamment d'éviter que des nanotubes non suspendus soient en contact à la fois avec la grille et les électrodes de drain ou de source. Aussi, les électrodes en or servent de masque lors de la gravure. Compte tenu du comportement isotrope de cette gravure chimique et de la faible largeur des électrodes de contact (jusqu'à 1 μm au minimum), il est indispensable de maintenir une bonne surface de contact entre les électrodes et le substrat pour conserver une bonne tenue mécanique des motifs.

Par conséquent, le meilleur compromis qui satisfait l'ensemble de nos contraintes a abouti à une épaisseur de silice gravée d'environ 160 nm soit un temps de gravure de deux minutes. Pour stopper rapidement la gravure, les substrats sont plongés dans de l'eau distillée puis rincés abondamment pendant au moins cinq minutes de façon à annihiler complètement le phénomène de gravure. Lors de chaque transfert d'une solution à une autre, un ménisque doit être maintenu sur le substrat pour constamment conserver un milieu liquide.

Séchage supercritique

L'état supercritique a été découvert en 1822 par le baron Charles Cagniard de La Tour. Pendant les années 30, afin d'annuler les pressions capillaires lors du séchage des gels de silice, la méthode du séchage supercritique a été mise en place [Kistler 1932]. Initialement, cette technique fut utilisée avec différents solvants (isopropanol, acétone, éthanol ...) puis l'usage du dioxyde de carbone s'est imposé à la fin des années 70. Par rapport aux solvants, le dioxyde de carbone se distingue par sa température supercritique modérée ($T_{cCO_2} = 31.1^\circ\text{C}$) tandis que sa pression supercritique est du même ordre ($P_{cCO_2} = 73.8 \text{ bar}$). De plus, il est ininflammable, peu cher, non toxique et son principal avantage pour notre application est sa miscibilité avec un grand nombre de solvants organiques usuels.

Le principe de cette méthode consiste à éliminer l'impact de la tension de surface en opérant aux conditions supercritiques du dioxyde de carbone en contournant son point critique. En effet, dans le diagramme de phase pression-température, il existe un domaine pour lequel la phase gaz et la phase liquide ne sont plus discernables et ne forment plus qu'une seule phase (Figure 2.25). Il s'agit du domaine supercritique atteint quand la pression et la température du CO_2 dépassent les coordonnées du point critique (point C). Dans ces conditions, la différence de densité entre les deux phases disparaît annihilant ainsi la tension superficielle.

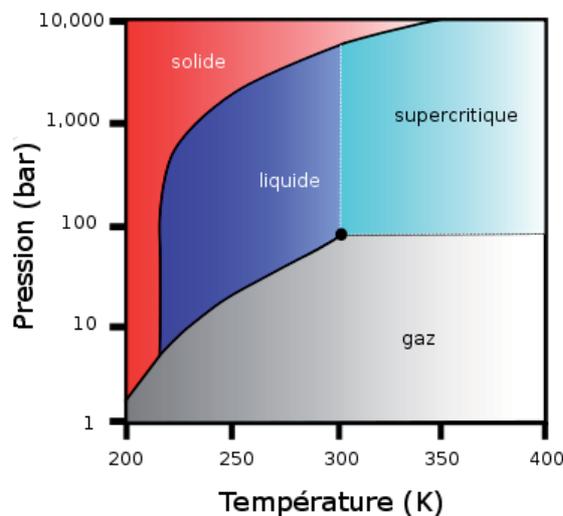


Figure 2.25 – Diagramme de phase pression-température du dioxyde de carbone montrant le point critique C ($T_{cCO_2} = 31.1^\circ\text{C}$; $P_{cCO_2} = 73.8 \text{ bar}$).

La procédure expérimentale se déroule en plusieurs étapes (Figure 2.26). Les échantillons sont introduits dans l'autoclave où ils sont immergés dans du méthanol qui est miscible avec le CO_2 . Ainsi l'exécution des étapes successives de purges du solvant par le dioxyde de carbone est possible. Nous utilisons du CO_2 à une pression de 50 bar. Par conséquent, le système doit être refroidi à une température inférieure à 10°C , typiquement 5°C , et cette température est stabilisée durant tout le processus de purge pour s'assurer de rester dans les conditions du dioxyde de carbone liquide. Pendant toute la purge, une quantité minimale de liquide est constamment conservée dans l'enceinte de façon à ce que les échantillons soient toujours maintenus dans un milieu liquide. Ainsi, nous procédons à au moins dix purges successives pour s'assurer que l'ensemble du solvant est évacué de l'enceinte à la fin de cette étape.

Quand il reste essentiellement du CO_2 liquide dans l'autoclave, nous commençons à chauffer lentement le système et la pression augmente régulièrement. Lorsque l'on atteint les conditions supercritiques ($T_{c\text{CO}_2}$; $P_{c\text{CO}_2}$) le CO_2 liquide devient instantanément un fluide supercritique. Nous continuons à chauffer l'enceinte jusqu'à une température de 38°C pour avoir une marge confortable qui permet de conserver l'état supercritique. Enfin, la température est stabilisée à 38°C et nous commençons à dépressuriser très lentement l'enceinte par l'intermédiaire d'une vanne micro-fuite afin d'éviter la création de condensation dans l'enceinte. Une fois l'autoclave ramenée à pression atmosphérique, les échantillons peuvent être récupérés puis caractérisés au MEB (Figure 2.27).

Bien que cette technique de mise en suspension soit plus fastidieuse que la croissance directe sur substrat lithographié, elle permet d'obtenir un taux de nanotubes suspendus nettement supérieur. Toutefois, il est indispensable que les nanotubes soient parfaitement rectilignes et orientés perpendiculairement aux électrodes de contacts. Sinon, malgré le succès du séchage supercritique, un nanotube trop « détendu » entre deux électrodes adhèrera forcément sur le substrat. Nous présenterons essentiellement les caractérisations mécaniques de ce type d'échantillons dans le chapitre 5.

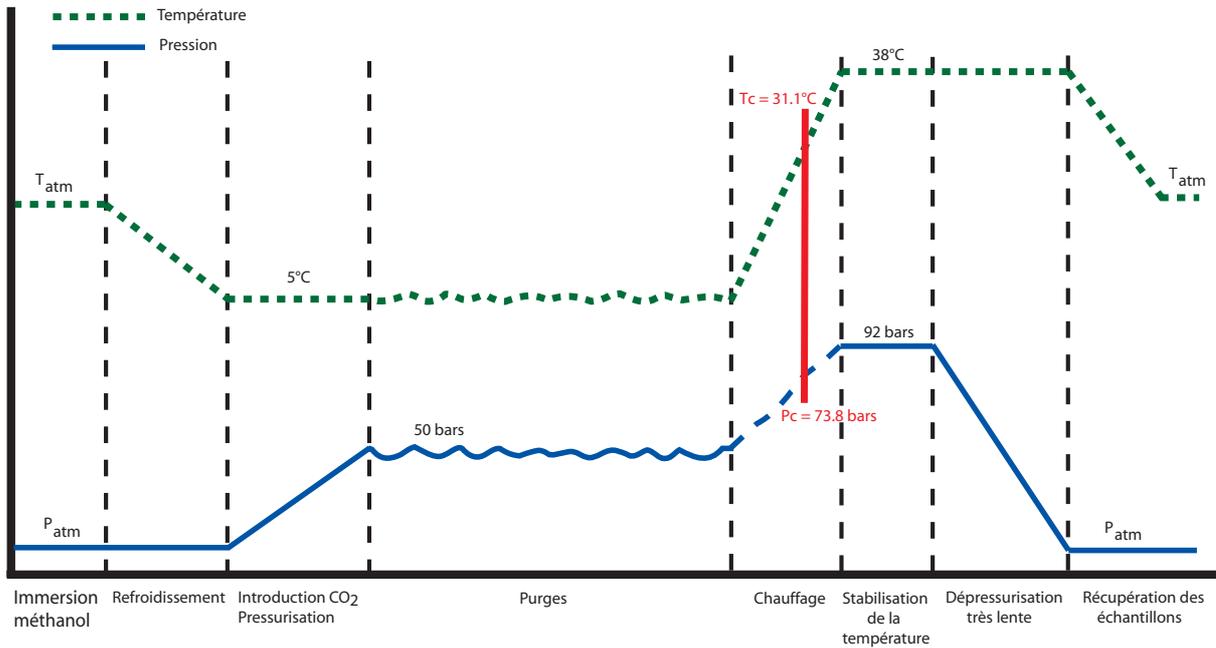


Figure 2.26 – Schématisation des étapes du séchage supercritique au CO_2

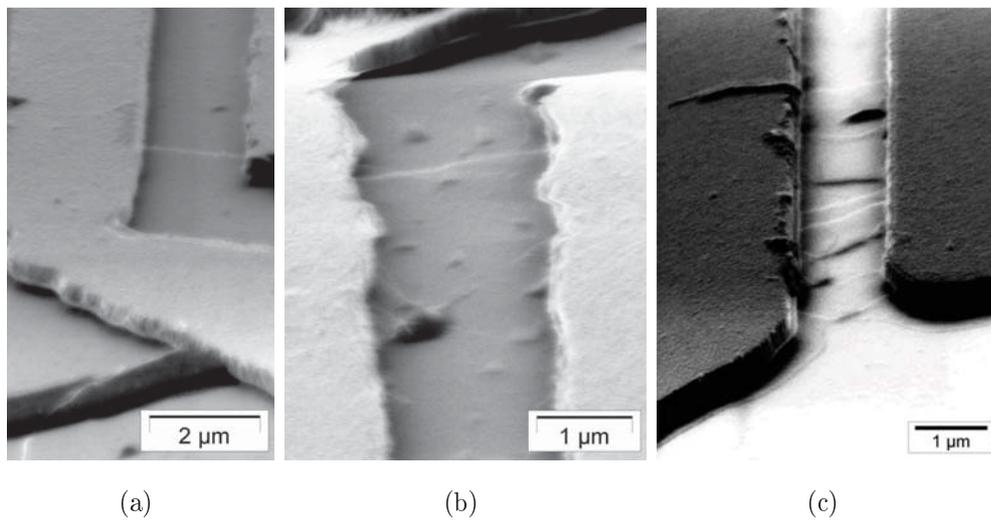


Figure 2.27 – Images MEB de nanotubes monofeuillets suspendus après gravure du SiO_2 et séchage supercritique au CO_2

2.5 Conclusion

La première partie de ce chapitre était consacrée à la présentation des deux configurations de NEMS étudiées lors de nos recherches ainsi que les techniques de production de nanotubes et nanofils nécessaires pour concevoir nos NEMS. Nous avons vu que l'utilisation d'échantillons variés implique l'emploi de techniques parfaitement adaptées à la configuration du NEMS désirée tout en optimisant la qualité des échantillons. Les différents procédés de caractérisations à notre disposition (MEB, TEM, AFM, Raman) ont permis de spécifier la nature, la qualité ainsi que les paramètres géométriques de nos différents nanorésonateurs.

Dans la deuxième partie de ce chapitre nous avons détaillé les différentes étapes indispensables pour créer un NEMS dans les configurations « encastrée-libre » et « encastrée-encastrée ». Pour la première configuration, nous avons vu que la préparation de la pointe et de la colle sont primordiales. Le collage de nanorésonateurs sous un microscope optique est très pratique pour les échantillons de tailles relativement élevées mais l'utilisation d'un MEB avec un nano-manipulateur permet le collage d'échantillons plus fins et surtout une meilleure sélectivité.

La réalisation de NEMS en configuration « encastrée-encastrée » nécessite un travail de lithographie en salle blanche. La lithographie électronique est un outil puissant pour concevoir et valider des structures avec une faible résolution. Cependant le temps nécessaire pour fabriquer une structure peut-être grandement réduit en utilisant un procédé de photolithographie si celui-ci possède une résolution suffisante. Une fois les électrodes en or obtenues, il existe trois techniques différentes pour obtenir un nanorésonateur suspendu. Le dépôt aléatoire destinés aux nanofils ou nanotubes multifeuillets nécessite une optimisation de la concentration de la solution ainsi que de la technique de dépôt. Les résultats obtenus avec les deux types d'échantillons sont très satisfaisants. La suspension de nanotubes monofeuillets est possible en réalisant la croissance directement sur les électrodes en optimisant la concentration du catalyseur ainsi que l'orientation des nanotubes. Cette technique nous a permis d'obtenir des nanotubes suspendus mais les difficultés rencontrées au niveau de sa reproductibilité sont contraignantes. La dernière méthode de mise en suspension par gravure d'une partie du SiO_2 couplée à un séchage supercritique au CO_2 nécessite plus d'étapes technologiques mais donne le meilleur taux de suspension de nanotubes monofeuillets.

Chapitre 3

Nanomécanique et émission de champ

Sommaire

3.1 Introduction	75
3.2 Principe de l'émission de champ	76
3.2.1 Avant-propos	76
3.2.2 Modélisation de Fowler et Nordheim	77
3.2.3 Influence de l'effet de pointe et du champ électrique sur l'EC à base de nanorésonateurs	79
3.3 Systèmes Expérimentaux	81
3.3.1 Système sous Ultra Haut Vide	81
3.3.2 Adaptation d'un MEB et d'un TEM	87
3.4 Etudes de propriétés mécaniques	89
3.4.1 Modèle théorique : Influence des conditions aux limites	89
3.4.2 Validation du modèle par l'expérimentation	98
3.4.3 Mesure expérimentale du module de Young	101
3.4.4 Etude du facteur de qualité	107
3.5 Nanoradio par Emission de Champ	110
3.5.1 Contexte et principe	110
3.5.2 Modulation AM et FM	112
3.5.3 Démodulation	113
3.5.4 Expérimentation	118
3.5.5 Exploitation des résultats	123
3.5.6 Limitations et perspectives	126
3.6 Conclusion	128

3.1 Introduction

Les premières études effectuées par notre équipe sur les propriétés mécaniques de Nanotubes de carbone à partir du phénomène d'émission de champ datent de 2002. Ainsi, il a été démontré que la force électrostatique résultant du champ électrique intense sur l'extrémité libre du nanorésonateur permet d'accorder la fréquence de résonance [Purcell *et al.* 2002b]. Cette technique de caractérisation possède un avantage unique et indéniable puisqu'elle est la seule à permettre de voir l'évolution de l'extrémité du résonateur.

Après un rappel des concepts de l'EC utilisés pour interpréter nos résultats, nous développerons les différents systèmes expérimentaux qui nous permettent d'étudier nos nanorésonateurs. Nous disposons d'un système UHV dédié à la nanomécanique et nous avons la possibilité d'adapter un MEB et un TEM afin de réaliser nos divers projets.

Nous exposerons ensuite un ensemble d'études de propriétés mécaniques de nanofils SiC effectuées dans le MEB et dans le système UHV. En particulier, nous proposerons un modèle complet pour la configuration encastrée-libre où l'influence des conditions aux limites sur l'évolution des fréquences de résonance est prise en compte. Ce modèle est accompagné d'expériences permettant de valider les principes théoriques ainsi que la concordance entre les mesures réalisées avec et sans EC. Nous présenterons notamment des mesures du module de Young et du facteur de qualité en fonction d'un traitement thermique de l'échantillon.

Enfin nous décrirons une application où l'EC joue un rôle primordial : la nanoradio sous EC. Pour cette nouvelle application des NEMS, nous développerons un modèle expliquant l'origine de la démodulation, par le nanorésonateur, d'un signal modulé soit en amplitude, soit en fréquence. Ce modèle met en valeur l'importance des oscillations, en particulier pour la démodulation d'un signal FM qui est réalisable uniquement lorsque le nanorésonateur entre en résonance. La caractérisation d'une nanoradio réalisée dans un TEM à partir d'un nanotube localisé au bout d'une pointe suivra cette partie théorique afin de valider cette application prometteuse.

3.2 Principe de l'émission de champ

3.2.1 Avant-propos

Les premières expérimentations qui mettent en évidence le phénomène d'EC datent des années 1920. Fowler et Nordheim ont apporté une grande contribution à la compréhension de ce phénomène en développant un modèle théorique qui porte aujourd'hui leurs noms et qui est toujours utilisé. Ce modèle autorise l'estimation de la densité de courant électronique d'une surface métallique soumise à un fort champ électrique [Fowler et Nordheim 1928, Nordheim 1928]. Dans un métal, les électrons sont confinés à l'intérieur du matériau par une barrière de potentiel à la surface qui empêche les électrons de s'échapper. Ainsi, l'extraction d'électrons d'un métal peut s'effectuer par un apport d'énergie afin de permettre aux électrons de passer au dessus de la barrière. Cette énergie supplémentaire peut être fournie sous forme de chaleur (thermoémission) ou sous forme de photons (photoémission). Une autre voie pour extraire les électrons d'un métal réside dans l'abaissement et l'affinement de la barrière de potentiel de surface par l'application d'un champ électrique intense. L'extraction des électrons est alors régie par un effet tunnel à travers la barrière de surface. C'est d'ailleurs cette technique qui est à l'origine de l'appellation « émission de champ ».

La première utilisation de nanotubes de carbone comme source électronique remonte à 1995 [Chernozatonskii *et al.* 1995, Rinzler *et al.* 1995, de Heer *et al.* 1995], date à partir de laquelle la communauté scientifique s'est très fortement intéressée à l'EC de différents types de nanotubes et de nanofils. De nombreux programmes de recherches visent à incorporer ces nanomatériaux dans des dispositifs à émission de champ, que ce soit pour des écrans plats, des sources d'électrons et de rayons X, des faisceaux focalisés pour la lithographie, ... [Xu *et al.* 2003, Xu et Huq 2005]. Un des intérêts des nanotubes ou autres nanofils s'explique par leur rapport longueur/rayon très élevé qui permet l'extraction d'électrons à de faibles tensions. De plus, le développement des techniques de synthèse et de positionnement permet désormais de contrôler, dans certaines conditions, la localisation de ces émetteurs. Aussi, leur grande stabilité chimique et thermique, leur conductivité électrique élevée et enfin leur excellente résistance mécanique, font de ces nanomatériaux des émetteurs idéals [Vincent 2002].

Nous commencerons par développer l'influence d'un champ électrique sur la barrière de potentiel puis nous décrirons la densité de courant d'émission. Ensuite, nous définirons les principaux paramètres intrinsèques de l'EC que nous utiliserons dans nos études de propriétés mécaniques.

3.2.2 Modélisation de Fowler et Nordheim

Déformation de la barrière de potentiel

Considérons le cas d'un métal semi-infini occupant le demi espace $-\infty < x \leq 0$ étudié dans le vide ($x > 0$) (Figure 3.1). En adoptant le modèle des électrons libres proposé par Sommerfield, le potentiel est constant et par convention il est nul au bas de la bande de conduction à l'intérieur du métal. En l'absence d'un champ électrique et pour une température de 0 K, la barrière de potentiel est constante et égale au travail de sortie $\phi = E_{vac} - E_F$ avec E_{vac} l'énergie potentielle du vide et E_F le niveau de Fermi du métal. ϕ correspond donc à l'énergie minimale nécessaire à un électron pour qu'il soit extrait du métal à zéro Kelvin.

Sous l'influence d'un champ électrique F , la barrière de potentiel se déforme et prend une forme triangulaire. Ainsi, l'énergie potentielle est définie par :

$$E_1(x) = E_{vac} - eFx \quad (3.1)$$

avec e la valeur de la charge élémentaire.

D'autre part, le potentiel image nous permet d'admettre que la localisation d'un champ électrique à la surface de l'émetteur accentue le phénomène d'émission en diminuant le travail de sortie apparent d'une quantité $\Delta\phi$ (Figure 3.1). Cet effet découle de la polarisation des électrons dans le métal lorsque'une charge, dénommée charge image, est située au voisinage de la surface. Il en résulte une attraction entre l'électron et cette charge image et l'énergie potentielle qui découle de cet effet s'exprime par :

$$E_2(x) = -\frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{e^2}{4x} \quad (3.2)$$

avec ϵ_0 la permittivité intrinsèque du vide ($\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$).

Finalement, l'expression de l'énergie potentielle combinant la présence d'un champ électrique et le potentiel image est établie pour $x > 0$:

$$E_3(x) = E_1(x) + E_2(x) = E_{vac} - eFx - \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{e^2}{4x} \quad (3.3)$$

D'après l'équation (3.3), cette énergie présente un maximum E_{max} :

$$E_{max} = E_{vac} - \Delta\phi = E_{vac} - e\sqrt{\frac{eF}{4\pi\epsilon_0}} \quad (3.4)$$

positionné en x_{max} :

$$x_{max} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{e}{4\pi\epsilon_0 F}} \quad (3.5)$$

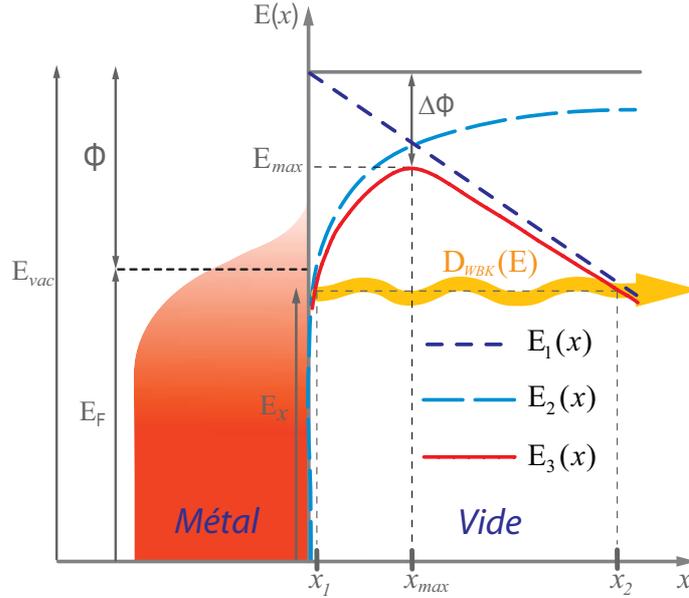


Figure 3.1 – Schéma énergétique définissant la déformation de la barrière de potentiel vue par un électron lors d'une expérience d'émission de champ [Marchand 2009]

Courant d'émission de champ

Si le champ électrique F est suffisamment intense, un électron provenant du métal et percutant la barrière de potentiel a une probabilité $D_{WKB}(E_x)$ de la traverser par effet tunnel. Ce phénomène est responsable de l'apparition d'un courant électrique appelé courant tunnel. Wentzel, Kramers et Brillouin ont exprimé cette probabilité pour un électron soumis à un potentiel $E_3(x)$ dans un état d'énergie E_x [Wentzel 1926] :

$$D_{WKB}(E_x) = \exp \left[-2 \sqrt{\frac{2m_e}{\hbar^2}} \int_{x_1}^{x_2} \sqrt{E_3(x) - E_x} dx \right] \quad (3.6)$$

avec m_e la masse d'un électron et \hbar la constante de Planck réduite. x_1 et x_2 représentent les frontières de la barrière de potentiel avec $E_3(x_{1,2}) = E_x$ (Figure 3.1). L'intégration du potentiel prenant en compte l'effet dû à la charge image dans l'équation (3.6) a été réalisée par Nordheim [1928] :

$$D_{WKB}(E_x) \approx \exp \left[\sqrt{\frac{2m_e}{\hbar^2}} \left(-\frac{4\phi^{3/2}}{3eF} v(y) + \frac{2\sqrt{\phi}}{eF} (E_x - E_F) t(y) \right) \right] \quad (3.7)$$

Les fonctions $v(y)$ et $t(y)$ sont des fonctions elliptiques tabulées où la variable y décrit la variation relative du travail de sortie dû au potentiel de la charge image [Gadzuk et Plummer 1973].

$$y = \frac{\Delta\phi(F)}{\phi} = \frac{1}{\phi} \sqrt{\frac{e^3 F}{4\pi\epsilon_0}} \quad (3.8)$$

L'équation de Fowler-Nordheim décrite à partir de la probabilité D_{WKB} et de la statistique de Fermi-Dirac à $T=0$ K, permet d'exprimer le courant d'émission de champ I_{FN} lorsqu'un champ F est localisé à la surface d'un émetteur. Tenant compte de l'effet de la charge image, l'expression finale est :

$$I_{FN} = A \frac{e^2}{4(2\pi)^2 \hbar \phi t^2(y)} F^2 \exp\left(-\frac{4\sqrt{2m_e} v(y) (e\phi)^{3/2}}{3 \hbar e F}\right) \quad (3.9)$$

avec ϕ exprimé en eV et F en V.cm^{-1} . Pour information, les fonctions $v(y)$ et $t(y)$ ont été tabulées et peuvent être approximées par $t(y) \approx 1.049$ et $v(y) \approx 0.96 - y^2$ [Burgess *et al.* 1953, Bonard *et al.* 2003, Loiseau *et al.* 2006]. Pour nos futurs études, nous pouvons réécrire l'équation (3.9) de façon simplifiée à partir de l'équation (3.8) :

$$I_{FN} = D F^2 \exp\left(-\frac{H}{F}\right) \quad (3.10)$$

où $D = \frac{1.54 \cdot 10^{-6} A}{t^2(y)\phi}$ et $H = 6.83 \cdot 10^7 \phi^{3/2} v(y)$ [Swanson et Bell 1975, Fursey 2005].

D'après cette relation, le courant d'émission est donc fortement dépendant des trois facteurs suivants :

- A qui, en première approximation, représente l'aire émissive ;
- le travail de sortie ϕ de la surface émettrice ;
- le champ électrique F appliqué au niveau de la surface émettrice.

3.2.3 Influence de l'effet de pointe et du champ électrique sur l'EC à base de nanorésonateurs

Réaliser l'EC à partir de nanofils ou nanotubes implique certains nouveaux aspects par rapport à un système plan classique. Les phénomènes physiques décrits précédemment restent parfaitement valables mais l'effet de pointe procuré par ces nanorésonateurs entraîne une amplification du champ en leur extrémité. De plus, la présence de ce champ électrique intense engendre des forces électrostatiques sur le nanorésonateur.

Facteur d'amplification

Une valeur typique du champ électrique nécessaire à l'obtention d'un courant mesurable ($I_{FN} \sim pA$ pour $\phi = 5$ eV) est de 3 V.nm^{-1} . Expérimentalement, nous contrôlons le potentiel et par exemple, pour deux plaques placées parallèlement à une distance de 1 mm l'une de l'autre, cette valeur typique de F nécessite l'application d'une tension de 3 MV. Cette valeur peut être réduite en utilisant des nanorésonateurs dont le rayon de courbure à leur extrémité est faible. En effet, dans l'ensemble de nos expériences

d'EC qui vont suivre, les nanorésonateurs sont collés au bout d'une pointe et l'un des effets les plus remarquables de cette géométrie réside dans l'augmentation importante du champ au bout du nanorésonateur. Cet effet de pointe permet de générer un facteur d'amplification β et d'extraire des électrons avec une tension d'extraction V_A beaucoup plus raisonnable (quelques centaines de volts). Le champ électrique F régnant à l'extrémité du nanorésonateur peut alors s'exprimer sous la forme :

$$F = \beta V_A \quad (3.11)$$

Ainsi, il est aisé de constater que pour une valeur du champ déterminée, plus le terme β sera élevé, plus la différence de potentiel à appliquer entre le nanorésonateur et une contre-électrode sera faible. Le facteur d'amplification β est un paramètre strictement géométrique et a pour dimension l'inverse d'une longueur. Sa valeur dépend principalement de la forme de l'émetteur et est inversement proportionnelle au rayon de courbure de ce dernier. La valeur de β dépend aussi de la forme du substrat sur lequel repose l'émetteur [Bonard *et al.* 2002]. Toutefois, dans nos études où le nanorésonateur oscille, le facteur d'amplification évolue également en fonction de la position de la zone émettrice. Comme nous le verrons de façon détaillée par la suite, cette variation spatiale est extrêmement importante pour la compréhension de nos études mécaniques.

Force électrostatique

Lorsque l'EC est réalisée sur un nanorésonateur, le fort champ électrique provoque à son extrémité l'apparition de forces électrostatiques. Ces forces sont d'autant plus importantes à l'extrémité du nanorésonateur, lieu où le champ F est le plus intense. La composante longitudinale T résultant de ces forces agit alors comme une tension mécanique qui tend à allonger le nanorésonateur. Elle joue un rôle similaire à la tension appliquée à une corde de guitare afin de l'accorder. Cette tension mécanique, consécutive à l'EC, permet donc de modifier la fréquence de résonance du nanorésonateur et peut être contrôlée à partir de la tension d'extraction V_A [Purcell *et al.* 2002b, Vincent 2002].

Il est donc primordial de quantifier cette force longitudinale qui présente un intérêt considérable pour nos études mécaniques sous EC. Pour cela, considérons notre nanorésonateur comme un conducteur constitué d'un ensemble de charges élémentaires surfaciques à proximité d'un autre conducteur (la contre-électrode). Le champ électrique est nul à l'intérieur des conducteurs et normal à leur surface à l'extérieur. Les charges sont donc localisées sur la surface des conducteurs et nous pouvons définir une densité surfacique de charges $\sigma = dq/dS$ où dq est la charge élémentaire portée par l'élément de surface dS . De plus, pendant l'EC, les deux conducteurs sont dans le vide et dans le calcul du champ

électrique F apparaît la constante diélectrique du vide ε_0 . Ainsi, le champ au voisinage de la surface a pour expression :

$$F = \frac{\sigma}{\varepsilon_0} \quad (3.12)$$

Les charges dq portées par l'élément de surface dS sont soumises à une force électrostatique $d\vec{T}_E$

$$d\vec{T}_E = \frac{\sigma^2}{2\varepsilon_0} dS \vec{n} \quad (3.13)$$

Finalement, la composante longitudinale T (prise par convention suivant l'axe \vec{x}) de la force totale exercée sur le nanorésonateur peut s'écrire :

$$T = \int_{surface} d\vec{T}_E \vec{x} \quad (3.14)$$

et à partir des équations (3.11), (3.12) et (3.13) nous obtenons :

$$T = \left(\int_{surface} \left(\frac{\varepsilon_0}{2} \beta^2 dS \right) \vec{n} \vec{x} \right) V_A^2 = \alpha V_A^2 \quad (3.15)$$

La composante longitudinale des forces électrostatiques qui s'exercent sur le nanorésonateur est donc proportionnelle au carré de la tension d'extraction. Le paramètre α dépend essentiellement de la géométrie du nanorésonateur et du système environnant.

3.3 Systèmes Expérimentaux

L'étude approfondie des propriétés mécaniques de nanorésonateurs par l'intermédiaire du phénomène d'émission de champ nécessite la maîtrise de différentes techniques liées au vide, à la microscopie, à la haute tension, au traitement de l'image ... Nous détaillons ici les principaux aspects de nos différents systèmes (MEB, TEM, UHV) en développant particulièrement les avantages de chacun.

3.3.1 Système sous Ultra Haut Vide

Le système sous UHV que nous utilisons a été conçu sur mesure afin d'être parfaitement adapté à nos études mécaniques. Tous les éléments sont parfaitement compatibles pour obtenir des pressions extrêmement faibles pouvant être inférieur à 10^{-10} torr.

Pompage

Dans un premier temps, le pompage de l'enceinte s'effectue par l'intermédiaire d'une pompe turbo moléculaire afin d'établir un vide secondaire de 10^{-6} - 10^{-7} torr. Ensuite nous

réalisons un étuvage afin de « dégazer » le système. A la fin de l'étuvage, nous démarrons la pompe ionique et une pression d'environ 1.10^{-10} torr est atteinte après quelques heures supplémentaires. Une telle pression peut-être conservée pendant une très longue période (plusieurs mois) si le pompage est entretenu en laissant fonctionner la pompe ionique continuellement. Réaliser l'EC à de si faible pression permet d'améliorer considérablement la stabilité du courant.

Support et chauffage de l'échantillon

Le nanorésonateur collé sur une pointe en tungstène est supporté par une embase (Figure 3.2). Cette dernière consiste en deux barreaux conducteurs en molybdène séparés par une céramique. Un tube en nickel dont le diamètre interne permet de maintenir la pointe, est soudé thermiquement par deux boucles en tantale sur les barreaux. Cette géométrie nous permet d'appliquer une tension continue V_A sur la pointe afin de réaliser l'EC et aussi, de chauffer notre échantillon par effet Joule en imposant le passage d'un courant important. Le chauffage est un élément essentiel pour nos études car il permet un « lavage thermique » de l'échantillon. La mesure de la température de l'échantillon est effectuée à l'aide d'un pyromètre optique à travers un hublot et pour certaines études plus complètes, nous pouvons également ajouter un thermocouple afin d'avoir une mesure de la température en temps réel et sur une plus grande plage. Nous développerons plus en détail l'influence de ce lavage dans la suite de ce chapitre.

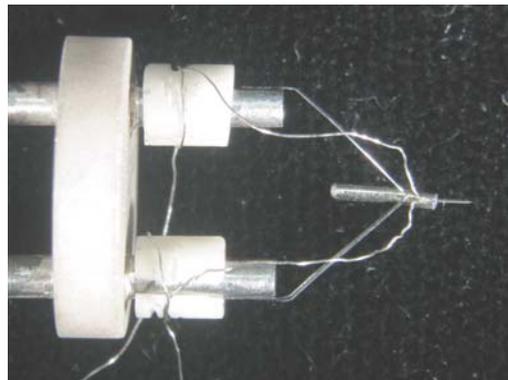


Figure 3.2 – Photo d'une embase utilisée lors d'une étude des vibrations d'un nanofil SiC à partir du phénomène d'émission de champ. Les deux barreaux de molybdène sont maintenus par une céramique et le tube en nickel supportant la pointe où est localisé le nanofil est soudé par deux boucles en tantale sur les barreaux. Un thermocouple a été ajouté afin de mesurer précisément la température de la pointe [Choueib 2009].

Excitation électrostatique

La figure 3.3 représente un schéma du dispositif expérimental permettant l'étude des propriétés mécaniques d'un nanorésonateur par EC. Dans cette configuration, l'émission de champ est obtenue en appliquant une tension continue et négative V_A de plusieurs centaines de volts par rapport à un potentiel nul imposé sur les contre électrodes et l'écran phosphore. Pendant l'EC, la fluorescence du phosphore en présence d'électrons permet d'observer la zone d'impact de ces derniers. L'image résultant de la collision des électrons émis par le résonateur avec l'écran phosphore est dénommée diagramme d'émission. Dans le cas d'une émission classique obtenue par un nanofil ou un nanotube, nous obtenons un diagramme d'émission immobile et généralement de forme circulaire (Figure 3.3(b)).

L'excitation des fréquences de résonance est réalisée par la création de forces électrostatiques le long du nanorésonateur. Pour cela un signal alternatif V_{AC} est appliqué sur une ou plusieurs électrodes disposées à proximité du nanorésonateur (Figure 3.3). Un programme réalisé sous LabVIEW permet de contrôler l'amplitude du signal et d'effectuer un balayage en fréquence. Lorsque la fréquence du signal correspond à la fréquence de résonance du résonateur, ce dernier entre en résonance. Par conséquent, l'extrémité du nanorésonateur par laquelle les électrons sont émis se met en mouvement et nous observons un élargissement du diagramme d'émission décrivant parfaitement le déplacement de cette extrémité émissive (Figure 3.3(c)).

Détection de la résonance par EC

Purcell *et al.* [2002b] ont été les premiers à détecter les oscillations d'un nanotube en utilisant l'EC. Ils ont mis en évidence une technique de détection qui consiste à mesurer l'évolution du courant total d'émission en fonction de la fréquence du signal d'excitation (Figure 3.4). Cette mesure est effectuée avec une tension d'extraction constante et la chute de courant observée coïncide parfaitement avec la fréquence de résonance du nanorésonateur. Cette variation du courant est essentiellement liée à la modification du champ électrique à l'extrémité du résonateur lorsqu'il vibre. En effet, pour chaque position de cette zone émissive au cours d'une période, il correspond un facteur d'amplification légèrement différent qui provoque une fluctuation du champ électrique. La valeur du courant d'émission varie exponentiellement en fonction du champ et la mesure expérimentale correspond à la moyenne temporelle sur toutes les positions du nanorésonateur au cours d'un cycle. Pour ces deux raisons, la détection de très faibles amplitudes de vibration est très difficile à réaliser. La courbe obtenue représente le courant I en fonction de la

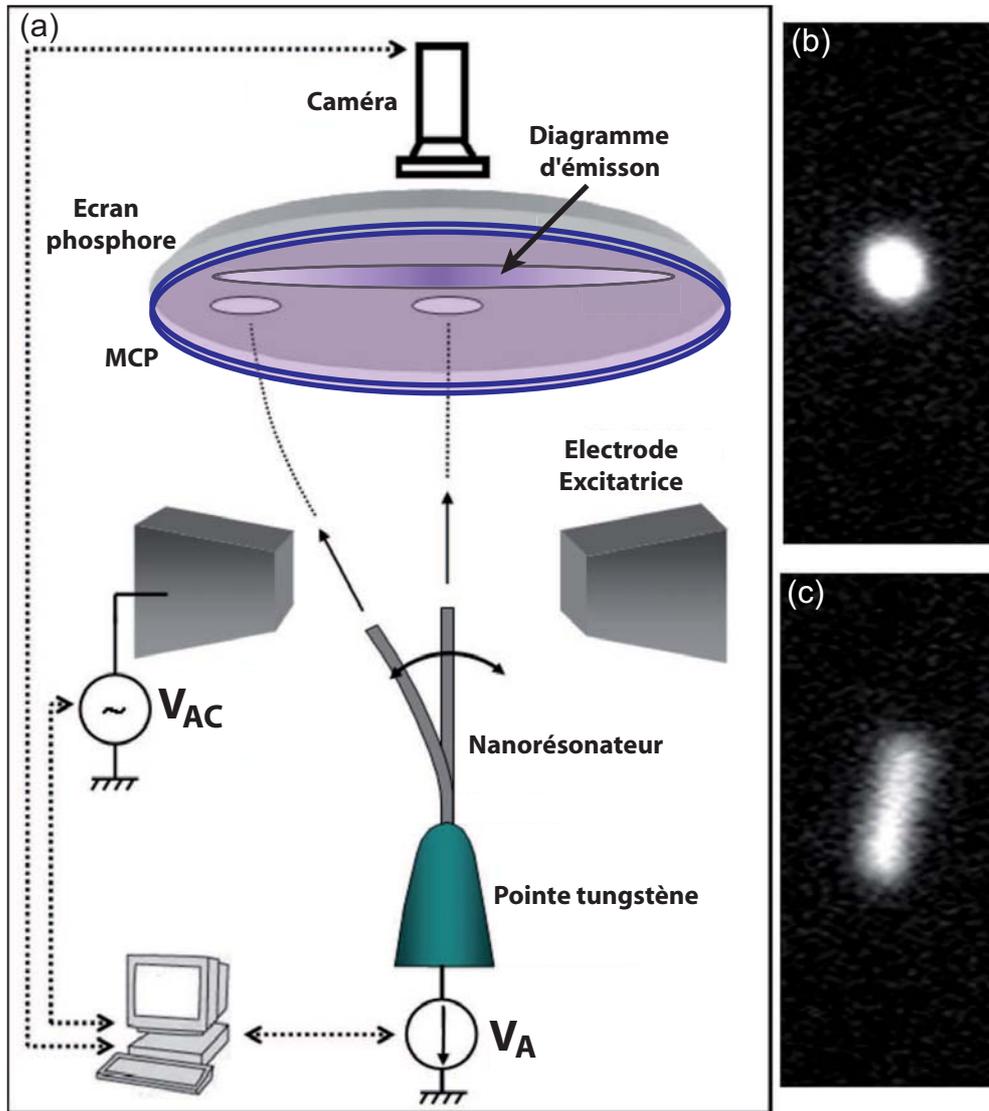


Figure 3.3 – (a) Schéma expérimental d'un nanorésonateur étudié sous émission de champ dans un système UHV. Diagramme d'émission de champ d'un nanofil (b) au repos et (c) en résonance.

fréquence ν et ne correspond pas strictement à une courbe de résonance classique mais permet toutefois d'évaluer la valeur du facteur de qualité ($Q \simeq 2400$ dans l'exemple de la figure 3.4).

Comme nous l'avons vu précédemment, l'élargissement du diagramme d'émission lors de la mise en vibration du nanorésonateur est une solution visuelle pour détecter la résonance. Cependant, il est difficile de tracer une courbe de résonance fiable en mesurant l'évolution de la largeur du diagramme uniquement avec une règle et nos yeux. Ainsi, nous

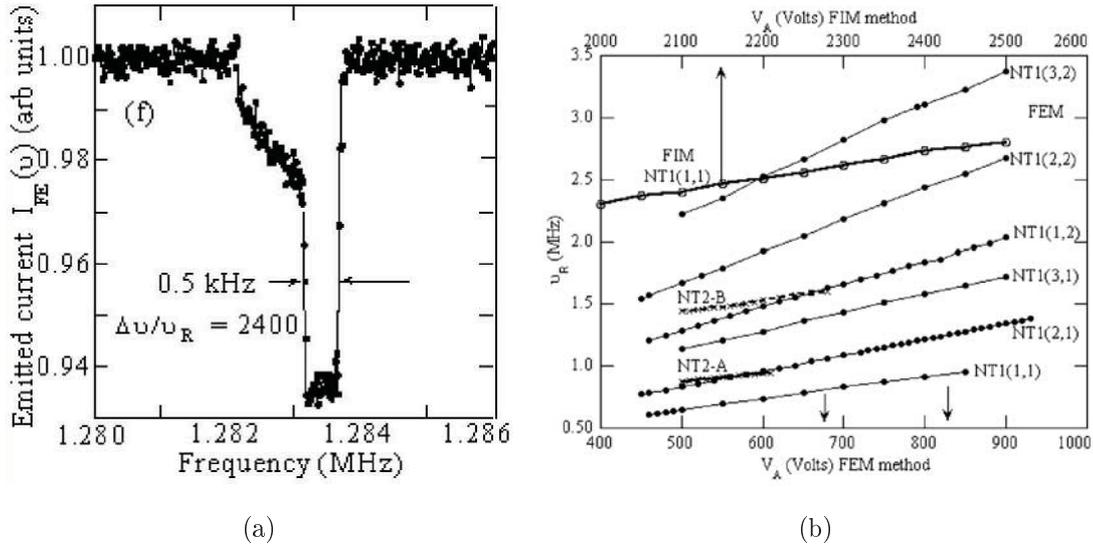


Figure 3.4 – (a) Variation du courant d'émission d'un nanotube en fonction de la fréquence d'excitation. (b) Variation de la fréquence de résonance de deux nanotubes différents (NT1 et NT2) en fonction de la tension d'extraction V_A . Les différents modes de résonance présentent tous une variation linéaire sur la gamme de tension étudiée [Purcell et al. 2002b].

utilisons une caméra CCD ultra-sensible pour filmer l'écran phosphore durant l'étude des oscillations. Les images du diagramme d'émission sont traitées par un programme LabVIEW permettant une analyse minutieuse des changements de dimensions de ce diagramme [Perisanu et al. 2007b]. La méthode consiste à analyser la distribution lumineuse de l'image afin de la comparer à celle de l'image correspondant au résonateur sans excitation. Cette analyse est réalisée en temps réel et procure une sensibilité accrue de la détection des oscillations par rapport à la mesure du courant d'émission, notamment pour l'étude des harmoniques d'ordre élevé où les déplacements sont plus faibles que pour le mode fondamental. Nous avons réussi à mesurer des facteurs de qualité de nanofils SiC remarquablement élevés grâce à cette méthode (Figure 3.5). L'extrême sensibilité de cette technique nous a permis d'exciter le résonateur avec une faible tension et de s'affranchir ainsi des problèmes dus aux non-linéarités.

Pour amplifier le nombre d'électrons percutant l'écran phosphore et améliorer ainsi la qualité du diagramme sans appliquer une tension continue trop élevée, nous utilisons une galette de microcanaux (MCP pour microchannel plate). Ce dispositif est un amplificateur de charge électrique au fonctionnement similaire à celui d'un photomultiplicateur. Une ga-

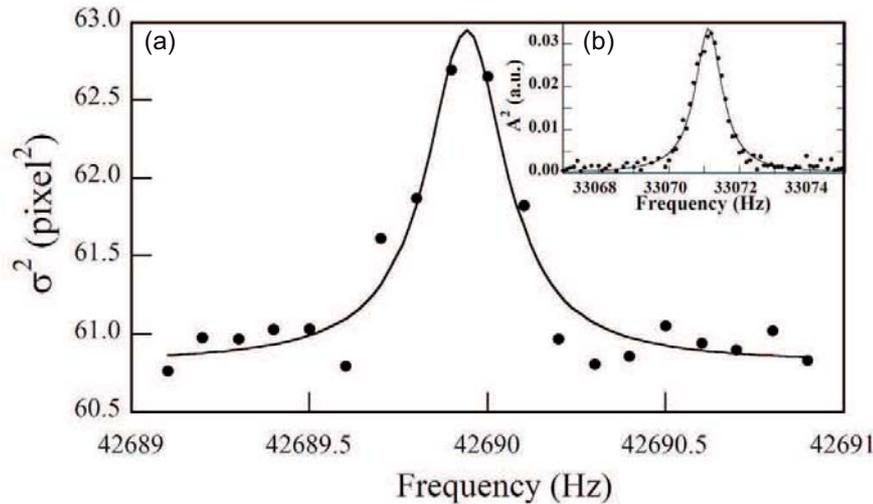


Figure 3.5 – *Courbes de résonance de nanofils SiC obtenues avec la méthode de détection par EC combinant l'utilisation d'une caméra CCD et un traitement d'images. Les facteurs de qualité obtenus pour ce type de nanorésonateurs sont exceptionnellement élevés. (a) $Q \simeq 36\ 000$ (b) $Q \simeq 159\ 000$ [Perisanu et al. 2007a]*

lette céramique comportant un réseau de microcanaux est polarisée. Les microcanaux sont des petits tubes traversant la galette de part en part et recouverts d'un dépôt métallique. Lorsqu'un électron entre dans un canal et percute sa paroi, il provoque l'émission de plusieurs électrons qui sont accélérés par la tension de polarisation. Les électrons émis vont à leur tour frapper la paroi et provoquer l'émission d'autres électrons. Il y a donc amplification en cascade et l'écran phosphore est disposé directement derrière le MCP (Figure 3.3).

Lorsque le nanorésonateur est désaxé, le diagramme d'émission peut être décalé ou même complètement en dehors de l'écran. Il est alors impossible de réaliser une étude correcte. Pour remédier à ce problème, nous avons à notre disposition quatre électrodes placées à proximité du nanorésonateur et entourant ce dernier. Sur ces électrodes dénommées déflecteurs, il est possible d'appliquer une tension continue positive (ou négative) de façon à modifier la trajectoire des électrons. Expérimentalement, l'efficacité de cette technique pour compenser la divergence du faisceau d'électrons émis est relativement faible. Par conséquent, lorsque cela est nécessaire, nous préférons utiliser un puissant aimant que nous disposons à l'extérieur de l'enceinte, à l'emplacement le mieux adapté nous permettant de centrer le diagramme sur l'écran.

3.3.2 Adaptation d'un MEB et d'un TEM

Pour pouvoir réaliser l'EC dans un MEB ou dans un TEM, il est indispensable d'adapter la structure permettant de disposer les nanorésonateurs afin d'ajouter au moins une contre-électrode et l'ensemble des connections électriques nécessaires. L'utilisation de ces microscopes apporte une caractérisation géométrique supplémentaire des nanorésonateurs par rapport aux systèmes UHV mais par contre, le vide est de moindre qualité. Cela nous permet également d'étudier les fréquences de résonance lorsque la tension appliquée sur la pointe est faible, nulle ou positive, ce qui n'est pas possible avec l'EC.

Nous utilisons un MEB Hitachi S-800 avec canon à émission de champ dont le vide dans l'enceinte est de l'ordre de 10^{-6} torr. De la même manière que pour le collage d'un nanorésonateur en bout de pointe nous installons un nano-manipulateur (Figure 2.12(a)). La pointe comportant le résonateur est disposée sur le couple de mouvements X et Y alors que la contre-électrode est placée sur le mouvement Z. Avec cette technique, nous pouvons parfaitement maîtriser les éléments géométriques de l'environnement en modifiant la forme de la contre-électrode, la distance entre cette dernière et le bout du nanorésonateur ... (Figure 3.6). Des connections électriques avec la pointe et la contre-électrode sont disponibles et permettent d'appliquer les signaux électriques. Une tension continue pour extraire les électrons est appliquée sur la pointe et un signal alternatif est appliqué sur la contre-électrode afin d'exciter la résonance. Les vibrations sont détectées soit visuellement sur l'écran du microscope soit en analysant le signal du détecteur d'électrons secondaires avec un oscilloscope comme nous le verrons plus en détails par la suite. A noter que, lorsque l'EC est réalisée dans un MEB, l'émission des électrons provoque rapidement une saturation du détecteur secondaire et trouble l'image de l'écran.

Le même type d'expériences peut être mené dans un TEM Topcon EM002B fonctionnant à 200 kV et dont le vide est de l'ordre de 10^{-7} torr. Il n'est pas possible d'intégrer le nano-manipulateur dans la chambre à échantillon du TEM et le développement d'une canne spécialement conçue pour accueillir une pointe et une contre-électrode a été nécessaire (Figure 3.7). Une électrode supplémentaire est également disponible à proximité du nanorésonateur et la configuration du support de la pointe permet un chauffage thermique de l'échantillon. Par conséquent, les paramètres géométriques ne sont pas maîtrisés de la même façon que dans le MEB mais en contrepartie, nous disposons d'une qualité de vide supérieure et surtout d'un microscope plus puissant.

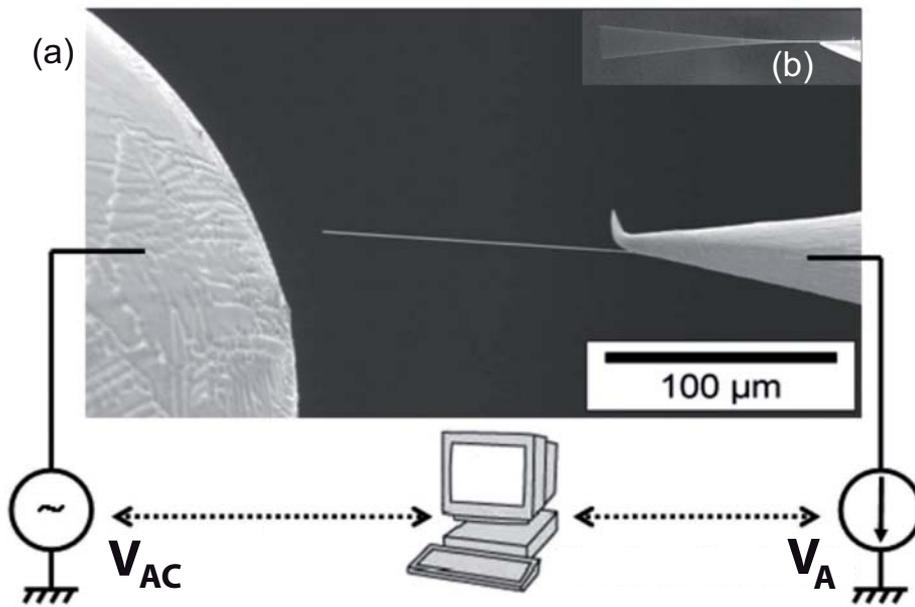


Figure 3.6 – (a) Schéma expérimental utilisé pour étudier les propriétés mécaniques d'un nanorésonateur dans un MEB. Le nanofil est collé au bout d'une pointe en tungstène et excité par un signal alternatif appliqué sur une boule en or. (b) Nanofil en résonance.

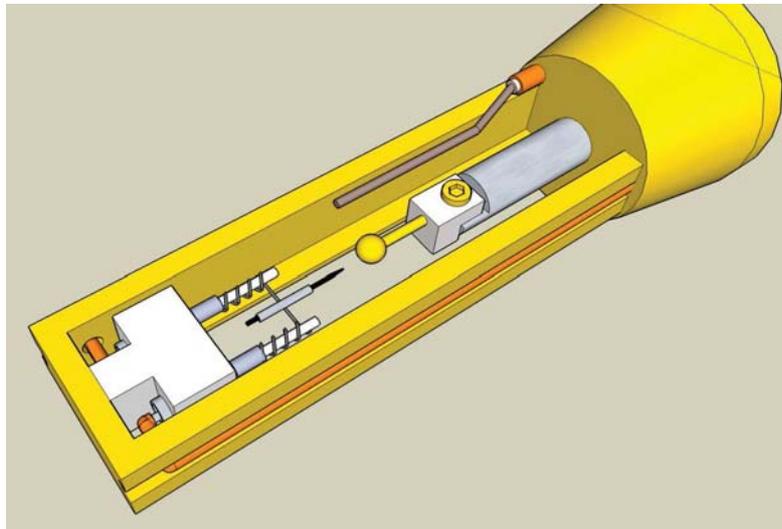


Figure 3.7 – (a) Schéma expérimental d'une canne TEM développée par P. Poncharal et D. Guillot spécialement pour étudier les propriétés mécaniques d'un nanorésonateur au bout d'une pointe.

3.4 Etudes de propriétés mécaniques

Lors de nos premières études plus approfondies sur les résonances mécaniques avec des expériences couplées EC-MEB ou EC-TEM, nous voulions répondre à un certain nombre de questions importantes sur l'utilisation de l'EC en tant que technique de caractérisation. En effet, dans la pratique, l'EC est établie à partir d'une tension minimale en dessous de laquelle le courant est trop faible pour être mesuré et la tension maximale que nous pouvons appliquer est limitée pour éviter la destruction de l'émetteur. Par conséquent, nos caractérisations sont effectuées sur une petite gamme de tensions, ce qui rend à priori difficile l'exploitation de nos mesures. Par exemple, la fréquence de résonance pour une tension nulle, qui permet de facilement déduire la valeur du module de Young de notre échantillon, est inaccessible expérimentalement et son extrapolation est délicate sans un modèle fiable et validé (Figure 3.4(b)). De plus, suivant la condition aux limites choisie sur l'extrémité libre du nanorésonateur, nous pouvons prévoir la disparition ou non du premier mode de résonance lorsqu'une forte tension est appliquée. Aussi, les rapports des différents modes de résonance ne sont pas conformes aux valeurs attendues par le modèle classique.

Dans la suite, nous présenterons donc le modèle analytique que nous avons développé et qui se veut un peu plus poussé que le modèle usuel. Nous exposerons également les expériences réalisées afin de tester et valider notre modèle.

3.4.1 Modèle théorique : Influence des conditions aux limites

Nous allons développer le modèle théorique régissant la physique du mouvement d'un résonateur en configuration encastree-libre que nous avons utilisée. Notre modèle est complété, par rapport aux études classiques [Tse *et al.* 1978], par l'ajout de différents paramètres permettant d'améliorer la compréhension de l'effet des conditions aux limites. Les fréquences de résonance f_n des différents modes d'indice n sont déterminées par l'équation du mouvement en l'absence d'excitation électrostatique. Nous considérons essentiellement une géométrie symétrique composée d'un nanorésonateur parfait et homogène assimilé à une poutre. Cette équation du mouvement peut facilement s'exprimer en faisant l'hypothèse que l'angle de la poutre par rapport à la position d'équilibre reste faible.

$$\mu \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} + \gamma \mu \frac{\partial y}{\partial t} = -YI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} + T \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} + f(x, y) \quad (3.16)$$

où x est la position le long du nanorésonateur, $y(x, t)$ est le déplacement, ρ est la masse volumique, $\mu = \pi r^2 \rho$ est la masse linéique, $I = \frac{\pi r^4}{4}$ est le moment d'inertie, Y est le module

de Young et γ le coefficient d'amortissement. La tension mécanique T , due à la force électrostatique de tirage, est considérée comme constante tout au long du nanorésonateur et au final elle est principalement localisée à l'extrémité du nanorésonateur. $f(x, y)$ est la force électrique transverse qui existe le long du nanorésonateur quand une tension électrique est appliquée. Nous considérons que son effet sur les modes de vibrations est négligeable par rapport au terme $T \partial^2 y / \partial x^2$.

Comme nous le verrons plus en détails par la suite, les valeurs du facteur de qualité Q que nous mesurons sont relativement élevées.

$$Q = \frac{\omega}{\gamma} \quad (3.17)$$

En effet, la valeur du facteur de qualité dans nos expériences est généralement supérieure à 1 000 et peut même atteindre 160 000 [Perisanu *et al.* 2007a]. Ainsi, lorsque nous recherchons les solutions $y(x, t) = y_0(x) e^{i\omega t}$ à la pulsation $\omega = 2\pi f$, nous pouvons négliger le facteur d'amortissement. Nous pouvons réintroduire à tout moment ce paramètre en remplaçant simplement le terme ω^2 par $\omega^2 - i\gamma\omega$. A partir des hypothèses ($f(x, y)$ et γ sont négligeables) et des expressions des dérivées partielles de $y(x, t)$, nous pouvons réécrire l'équation du mouvement (3.16) :

$$-\omega^2 \mu y_0 e^{i\omega t} = -YI \frac{\partial^4 y_0}{\partial x^4} e^{i\omega t} + T \frac{\partial^2 y_0}{\partial x^2} e^{i\omega t}$$

et après simplification, nous obtenons :

$$\frac{\partial^4 y_0}{\partial x^4} - \frac{\kappa^2}{L^2} \frac{\partial^2 y_0}{\partial x^2} - \frac{\omega^2 \kappa^2}{c^2 L^2} y_0 = 0 \quad (3.18)$$

avec

$$\kappa^2 = \frac{TL^2}{YI} \quad (3.19)$$

$$c^2 = \frac{T}{\mu} \quad (3.20)$$

Afin de trouver la solution de l'équation (3.18), nous posons $y_0(x) = H e^{sx}$ avec H et s des constantes et la dérivée partielle d'ordre j : $\frac{\partial^j y_0(x)}{\partial x^j} = H s^j e^{sx}$. Ainsi, nous pouvons formuler l'expression suivante :

$$s^4 - \frac{\kappa^2}{L^2} s^2 - \frac{\omega^2 \kappa^2}{c^2 L^2} = 0 \quad (3.21)$$

Pour simplifier le problème, nous introduisons deux constantes q et k définies par :

$$q^2 = \kappa^2 + k^2 \quad (3.22)$$

$$\omega = \frac{cqk}{\kappa L} \quad (3.23)$$

et finalement l'équation (3.21) s'écrit :

$$s^4 - \frac{q^2 - k^2}{L^2} s^2 - \frac{q^2 k^2}{L^4} = 0 \quad (3.24)$$

Nous pouvons résoudre cette expression comme une équation du second degré et les solutions sont $s_1^2 = q^2/L^2$ et $s_2^2 = -k^2/L^2$. La solution finale de l'équation (3.18) est donc de la forme :

$$y_0(x) = A \cosh\left(\frac{qx}{L}\right) + B \sinh\left(\frac{qx}{L}\right) + C \cos\left(\frac{kx}{L}\right) + D \sin\left(\frac{kx}{L}\right) \quad (3.25)$$

Les constantes A , B , C et D peuvent être calculées à partir des conditions aux limites et des conditions initiales. Aux extrémités du nanorésonateur, nous supposons aucun déplacement et une vitesse nulle en $x = 0$, un couple nul et un équilibre des forces existantes dans le plan du nanofil et perpendiculaire à ce dernier en $x = L$.

$$(y_0)_{x=0} = 0 \quad (3.26)$$

$$\left(\frac{\partial y_0}{\partial x}\right)_{x=0} = 0 \quad (3.27)$$

$$\left(\frac{\partial^2 y_0}{\partial x^2}\right)_{x=L} = 0 \quad (3.28)$$

$$\left(-YI \frac{\partial^3 y_0}{\partial x^3} + \xi T \frac{\partial y_0}{\partial x}\right)_{x=L} = 0 \quad (3.29)$$

La constante ξ est un paramètre très utile qui nous permet de prendre en compte le fait que la force électrostatique T peut avoir un angle non-nul avec l'axe du nanorésonateur en son extrémité libre (Figure 3.8(a) et 3.8(b)).

$$\xi = \frac{\sin(\theta - \theta')}{\sin(\theta)} \quad (3.30)$$

où θ est l'angle entre l'axe x et l'axe du nanorésonateur alors que θ' représente l'angle entre l'axe x et la direction de la force T . Par conséquent, si $\xi = 0$, alors T suit parfaitement l'axe du nanorésonateur et si $\xi = 1$, alors T est parallèle à l'axe x . La valeur exacte de ξ dépend à la fois de la forme de l'extrémité du nanorésonateur mais également de la géométrie de la contre-électrode du NEMS. Un phénomène identique est décrit dans la mécanique des fluides. La force agissant sur l'extrémité d'un tuyau d'arrosage en réaction au jet d'eau expulsé, n'est pas parfaitement orientée dans la direction du tuyau [Païdoussis et Li 1993]. Déterminer théoriquement la valeur de ξ demande une résolution fastidieuse de l'équation de Laplace à trois dimensions pour une barre inclinée

et tordue. Nous préférons nous concentrer sur l'impact de ξ sur les fréquences de résonance et une exploration expérimentale de ce paramètre sera accomplie dans la rubrique suivante. Aussi, une approximation au premier ordre sur θ ($\tan(\theta) = \partial y / \partial x$) rend l'équation (3.16) toujours valable. En effet, la composante de T suivant l'axe x vaut $T_x = T \cos(\theta)$ et $\cos(\theta) = (1 + \tan^2(\theta))^{-1/2}$.

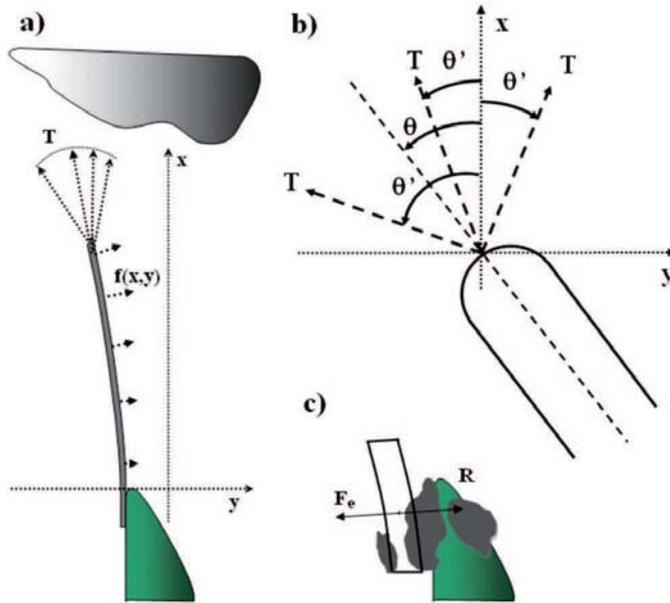


Figure 3.8 – Schéma représentant les conditions aux limites d'un nanorésonateur : (a) Forces externes agissant sur le nanorésonateur. Les différentes orientations possibles de T correspondent à des valeurs différentes de ξ . (b) Zoom sur l'extrémité libre du nanorésonateur. (c) Zoom sur l'extrémité fixe du nanorésonateur collée sur la pointe. Dans la colle, la force élastique R est totalement compensée par la force de rappel F .

A présent, nous allons développer les équations obtenues à partir des conditions aux limites afin de trouver la condition d'existence de solutions non-triviales pour l'équation (3.18) puisque la solution $A = B = C = D = 0$ n'est pas intéressante. Pour cela, nous développons un système matriciel :

$$M \begin{pmatrix} A \\ B \\ C \\ D \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.31)$$

avec M une matrice 4×4 . Ainsi, ce système linéaire admet une solution seulement si le déterminant de la matrice M est non nul. Afin de calculer les coefficients de M , nous

commençons par formuler les expressions des dérivées de $y_0(x)$ dont nous avons besoin :

$$\frac{\partial y_0}{\partial x} = A \frac{q}{L} \sinh\left(\frac{qx}{L}\right) + B \frac{q}{L} \cosh\left(\frac{qx}{L}\right) - C \frac{k}{L} \sin\left(\frac{kx}{L}\right) + D \cos\left(\frac{kx}{L}\right) \quad (3.32)$$

$$\frac{\partial^2 y_0}{\partial x^2} = A \frac{q^2}{L^2} \cosh\left(\frac{qx}{L}\right) + B \frac{q^2}{L^2} \sinh\left(\frac{qx}{L}\right) - C \frac{k^2}{L^2} \cos\left(\frac{kx}{L}\right) - D \frac{k^2}{L^2} \sin\left(\frac{kx}{L}\right) \quad (3.33)$$

$$\frac{\partial^3 y_0}{\partial x^3} = A \frac{q^3}{L^3} \sinh\left(\frac{qx}{L}\right) + B \frac{q^3}{L^3} \cosh\left(\frac{qx}{L}\right) + C \frac{k^3}{L^3} \sin\left(\frac{kx}{L}\right) - D \frac{k^3}{L^3} \cos\left(\frac{kx}{L}\right) \quad (3.34)$$

De plus, à partir de la relation (3.19), nous pouvons simplifier l'équation (3.29) déterminant la quatrième condition aux limites par :

$$\left(\frac{\partial^3 y_0}{\partial x^3} - \frac{\xi \kappa^2}{L^2} \frac{\partial y_0}{\partial x} \right)_{x=L} = 0 \quad (3.35)$$

Ainsi, nous pouvons déterminer les coefficients de M à partir des équations (3.25)-(3.28) couplées aux expressions (3.32)-(3.35).

$$M = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & \frac{q}{L} & 0 & \frac{k}{L} \\ \frac{q^2}{L^2} \cosh(q) & \frac{q^2}{L^2} \sinh(q) & -\frac{k^2}{L^2} \cos(k) & -\frac{k^2}{L^2} \sin(k) \\ \frac{q^3 - \xi q \kappa^2}{L^3} \sinh(q) & \frac{q^3 - \xi q \kappa^2}{L^3} \cosh(q) & \frac{k^3 + \xi k \kappa^2}{L^3} \sin(k) & -\frac{k^3 + \xi k \kappa^2}{L^3} \cos(k) \end{pmatrix} \quad (3.36)$$

Et finalement, l'expression du déterminant ΔM de la matrice M est

$$\Delta M = \frac{qk}{L^6} [(2q^2 k^2 + \xi \kappa^4) \cosh(q) \cos(k) + q^4 + k^4 - \xi \kappa^4 + (2\xi - 1) q k \kappa^2 \sinh(q) \sin(k)] \quad (3.37)$$

et puisque le produit qk n'est jamais nul, la condition d'existence de solutions non-triviales pour l'équation (3.18) satisfaisant les conditions aux limites (3.26)-(3.29) est :

$$(2q^2 k^2 + \xi \kappa^4) \cosh(q) \cos(k) + q^4 + k^4 - \xi \kappa^4 + (2\xi - 1) q k \kappa^2 \sinh(q) \sin(k) = 0 \quad (3.38)$$

Nous avons déjà défini la force électrostatique T comme étant proportionnelle au carré de la tension d'extraction V_A (Equation (3.15)). Afin de faciliter la compréhension du phénomène, nous définissons le paramètre V_C comme étant la tension donnant $T = YI/L^2$ ($\kappa = 1$).

$$T = \frac{YI V_A^2}{L^2 V_C^2} \quad (3.39)$$

Nous verrons plus tard que V_C nous permettra de délimiter les régions de faible et haute tension. Lorsque la géométrie du système change, par exemple, si le nanorésonateur

est placé plus loin de la contre électrode, il est possible de corriger la valeur de α et par conséquent celle de V_C , pour obtenir le nouveau comportement du nanorésonateur. Dans cette géométrie encastrée-libre, T est toujours positif car il y a uniquement une tension mécanique et le nanorésonateur n'est jamais détendu. Cela signifie que les modes supplémentaires décrits par [Ustünel et al. \[2005\]](#) n'existent pas dans notre système.

Les fréquences de résonance f_n sont donc calculées par une analyse numérique en insérant les valeurs de k et q obtenues à partir des équations (3.22) et (3.53) dans la relation (3.23). La dépendance des trois premiers modes de résonance en fonction de V_A/V_C pour différentes valeurs de ξ est illustrée sur la figure 3.9. Les fréquences sont normalisées par $\sqrt{YI/\mu L^4}/2\pi$ dans cette simulation. La figure 3.9 montre un phénomène surprenant et non attendu pour la condition aux limites la plus utilisée $\xi = 0$. En effet, lorsque T est parfaitement dans la direction du nanorésonateur, la fréquence du premier mode tend vers zéro quand la tension tend vers l'infini. Un zoom sur ce phénomène est imagé dans l'encart de la figure 3.9. Cette décroissance de la fréquence est attribuée à l'effet d'une tension mécanique infinie qui tend à définir une forme du nanorésonateur parfaitement droite (aucune courbure) et par conséquent, annule la force de rappel. Ainsi, les formes et les fréquences de résonance des modes supérieurs deviennent pratiquement identiques à celles d'une configuration doublement encastrée soumis à la même tension T . Pour des faibles valeurs de ξ , le premier mode a une fréquence de résonance minimum pour une tension d'extraction V_A non nulle. Nous n'avons pas trouvé de confirmation expérimentale de ce phénomène dans la littérature. Cela peut produire une confusion dans la distinction des différents modes lors d'expérimentation sous EC où $T = 0$ n'est pas accessible.

A partir de la figure 3.9, nous pouvons identifier trois gammes différentes en fonction de la tension appliquée : un régime faible tension, un régime intermédiaire et régime haute tension qui est linéaire. La majorité de nos expérimentations se situe dans le régime des faibles tensions avec une force électrostatique de tirage faible. De plus, nous verrons dans la partie suivante que lors de nos expérimentations, la valeur de ξ est très proche de 1. En conséquence, nous utiliserons $\xi = 1$ dans toute la suite de cette partie.

[Sazonova \[2006\]](#) a déjà montré que dans ce régime de faible tension :

$$\omega^2 - \omega(0)^2 \propto V_A^2 \quad (3.40)$$

avec $\omega(0)$ la fréquence propre pour $V_A = 0$.

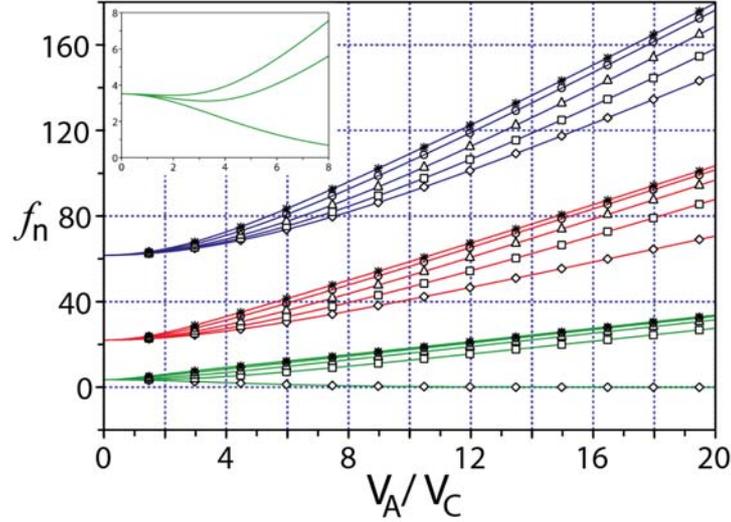


Figure 3.9 – (a) Simulation des fréquences de résonance des trois premiers modes de résonance en fonction de V_A pour $\xi = 0$ (\diamond), $\xi = 0.2$ (\square), $\xi = 0.5$ (\triangle), $\xi = 1$ (\circ) et $\xi = 1.5$ ($*$). La tension d'extraction V_A est normalisée par V_C et les fréquences f_n sont normalisées par $\sqrt{YI/\mu L^4}/2\pi$. L'encart représente un zoom sur le régime de faible tension du premier mode avec $\xi = 0$, $\xi = 0.05$ et $\xi = 0.1$.

Afin de comprendre l'effet de T sur les fréquences de résonance, nous pouvons considérer chaque mode propre du nanorésonateur comme un oscillateur harmonique possédant un degré de liberté. La théorie de l'oscillateur harmonique simple indique que « ω^2 est égal à la force de rappel fois l'unité de déplacement et par unité de masse ». Et puisque nous avons une force de rappel élastique qui donne $\omega(0)$ et une force électrique proportionnelle à V_A^2 , nous pouvons utiliser l'équation (3.40).

Sapmaz *et al.* [2003] ont déjà calculé le développement limité de T et par conséquent de V_A^2 , pour une poutre doublement encastree. De notre côté, nous nous sommes concentrés sur la configuration encastree-libre où les conditions aux limites de l'extrémité libre (Equations (3.28)-(3.29)) modifient significativement le comportement oscillatoire du nanorésonateur. Afin de vérifier l'intervalle de validité de l'équation (3.40), nous évaluons ω^2 par le développement de Taylor en V_A^2 à partir des équations (3.22), (3.23) et (3.53).

$$\omega_n^2 = \omega_n(0)^2 \left(1 + X_n \frac{V_A^2}{V_C^2} + Y_n \frac{V_A^4}{V_C^4} + \dots \right) \quad (3.41)$$

où $n \in \mathbb{N}$ est l'index du mode, β_n est la solution de $\cos(\beta_n) \cosh(\beta_n) = -1$ dans l'intervalle $[n\pi, (n+1)\pi]$ et :

$$\omega_n(0)^2 = \frac{YI\beta_n^4}{\mu L^4} \quad (3.42)$$

$$X_n = \frac{2 \sinh(\beta_n) + \beta_n [\cosh(\beta_n) - (-1)^n]}{\beta_n^3 [\cosh(\beta_n) + (-1)^n]} \quad (3.43)$$

$$Y_n = \frac{4\beta_n [\cosh^2(\beta_n) + 1] - [(\beta_n^2 - 1) \cosh^2(\beta_n) + 1] \tanh(\beta_n)}{2(-1)^{n+1} [\cosh(\beta_n) + (-1)^n]^3 \beta_n^6 \tanh(\beta_n)} + \quad (3.44)$$

$$\frac{(-1)^n [8\beta_n \cosh(\beta_n) + \sinh^3(\beta_n) - \beta_n^2 \sinh(\beta_n)] - \beta_n^3 \sinh^2(\beta_n)}{2(-1)^{n+1} [\cosh(\beta_n) + (-1)^n]^3 \beta_n^6 \tanh(\beta_n)}$$

Lorsque nous étudions le premier mode ($n = 0$ et $\beta_0 \simeq 1.875$), nous pouvons estimer $X_0 \simeq 0.376$ et $Y_0 \simeq -0.01$. Ainsi, nous pouvons limiter le développement de ω^2 en V_A^2/V_C^2 puisque cette approximation engendre seulement 3% d'erreur lorsque $\omega(V_A) < 1.5\omega(0)$ ce qui équivaut à $V_A < 1.8V_C$. Dans la suite, la majorité de nos expérimentations se situe dans ce régime de faible tension.

Pour les modes supérieurs, une estimation montre que $|X_n| \sim 1/\beta_n^2$ et $|Y_n| \sim 1/\beta_n^6$. Cela implique une diminution de la contribution relative des termes d'ordre supérieur et dans nos travaux, nous avons une dépendance linéaire de ω^2 par rapport V_A^2 . Ainsi, la détermination expérimentale du module de Young à partir du terme libre $\omega(0)^2$ est facilement réalisable même dans la configuration sous EC où la mesure directe de $\omega(0)$ n'est pas accessible.

Dans le régime des hautes tensions ($V_A \gg V_C$), nous pouvons observer une variation quasi-linéaire des fréquences propres par rapport à V_A . La force longitudinale devient très importante et supérieure au terme de raideur ($q \approx \kappa$) et nous obtenons la relation suivante :

$$\omega_n = \frac{2n+1}{2L^2} \sqrt{\frac{YI}{\mu} \left[\frac{V_A}{V_C} + 1 + \frac{4 + (2n+1)^2 \pi^2 V_C}{8} \frac{V_C}{V_A} + \dots \right]} \quad (3.45)$$

avec $n \in \mathbb{N}$ et les deux premiers termes sont donnés par [Purcell *et al.* \[2002b\]](#). Ce régime est difficile à atteindre expérimentalement car il nécessite l'application d'une tension très élevée. Pour $V_A > 10V_C$ nous obtenons une dépendance linéaire avec une erreur inférieure à 1.5% pour le premier mode. Pour les modes supérieurs, plus l'index du mode est grand plus cette limite augmente. Puisque la valeur de V_C est inconnue, la détermination expérimentale du module de Young peut seulement être accomplie à partir du terme libre de l'équation (3.45). Comme l'extrapolation est réalisée assez loin de la donnée recherchée (nous voulons déterminer ω pour $V_A = 0$ à partir des valeurs de ω obtenues quand $V_A > 10V_C$), il est utile d'inclure des termes supplémentaires dans l'équation (3.45). L'interpolation avec l'équation (3.45) de données simulées à partir des équations (3.22),

(3.23) et (3.53) avec V_A compris entre $8V_C$ et $10V_C$ produit une erreur de 10% sur la valeur du module de Young.

Les expérimentations réalisées à partir du phénomène d'émission de champ donnent accès à seulement une partie de la caractéristique $\omega_n(V_A)$ puisque la tension V_A doit être négative et assez élevée pour créer un champ électrique supérieur à 3 V/nm. Ainsi, lorsque nous observons la courbe expérimentale $\omega_n(V_A)$ effectuée sur une faible gamme de tension, elle peut sembler être parfaitement linéaire même si nous n'avons pas encore atteint le régime de haute tension (Figure 3.10).

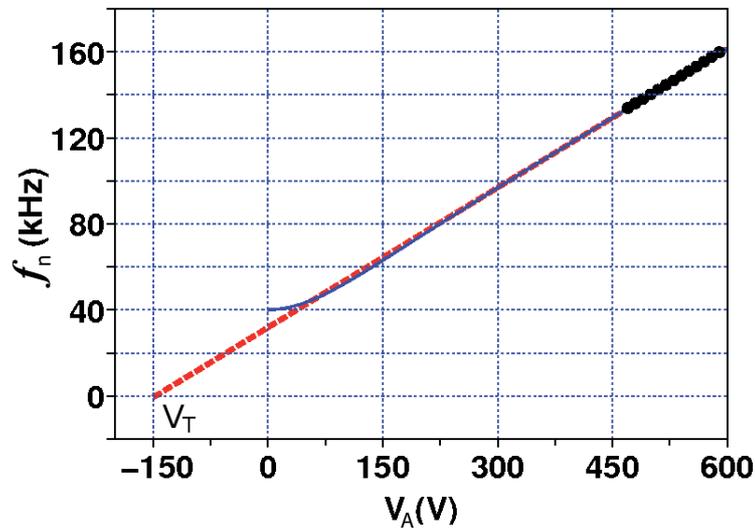


Figure 3.10 – (•) Exemple d'une mesure expérimentale sous EC de la variation de la fréquence de résonance f par rapport à la tension d'extraction. (---) Interpolation théorique exacte qui permet d'estimer une valeur de $V_C = 80$ V. (—) Interpolation linéaire qui permet d'estimer $V_T = -147$ V.

Afin de déterminer dans quel régime l'expérience se situe, nous utilisons une interpolation linéaire des données expérimentales. V_T est défini comme étant la valeur de tension pour laquelle l'interpolation coupe l'axe des abscisses et par conséquent V_T est négatif (Figure 3.10). Si l'expérimentation est réellement dans la gamme linéaire ($V_A > 10V_C$) alors à partir de l'équation (3.45) il vient $V_T = -V_C$. Si V_A est plus petit que $10V_C$, alors le ratio entre cette tension appliquée et $|V_T|$ est nettement plus petit que 10 puisque $|V_T| > V_C$, comme nous pouvons le voir sur la figure 3.9 si nous traçons les tangentes des courbes $\omega(V_A)$. Pour résumer, nous sommes dans le régime linéaire de haute tension si et seulement si $V_A / |V_T| \geq 10$ pour le premier mode.

Bien que les données expérimentales de la figure 3.10 semblent suivre une ligne droite, nous ne sommes toujours pas entrés dans le régime de haute tension où le développement de l'équation (3.45) peut être stoppé aux termes linéaire et constant puisque $V_T \neq -V_C$. Nous pouvons également observer que $|V_T|$ est toujours plus grand qu'un dixième de la tension expérimentale.

Pour un mode donné, les pentes des courbes $\omega(V_A)$ sont fixées par la valeur de V_C . Une valeur élevée de V_C implique de faibles pentes et inversement. Afin de calculer V_C , il faut estimer le facteur géométrique β qui est très difficile à exprimer. Toutefois, il est intuitif que V_C augmente avec le rayon r et la distance entre l'extrémité du nanorésonateur et l'anode et décroît en fonction de la longueur L . Avec nos longs et fins nanofils situés proches de l'anode, nous avons de grandes valeurs de pentes et par conséquent, des NEMS avec un fort taux d'accord des fréquences de résonance.

Nous pouvons également pousser l'analyse afin de déterminer V_C et donc β à partir des données expérimentales. Par exemple, V_A/V_C est directement relié aux rapports des fréquences des différents modes propres par rapport au premier mode. La figure 3.11 montre l'évolution de ces rapports à partir des données de la figure 3.9. Ces courbes sont universelles pour toute géométrie à base de poutre encastrée-libre dont la section est uniforme et satisfaisant les conditions aux limites (3.26)-(3.29) avec $\xi = 1$. Les rapports des modes peuvent également être contrôlés afin de vérifier expérimentalement le rapport $2n+1$ dans le régime haute tension bien que la tension nécessaire pour les modes supérieurs soit supérieure à celle nécessaire pour le premier mode.

3.4.2 Validation du modèle par l'expérimentation

Présentation des échantillons

Expérimentalement nous avons étudié six nanofils SiC collés individuellement à l'extrémité de pointes en tungstène. Les mesures consistent à étudier la variation des fréquences de résonance en fonction de la tension appliquée puis comparer les résultats obtenus au modèle théorique développé précédemment. Les nanofils sont dénommés SiC1 à SiC6 et leurs caractéristiques géométriques sont répertoriées dans le tableau 3.1. Suivant les échantillons, l'étude est réalisée soit dans un système UHV (SiC2 et SiC3), soit dans un MEB (SiC4, SiC5 et SiC6), soit dans ces deux types de systèmes (SiC1). Pour rappel, la masse volumique du SiC est $\rho = 3200 \text{ kg/m}^3$.

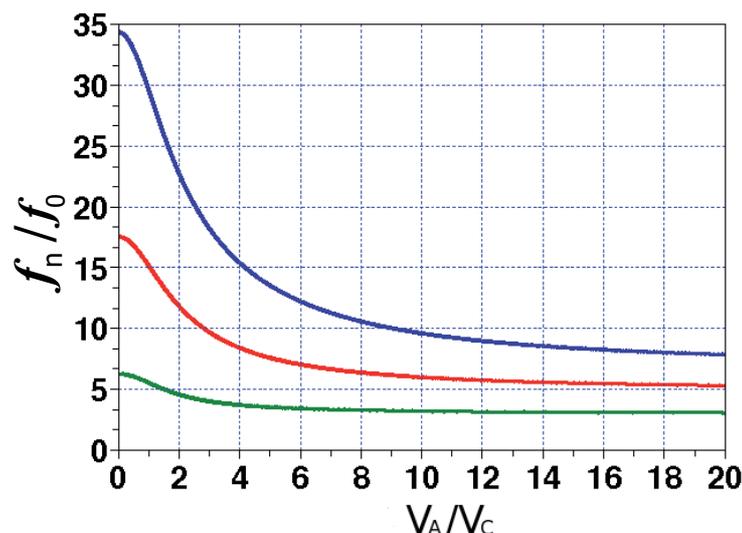


Figure 3.11 – Rapport des fréquences propres du deuxième mode (courbe du bas verte), du troisième mode (courbe du milieu rouge) et du quatrième mode (courbe du haut bleue) par rapport aux fréquences propres du premier mode en fonction de la tension V_A normalisée par V_C . Les valeurs pour une tension nulle sont respectivement de 6.27, 17.55 et 34.39.

Nanofil	Rayon r (nm)	Longueur L (μm)
SiC1	103	93
SiC2	143	128
SiC3	17.5	2.5
SiC4	135	243
SiC5	113	103
SiC6	104	32.5

Tableau 3.1 – Rayons et diamètres des différents nanofils SiC étudiés dans un système UHV et/ou dans un MEB

Variation expérimentale du paramètre ξ

Nous désirons étudier expérimentalement l'effet du paramètre ξ qui permet de caractériser l'influence de la direction de T sur l'évolution des fréquences de résonance. La valeur de ξ est influencée par l'environnement au voisinage du nanorésonateur. Par conséquent nous plaçons à proximité du nanofil des anodes dont la géométrie varie (Figure 3.12). Une anode concave aura tendance à faire décroître la valeur de ξ tandis qu'une anode de forme convexe aura pour conséquence l'augmentation de ξ .

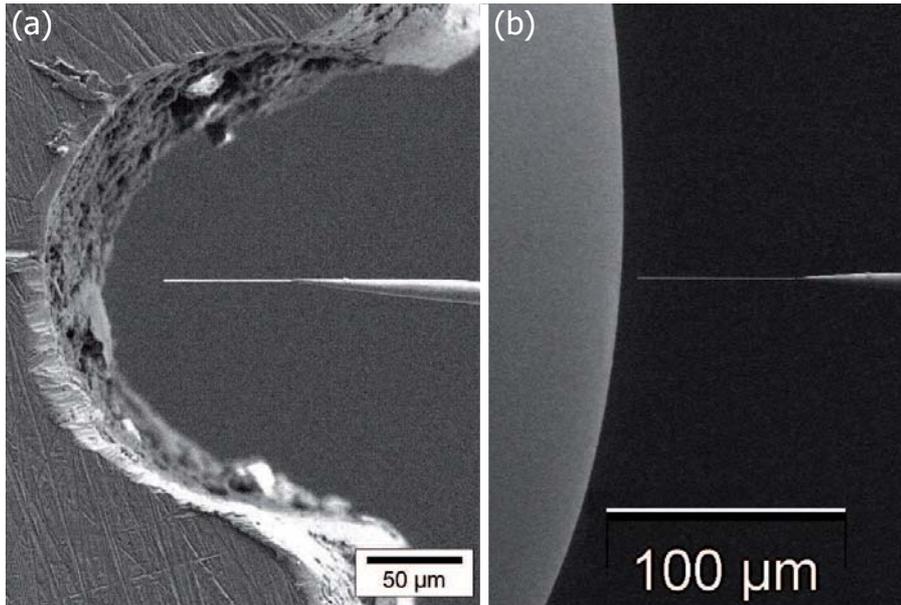


Figure 3.12 – Nanofil SiC5 placé devant une anode dont la paroi est de forme (a) concave et (b) convexe. Le nanofil est placé plus loin de la paroi pour l’anode concave afin de compenser le rayon de courbure plus important de l’anode convexe.

Ainsi, pour le nanofil SiC5 dans ces deux configurations, la figure 3.13 représente les mesures de l’évolution de la fréquence de résonance du premier mode en fonction de la tension. Une régression à partir des prédictions théoriques est également reportée sur cette figure dans le but d’extraire la valeur de ξ ainsi que le module de Young Y et le paramètre V_C . La valeur de V_C dans la configuration convexe est inférieure (par conséquent β est plus grand) que dans la configuration concave. Ainsi, la fréquence de résonance est plus sensible à la variation de V_A lorsque le nanofil est placé à proximité d’une paroi convexe. Aussi, pour la configuration concave, nous obtenons par interpolation une valeur de $\xi = 0.81$ alors que $\xi = 1.2$ pour la configuration convexe. Cela signifie que la direction de la force électrostatique T a seulement une faible variation pendant les oscillations mais cette variation dépend bien de la forme de l’anode.

La faible dépendance des fréquences de résonance par rapport au paramètre ξ dans la gamme de valeurs étudiées (Figure 3.9) ainsi que les valeurs assez proches de ξ déduites des deux configurations expérimentales valident l’approximation $\xi = 1$ dans l’étude théorique précédente. De plus, lors des mesures expérimentales ξ est toujours strictement supérieur à 0.1 et par conséquent nous ne pouvons pas observer la décroissance des fréquences de résonance du premier mode. Cela résout également le problème d’identification des modes lorsque nous utilisons le phénomène d’EC.

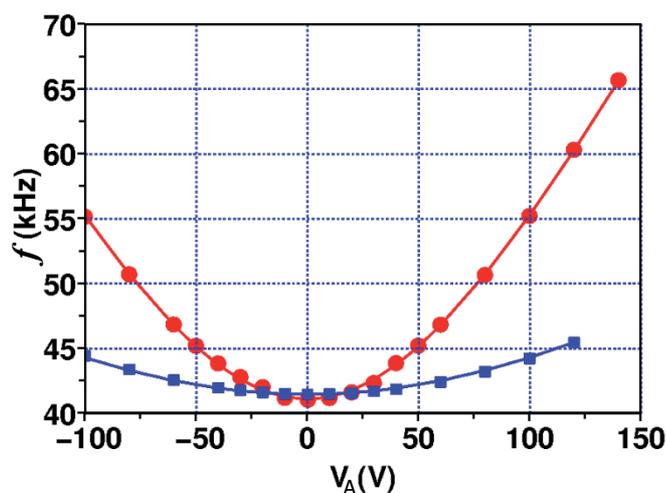


Figure 3.13 – Données expérimentales du nanofil SiC5 obtenues avec une anode concave (■) et convexe (●) et tracés théoriques correspondants (—)

3.4.3 Mesure expérimentale du module de Young

Résultats

L'excellente concordance entre les mesures expérimentales et la théorie nous permet de déterminer le module de Young à partir des fréquences de résonance même dans la configuration EC sous UHV. En général, dans cette configuration, l'expérimentation est réalisée dans le régime des basses tensions où l'équation (3.41) peut être utilisée. Dans un MEB, la mesure de la fréquence pour une tension V_A nulle est directe en comparaison avec la configuration EC où la valeur de cette fréquence doit être extrapolée de la dépendance linéaire $\omega^2(V_A^2)$.

Les valeurs du module de Young de l'ensemble de nos nanofils sont répertoriées dans le tableau 3.2. Malgré la dispersion des résultats, ces grandeurs sont néanmoins compatibles avec les mesures trouvées dans la littérature [Gmelin 1959, Harris 1995, Wong *et al.* 1997, Shackelford et Alexander 2001]. Les différences sont attribuées aux différents états allotropiques du carbure de silicium ainsi qu'aux différentes orientations des modes propres par rapport aux plans cristallins.

Concordance des rapports de fréquences propres pour une tension nulle

Pour chaque nanofil, la dépendance des modes de résonance par rapport à la tension V_A concorde plus ou moins bien avec les expressions théoriques décrites précédemment. Une

Nanofil	Mode n	Fréquence f_n (kHz)	Module de Young Y (GPa)	Rapport des fréquences f_n/f_0
SiC1	0	28.44	230	
	1	213.47	330	7.51
	2	642.36	380	22.59
SiC2	0	22.36	268	
	1	144.43	285	6.46
SiC3	0	11 150	660	
SiC4	0	7.76		
	1	42.91	534*	5.53
	2	115.73		14.91
SiC5	0	41.05		
	1	216.39	750*	5.27
SiC6	0	318.95	429	
	1	2 007.0	432.5	6.29

* valeur avec la correction du contact élastique.

Tableau 3.2 – Modules de Young extraits des données expérimentales dans les deux configurations. Les fréquences correspondent aux fréquences propres sans tension V_A et les deux méthodes donnent des valeurs similaires. Les valeurs théoriques des rapports pour une tension nulle sont $f_1/f_0 = 6.27$ et $f_2/f_0 = 17.55$

étude approfondie des données expérimentales est donc nécessaire afin de comprendre parfaitement le phénomène vibratoire. Ainsi, pour chaque nanofil, le rapport des fréquences des modes propres lorsque $V_A = 0$ permet d'estimer la différence entre l'expérimentation et le cas idéal et donc d'évaluer l'erreur sur la valeur de Y . La comparaison entre les valeurs des rapports f_n/f_0 du tableau 3.2 et de la figure 3.11 montre des ratios corrects pour les échantillons SiC2 et SiC6, de faibles ratios pour SiC4 et SiC5 alors que SiC1 présente des ratios plus élevés que la théorie. A noter que seulement le premier mode de résonance a été mesuré pour SiC3 et pour rappel, les valeurs théoriques des rapports pour $V_A = 0$ sont $f_1/f_0 = 6.27$ et $f_2/f_0 = 17.55$.

Le nanofil SiC2 a été étudié seulement dans la configuration EC. Les courbes représentant la variation de la fréquence de résonance des deux premiers modes de résonance par rapport à V_A sont reproduites sur la figure 3.14. Les fréquences de résonance pour une tension V_A nulle sont obtenues à partir de l'équation (3.41). Nous attribuons la faible

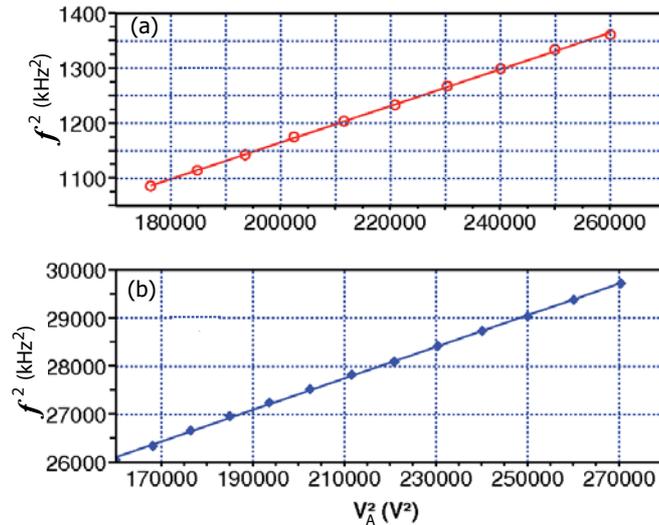


Figure 3.14 – Fréquences de résonance (a) du premier mode et (b) du second mode en fonction de la tension V_A pour le nanofil SiC2 mesuré sous EC. La dépendance linéaire de f^2 en fonction de V_A^2 est observée comme l'équation (3.41) le prédit.

variation entre le ratio théorique et celui déduit de l'expérimentation à la présence de légers défauts géométriques comme, par exemple, un diamètre du nanofil non constant sur toute sa longueur. Cette petite différence de 3% provoque un écart de 6% sur la valeur du module de Young (Tableau 3.2). Le résonateur SiC6 fut étudié uniquement dans un MEB et le ratio des fréquences des deux premiers modes coïncide à la théorie (différence de seulement 0.5%). La valeur de son module de Young correspond avec la valeur moyenne de l'ensemble de nos échantillons ainsi qu'avec celles trouvées dans la littérature.

Correction des mesures en fonction du contact entre le nanofil et la pointe

Les expériences concernant SiC4 se sont également déroulées essentiellement dans un MEB et les ratios obtenus avec cet échantillon sont sensiblement plus faibles que les ratios théoriques. Nous pensons que l'origine de cette divergence réside dans le contact imparfait entre le nanofil et la pointe de tungstène car l'utilisation de la colle implique une réponse élastique. Ce couplage a déjà été modélisé de manière détaillée par [Chen *et al.* \[2004\]](#). Nous présentons ici un modèle simple, avec un degré de liberté supplémentaire, qui peut expliquer le comportement observé.

La partie collée du nanofil est beaucoup plus courte que le nanofil lui-même ce qui implique que la condition aux limites « pas de déplacement en $x=0$ » (équation (3.26)) est toujours respectée même avec une colle qui a une certaine élasticité. Par contre,

l'inclinaison du nanofil au contact de la pointe n'est plus négligeable (équation (3.27)). En première approximation, cette inclinaison correspond au rapport entre le (très faible) déplacement du nanofil dans la partie collée et la (très faible) longueur de cette partie collée. Ce déplacement produit une force élastique qui doit être annulée par l'élasticité à l'intérieur du nanofil (Figure 3.8).

$$\left(\frac{\partial y_0}{\partial x}\right)_{x=0} \propto \left(T\frac{\partial y_0}{\partial x} - YI\frac{\partial^3 y_0}{\partial x^3}\right)_{x=0} \quad (3.46)$$

Nous pouvons réécrire l'équation (3.46) avec une constante sans dimension α :

$$\left(\frac{\partial y_0}{\partial x} + \alpha L^2\frac{\partial^3 y_0}{\partial x^3} - \alpha\kappa^2\frac{\partial y_0}{\partial x}\right)_{x=0} = 0 \quad (3.47)$$

L'effet du paramètre α nous intéresse uniquement lorsque la tension T est nulle ce qui équivaut à $\kappa = 0$. Par conséquent, avec l'ensemble des conditions, rechercher des solutions de la forme $y(x, t) = y_0(x) e^{i\omega t}$ pour l'équation du mouvement (3.16) revient à résoudre le système simplifié suivant :

$$\frac{\partial^4 y_0}{\partial x^4} - \frac{u^4}{L^4} y_0 = 0 \quad (3.48)$$

avec

$$u^4 = \frac{\mu\omega^2 L^4}{YI} \quad (3.49)$$

La solution de l'équation (3.48) est donc de la forme :

$$y_0(x) = A_C \cosh\left(\frac{ux}{L}\right) + B_C \sinh\left(\frac{ux}{L}\right) + C_C \cos\left(\frac{ux}{L}\right) + D_C \sin\left(\frac{ux}{L}\right) \quad (3.50)$$

A partir des hypothèses précédentes et en utilisant la nouvelle condition aux limites (3.47), nous pouvons définir la nouvelle matrice M_C et trouver la condition d'existence de solutions non-triviales pour l'équation (3.48).

$$M_C = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & \frac{u+\alpha u^3}{L} & 0 & \frac{u-\alpha u^3}{L} \\ \frac{u^2}{L^2} \cosh(u) & \frac{u^2}{L^2} \sinh(u) & -\frac{u^2}{L^2} \cos(u) & -\frac{u^2}{L^2} \sin(u) \\ \frac{u^3}{L^3} \sinh(u) & \frac{u^3}{L^3} \cosh(u) & \frac{u^3}{L^3} \sin(u) & -\frac{u^3}{L^3} \cos(u) \end{pmatrix} \quad (3.51)$$

L'expression du déterminant ΔM_C de la matrice M_C est

$$\Delta M = \frac{2u^6}{L^6} [1 + \cosh(u) \cos(u) - \alpha u^2 \sinh(u) \sin(u)] \quad (3.52)$$

et puisque $u \neq 0$, la condition d'existence de solutions non-triviales pour l'équation (3.48) satisfaisant les conditions aux limites (3.26), (3.47), (3.28) et (3.29) est :

$$1 + \cosh(u) \cos(u) - \alpha u^2 \sinh(u) \sin(u) = 0 \quad (3.53)$$

Nos mesures des fréquences de résonance des trois premiers modes du nanofil SiC4 sont désormais très bien décrites (erreur inférieure à 0.5%) par les deux paramètres libres, donnant $Y=534$ GPa et $\alpha=0.0235$. A partir de la valeur de α , nous pouvons calculer les valeurs de u vérifiant l'équation (3.53) et déduire les rapports des modes après correction afin de les comparer avec ceux provenant des mesures expérimentales (Tableau 3.2). Avec le calcul, nous obtenons $f_1/f_0 = 5.54$ et $f_2/f_0 = 14.82$ au lieu de respectivement 5.53 et 14.91 expérimentalement ce qui représente un très bon accord. Cette relativement faible valeur de α confirme que la colle élastique est une très faible correction pour les oscillations d'un nanofil. Cela montre que nous devons être très prudents lorsque nous déduisons la valeur du module de Young à partir des fréquences de résonance. Si nous négligeons le paramètre de correction α pour l'échantillon SiC4, nous estimons, à partir des trois premiers modes Y égal à 471, 366 et 340 GPa respectivement. Par conséquent, nous pouvons conclure qu'un résultat fiable du module de Young nécessite soit l'observation d'au moins deux modes propres avec un ratio des fréquences correct, soit l'utilisation du paramètre de correction α .

L'échantillon SiC5 montre le même type de comportement dans la configuration MEB avec un ratio des fréquences des deux premiers modes égal à 5.27. L'application du modèle précédent permet d'estimer le module de Young à 750 GPa et $\alpha=0.042$. Cette valeur correspond à la valeur la plus élevée rapportée dans la littérature pour un cristal de SiC (748 GPa) [Gmelin 1959]. De la même façon que pour le nanofil SiC4, nous pouvons montrer le très bon accord entre le rapport des modes corrigés en prenant en compte la valeur de α ($f_1/f_0 = 5.25$) et le rapport obtenu expérimentalement ($f_1/f_0 = 5.27$).

Etude comparative des mesures réalisées sous EC et dans un MEB

Nous avons réalisé une comparaison des résultats mesurés dans les deux configurations afin d'estimer le module de Young du nanofil SiC1. Une large gamme de tensions positives et négatives a été explorée dans le MEB et est représentée dans la figure 3.15. Nous obtenons bien une dépendance quadratique de f^2 en fonction de V_A prédite par l'équation (3.41) pour le régime basse tension.

Nous pouvons observer sur la figure 3.16 que nous avons une excellente concordance entre les mesures du module de Young effectuées dans un MEB et sous EC. Sur la figure 3.16(a), les mesures réalisées dans le MEB sont pour des tensions positives et négatives. Les valeurs de V_C sont, respectivement, de 77.82 V dans le MEB et de 175.59 V sous EC. Ainsi, dans cette figure, nous avons normalisé les tensions de l'EC afin d'obtenir une valeur de V_C identique à celle obtenue dans le MEB. Avec cette condition, aucune différence mesurable n'est visible sur les deux courbes. De plus, nous avons réalisé une

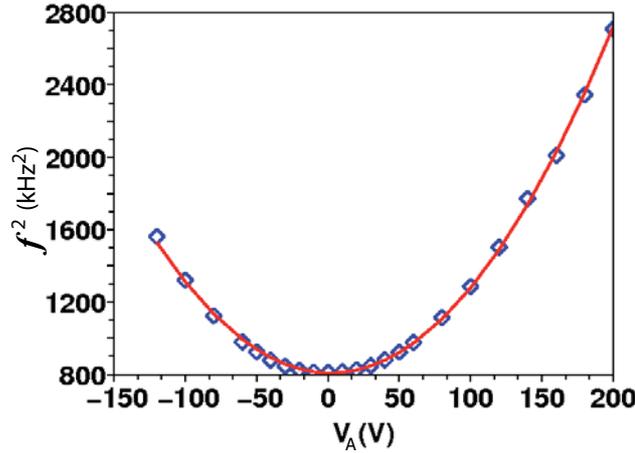


Figure 3.15 – Fréquence de résonance au carré du premier mode en fonction de V_A (\diamond) dans un MEB. Estimation avec l'équation (3.41) (—) jusqu'au terme V_A^2 .

étude de Y en fonction d'un traitement thermique du nanofil (Figure 3.16(b)). Les mesures montrent que malgré un cycle de chauffage jusqu'à une température de 1320 K, la valeur du module de Young ne présente aucun changement significatif même avec une baisse d'un facteur 30 du facteur de qualité comme nous le verrons par la suite. La valeur de Y à température ambiante (300 K) correspond aux mesures dans le MEB tandis que le reste des points est extrait des données sous EC. Nous n'observons pas de différence notable entre les valeurs de Y obtenues dans les deux configurations. Les différences entre les valeurs de Y suivant les trois premiers modes de résonance sont compatibles avec les ratios déduits des fréquences de résonance des différents modes pour $V_A = 0$.

Comme nous l'avons vu précédemment, les ratios du nanofil SiC1 sont supérieurs aux prédictions théoriques de l'équation (3.41) (Figure 3.11). Ces différences sont présentes dans les valeurs des deux configurations et nous les attribuons aux défauts géométriques plus présents dans le nanofil SiC1 que dans le SiC6 comme nous pouvons l'observer sur la figure 3.17. Le nanofil SiC1 montre des variations de son diamètre qui provoquent une dérogation par rapport à la théorie de la poutre encastree-libre. Par opposition, l'absence de défaut géométrique pour le nanofil SiC6 donne une excellente concordance entre la théorie et les mesures expérimentales. De plus, une colle élastique ne peut expliquer des ratios de fréquence de résonance plus élevés que les prédictions théoriques. En effet, α est toujours positif puisque la colle ne peut générer qu'une force de rappel et en aucun cas une force repulsive. Et même si les défauts géométriques peuvent également justifier des ratios trop faibles, le modèle de la colle élastique donne une description exacte de l'évolution des fréquences observées avec seulement un paramètre supplémentaire.

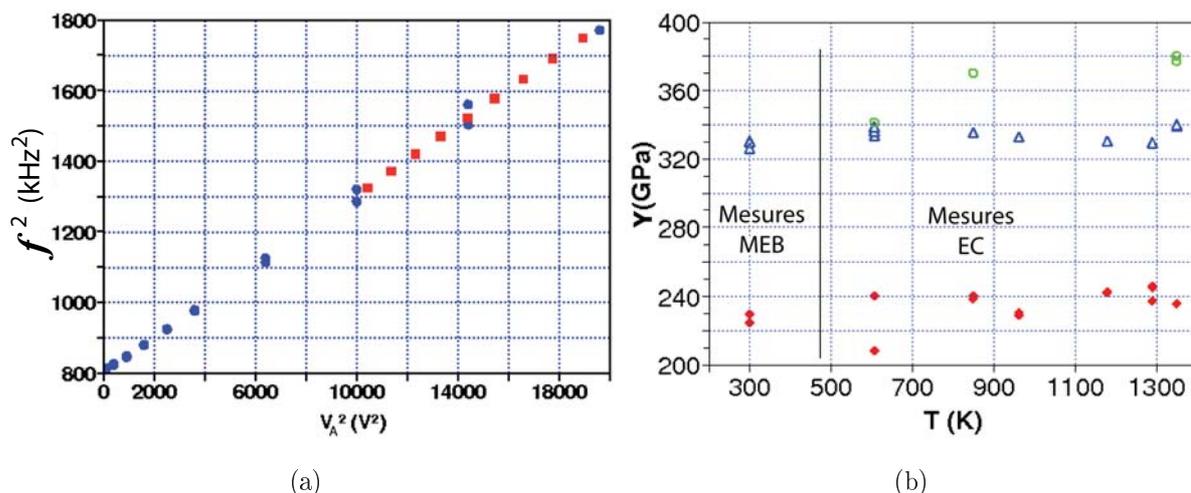


Figure 3.16 – (a) Courbes $f^2(V_A^2)$ dans un MEB (\bullet) et sous EC (\blacksquare) pour le premier mode du nanofil SiC1. (b) Modules de Young extraits à partir du premier (\blacklozenge), du deuxième (\triangle) et du troisième (\circ) mode en fonction d'un chauffage préalable.

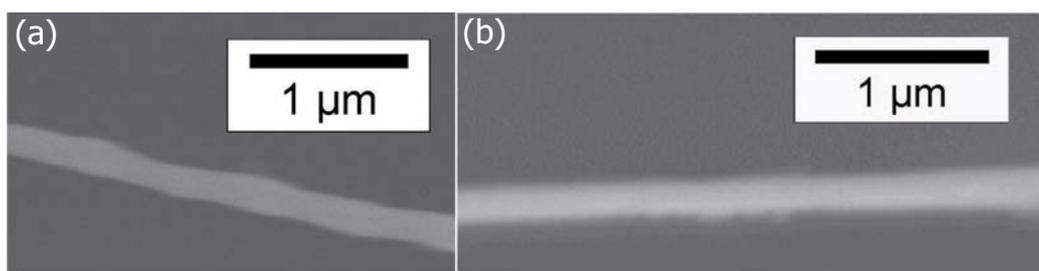


Figure 3.17 – Images MEB des nanofils SiC1 (a) et SiC6 (b). Le diamètre de SiC6 est homogène tandis que celui de SiC1 est inconstant

3.4.4 Etude du facteur de qualité

Les mesures du facteur de qualité Q de nos nanorésonateurs sont rendues difficiles par leur extrême sensibilité aux perturbations externes, ce qui induit rapidement une réponse mécanique non-linéaire lorsque l'amplitude augmente. Afin de mesurer des valeurs de Q exactes, une réponse lorentzienne linéaire est nécessaire et par conséquent, nous devons diminuer l'amplitude du signal d'excitation jusqu'au minimum détectable.

Pour le nanofil SiC1, nous avons étudié la dépendance du facteur de qualité Q par rapport à un traitement thermique préalable dans la configuration sous EC. Q est mesuré à partir de la courbe de réponse lors d'un balayage en fréquence à travers la résonance. Un exemple d'une telle courbe est donné pour le nanofil SiC3 dans la figure 3.18(a). L'évolution du facteur de qualité de SiC1 après chaque cycle de chauffage est illustrée

dans la figure 3.18(b). La mesure sans traitement thermique n'a pu être effectuée compte tenu de l'instabilité de l'EC. L'amortissement du système résonant est diminué par un facteur 100 après un cycle de chauffage à 1280 K en comparaison à un premier cycle à basse température ($T=600$ K). Nous envisageons trois phénomènes pouvant être responsables de cette considérable augmentation de Q :

- le lavage thermique qui permet d'enlever la pollution à la surface du nanorésonateur,
- la recristallisation des défauts internes du nanofil,
- l'augmentation de la raideur du contact avec la colle.

Nous avons obtenu une valeur de Q très élevée de $1.6 \cdot 10^5$ avec le nanofil SiC1 [Perisanu *et al.* 2007a] puis cette valeur a chuté d'un facteur 30 après un chauffage à 1320 K. Nous pensons que le traitement thermique a provoqué un changement des propriétés du SiC. Un chauffage intensif peut changer significativement la forme du nanofil en créant des zones de dissipations mais de telles températures n'altèrent pas le module de Young (Figure 3.16(b)).

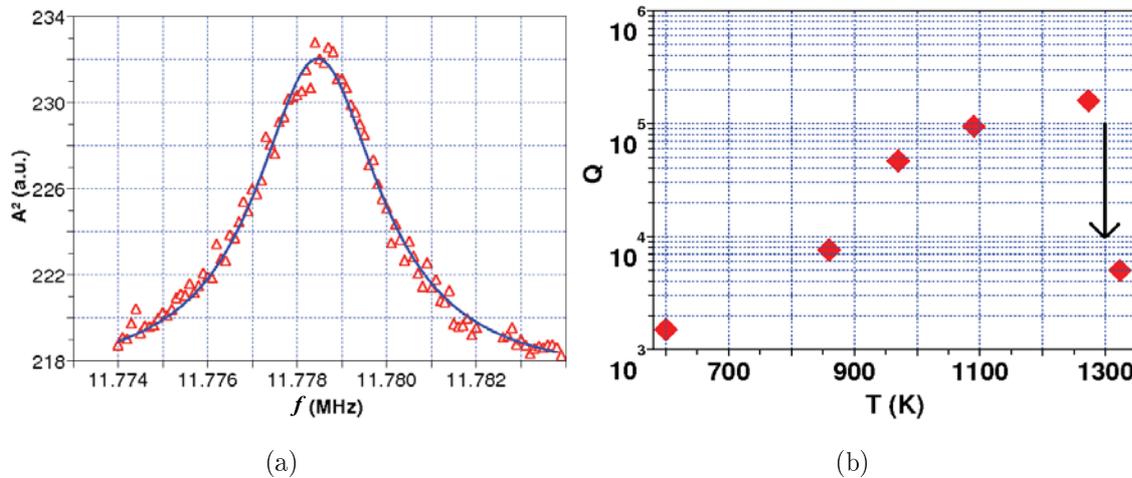


Figure 3.18 – (a) Mesure expérimentale de la réponse du nanofil SiC3 dans la configuration EC (Δ) et interpolation lorentzienne donnant une valeur de Q égale à 3500 (—). (b) Facteur de qualité du nanofil SiC1 mesuré à température ambiante en fonction de la température de chauffage du traitement thermique réalisé préalablement. Les mesures sont effectuées sous EC et une mesure sans traitement thermique était impossible compte tenu de l'instabilité du courant.

Le facteur de qualité de l'échantillon SiC4 a été mesuré dans le MEB sans cycle de chauffage et nous avons déterminé une valeur de 5 000 concordant avec la valeur de Q

de SiC1 mesurée sous EC à faible température de chauffage (600 K). Les mesures dans le MEB sont perturbées par l'interaction du nanofil avec le faisceau d'électrons du MEB quand ce dernier est en mode image.

Nous avons également évalué les facteurs de qualité de SiC2 et SiC3 dans la configuration EC. Les valeurs relevées après un traitement thermique à environ 1 000 K sont de $3.6 \cdot 10^4$ pour SiC2 et de $3.5 \cdot 10^3$ pour SiC3 (Figure 3.18(a)). De précédents travaux expérimentaux réalisés par [Ekinici et Roukes \[2005\]](#) montrent que le logarithme de Q augmente linéairement avec le logarithme du volume du résonateur (Figure 3.19). Cette forte dépendance avec le volume s'explique par la forte diminution du facteur de qualité lorsque le rapport surface sur volume du résonateur augmente puisque les forces dues aux frottements ont plus d'influence. Les valeurs de Q de nos échantillons, mesurées à température ambiante, se situent sur ou au-dessus de la ligne droite qui décrit le mieux cette dépendance linéaire. De plus certaines mesures rapportées sur cette courbe ont été effectuées à basse température de façon à accroître la valeur de Q [[LaHaye et al. 2004](#)]. Par conséquent, nous pouvons affirmer que nos résonateurs réalisés à partir de nanofils SiC sont très performants.

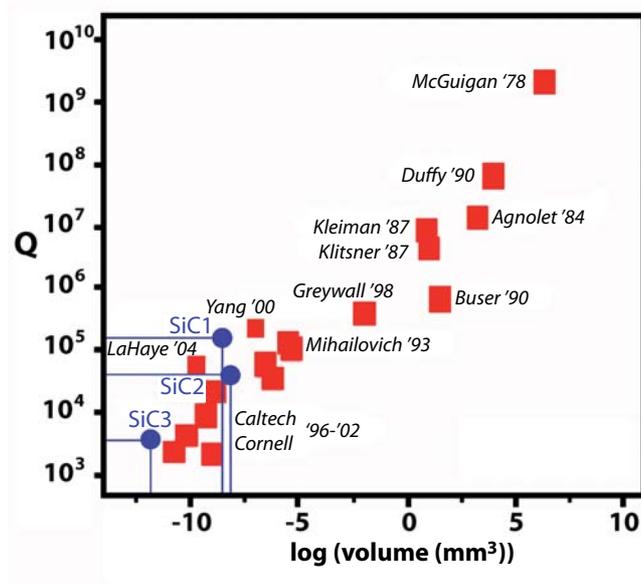


Figure 3.19 – Facteurs de qualité de résonateurs en fonction du logarithme de leurs volumes [Ekinici et Roukes \[2005\]](#). Nous avons rajouté les valeurs expérimentales de nos échantillons SiC1 ($Q=1.6 \cdot 10^5$), SiC2 ($Q=3.6 \cdot 10^4$) et SiC3 ($Q=3.5 \cdot 10^3$) mesurées à température ambiante. Nos valeurs de Q se situent sur ou au-dessus de la dépendance linéaire.

3.5 Nanoradio par Emission de Champ

3.5.1 Contexte et principe

Certaines grandes découvertes du XIX^{ème} siècle comme le télégraphe, l'amplificateur à tube ou encore l'exploration des ondes électromagnétiques ont permis l'essor des radio-communications. En 1901, Marconi effectue la première liaison transatlantique entre Terre-neuve et la Cornouailles avec une transmission en code morse. Après la seconde guerre mondiale, le développement des semiconducteurs et l'intégration à grande échelle de transistors miniaturisés marque une étape importante dans le domaine des radio-communications car l'apparition de radios rapidement dénommées « transistors » démocratise l'utilisation de la radio qui devient facilement transportable et abordable. Depuis plus d'un siècle, les transmissions par ondes électromagnétiques se sont solidement implantées dans notre quotidien et les applications les plus connues sont la radio, la télévision, les radars ou plus récemment les téléphones portables et le wifi. Ces diverses applications paraissent fort différentes mais fondamentalement, elles reposent toutes sur le même principe : la transmission d'une information par l'intermédiaire d'une onde électromagnétique.

La transmission d'un signal audio, vidéo ou de données diverses nécessite de recourir aux techniques de modulation car il est difficilement envisageable d'émettre directement ces signaux pour aux moins deux raisons :

- une antenne d'émission a un rendement très faible aux fréquences des signaux et l'augmentation de la fréquence du signal permet d'émettre sur des distances très importantes ;
- la nécessité de sélectionner un signal parmi plusieurs présents dans l'environnement. Si l'émission d'un signal non modulé est effectuée dans une zone géographique, il faut que cet émetteur soit le seul sur toute la zone afin d'éviter les interférences. La modulation permet de différencier l'ensemble des émissions radios sur une gamme de fréquences définies pour chaque type d'application par un organisme international.

Dans la suite nous nous focaliserons essentiellement sur la radio analogique et sur deux types de codage : la modulation en amplitude (AM) et la modulation de fréquence (FM). Le principe d'une radio basique repose sur quatre éléments distincts et indispensables pour restituer le signal audio sur un haut parleur (Figure 3.20). Le signal modulé est réceptionné par l'antenne puis transmis au « tuner » qui permet de sélectionner seulement l'émission radio que nous souhaitons écouter. Il s'agit d'un filtre passe-bande dont la fréquence

centrale correspond à celle du signal haute fréquence. Généralement un amplificateur radio-fréquence augmente le faible signal radio afin d'obtenir un signal dont l'amplitude est de quelques volts et ainsi rendre le traitement de ce signal plus facile pour les circuits électroniques. L'étape de démodulation consiste à retrouver le signal audio de départ à partir du signal modulé. Cette étape primordiale sera développée plus en détails par la suite. Suivant la puissance du signal audio obtenu et le type de haut parleur utilisé, un étage d'amplification supplémentaire peut s'avérer nécessaire.

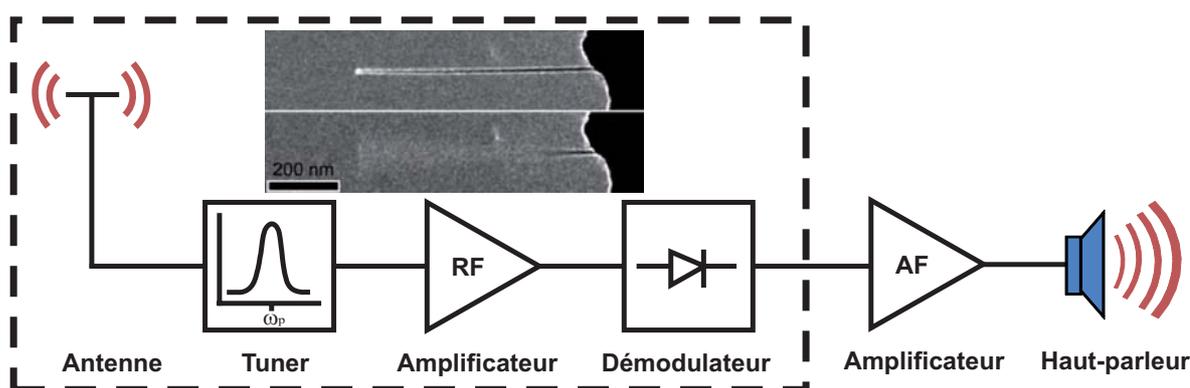


Figure 3.20 – Schéma de principe d'un récepteur radio avec les quatre composants essentiels : l'antenne, le tuner, l'amplificateur et le démodulateur. L'utilisation d'un nanotube en configuration EC permet d'effectuer ces quatre étapes [Jensen et al. 2008].

Comme nous l'avons vu brièvement au chapitre 1, la nanoradio développée par Jensen et al. [2008] repose sur l'utilisation d'un nanotube encastré-libre en configuration EC. A partir de cette géométrie, les auteurs mettent en valeur le fait que les quatre principales fonctions évoquées précédemment pour réaliser une radio sont effectuées par le nanotube. En effet, l'EC provoque l'apparition d'un champ électrique intense à l'extrémité libre du nanotube et crée une accumulation de charges. C'est ce phénomène qui permet au nanotube de jouer le rôle d'antenne en présence d'un signal électrique alternatif. La force électrostatique permet de réaliser l'accord des fréquences de résonance et ainsi sélectionner l'onde radio à démoduler. L'amplification du signal peut être effectuée par une augmentation du courant d'émission de champ mais une augmentation externe supplémentaire est encore nécessaire afin d'exploiter le signal sur un haut-parleur. Enfin, les auteurs lient la démodulation à la variation du facteur d'amplification d'EC β et à la caractéristique non-linéaire du courant d'EC.

Notre équipe étant spécialisée en EC et en nanomécanique et compte tenu du fait

que les travaux de [Jensen *et al.* \[2008\]](#) sont basés sur nos précédents travaux, nous avons naturellement souhaité reproduire cette expérience. En particulier, aucun paramètre d'EC n'était donné dans cet article et l'interprétation théorique était très courte. Au cours de cette étude nous avons vu que l'explication concernant la démodulation à partir de la non-linéarité du courant d'émission de champ s'avère incomplète et nous reviendrons plus en détails sur leur interprétation à la fin de ce chapitre. Dans la suite, nous allons donc développer en détails les diverses origines possibles permettant la démodulation de signaux AM et FM par un nanotube oscillant en EC puis nous présenterons les expériences réalisées afin de valider la faisabilité d'une nanoradio et exploiter nos études théoriques.

3.5.2 Modulation AM et FM

La nanoradio par EC est capable de fonctionner en modulation d'amplitude et en modulation de fréquence. Les signaux sonores à transmettre sont basses fréquences (entre 20 Hz et 20 kHz) et pour faciliter la compréhension des calculs nous considérons que ce signal modulant est un signal sinusoïdal parfait de fréquence $\omega_m/(2\pi)$:

$$v_m(t) = V_m \cos(\omega_m t) \quad (3.54)$$

La porteuse est également un signal sinusoïdal parfait de haute fréquence $\omega_p/(2\pi)$:

$$v_p(t) = V_p \cos(\omega_p t) \quad (3.55)$$

Un signal AM est obtenu par un mixage entre le signal modulant et la porteuse et son expression est :

$$v_{AM}(t) = v_p(t) + kv_p(t)v_m(t) \quad (3.56)$$

$$= v_p(t)(1 + kv_m(t)) \quad (3.57)$$

$$= V_p[1 + kV_m \cos(\omega_m t)] \cos(\omega_p t) \quad (3.58)$$

avec $m = kV_m$ le facteur de modulation où k est un facteur constant.

En FM, l'information est portée par la modification de la fréquence de la porteuse, et non par la variation de l'amplitude. La modulation de fréquence est plus robuste que la modulation d'amplitude pour transmettre un message dans des conditions difficiles (atténuation et bruit importants). L'expression rigoureuse du signal modulé en fréquence a pour expression :

$$v_{FM}(t) = V_p \cos(\psi(t)) = V_p \cos\left(\omega_p t + \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_m t)\right) \quad (3.59)$$

avec $f_\Delta = \omega_\Delta/(2\pi)$ la déviation en fréquence du signal modulé.¹

Nous définissons $\omega_i = \frac{d\psi(t)}{dt}$ comme étant la pulsation instantanée du signal FM. Le terme $\psi(t)$ est un déphasage constant dans la gamme de temps qui nous intéresse et par conséquent il peut être négligé. Finalement, la réponse mécanique du nanotube soumis à un signal FM est identique à celle qu'il aurait si il était excité par un signal simplifié :

$$v_{FM}(t) = V_p \cos(\omega_i t) = V_p \cos[(\omega_p + \omega_\Delta \cos(\omega_m(t)))t] \quad (3.60)$$

3.5.3 Démodulation

Principes et origines

Lorsque nous appliquons une tension continue V_{DC} sur la pointe afin d'effectuer l'EC, nous obtenons un courant relativement stable I_0 . L'ajout d'un signal HF $V(t)$ modulé en amplitude ou en fréquence engendre l'apparition du signal démodulé, c'est à dire une composante à la pulsation ω_m dans le courant d'EC. Ce signal démodulé doit être le plus élevé possible afin d'avoir un important rapport signal sur bruit.

La démodulation du signal HF est effectuée en totalité pour la FM ou au moins partiellement pour l'AM à partir des vibrations du nanotube sous EC. Nous pouvons décomposer ce processus en plusieurs étapes :

- Lorsque la fréquence de résonance du nanotube correspond à la fréquence du signal HF, l'amplitude du mouvement $X(t)$ de l'extrémité libre du nanotube varie (Figure 3.21).
- Cette variation de $X(t)$ provoque la modification du facteur d'amplification β dont l'évolution peut être décrite par la relation suivante :

$$\beta(t) = \beta_0 + \underbrace{\beta_1 X(t) + \beta_2 X^2(t)}_{\delta\beta}$$

avec β_1 et β_2 des coefficients dont les valeurs dépendent de la géométrie.

- Les variations de β ($\delta\beta$) et de $V(t)$ (δV) impliquent une variation du courant d'EC responsable de l'apparition du signal démodulé.

1. Pour un temps $t + \Delta t$, la fonction $\psi(t)$ peut s'écrire $\psi(t + \Delta t) = \psi(t) + \frac{\partial\psi(t)}{\partial t} \Delta t$ avec Δt un temps inférieur ou du même ordre de grandeur que le temps de relaxation de l'oscillateur Q/ω_0 . Les conditions qui permettent de négliger les termes d'ordres supérieurs sont $\omega_p \gg \omega_\Delta$ et $\omega_p \gg \frac{\omega_\Delta \omega_m Q}{2\omega_0}$. La fréquence de résonance $\omega_0/(2\pi)$ est quasiment équivalente à $\omega_p/(2\pi)$ et comme nous le verrons par la suite, lors de nos expérimentations ces conditions sont toujours parfaitement vérifiées.

Nous commencerons notre étude par la description de l'influence de ces paramètres sur le courant d'émission. En effet, après une étude complète, nous pourrions déterminer exactement quelle est l'influence des différents termes gouvernant la démodulation.

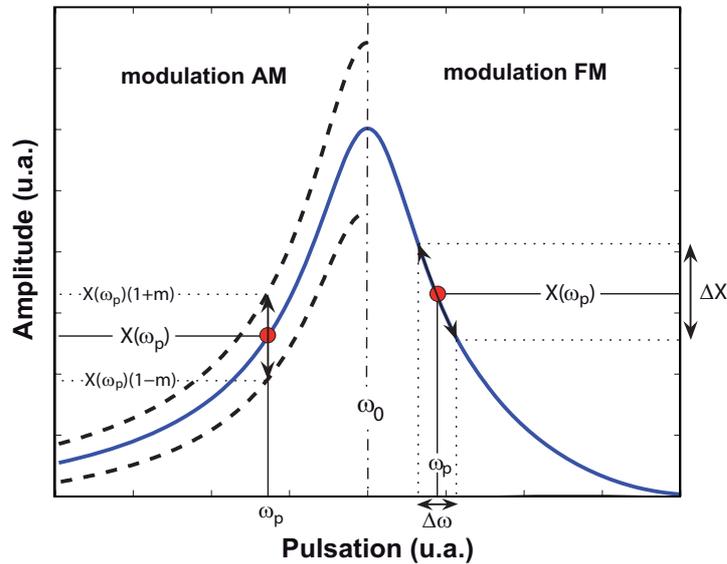


Figure 3.21 – Courbe de résonance sur laquelle est présenté le principe de la démodulation AM (à gauche) et de la démodulation FM (à droite).

La figure 3.21 représente une courbe de résonance sur laquelle est illustré l'effet de signaux AM et FM sur l'amplitude d'oscillation d'un nanorésonateur. Pour un signal AM dont la pulsation de la porteuse est ω_p , l'amplitude des oscillations varie à cette pulsation entre $X(\omega_p)(1 - m)$ et $X(\omega_p)(1 + m)$ suivant l'amplitude du signal sonore. Cette modulation de l'amplitude d'oscillation est donc directement liée au signal modulé et le signal démodulé est maximal à la résonance, lorsque l'amplitude des vibrations est optimale.

La démodulation d'un signal FM est plus complexe que pour un signal AM puisqu'elle exige la présence d'un composant supplémentaire, le discriminateur, dont le rôle consiste à transformer les variations de la fréquence en variations de courant dans le cas d'une radio classique. Ici, ce rôle est joué par la résonance mécanique. La pulsation du signal FM étant centrée sur la pulsation de la porteuse ω_p , toute variation de fréquence va provoquer une variation de l'amplitude de vibration. La modulation en fréquence est donc transposée à l'amplitude du nanotube lorsqu'il vibre. Nous remarquons que pour une plus grande efficacité de la démodulation FM, la pulsation ω_p doit être positionnée là où la pente est maximale afin que la gamme de fréquence $\Delta\omega$ provoque une forte variation d'amplitude

ΔX (Figure 3.21). Au final, dans les deux cas AM et FM, le signal radio est transposé en une variation de l'amplitude d'oscillation.

Courant d'Émission de Champ

Le courant d'EC est défini par l'équation de Fowler-Nordheim (3.10) et par commodité nous écrivons de nouveau cette relation en incorporant le facteur d'amplification β :

$$I_{FN}(V(t), \beta(t)) = D\beta^2(t)V^2(t) \exp\left(-\frac{H}{\beta(t)V(t)}\right) \quad (3.61)$$

Le courant d'EC dépend de $\beta(t) = \beta_0 + \delta\beta$ et de $V(t) = V_{DC} + \delta V$, la tension appliquée au nanotube. Nous réalisons un développement en série de Taylor de $I_{FN}(V(t), \beta(t)) = I(t)$ au voisinage de la tension V_{DC} (valeur de $V(t)$ sans signal d'excitation) et du facteur β_0 (valeur de $\beta(t)$ en absence de vibration). Le développement de cette forme simplifiée peut être consulté dans l'annexe A et au final nous obtenons :

$$\begin{aligned} I(t) = I_0 & \left[1 + \left(\frac{2}{V_{DC}} + \frac{H}{\beta_0 V_{DC}^2} \right) \delta V + \left(\frac{2}{\beta_0} + \frac{H}{\beta_0^2 V_{DC}} \right) \delta\beta \right. \\ & \left. + \left(\frac{4}{\beta_0 V_{DC}} + \frac{3H}{\beta_0^2 V_{DC}^2} + \frac{H^2}{\beta_0^3 V_{DC}^3} \right) \delta\beta\delta V \right] \\ & + \frac{I_0}{2} \left[\left(\frac{2}{V_{DC}^2} + \frac{2H}{\beta_0 V_{DC}^3} + \frac{H^2}{\beta_0^2 V_{DC}^4} \right) \delta V^2 + \left(\frac{2}{\beta_0^2} + \frac{2H}{\beta_0^3 V_{DC}} + \frac{H^2}{\beta_0^4 V_{DC}^2} \right) \delta\beta^2 \right] \end{aligned} \quad (3.62)$$

avec δV le signal d'excitation qui peut être les signaux $v_{AM}(t)$ ou $v_{FM}(t)$, $\delta\beta$ la variation temporelle de β lors de la vibration du nanotube et $I_0 = I(V_{DC}, \beta_0)$, le courant de référence sans excitation. Ce courant I_0 peut permettre l'amplification du signal même si, comme nous le verrons plus tard, ce gain induit une certaine limite dans le fonctionnement d'une nanoradio.

Démodulation AM

L'emploi d'un composant dont la caractéristique $I(V)$ est non-linéaire peut être suffisant pour accomplir la démodulation d'un signal AM. En effet, cette non linéarité a pour effet la multiplication du signal modulé par lui-même et il apparaît un terme proportionnel au signal modulant. Par exemple, le composant le plus simple que nous pouvons envisager afin de démoduler un signal AM est une diode. Le courant d'EC présente une forte non-linéarité et un terme proportionnel à δV^2 est présent dans l'équation (3.62). Il est donc

possible d'obtenir une démodulation du signal AM uniquement à partir du phénomène d'EC. A partir de l'équation (3.56) il vient :

$$\begin{aligned}\delta V^2 &= [V_p[1 + m \cos(\omega_m t)] \cos(\omega_p t)]^2 \\ &= V_p^2[1 + 2m \cos(\omega_m t) + m^2 \cos^2(\omega_m t)] \left(\frac{1}{2} + \frac{\cos(2\omega_p t)}{2} \right)\end{aligned}$$

Et au final il émerge un signal démodulé à la pulsation ω_m accompagné d'un terme constant à supprimer, d'un signal à la pulsation $2\omega_m$ responsable de l'apparition d'harmoniques qui nuisent à la qualité du signal reçu ainsi qu'un nombre important de signaux haute fréquence regroupés dans la fonction $\Omega_{AM}(\omega_p)$ que l'amplificateur de transimpédance fait disparaître compte tenu de sa faible fréquence de coupure.

$$\delta V^2 = V_p^2 \left(\frac{1}{2} + \frac{m^2}{4} \right) + mV_p^2 \cos(\omega_m t) + \frac{m^2 V_p^2}{4} \cos(2\omega_m t) + \Omega_{AM}(\omega_p) \quad (3.63)$$

Ainsi, pour une certaine tension V_{DC} , la présence d'un signal AM à proximité du nanotube provoque bien l'apparition d'un signal à la pulsation ω_m sur l'anode. L'EC seule permet donc de réaliser la démodulation d'un signal AM mais nous allons voir que la résonance du nanotube permet d'accroître ce phénomène (Figure 3.21), les termes $\delta\beta$, $\delta\beta^2$ et $\delta\beta\delta V$ fournissant également des composantes à la pulsation ω_m . Pour un signal AM l'évolution de la position de l'apex du nanotube au cours du temps est définie par la relation :

$$X(t) = X(\omega_p) [1 + m \cos(\omega_m t)] \cos(\omega_p t + \phi(\omega_p)) \quad (3.64)$$

avec $\phi(\omega_p)$ le déphasage entre l'oscillation mécanique et le signal d'excitation. En introduisant l'équation (3.64) dans l'expression de $\delta\beta$ (3.61) et en utilisant la réponse mécanique d'un oscillateur harmonique pour le terme de couplage $\delta\beta\delta V$ nous déduisons l'amplitude définitive du courant démodulé $I_{\omega_m}(t)$ à la pulsation ω_m . Les calculs permettant d'obtenir l'expression suivante sont semblables à ceux présentés dans l'annexe A pour une démodulation FM.

$$\begin{aligned}I_{\omega_m}(t) &= mI_0 \cos(\omega_m t) \left\{ \left(\frac{2}{\beta_0} + \frac{H}{\beta_0^2 V_{DC}} \right) X^2(\omega_p) \beta_2 + \left(\frac{2}{V_{DC}^2} + \frac{2H}{\beta_0 V_{DC}^3} + \frac{H^2}{\beta_0^2 V_{DC}^4} \right) \frac{V_p^2}{2} \right. \\ &\quad + \left(\frac{2}{\beta_0^2} + \frac{2H}{\beta_0^3 V_{DC}} + \frac{H^2}{\beta_0^4 V_{DC}^2} \right) \frac{X^2(\omega_p)}{2} \left[\beta_1^2 + \frac{3\beta_2^2 X^2(\omega_p)}{8} (4 + 3m^2) \right] \\ &\quad \left. + \left(\frac{4}{\beta_0 V_{DC}} + \frac{3H}{\beta_0^2 V_{DC}^2} + \frac{H^2}{\beta_0^3 V_{DC}^3} \right) \frac{\beta_1 V_p \omega_0^2 x_e}{2} \frac{\omega_0^2 - \omega_p^2}{(\omega_0^2 - \omega_p^2)^2 + (\omega_p \omega_0 / Q)^2} \right\}\end{aligned} \quad (3.65)$$

Cette formule générale comprend tous les termes ($\delta\beta$, $\delta\beta^2$, δV^2 et $\delta\beta\delta V$) et nous étudierons leur importance relative dans la suite.

Démodulation FM

Dans cette configuration encastrée-libre, la combinaison de l'EC et de la résonance du nanotube est essentielle afin de démoduler le signal FM puisque la résonance joue le rôle du discriminateur. En particulier le terme δV^2 n'intervient plus dans la démodulation. L'ensemble des calculs qui suivent sont répertoriés et développés dans l'annexe A. La première estimation nécessaire afin d'établir en détails le principe de la démodulation FM concerne la variation d'amplitude de l'extrémité du nanotube en fonction du temps $X(t)$. A partir d'un développement en série de Taylor au voisinage de ω_p , $X(t)$ s'écrit :

$$X(t) = [X(\omega_p) + \alpha_2 \zeta^2 + 2\alpha_1 \zeta \cos(\omega_m t) + \alpha_2 \zeta^2 \cos(2\omega_m t)] \cos(\omega_i t + \phi(\omega_i)) \quad (3.66)$$

avec $\alpha_1 = \left. \frac{\partial X}{\partial \omega} \right|_{\omega_p}$, $\alpha_2 = \left. \frac{\partial^2 X}{\partial \omega^2} \right|_{\omega_p}$ et $\zeta = \omega_\Delta/2$ des constantes.

Dans l'équation du courant d'EC (3.62), c'est la variation $\delta\beta$ du facteur d'amplification $\beta(t)$ qui permet d'introduire le déplacement de l'extrémité du nanotube. Ce terme apparaît à trois reprises dans l'équation (3.62) ($\delta\beta$, $\delta\beta^2$ et $\delta\beta\delta V$) et dans les trois cas un signal à la pulsation ω_m est établi.

Ainsi, les expressions de $\delta\beta$, $\delta\beta^2$ et $\delta\beta\delta V$ s'expriment par :

$$\delta\beta = \beta_2 [\alpha_1 \zeta (2X(\omega_p) + 3\alpha_2 \zeta^2) \cos(\omega_m t) + U_1 + \Upsilon_1(n\omega_m)] + \Omega_1(\omega_i) \quad (3.67)$$

$$\begin{aligned} \delta\beta^2 = & \zeta \alpha_1 \beta_2^2 \cos(\omega_m t) \left[3X^3(\omega_p) + \frac{27}{2} \alpha_2 \zeta^2 X^2(\omega_p) + \left(\frac{45}{2} \alpha_2^2 \zeta^4 + 9\alpha_1^2 \zeta^2 + \frac{2\beta_1^2}{\beta_2^2} \right) X(\omega_p) \right. \\ & \left. + \left(15\alpha_1^2 \zeta^2 + \frac{3\beta_1^2}{\beta_2^2} \right) \alpha_2 \zeta^2 + 33\alpha_2^3 \zeta^6 \right] + U_3 + \Upsilon_3(n\omega_m) + \Omega_3(\omega_i) \end{aligned} \quad (3.68)$$

$$\delta\beta\delta V = \beta_1 V_p \zeta \frac{2\omega_p \omega_0^2 x_e (\omega_p^2 - \omega_0^2 - \omega_0^2/Q) (\omega_p^2 - \omega_0^2 + \omega_0^2/Q)}{[(\omega_0^2 - \omega_i^2)^2 + (\omega_i \omega_0/Q)^2]^2} \cos(\omega_m t) + U_4 + \Upsilon_4(n\omega_m) + \Omega_4(\omega_i) \quad (3.69)$$

avec U_x réunissant les termes constants et $\Upsilon_x(n\omega_m)$ regroupant l'ensemble des harmoniques basses fréquences avec n un entier strictement supérieur à 1. La fonction $\Omega_x(\omega_i)$ nous permet de rassembler toutes les harmoniques haute fréquence. x_e est obtenu à partir de la réponse statique et représente l'amplitude de l'apex du nanotube lorsque ce dernier est soumis à une force A_0 , équivalente à la force d'excitation.

Finalement, l'amplitude totale du courant démodulé $I_{\omega_m}(t)$ à la pulsation ω_m obtenue

à partir des équations (3.62) et (3.67)-(3.69) est composée de nombreux termes :

$$\begin{aligned}
 I_{\omega_m}(t) = I_0 \zeta \cos(\omega_m t) & \left\{ \left(\frac{2}{\beta_0} + \frac{H}{\beta_0^2 V_{DC}} \right) (2X(\omega_p) + 3\alpha_2 \zeta^2) \beta_2 \alpha_1 \right. \\
 & + \left(\frac{2}{\beta_0^2} + \frac{2H}{\beta_0^3 V_{DC}} + \frac{H^2}{\beta_0^4 V_{DC}^2} \right) \frac{\beta_2^2 \alpha_1}{2} \left[3X^3(\omega_p) + \frac{27}{2} \alpha_2 \zeta^2 X^2(\omega_p) \right. \\
 & + \left. \left. \left(\frac{45}{2} \alpha_2^2 \zeta^4 + 9\alpha_1^2 \zeta^2 + \frac{2\beta_1^2}{\beta_2^2} \right) X(\omega_p) + \left(15\alpha_1^2 \zeta^2 + \frac{3\beta_1^2}{\beta_2^2} \right) \alpha_2 \zeta^2 + 33\alpha_2^3 \zeta^6 \right] \right. \\
 & \left. + \left(\frac{4}{\beta_0 V_{DC}} + \frac{3H}{\beta_0^2 V_{DC}^2} + \frac{H^2}{\beta_0^3 V_{DC}^3} \right) \beta_1 V_p \frac{2\omega_p \omega_0^2 x_e \left(\omega_p^2 - \omega_0^2 - \frac{\omega_0^2}{Q} \right) \left(\omega_p^2 - \omega_0^2 + \frac{\omega_0^2}{Q} \right)}{[(\omega_0^2 - \omega_p^2)^2 + (\omega_p \omega_0 / Q)^2]^2} \right\}
 \end{aligned} \tag{3.70}$$

Afin d'exploiter les expressions du courant $I_{\omega_m}(t)$ que nous avons obtenu à la fois pour un signal AM et pour un signal FM, des expérimentations sont indispensables. Elles vont nous permettre d'estimer la valeur des paramètres d'EC I_0 , β_0 pour une certaine tension V_{DC} appliquée dans un cas réel. Elles vont également nous permettre de déterminer les paramètres liés à la résonance du nanotube $X(\omega_p)$, Q et de déduire les valeurs des paramètres α_1 et α_2 en fonction de la pulsation ω_p .

3.5.4 Expérimentation

En parallèle du traitement analytique, nous avons réalisé des expériences dont les objectifs étaient :

- de confirmer la réalisation d'une nanoradio sous EC ;
- de tester et comparer la modélisation et l'expérimentation afin d'extraire les paramètres de la nanoradio ;
- de voir l'influence d'autres effets comme un comportement non-linéaire du résonateur.

Pour cela, nous avons utilisé des nanotubes multi-feuillets synthétisés par la technique de l'arc électrique et collés individuellement au bout d'une pointe en tungstène. Ces expériences ont été effectuées dans un TEM et dans un système UHV. Remarquons que les expériences dans le système UHV se sont révélées infructueuses à cause d'un problème de « cross-talk » et de résonances intrinsèques au système que nous développerons par la suite. Expérimentalement, les deux types de modulation ont été étudiés mais nous allons nous focaliser uniquement sur les résultats de la démodulation FM réalisée dans un TEM. En conclusion, nous développerons les limitations rencontrées dans une nanoradio par EC et les perspectives d'une telle application.

Résonance

La première caractérisation consiste à trouver la fréquence de résonance du nanotube. Seul le premier mode est ici identifié car c'est celui qui permet d'avoir la plus grande amplitude de déplacement de l'apex du nanotube et donc le meilleur effet de démodulation FM. La courbe de résonance est obtenue à partir de photos TEM effectuées lors d'un balayage en fréquence (Figure 3.22 et 3.23). Une interpolation lorentzienne à partir de l'équation de la résonance d'un oscillateur harmonique simple (3.71) (cf. Annexe B) permet d'estimer le facteur de qualité et de trouver une valeur précise de la fréquence de résonance. Cela nous permet également d'estimer les dérivées première et seconde afin de trouver les valeurs des paramètres α_1 et α_2 .

$$X(t) = X_0 \cos(\omega_i t + \phi(\omega_i)) = \frac{\omega_0 x_e}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \left(\frac{\omega \omega_0}{Q}\right)^2}} \cos(\omega_i t + \phi(\omega_i)) \quad (3.71)$$

avec x_e l'amplitude de l'apex du nanotube lorsque ce dernier est soumis à une force statique F .

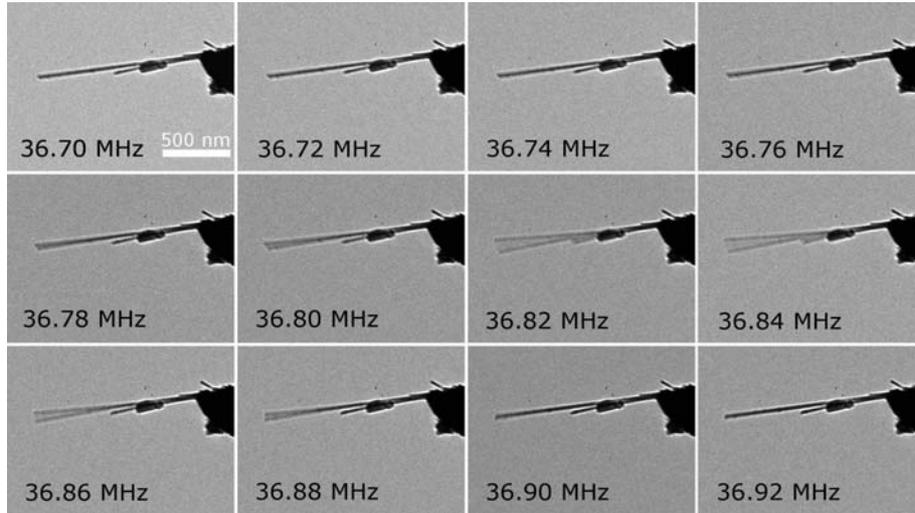


Figure 3.22 – Photos TEM en fonction de la fréquence du signal d'excitation.

L'ensemble de ces clichés permet de tracer la courbe de résonance du nanotube dont la longueur est estimée à environ $1.22 \mu\text{m}$

Le facteur de qualité de cette courbe expérimentale est d'environ $Q \simeq 1000$. Cette valeur élevée traduit un faible amortissement de ce mode de résonance et permet d'avoir une grande variation d'amplitude ΔX avec un faible $\Delta\omega$. La fréquence de résonance est de 36.83 MHz et par exemple, pour une pulsation de la porteuse $\omega_p = 2\pi * 36.85 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ nous

pouvons déduire $X(\omega_p) = 73 \text{ nm}$, $\alpha_1 = -2.0 \cdot 10^{-12} \text{ nm.Hz}^{-1}$ et $\alpha_2 = 6.7 \cdot 10^{-17} \text{ nm.Hz}^{-2}$. Ces valeurs ne correspondent pas à un cas classique de résonance lors de la démodulation où l'amplitude d'oscillation est grandement supérieure. Ici, l'excitation est faible de façon à pouvoir déterminer le plus précisément la valeur de Q et à s'assurer d'être dans le régime linéaire. Lors des expériences de démodulation, l'amplitude d'oscillation atteint pratiquement 500 nm (Figure 3.26). Les valeurs de l'amplitude et ses dérivées obtenues sur la figure 3.23 peuvent donc être multipliées par un facteur cinq pour coïncider avec ce cas.

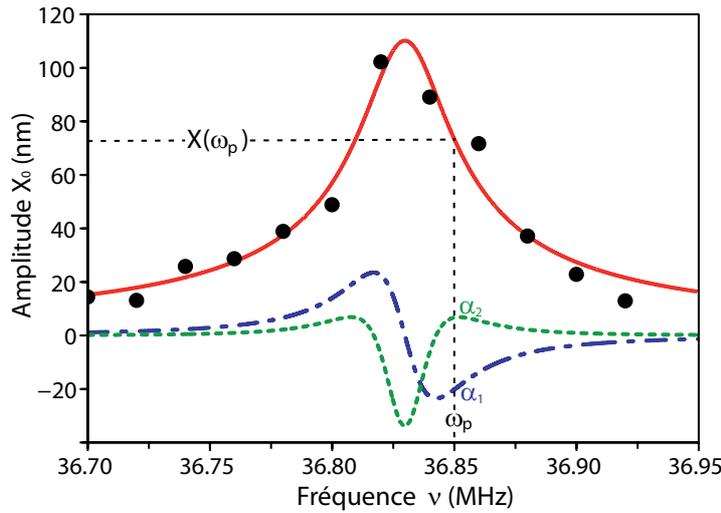


Figure 3.23 – Courbe de résonance du nanotube (\bullet) à partir des photos TEM de la figure 3.22 et ($—$) interpolation lorentzienne. Forme de la dérivée première ($- - -$) et de la dérivée seconde ($---$) de l'amplitude par rapport à la fréquence.

Emission de champ

La deuxième étape consiste à établir l'émission de champ du nanotube. Sur la photo TEM de la figure 3.24 nous remarquons que l'apex du nanotube brille fortement lorsqu'une tension $V_{DC} = -300 \text{ V}$ est appliquée. Cet effet provient de l'accumulation de charges avec un champ électrique intense à l'extrémité libre du nanotube. Ce phénomène permet au nanotube de jouer le rôle d'antenne en présence d'un signal électrique alternatif. Les courbes de la figure 3.24 représentent l'évolution du courant d'EC en fonction de la tension continue appliquée et sans excitation alternative. Le courant d'EC suit bien la loi de Fowler-Nordheim.

A partir de la régression linéaire de la courbe de Fowler-Nordheim, nous pouvons estimer le facteur d'amplification β_0 puisque cette valeur est directement liée au coefficient

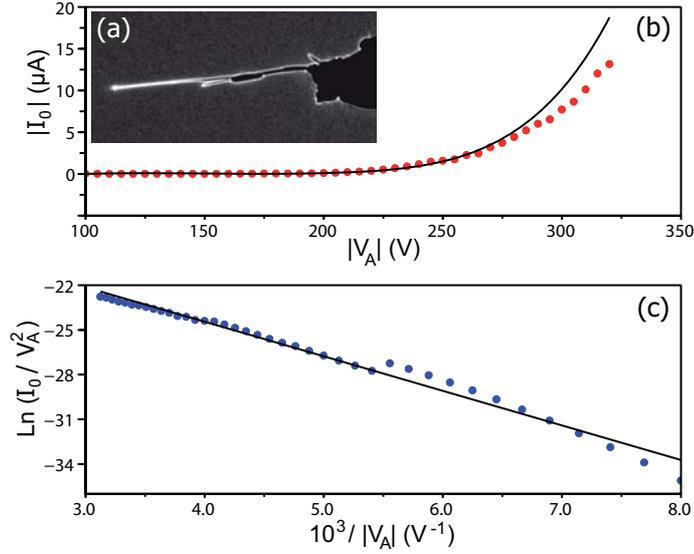


Figure 3.24 – (a) Image TEM du nanotube sous EC pour une tension $V_{DC} = -300$ V. (b) Points expérimentaux (●) représentant l'évolution du courant d'EC en fonction de la tension continue appliquée. (—) Courbe de tendance avec les coefficients D , H et β_0 déduits des points expérimentaux et réintroduits dans l'équation (3.61). (c) Représentation dite de Fowler-Nordheim (●) permettant d'illustrer la dépendance linéaire (—) $\text{Ln}\left(\frac{I_0}{V_{DC}^2}\right) = -\frac{H}{\beta_0} \frac{1}{V_{DC}} + \text{Ln}(D\beta_0^2)$

directeur de cette droite. Ainsi, pour un travail de sortie $\phi = 5$ eV nous trouvons une valeur de $H \simeq 7.33 \cdot 10^{10}$ V.m⁻¹ et déduisons que $\beta_0 \simeq 3.16 \cdot 10^7$ m⁻¹. De plus, nous estimons le coefficient $D \simeq 2.57 \cdot 10^{-22}$ A.m².V⁻² soit une aire emissive $A \simeq 8.65$ nm². La courbe obtenue avec ces paramètres est présentée en trait continu sur la figure 3.24(b) et présente un accord acceptable avec l'expérience. La valeur de β_0 est du même ordre de grandeur que celle obtenue par Perisanu [2009] lors de simulations du même type de géométrie (Figure 3.25). Ces simulations nous permettent également d'évaluer les paramètres $\beta_1 \simeq -7.33 \cdot 10^{10}$ m⁻² et $\beta_2 \simeq -3.66 \cdot 10^{16}$ m⁻³ en fonction de l'angle θ_n entre le nanotube et l'axe de la pointe. Les valeurs précédentes sont données pour un angle $\theta_n = 5^\circ$ correspondant à la dissymétrie de l'échantillon étudié.

Démodulation FM

La dernière phase consiste à envoyer un signal FM à proximité du nanotube avec ω_p légèrement décalé par rapport à la valeur de ω_0 . Le courant d'EC est collecté sur l'anode et après amplification du signal par l'intermédiaire d'un amplificateur de transimpédance

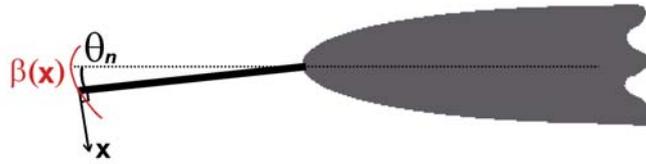


Figure 3.25 – Schéma de la géométrie étudiée pour simuler l'évolution de $\beta(x)$

dont la fréquence de coupure est relativement faible (~ 60 kHz suivant le calibre et la constante de temps utilisés), le signal est envoyé sur un haut-parleur et le son est bien restitué. Nous notons la présence de distorsions dues aux harmoniques multiples de ω_m présentes dans le courant d'EC. Dans le but de valider le fait que la démodulation est réellement associée à la vibration du nanotube et au phénomène d'EC, nous supprimons l'EC ou nous nous écartons de la résonance ce qui provoque, dans les deux cas, la disparition du signal démodulé.

De plus, lorsque nous appliquons un signal FM modulant un signal sinusoïdal pur qui correspond à une simple note de musique, le cliché TEM permet de distinguer deux amplitudes de vibrations distinctes (Figure 3.26). L'aspect flou qui permet de visualiser ces deux amplitudes différentes résulte du temps moyen passé par le nanotube à chaque position puisque le temps d'acquisition de cette image est plus lent que les vibrations. L'existence de ces deux amplitudes témoigne parfaitement que l'instauration d'un signal FM provoque une modulation de l'amplitude du nanotube.

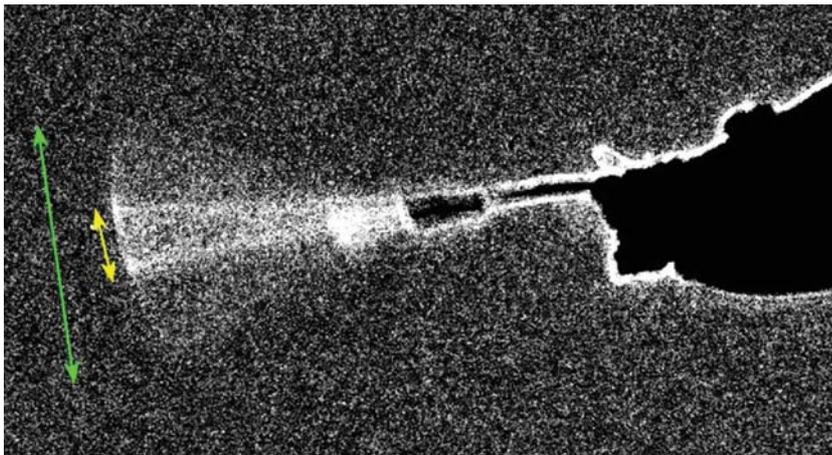


Figure 3.26 – Image TEM du nanotube démodulant un signal sinusoïdal pur. Deux amplitudes de vibrations distinctes sont observées.

3.5.5 Exploitation des résultats

Avec l'ensemble de ces résultats expérimentaux, nous disposons désormais de valeurs concrètes ou au moins d'un ordre de grandeur fiable pour tous les paramètres qui apparaissent dans les expressions du courant démodulé pour un signal AM (3.65) ou un signal FM (3.70). Le tableau 3.3 regroupe les valeurs de tous les paramètres constants obtenus lors de l'étude de notre échantillon alors que les variations de $X(\omega_p)$, α_1 et α_2 par rapport à la pulsation ω_p sont évaluées à partir d'une feuille de calcul excel. A partir de ce programme, nous pouvons désormais estimer et tracer rapidement l'évolution des différentes composantes des signaux démodulés en fonction de ω_p (Figure 3.27). De plus, il nous est possible d'estimer la valeur de ω_p qui permet la meilleure démodulation d'un signal AM ou FM.

Paramètres	Valeur	Paramètres	Valeur
V_{DC}	300 V	ω_0	$2\pi * 36.83 \cdot 10^6 \text{ rad.s}^{-1}$
I_0	$7.7 \cdot 10^{-6} \text{ A}$	x_e	$7.37 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
H	$7.33 \cdot 10^{10} \text{ V.m}^{-1}$	ω_Δ	10^4 Hz
β_0	$3.16 \cdot 10^7 \text{ m}^{-1}$	ζ	$5 \cdot 10^3 \text{ Hz}$
β_1	$-7.33 \cdot 10^{10} \text{ m}^{-2}$	V_p	0.3 V
β_2	$-3.66 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-3}$	m	0.90
Q	1 000		

Tableau 3.3 – Estimations des valeurs des différentes composantes des courants démodulés I_{ω_m} à partir d'un signal FM et AM

Plusieurs remarques importantes peuvent être déduites de ces graphiques. Comme prévu, le maximum de courant démodulé à partir d'un signal AM est obtenu à la résonance du nanotube. Pour un signal FM, le signal démodulé possède deux maximums correspondant aux pentes les plus élevées de la courbe de résonance. Cela engendre la démodulation simultanée de deux stations radios différentes mais ce problème peut être contourné lorsque le nanotube présente une résonance non-linéaire. Il apparaît clairement que la composante en $\delta\beta$ domine nettement le phénomène de démodulation pour notre échantillon que ce soit en FM ou en AM. Ce comportement de notre configuration s'explique par le fait que le facteur d'amplification β varie principalement suivant $X^2(t)$ puisque le nanotube possède une très faible assymétrie (il existe un angle θ_n de seulement

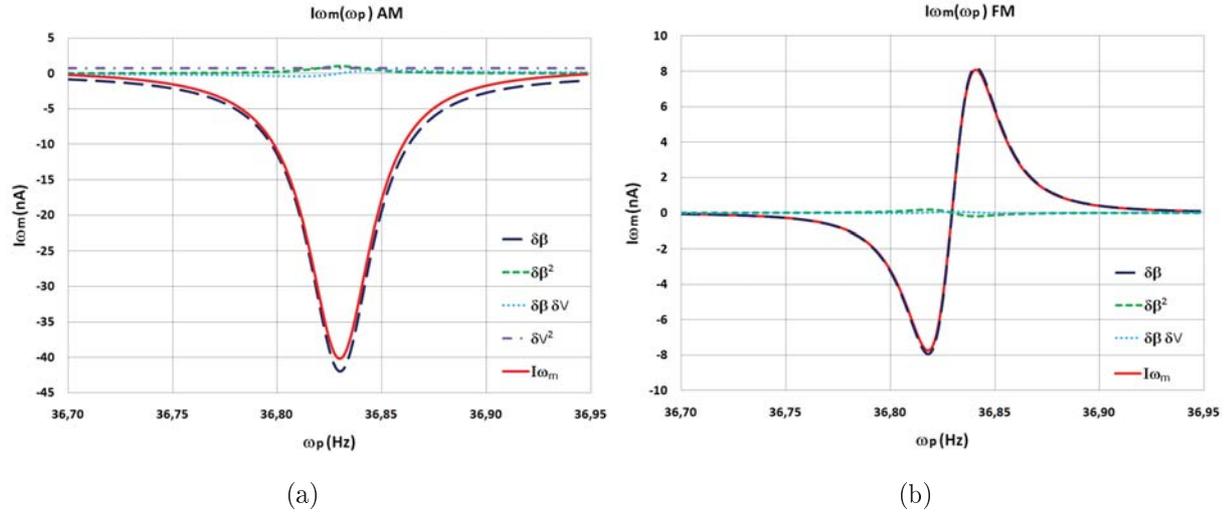


Figure 3.27 – Courbes d'évolution des différentes composantes du courant démodulé en fonction de la pulsation ω_p pour un signal AM (a) et un signal FM (b) avec une amplitude d'oscillation de 500 nm et un angle $\theta_n = 5^\circ$

5° entre le nanotube et l'axe de la pointe). Cela démontre l'importance du terme β_2 qui est le paramètre que *Jensen et al.* [2008] n'ont pas inclus dans leur analyse. En effet, ils ont utilisé le développement $\beta(x) = \beta_0 + \beta_1 X(t)$ qui fait disparaître beaucoup de termes dans les formules (3.65) et (3.70) et en particulier le terme prédominant. Pour la démodulation AM, nous obtenons un courant démodulé de 40 nA (0.52% de I_0), valeur relativement importante qui peut-être amplifiée sans problème par un amplificateur de transimpédance. De même, pour la démodulation FM, nous obtenons un courant démodulé d'environ 8 nA qui reste correct et exploitable.

Cependant, suivant les conditions, le rapport relatif des différentes contributions peut changer. Prenons par exemple le cas de la démodulation AM où le terme $\delta\beta$ est proportionnel à β_2 et le terme démodulant $\delta\beta_2$ est proportionnel à $\beta_1^2 + \beta_2^2 X^2(\omega_p)$. Si, cas d'école, nous prenons une amplitude d'oscillation dix fois supérieure (par exemple avec un nanotube dix fois plus long) et que tous les autres facteurs restent identiques, nous observons que le terme démodulant en $\delta\beta^2$ a une augmentation relative plus importante par rapport au terme $\delta\beta$. Ce cas est présenté sur la figure 3.28 où évidemment, les valeurs des courants démodulés sont ici non physiques compte tenu des hypothèses effectuées. Cependant nous voyons que le terme $\delta\beta^2$ devient effectivement plus important que dans le cas précédent et ce comportement est également valable pour la démodulation FM. Un autre point remarquable concerne le fait que les termes $\delta\beta$ et $\delta\beta^2$ sont toujours de signes

opposés ce qui engendre une limitation de la performance de la démodulation. En effet, pour les deux types de démodulation le terme $\delta\beta$ dépend de β_2 qui est négatif alors que le terme $\delta\beta^2$ dépend de β_1^2 et β_2^2 . Ainsi, pour une bonne démodulation, il faut maximiser un terme et minimiser l'autre.

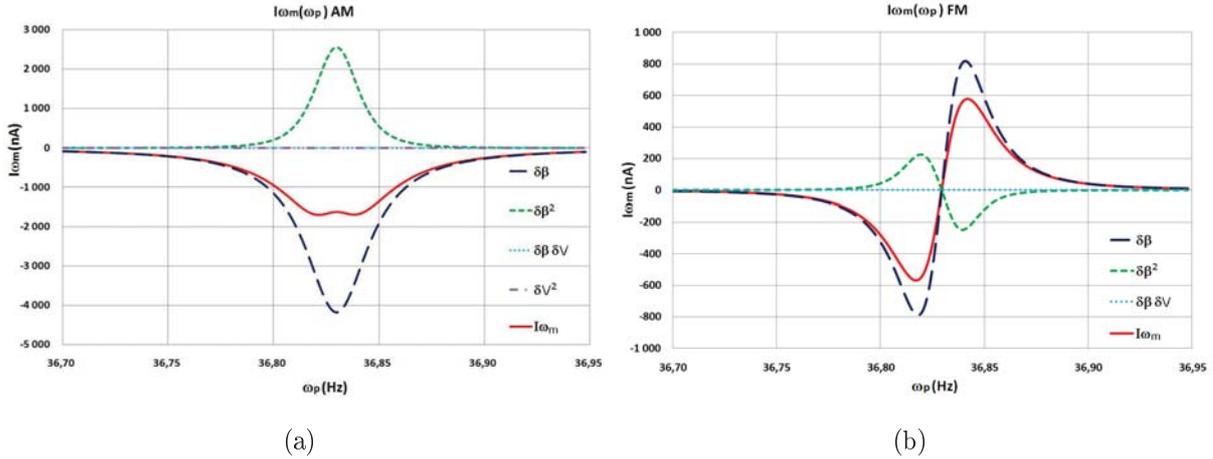


Figure 3.28 – Courbes d'évolution des différentes composantes du courant démodulé en fonction de la pulsation ω_p pour un signal AM (a) et un signal FM (b) avec une amplitude d'oscillation de $5 \mu\text{m}$ et un angle $\theta_n = 5^\circ$

Pour changer les valeurs relatives, nous pouvons également chercher à augmenter β_1 par rapport à β_2 par exemple en augmentant l'inclinaison de départ du nanotube. Toujours à partir des mêmes caractéristiques de notre échantillon mais cette fois-ci avec un angle $\theta_n = 30^\circ$ nous estimons $\beta_1 \simeq -3.33 \cdot 10^{11}$ alors que $\beta_2 \simeq -5.87 \cdot 10^{16}$ varie très peu. L'amplitude des oscillations est toujours de 500 nm et nous observons également une contribution non négligeable du terme en $\delta\beta^2$ (Figure 3.29). Evidemment les deux termes sont toujours en opposition et le gain est négligeable pour la démodulation FM et même négatif pour l'AM.

Nous pouvons conclure que l'optimisation de ce type de nanoradio nécessite une amplitude de vibration élevée ce qui tend à privilégier l'entrée dans un régime non-linéaire. Compte tenu des valeurs de courant démodulées, une amplification supplémentaire reste indispensable avec ce type de géométrie. Dans tous les cas, nous avons démontré que la composante en $\delta\beta$ joue un rôle essentiel dans le phénomène de démodulation et par conséquent, il n'est pas réaliste de se limiter au seul effet non-linéaire en courant pour expliquer la présence d'un signal démodulé.

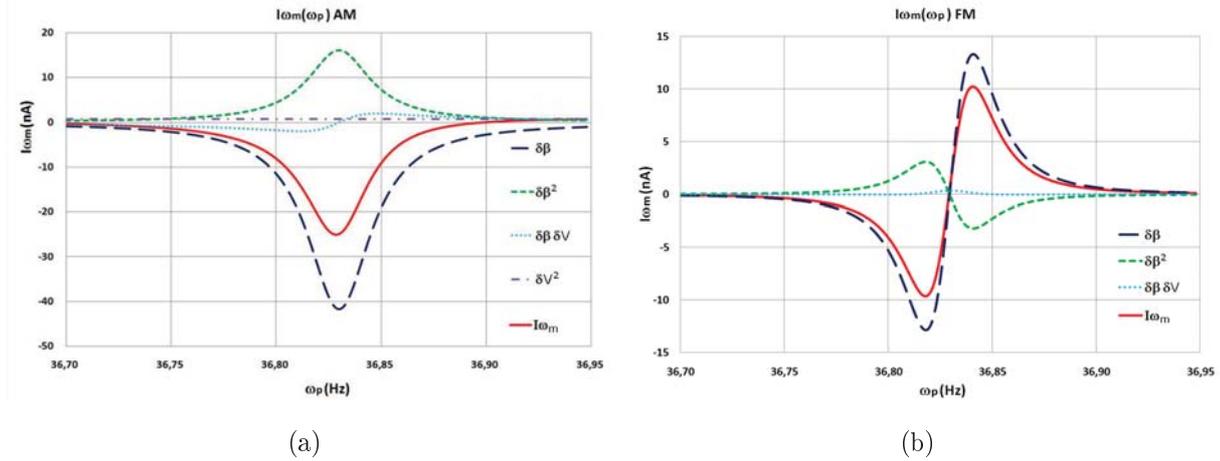


Figure 3.29 – Courbes d'évolution des différentes composantes du courant démodulé en fonction de la pulsation ω_p pour un signal AM (a) et un signal FM (b) avec une amplitude d'oscillation de 500 nm et un angle $\theta_n = 30^\circ$

3.5.6 Limitations et perspectives

Le premier problème d'une nanoradio par EC concerne le principe d'amplification du signal démodulé par l'augmentation du courant d'EC. [Jensen et al. \[2008\]](#) insistent sur le fait que l'augmentation de la tension V_{DC} permet d'augmenter ce courant I_0 et ainsi d'amplifier le signal démodulé de pulsation ω_m . Cependant ils omettent de dire qu'une variation de V_{DC} provoque également une variation de la fréquence de résonance du nanotube. Cette amplification du signal démodulé par le courant d'EC est donc bien réelle mais implique un changement de la station de radio écoutée ce qui est loin d'être fonctionnel.

La deuxième limitation que nous avons rencontrée est apparue dans le système UHV où l'électrode qui nous permet d'appliquer le signal modulé est plus éloignée du nanotube que dans le TEM où nous pouvons régler cette distance. Cet éloignement relativement conséquent nous oblige à appliquer un signal modulé avec une amplitude élevée pouvant atteindre plusieurs volts pour exciter le nanotube alors que par comparaison, un signal de seulement 100 mV permet une meilleure excitation dans le TEM. Il en résulte un effet de « cross-talk » qui induit la réception d'une partie du signal modulé directement sur l'anode utilisée dans le système UHV. L'anode a un comportement semblable à une antenne et la géométrie du système crée une cavité résonante. Ainsi, nous observons la présence de multiples résonances parasites existant même lorsque le nanotube est au repos. Suivant la fréquence du signal, ces résonances sont plus ou moins importantes mais dans tous les cas,

elles provoquent un phénomène de démodulation indépendant des vibrations du nanotube sous EC. L'effet d'antenne et ces résonances parasites provoquent donc une modulation en amplitude parasite du signal récupéré sur l'anode même lorsque nous appliquons un signal FM.

De plus, les divers instruments électriques nécessaires au traitement du signal récupéré sur l'anode possèdent un comportement non-linéaire qui peut également jouer le rôle de démodulateur. Nous retrouvons un signal basse fréquence qui s'ajoute à celui réellement démodulé par le nanotube. La démodulation peut être présente sans nanotube et contrarie grandement l'étude de ce phénomène puisqu'il est impossible de différencier les deux composantes.

Pour remédier à ces problèmes, la solution la plus intuitive consiste à étudier un nanotube dont la fréquence de résonance peut être accordée dans une gamme de fréquence dépourvue de ces résonances parasites mais cette solution n'est pas évidente à obtenir. Une autre solution réside dans la réalisation d'un blindage afin d'annihiler le « cross-talk ». Afin de poursuivre l'étude de la nanoradio dans ce système UHV, il est donc indispensable d'aménager la géométrie avec notamment la possibilité d'approcher les électrodes d'excitation à proximité du nanotube et/ou d'isoler ces dernières de l'anode.

L'intégration de la nanoradio sous EC dans des composants doit permettre de réduire considérablement les contraintes mises en évidence dans le système UHV. La distance entre le nanorésonateur et l'électrode d'excitation peut être considérablement réduite et ainsi abroger l'effet de « cross-talk » et les résonances parasites. De plus, la tension nécessaire pour réaliser l'EC sera grandement diminuée d'où une très faible consommation de la nanoradio. Les premiers travaux de [Jensen *et al.* \[2008\]](#) accompagnés de nos résultats démontrent parfaitement la faisabilité d'une nanoradio à partir d'un nanorésonateur et du phénomène d'EC.

Lors des dernières expériences que nous avons effectuées, nous avons essayé de mesurer le courant démodulé à partir d'un amplificateur lock-in afin de sélectionner uniquement la composante basse fréquence du signal purement sinusoïdal que nous appliquons. Cette mesure devait permettre de confirmer la forme des courbes théoriques que nous avons tracé mais malheureusement, le nanotube utilisé était de mauvaise qualité et présentait des instabilités sur le courant d'EC et le rapport signal sur bruit était trop faible pour exploiter les résultats. Prochainement, ce type de mesures sera une nouvelle fois entrepris afin de totalement clôturer et valider notre étude analytique.

3.6 Conclusion

A travers ce chapitre, nous avons démontré que l'EC est un outil puissant pour l'étude des NEMS mais que c'est également un phénomène qui permet de réaliser des applications avec un fort potentiel. En ce qui concerne nos travaux expérimentaux, nous avons montré que les mesures réalisées sous EC concordent parfaitement avec les mesures dans un MEB. Le traitement thermique est un élément indispensable pour accroître le facteur de qualité du nanorésonateur puisqu'une valeur exceptionnelle a été atteinte. Toutefois, il est important de limiter la température de ce traitement à une valeur optimale dépendant du type d'échantillon. Par l'intermédiaire du modèle qui permet d'étudier l'influence des conditions aux limites sur l'évolution des fréquences de résonance d'une poutre « encastrée-libre », nous avons découvert un comportement non intuitif : la diminution de la fréquence de résonance lorsque la force électrostatique augmente. Ce modèle présente un très bon accord avec les expériences et ces dernières ont montré les raisons qui ne nous permettent pas de constater la décroissance de la fréquence de résonance lorsque la tension mécanique augmente dans le résonateur.

La réalisation d'une nanoradio sous EC à partir d'un nanotube est l'une des rares applications déjà envisageables pour les NEMS. Notre étude complète des équations régissant la démodulation d'un signal AM et FM associée aux expérimentations réalisées vient compléter et confirmer le potentiel réel de cette application. Nous avons démontré que la résonance du nanorésonateur liée au phénomène d'EC est indispensable pour permettre la démodulation d'un signal FM et permet une amplification du signal démodulé à partir d'un signal AM. Cette étude ouvre la voie à la réalisation de composants nanométriques pouvant communiquer sans fil.

Chapitre 4

Auto-oscillations

Sommaire

4.1	Introduction	131
4.2	Génération de signaux alternatifs	131
4.2.1	Historique	131
4.2.2	Générateurs AC usuels	132
4.2.3	Auto-oscillations dans les NEMS	133
4.3	Auto-oscillations entretenues par le faisceau du MEB	134
4.3.1	Présentation du phénomène	135
4.3.2	Elaboration d'un modèle et simulations	137
4.3.3	Expériences complémentaires	142
4.3.4	Enseignements et perspectives	144
4.4	Auto-oscillations en émission de champ	145
4.4.1	Preliminaires	145
4.4.2	Expérience dans le MEB	146
4.4.3	Modèle théorique et simulation	150
4.5	Conclusion	153

4.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons nous consacrer à l'étude des auto-oscillations pouvant être générées dans les NEMS. Les systèmes auto-oscillants sont des systèmes capables de provoquer spontanément des oscillations à partir d'une source d'énergie continue. La conversion d'un signal continu en un signal alternatif à partir d'un NEMS représente un challenge important pour l'ensemble des technologies mobiles et autonomes puisque l'utilisation d'un signal d'horloge est pratiquement toujours nécessaire dans les systèmes électroniques.

Nous commencerons par présenter les différentes approches permettant de générer des signaux alternatifs et notamment « l'électron shuttle » (navette à électron) qui est l'un des rares NEMS à utiliser des auto-oscillations. Puis, nous développerons deux travaux que nous avons étudiés et qui sont parmi les premières démonstrations que l'excitation des oscillations d'un NEMS ne nécessite pas obligatoirement un signal à la fréquence de résonance. De plus, ces deux expérimentations sont exemptes de rétroaction active. Nous démontrerons qu'un simple faisceau d'électrons constant disponible dans tous les MEB peut permettre d'observer le premier mode de résonance [Vincent *et al.* 2007]. Les expériences sur des nanofils SiC accompagnées d'un modèle et des simulations qui en découlent permettent de comprendre l'origine de ces auto-oscillations. Ensuite, nous développerons un autre type d'auto-oscillation obtenu à partir du phénomène d'EC de nanofils SiC [Ayari *et al.* 2007]. Cette fois, une simple tension continue permet au résonateur d'entrer spontanément en résonance. La modélisation et les simulations montrent que le courant d'EC associé à la forte résistivité de l'échantillon joue un rôle essentiel pour l'apparition de ces auto-oscillations.

4.2 Génération de signaux alternatifs

4.2.1 Historique

Il est relativement facile de réaliser une source d'énergie débitant de manière constante. C'est le cas de la pile en électricité. En revanche la réalisation d'une source à débit périodique requiert un mécanisme supplémentaire afin de convertir un signal continu en un signal alternatif. Dans le cas de la dynamo, l'énergie dépensée de manière continue par le cycliste et produisant un mouvement uniforme est convertie en un signal électrique de période liée à la vitesse de rotation de la roue et de la dynamo.

Les premières expériences portant sur des courants alternatifs remontent au milieu du XIX^{ème} siècle et ont conduit à la découverte des ondes électromagnétiques par Hertz en 1887. Il utilisait alors un dispositif électromécanique constitué d'un éclateur (deux boules métalliques séparées par un écart faible) dans lequel les décharges d'une bobine de Ruhmkorff engendrent des courants alternatifs grâce à une lame ressort. Ces expériences constituent le lancement de l'ère des radio-communications. En 1910, Edwin Armstrong réalisa qu'un tube à vide pouvait être configuré pour produire une oscillation beaucoup plus propre que celle d'un appareil à décharge. De plus, la période d'oscillation pouvait être contrôlée à l'aide d'une simple tension continue. De tels appareils sont appelés VCO (Voltage Control Oscillator). Les tubes à vide furent alors très utilisés pendant de nombreuses années pour des applications radio, télévision ou militaire. Ils furent ensuite supplantés par les transistors à base de semi-conducteurs moins volumineux, d'un moindre coût et nécessitant moins de puissance.

La possibilité de générer des signaux électriques alternatifs amène naturellement à l'étude des systèmes auto-oscillants qui, au sens large du terme, peuvent être extrêmement divers. Ils incluent les horloges, expliquent l'excitation de certains instruments à vent, l'instabilité du tuyau d'arrosage, les ronflements et même interviennent dans les battements cardiaques. Des auto-oscillations peuvent également survenir de manière inopportune et avoir des conséquences catastrophiques (déraillement de Saint-Hélier (1933), destruction d'aile d'avion, destruction du célèbre « Takoma Bridge » en novembre 1940).

4.2.2 Générateurs AC usuels

En électronique, ces instabilités dynamiques sont souvent réalisées avec des circuits à rétroaction à l'aide d'amplificateurs opérationnels [Bechhoefer 2005]. La grande richesse d'utilisation de l'amplificateur opérationnel provient de la possibilité de boucler son signal de sortie sur l'une de ses entrées. Pour un fonctionnement stable on relie habituellement la sortie à la borne négative. Néanmoins on peut faire le contraire et obtenir assez facilement un oscillateur (il est à noter que même en reliant la sortie à la borne moins il est également possible d'obtenir un fonctionnement instable). La raison peut être donnée par l'argument suivant : un signal positif en sortie appliqué à l'entrée positive va être amplifié et donc fournir un signal positif plus important en sortie. Cette boucle de rétroaction positive va conduire à une instabilité puis à la saturation de l'amplificateur. En ajoutant un condensateur dans le circuit, un retard est introduit et va conduire à une oscillation. Ainsi, nous obtenons très facilement un oscillateur à relaxation. Lorsqu'un

signal sinusoïdal est souhaité, le recours à un circuit résonant type LC ou à un cristal de quartz est requis. Ces circuits comme les oscillateurs Colpitts ou Hartley pour ne citer que les plus connus, comportent un composant actif, tel un transistor qui joue le rôle de résistance négative, qui va compenser les pertes du résonateur. Pour finir, les composants à résistance différentielle négative jouent un très grand rôle pour la génération de signaux alternatifs notamment pour des applications de fortes puissances et à haute fréquence. Par exemple, la diode à effet Gunn sert depuis longtemps pour les radars routiers de type doppler même si les radars laser commencent à les supplanter. Son fonctionnement est fondé sur le fait qu'à forte tension continue, son courant diminue lorsque la tension augmente. Ceci conduit à une instabilité et à des auto-oscillations à des fréquences de l'ordre de la dizaine de GHz [van Zyl *et al.* 1998].

4.2.3 Auto-oscillations dans les NEMS

Jusqu'à présent, les différents systèmes nanoélectromécaniques que nous avons décrits et étudiés comportaient des résonateurs passifs dans le sens où ces éléments nécessitaient un signal alternatif externe pour exciter leur résonance. Si ce signal d'excitation est trop important, il peut dominer le signal de sortie du NEMS et rendre la détection difficile, surtout dans des systèmes de taille nanométrique. Dans la littérature, il existe deux systèmes nanométriques permettant de générer des auto-oscillations sans utiliser de rétroaction active : l'électron shuttle [Kim *et al.* 2007] et le générateur à transition de phase [Gu *et al.* 2007]. Il a également été démontré que l'utilisation d'une rétroaction active peut permettre d'entretenir les oscillations d'un NEMS en réinjectant le signal de sortie amplifié [Feng *et al.* 2008, Ekinçi 2008].

L'électron shuttle développé par Kim *et al.* [2007] est le descendant nanométrique de la cloche de Franklin [Krotkov *et al.* 2001]. Il se compose d'un levier avec un îlot métallique au bout (le shuttle) placé entre deux électrodes, chacune étant maintenue à une tension fixe mais distincte (Figure 4.1). Si le shuttle entre en contact avec une électrode, il va se charger et accélérer sous l'effet du champ électrique en direction de l'électrode opposée. Au contact de l'autre électrode, il va échanger des charges avec celle-ci de sorte que sa nouvelle charge sera de signe opposé à la précédente. Le shuttle va alors de nouveau accélérer et retourner vers la première électrode. Donc sous l'effet d'une simple tension continue (la différence de potentiel entre les deux électrodes) des charges passent d'une électrode à l'autre à une fréquence correspondant à la période d'oscillation du levier et génèrent ainsi un courant alternatif.

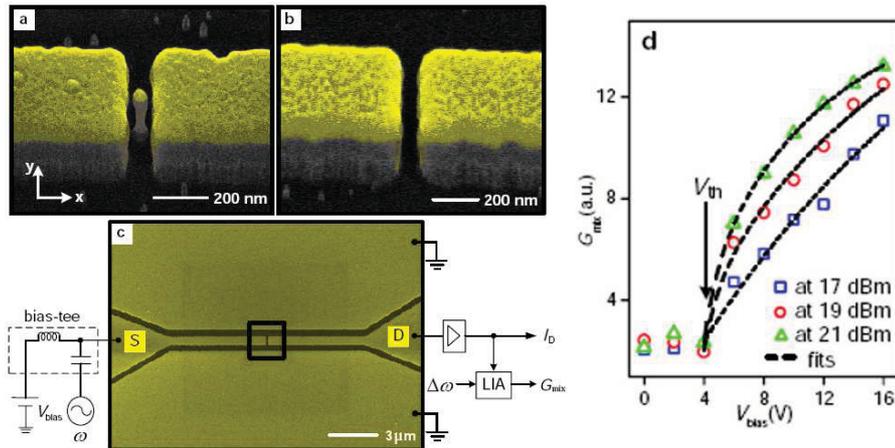


Figure 4.1 – Image MEB du dispositif avec shuttle (a) et sans shuttle (b). (c) Vue d’ensemble avec le circuit électrique. (d) Signal d’auto-oscillation pour différentes tensions continues (V_{bias}) et différents signaux alternatifs (de 17 à 21 dBm). Le signal alternatif permet une détection à 10 kHz par mélange de fréquences. [Kim et al. 2007]

Expérimentalement, cet effet a été difficile à réaliser à l’échelle nanométrique notamment à cause des pertes importantes du circuit. Le signal haute fréquence de l’ordre de la centaine de MHz a été détecté par mélange de fréquence avec une source externe de fréquence proche de la fréquence d’auto-oscillation (Figure 4.1). Les signaux obtenus sont encore faibles mais un tel dispositif, d’une part, ouvre la voie vers de l’électronique à un électron à haute température (car cette géométrie défavorise le cotunneling) et d’autre part est intéressant pour certaines applications militaires où un ordinateur mécanique constitué d’électrons shuttles serait plus robuste face à une attaque électromagnétique.

4.3 Auto-oscillations entretenues par le faisceau du MEB

Nous avons réussi à développer une nouvelle technique pour générer des auto-oscillations mécaniques d’un nanofil SiC en utilisant seulement le faisceau d’électrons constant d’un MEB [Vincent et al. 2007]. Les nanofils utilisés pour ces expériences sont collés individuellement au bout d’une pointe en tungstène et placés dans un MEB équipé d’un nanomanipulateur (Figure 4.2(a)). Les nanofils SiC sélectionnés pour mener à bien ces expérimentations possèdent peu de défauts et ce sont des semi-conducteurs à large bande interdite fortement résistifs. Les oscillations obtenues sont à la fréquence de résonance du mode fondamental $f_0 = \omega_0/(2\pi)$.

4.3.1 Présentation du phénomène

Avant d'étudier les auto-oscillations, les propriétés mécaniques des nanofils sont déterminées en excitant ces derniers en appliquant une tension alternative de faible amplitude et les vibrations sont visualisées directement sur l'écran du MEB. Ainsi, nous déterminons la dépendance de la fréquence de résonance vis à vis de la force de tirage. Par exemple, nous obtenons une valeur du module de Young $Y=470$ GPa et un facteur de qualité $Q=5000$ pour le nanofil de la figure 4.2(a) qui a pour dimension une longueur $L=243$ μm et un diamètre $D=270$ nm.

En mode spot, le balayage du faisceau d'électrons du MEB est éteint et il en résulte un faisceau d'électrons focalisé en un point qui peut être précisément positionné par rapport au nanofil (Figure 4.2(a) et 4.2(b)), c'est à dire par rapport à l'image MEB précédemment réalisée. Quand un nanofil en vibration passe à travers le faisceau, les électrons secondaires qui en résultent génèrent un pic dans le signal fourni par le scintillateur du MEB. Ce signal est capturé par un oscilloscope et nous permet de mesurer la période des oscillations (Figure 4.2(c)). L'intensité du pic est proportionnelle au temps d'illumination. Le signal est plus élevé lorsque le spot est focalisé à une position où l'amplitude d'oscillation est maximum puisque la vitesse du nanofil devient nulle. Pour d'autres positions du spot, deux pics plus faibles apparaissent puisque le nanofil traverse deux fois le faisceau par période (Figure 4.2(b) et Figure 4.2(c), position 2). Le signal et le bruit sont plus faibles quand le spot se rapproche de la position d'équilibre où la vitesse est la plus élevée.

Le fait le plus important de cette expérimentation réside dans l'apparition d'oscillations du nanofil lorsque le faisceau est en mode spot alors qu'aucun signal AC ou DC n'est appliqué sur l'électrode. Quand le faisceau est focalisé sur l'extrémité d'un nanofil au repos (Figure 4.2(a), position 3a), le signal de l'oscilloscope présente spontanément la même forme générale que durant les oscillations excitées électrostatiquement. Le temps séparant deux pics correspond à la demi-période du mode fondamental puisque le nanofil passe deux fois à travers le faisceau (Figure 4.2(d), position a). Quand le balayage du MEB est à nouveau activé, nous pouvons observer brièvement les oscillations avant que l'amplitude devienne nulle en un temps $\approx Q/f_0$.

De plus amples informations sont obtenues sur ce phénomène en déplaçant le faisceau latéralement par rapport au nanofil qui désormais oscille (positions a, b, c, d et e dans les figures 4.2(a) et 4.2(d)). Nous définissons x_b comme étant la position du faisceau avec

$x_b = 0$ la position du nanofil au repos. Les oscillations persistent jusqu'à un déplacement maximal du spot de chaque côté (positions d et e) puis elles disparaissent lorsque le spot s'éloigne davantage. Le déplacement pour la position d est significativement plus grand que celui en e ce qui signifie que la réponse est très asymétrique. Une conclusion évidente pour expliquer ce phénomène est que le faisceau d'électrons fournit de l'énergie au nanofil et induit ces auto-oscillations.

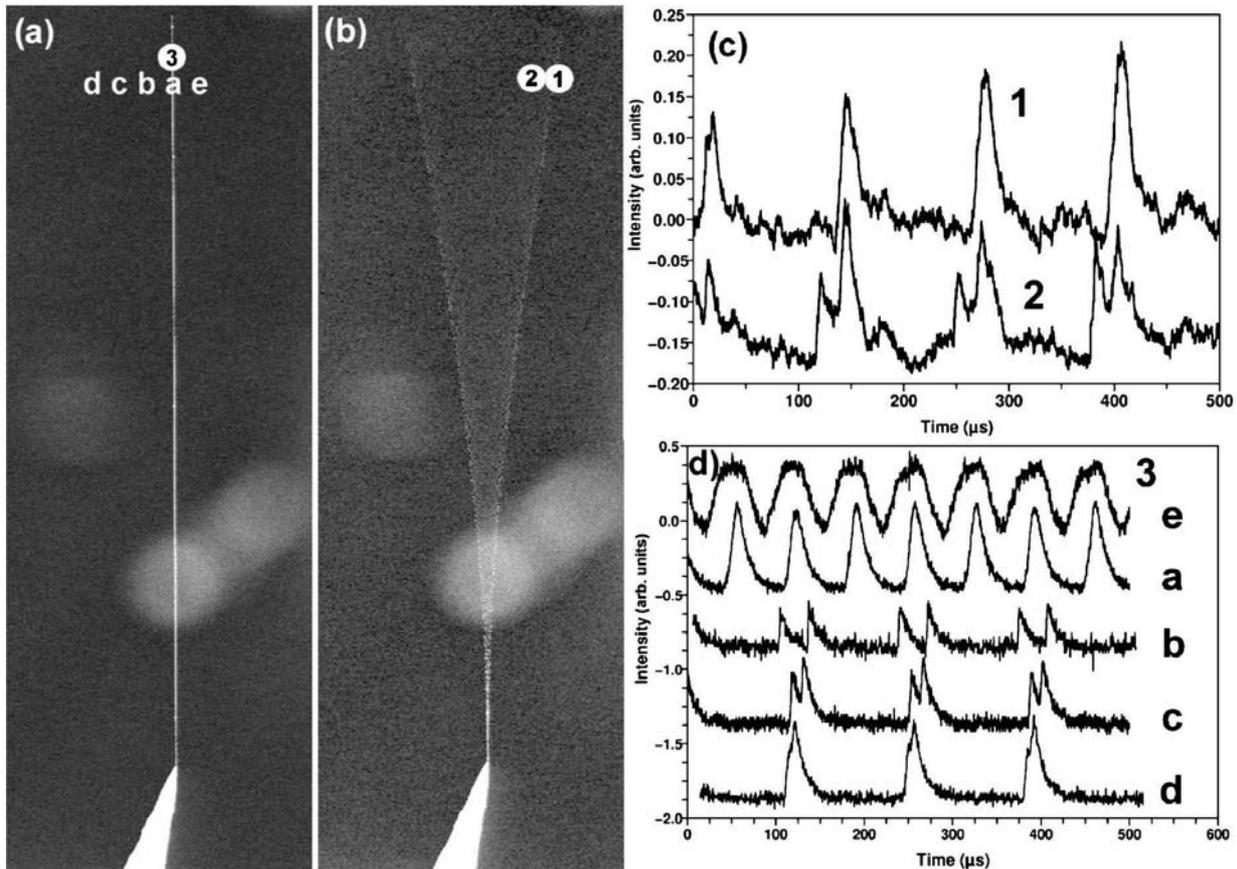


Figure 4.2 – (a) Nanofil SiC collé à l'extrémité d'une pointe en tungstène ($L = 243 \mu\text{m}$, $D = 270 \text{ nm}$). (b) Observation du premier mode de vibration excité par un signal AC d'une fréquence de 7.7 kHz . (c) Signal du détecteur d'électrons secondaires enregistré par un oscilloscope dans les conditions de l'image (b) lorsque le MEB est en mode spot. La courbe 1 correspond au cas où le spot est positionné à un extremum d'amplitude. La courbe 2 correspond au cas où le spot est placé dans les oscillations. (d) Signaux obtenus sans aucune excitation AC pour différentes positions du spot. La période des oscillations correspond parfaitement à celle obtenue avec une excitation électrostatique.

4.3.2 Elaboration d'un modèle et simulations

Dans le but de confirmer nos hypothèses et d'expliquer ce phénomène, nous avons développé un modèle qui prouve que l'origine des oscillations est la variation au cours du temps de la charge induite par le faisceau d'électrons sur le nanofil ainsi que le couplage avec l'environnement capacitif. Le modèle prend en compte l'augmentation de la charge provoquée par le faisceau, l'évacuation des charges par le terme RC , et les forces électrostatiques, élastiques et dissipatives. Le cycle d'injection et de déplétion de charge lorsque le nanofil entre et sort du faisceau d'électrons est modélisé pour expliquer l'excitation et le comportement asymétrique. Pour compléter cette étude théorique, des simulations sont effectuées à partir des deux équations différentielles couplées qui décrivent ce phénomène et des paramètres du nanofil étudié.

Le nanofil est considéré comme un oscillateur mécanique avec une constante de raideur $k = 3YI/L^3$, une masse effective $m_{eff} = 0.2455 \times \text{masse totale du nanofil}$ et $I = \pi D^4/64$ est le moment géométrique d'inertie (Figure 4.3(a)). Le nanofil est également un circuit RC avec R la résistance du nanofil et C la capacité entre l'extrémité du nanofil et son environnement. Cette capacité produit une force électrostatique cyclique qui augmente à mesure que la charge q s'accumule à l'extrémité du nanofil et diminue en fonction du terme de relaxation RC (Figure 4.3(b)). L'équation du mouvement de l'extrémité du nanofil est :

$$m_{eff}\ddot{x}(t) + \frac{m_{eff}\omega_0}{Q}\dot{x}(t) + kx(t) = F(q) \quad (4.1)$$

avec $F(q)$ la force induite par la charge q sur le nanofil.

L'accumulation de charges dans le nanofil est causée par le faisceau d'électrons focalisé (courant $i_b=100$ pA mesuré par une cage de Faraday pour une énergie de 20 kV) et est localisée à l'apex du nanofil. Pour une telle énergie des électrons, la profondeur de pénétration calculée à partir de l'équation de Kanaya et Okayama [1972] est de $3.3 \mu\text{m}$, valeur largement plus grande que le diamètre du nanofil. Ainsi, pratiquement tous les électrons primaires traversent le nanofil et une charge positive due à l'émission d'électrons secondaires apparaît $\equiv \delta(q)i_b$. La fraction de charge $\delta(q)$ dépend de q puisque la charge positive sur le nanofil SiC isolant augmente le potentiel et bloque éventuellement l'émission d'électrons secondaires. $\delta(q)=0$ est un état stable caractérisé par une charge quasi-statique q_{max} . Thome *et al.* [2004; 2006] ont mesuré une dépendance exponentielle en fonction du temps quand un isolant est irradié par un faisceau d'électrons. Cette relation s'exprime par :

$$\delta(q) = \delta_0 \left(1 - \frac{q}{q_{max}} \right) \quad (4.2)$$

Notons que δ_0 est significativement plus faible que pour les couches semi-infinies que les auteurs ont étudiées puisque la perte d'énergie des électrons à 20 kV dans les 300 premiers nanomètres est relativement faible. Finalement, un courant de décharge $i(t) = -\frac{q}{RC}$ est extrait du nanofil dans la pointe en tungstène. Ce courant est mesuré par un pico-ampèremètre (Keithley 6517B) qui confirme la charge positive. L'évolution de la charge au bout du nanofil lorsque ce dernier est illuminé est donnée par :

$$\frac{dq}{dt} = -q \left(\frac{1}{RC} + \frac{\delta_0 i_b}{q_{max}} \right) + \delta_0 i_b \quad (4.3)$$

qui est gouvernée par les deux constantes de temps $\tau_1 = RC$ et $\tau_2 = \frac{q_{max}}{\delta_0 i_b}$. Dans la suite, nous supposons $\tau_1 \ll \tau_2$ bien que les auto-oscillations puissent être obtenues dans tous les cas. Le faisceau d'électrons est plus fin que le diamètre D et nous admettons que l'accumulation de charge se produit dès que le centre du nanofil se situe à une distance comprise entre $\pm D/2$ par rapport à la position du faisceau. En dehors de cet intervalle, l'évolution de la charge est $\dot{q} = -\frac{q}{RC}$. Ces équations sont couplées par les termes $F(q)$ de l'équation (4.1) et $\frac{dq}{dt}$ de l'équation (4.3) (Figure 4.3).

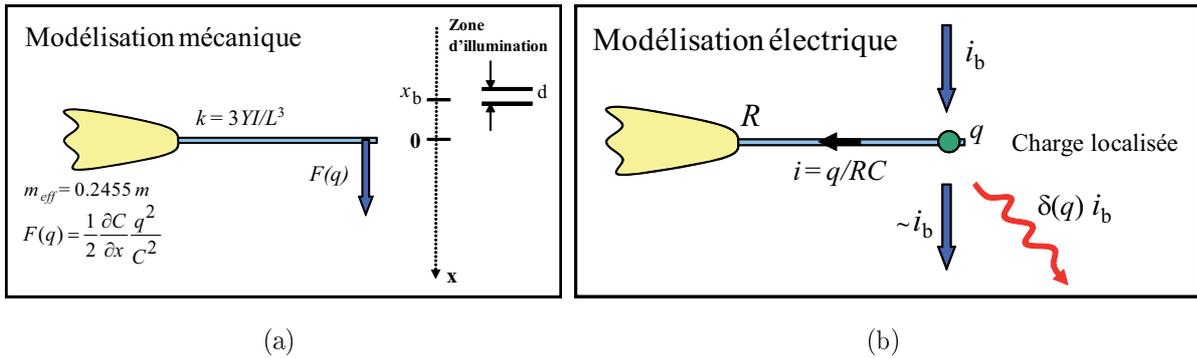


Figure 4.3 – (a) Schéma relatif à la modélisation des paramètres mécaniques de l'oscillateur à base d'un nanofil de constante de raideur k et de masse effective m_{eff} .

$F(q)$ est la force induite par la charge q sur le nanofil. (b) Schéma relatif à la modélisation des paramètres électriques d'un nanofil de résistance R possédant une charge q localisée sur son extrémité libre.

Expérimentalement, quand une charge q est localisée sur un nanofil, ce dernier se courbe dans une direction (que nous définissons comme $+x$) à cause de $F(q)$. Ce phénomène est reproductible, particulièrement visible sur les nanorésonateurs fortement isolants et est gouverné par la capacité C . Quand aucune électrode n'est localisée à proximité du nanofil, la direction asymétrique est contrôlée par l'environnement proche du nanofil et plus particulièrement par l'angle entre le résonateur et la pointe supportant ce dernier.

L'ajout d'une électrode à côté de l'apex du nanofil, par exemple une seconde pointe, peut permettre de neutraliser l'effet de la pointe de support, de compenser l'asymétrie du nanofil et de définir la direction préférentielle du mouvement. $F(q)$ s'exprime par :

$$F(q) = -\frac{q^2}{2C^2} \frac{\partial C}{\partial x} \quad (4.4)$$

Les expressions de C et donc de $F(q)$ doivent être dérivées pour chaque géométrie. Nous avons obtenu une expression analytique compliquée de la capacité et de la force, valide quand le nanofil et la pointe en tungstène sont loin de toute autre électrode. Pour nos nanofils, nous trouvons $C \simeq 10^{-15}$ F et $F(q) = aq^2$ avec $a = 10^{16}$ N.C⁻². En fonction du nanofil utilisé, la valeur de $F(q)$ peut s'étendre sur plusieurs ordres de grandeurs mais pour la modélisation que nous présentons ici, nous prenons une charge moyenne $\bar{q} \sim 10^{-14}$ C (Figure 4.4) qui procure une force moyenne $F(q) \sim 10^{-12}$ N, une force typique pour exciter un nanorésonateur. Enfin, la résistivité de plusieurs nanofils a été évaluée par des expériences en EC et nous trouvons ~ 100 Ω.cm. Cela donne des résistances comprises entre 10^9 et 10^{12} Ω.

Ces équations et ces paramètres sont utilisés pour simuler les oscillations (Figures 4.4 et 4.5). Sur la figure 4.4(a) le nanofil est initialement immobile et l'illumination par le faisceau commence à $t=0$. Le mouvement débute par une déviation non-oscillante durant l'accumulation de charge initiale. Lorsque le nanofil quitte la zone d'illumination, les oscillations s'amorcent avec une faible amplitude. Elles augmentent continuellement durant une période transitoire avant d'atteindre un cycle limite d'auto-oscillation. La position et la vitesse du cycle limite sont illustrées sur le diagramme de phase de la figure 4.4(c). Après une augmentation initiale, la position et la charge se stabilisent autour des valeurs moyennes \bar{x} et \bar{q} avec de faibles oscillations. \bar{x} est positive à cause de la moyenne des forces électrostatiques sur \bar{q} qui sont responsables du comportement asymétrique. La figure 4.4(d) montre un zoom de $x(t)$ et $q(t)$ (pas à l'échelle) quand le cycle limite est atteint. $x(t)$ est proche d'une sinusoïde à la fréquence de résonance du fondamental :

$$x(t) \approx \bar{x} + A \cos(\omega_0 t) \quad (4.5)$$

Ce fait est à la base de notre théorie analytique et la figure 4.4(d) illustre l'injection d'énergie. La zone en gris clair représente l'intervalle où $F(q)$ retire de l'énergie [$F(q)\dot{x} < 0$] et la zone en gris sombre représente l'intervalle où $F(q)$ ajoute de l'énergie [$F(q)\dot{x} > 0$]. La faible différence entre les valeurs de $q(t)$ dans ces intervalles [ou $F(q)\dot{x}$] est responsable de l'injection d'énergie dans le système. Cette énergie permet de compenser les pertes d'énergie dissipatives et est responsable de l'existence d'un cycle limite.

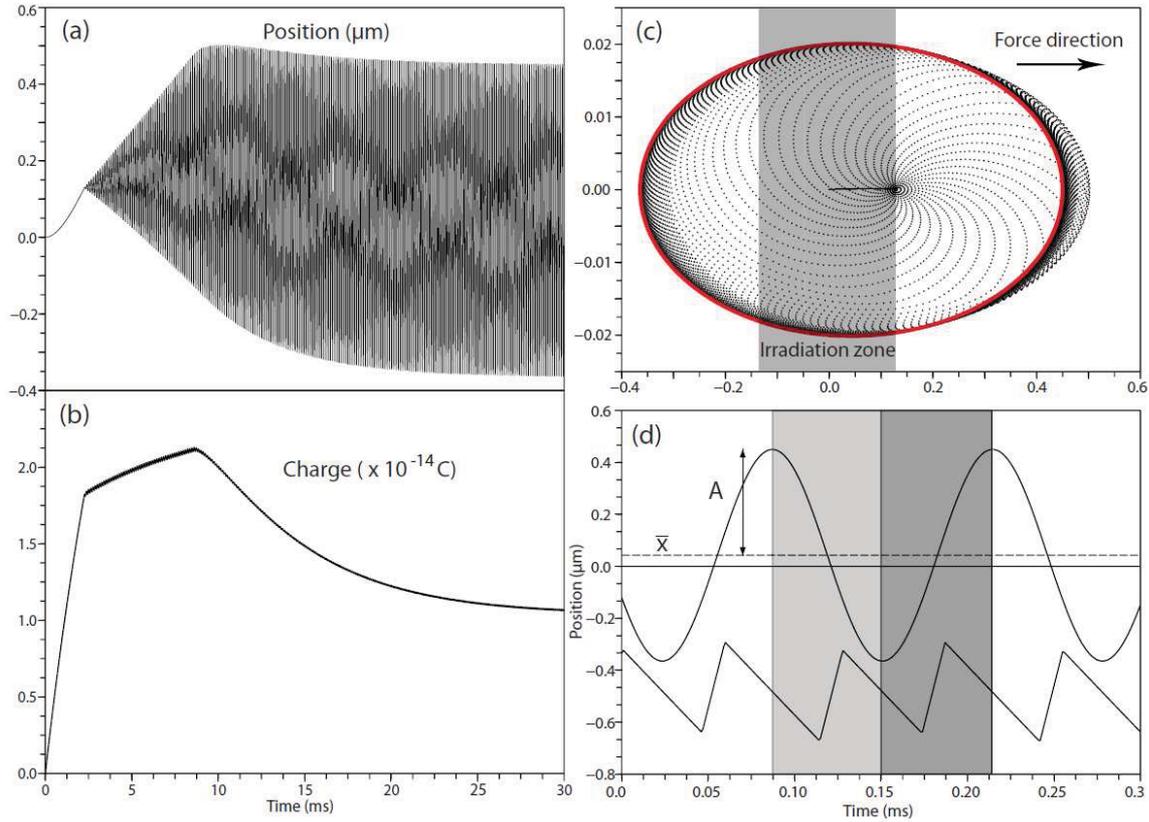


Figure 4.4 – Simulation de la position du nanofil (a) et de la charge (b) lorsque le faisceau est focalisé sur le nanofil et que ce dernier présente une auto-oscillation. (c) Représentation du diagramme de phase du mouvement en (a) avec l'apparition d'un cercle limite représenté en rouge. La zone d'irradiation est représentée en gris et un pic sur le signal de l'oscilloscope est détecté à chaque fois que le nanofil traverse cette zone. (d) Détail du mouvement du nanofil quand le cercle limite est atteint. La zone en gris sombre représente l'intervalle où $F(q)$ ajoute de l'énergie alors que la zone en gris clair désigne l'intervalle où $F(q)$ enlève de l'énergie.

Les formes analytiques des grandeurs \bar{x} et A au point d'équilibre peuvent s'obtenir en étudiant la conservation de charge et d'énergie. Nous supposons que l'équation (4.5) est valable et intégrons les équations (4.1) et (4.3) sur un cycle complet. Les analyses du mouvement concernant un ou deux passages par période dans la zone d'illumination doivent être examinées séparément. Nous commençons par examiner l'existence et la stabilité des solutions lorsque le nanofil traverse deux fois le faisceau. Expérimentalement, nous observons presque exclusivement ce cas, excepté aux extremums de x_b où les deux solutions sont presque équivalentes. Les expressions explicites sont compliquées et ne seront pas développées ici mais elles nous permettent de comprendre l'asymétrie observée

quand x_b varie. Les résultats de ces calculs sont présentés dans la figure 4.5. Nous pouvons remarquer que lorsque le régime d'auto-oscillation est établi et stable $\bar{x} > 0$ [$F(q) > 0$] à la position $x_b = 0$. Un déplacement du spot dans la direction $-x$ opposée à la force $F(q)$ conduit à un nouvel état d'équilibre avec une valeur de \bar{x} qui reste quasiment constante et une augmentation de la valeur de A . L'important accroissement de A provient du fait que plus le mouvement est asymétrique par rapport à la zone d'irradiation (*i.e.*, une plus grande valeur $\bar{x} - x_b$), plus l'injection d'énergie est importante.

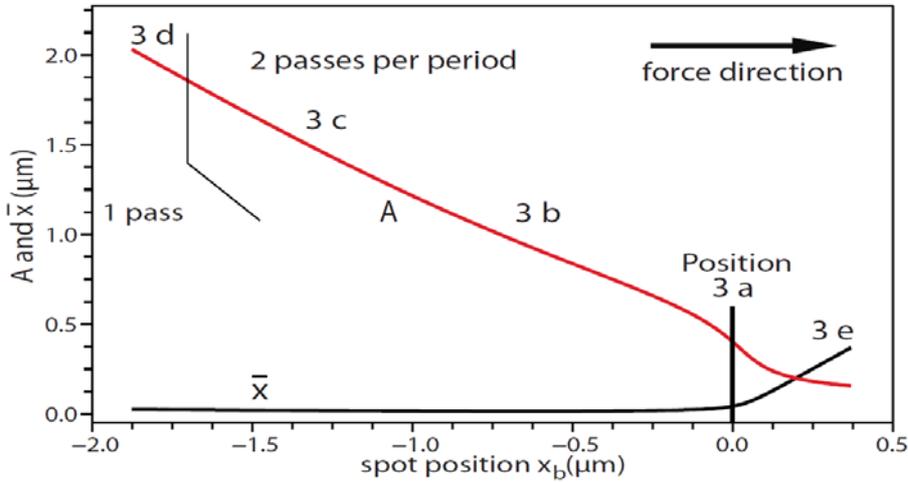


Figure 4.5 – Résultats des calculs semi-analytiques des paramètres d'équilibre \bar{x} et A pour un mouvement du nanofil en fonction de la position du spot x_b . La réponse asymétrique est évidente pour les deux paramètres. Les positions 3a-3e correspondent aux scans de la figure 4.2(d).

Quand x_b est augmenté jusqu'à un déplacement maximum dans la direction $-x$ (correspondant à un maximum de A), le temps entre deux passages consécutifs converge vers zéro et la solution devient identique au cas à un seul passage. Cette position correspond à un maximum d'injection d'énergie dans le système. Lorsque nous continuons à augmenter x_b suivant $-x$, les oscillations disparaissent soudainement ce qui signifie qu'il n'existe pas de solution. Ce comportement concorde parfaitement avec nos observations expérimentales (Figure 4.2(d), position d). Dans la direction $+x$, le comportement est radicalement différent. Nous pouvons observer une augmentation rapide de \bar{x} qui tend vers la valeur de x_b (importante augmentation de \bar{q}) alors que l'amplitude décroît rapidement (pour une conservation de charges). Cela explique l'élargissement du pic dans la figure 4.2(d), position e. Dans ce cas, aucune solution avec un seul passage n'existe puisqu'elle conduirait à l'injection d'énergie négative.

4.3.3 Expériences complémentaires

Faire varier les paramètres dans une gamme raisonnable modifie quantitativement le mouvement du nanofil mais le comportement général et l'asymétrie sont inchangés. Pour débiter, nous faisons varier le courant du faisceau d'électrons de 200 pA à 600 pA et l'énergie des électrons de 15 kV à 25 kV. Changer la valeur du courant affecte fortement l'amplitude des oscillations alors que la valeur de l'énergie a un effet négligeable. Cependant, ces deux comportements sont bien décrits par le modèle. La palette des trajectoires dans l'espace des phases et le cycle limite sont extrêmement riches et particulièrement dans la période transitoire, avec des régimes très différents délimités à l'intérieur de la fenêtre d'espace des paramètres spécifiques. Parmi les différentes combinaisons possibles, deux constantes de temps sont d'une importance primordiale : $\tau_1 = RC$ et $T = 1/f_0$. RC contrôle la perte de charge et donc, l'équilibre des charges et la position du nanofil. Si $RC \ll T$, la charge disparaît entre deux irradiations consécutives et la charge du nanofil reçoit une brusque impulsion à chaque passage au travers du faisceau. Même si les oscillations peuvent toujours exister dans cette configuration, la réponse inclut de multiples harmoniques. Si $RC \gg T$, la charge moyenne \bar{q} devient grande et il en résulte de larges déviations du nanofil et un unique passage dans le faisceau. Aussi, il est important de noter que si il n'est pas limité par q_{max} , le nanofil oscillant peut alors sortir complètement de la zone d'irradiation et les oscillations meurent.

Les mesures ont été réalisées sur de nombreux nanofils SiC de différentes dimensions. Seuls les résultats portant sur les nanofils de grandes dimensions sont présentés dans cette analyse car il était plus aisé de réaliser des mesures sur ce type de nanofils. En effet, ces derniers facilitent l'imagerie par le MEB et souffrent moins de la pollution pouvant être générée par le faisceau d'électrons. De plus, leur fréquence de résonance est assez faible (quelques dizaines de kHz au maximum) et permet l'utilisation du scintillateur dont la bande passante est relativement faible. Ce phénomène n'est pas restrictif aux nanofils de grandes dimensions et devient même plus important avec des nanofils de plus petites dimensions. Nous avons réalisé certaines mesures sur plusieurs petits nanofils allant jusqu'à des dimensions de 30 nm de diamètre et 2 μm de longueur.

Au début des expériences, ce type d'auto-oscillations n'étaient obtenues que sur la moitié des échantillons à cause de l'environnement capacitif variable du nanofil. Si la force électrostatique résultante n'est pas suffisante pour provoquer la première sortie du nanofil de la zone d'illumination, l'excitation mécanique ne peut commencer. Pour vérifier

cette hypothèse, nous avons modifié l'environnement du nanofil en approchant une autre pointe en tungstène à proximité du nanofil (Figure 4.6). Dans cette configuration, la force électrostatique résultante devrait augmenter de manière significative. Comme envisagé, lorsque la seconde pointe est proche, tous les nanofils auto-oscillent. En partant de cette première position, nous déplaçons symétriquement le nanofil jusqu'au côté opposé à la pointe additionnelle (Figure 4.6(b)). Dans ce cas, les auto-oscillations présentent une asymétrie opposée, comme envisagé dans le modèle. Toutes ces expérimentations prouvent clairement que ces auto-oscillations sont régies par la capacité entre les nanofils et leur environnement.

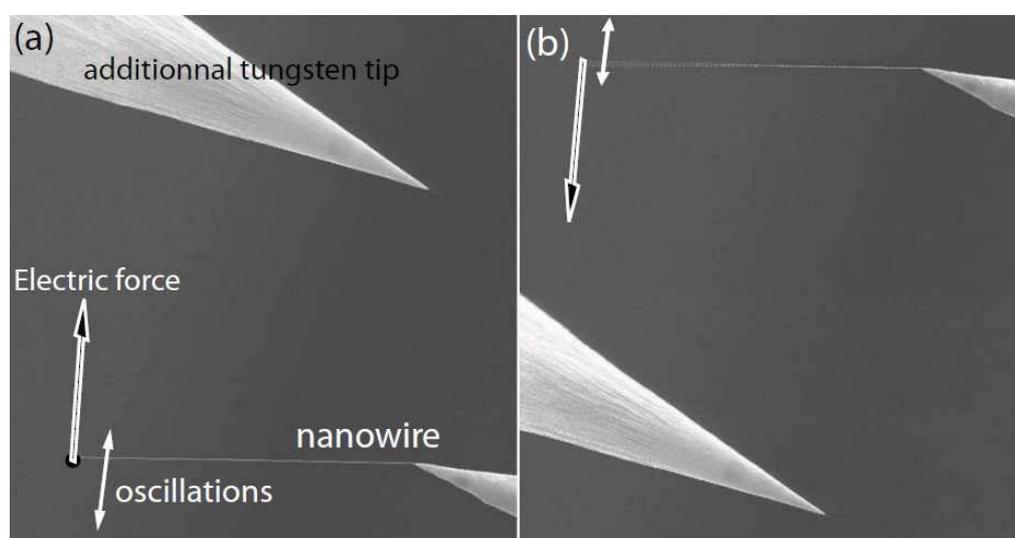


Figure 4.6 – (a) et (b) Modification de l'environnement capacitif du nanofil en approchant une pointe de tungstène des deux côtés du nanofil. Les doubles flèches décrivent la réponse asymétrique en fonction de la position du spot. Comme prévu, l'asymétrie change de signe en fonction des deux positions de la pointe.

Nous avons également réalisé des expériences similaires dans un TEM. Le même genre d'auto-oscillations est observé quand le faisceau d'électrons est concentré sur le nanofil. Dans ce cas, l'excitation est réalisée en plaçant le nanofil sur le bord du faisceau d'électrons, étant donné que ce faisceau est beaucoup plus large que le diamètre du nanofil. Le gradient d'intensité présent sur le contour du faisceau initie les oscillations. Le film de cette excitation est présent sur le site internet de notre équipe de recherche¹. Le nanofil présenté sur ce film a aussi été étudié dans le MEB. Il oscille uniquement quand une pointe additionnelle est approchée et sa fréquence propre a été mesurée à 21 kHz.

1. <http://www-lpmcn.univ-lyon1.fr/pvincent/>

4.3.4 Enseignements et perspectives

Les auto-oscillations sont souvent un effet indésirable qui peut dégrader la résolution d'une image mais également affecter l'interprétation des mesures de vibrations *in situ*. Pour les nanofils fins et longs, nous observons que de petites irradiations peuvent engendrer le collage de l'apex du nanofil sur la base de la pointe en tungstène. Cette étude montre que ces effets peuvent être minimisés en diminuant le courant du faisceau et la capacité, par exemple en isolant l'objet étudié.

Nous avons montré qu'un faisceau d'électrons est capable de produire une force pour exciter les auto-oscillations d'un nanorésonateur. Ces auto-oscillations peuvent être utilisées pour déterminer rapidement la fréquence de résonance de nanofils individuels, même s'ils sont dans un composant intégré ou enchevêtrés dans un échantillon de type « forêt », car cette technique ne nécessite pas de signal d'excitation extérieur pas toujours évident à appliquer. Le mode spot est présent dans tous les MEB et par conséquent, cette technique d'excitation peut être utilisée par des milliers de chercheurs à travers le monde.

Le modèle développé explique beaucoup de détails sur le mouvement des oscillations et ses dépendances vis à vis des paramètres du système. Un effort a été fait pour utiliser les paramètres réels de l'environnement du nanofil. Les simulations fournissent des preuves convaincantes sur le fait que les oscillations sont essentiellement dues à une attraction des charges induites par le faisceau sur l'environnement du nanofil. Aussi, il est possible d'exciter les oscillations en modulant directement le faisceau d'électrons.

L'ensemble de ce travail ouvre des perspectives pour des études fondamentales abordant l'excitation et la détection des résonances dans les systèmes nanoélectromécaniques. Les capacités de focalisation des microscopes électroniques doivent permettre d'appliquer cette technique aux plus petits nanorésonateurs, en principe, même aux nanotubes mono-feuillets et donc procurer une méthode de mesures ultrasensibles. Ce nouveau procédé d'excitation/détection procure une stratégie parallèle à la technique opto-thermique [Ilic *et al.* 2005] où la force provient d'un mécanisme dû à la variation de température dans le résonateur. Notre méthode est intimement liée aux propriétés électriques du système et donc d'une manière très générale, il fournit un modèle de système électromécanique dans lequel l'influence et l'interaction des différents paramètres peuvent être étudiés d'une façon contrôlée.

4.4 Auto-oscillations en émission de champ

4.4.1 Préliminaires

Nous avons déjà mis en évidence l'apport du phénomène d'EC pour l'étude des vibrations dans les NEMS. A présent, nous allons montrer que l'EC peut permettre de générer des auto-oscillations sous certaines conditions. L'étude qui va suivre a été réalisée dans un système UHV et dans un MEB équipé d'un nanomanipulateur. Les mesures ont été effectuées sur six nanofils SiC collés individuellement au bout de pointes en tungstène. Les différents nanorésonateurs sont dénommés NW1-6 et une image MEB du nanofil NW1 est présente dans l'encart de la figure 4.8.

Les premières expériences ont été accomplies avec les nanofils NW1-4 dans un système UHV. Les premières caractérisations que nous effectuons consistent à exciter la résonance du nanofil par l'intermédiaire d'un signal AC et à relever l'accord de la fréquence de résonance en fonction de la tension continue appliquée V_A , responsable de l'EC et de la force de tirage. Un élément capital est apparu lorsqu'en augmentant V_A avec la source AC déconnectée, le pattern d'EC du nanofil s'est élargi brusquement dans une direction (Figure 4.7(b)), exactement comme nous l'observons quand une excitation AC à la fréquence de résonance était appliquée.

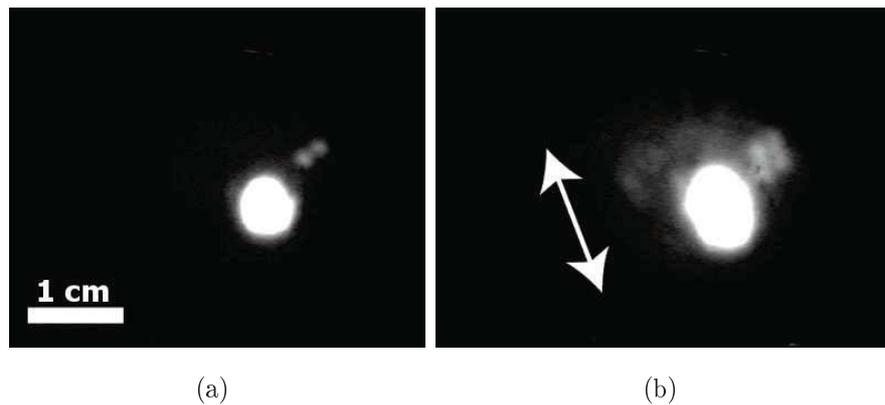


Figure 4.7 – Pattern d'EC du nanofil NW4 ($D=30\text{ nm}$; $L=20\text{ }\mu\text{m}$) lorsqu'il est immobile (a) et en auto-oscillation (b). Le pattern s'élargit dans la direction du mouvement du nanofil indiquée par la double flèche. Comme l'écran phosphore se situe à environ 3 cm du nanofil et que la taille du pattern s'étend sur à peu près 5 mm, l'amplitude des oscillations peut être estimée à quelques centaines de nanomètres.

L'oscillation est accompagnée d'une diminution du courant moyen d'émission I_{FN} illustré sur la figure 4.8. L'ampèremètre utilisé a une résolution fiable jusqu'au picoampère et un temps de réponse de 1 Hz. Nous mesurons donc seulement des signaux moyennés dans le temps. Etant donné qu'uniquement une tension continue est appliquée à l'échantillon, nous avons obtenu des auto-oscillations du nanofil pendant l'EC. Les sauts en courant et les hystérésis apparaissent de manière reproductible pendant les balayages en tension même si l'apparition des auto-oscillations peut légèrement changer. Ce phénomène de saut apparaît toujours de la même manière : le courant décroît (ou inversement, croît) quand la tension V_A augmente (ou inversement, diminue). A noter que ces auto-oscillations sous EC peuvent être très importantes et causer l'arrachement du nanofil de la pointe.

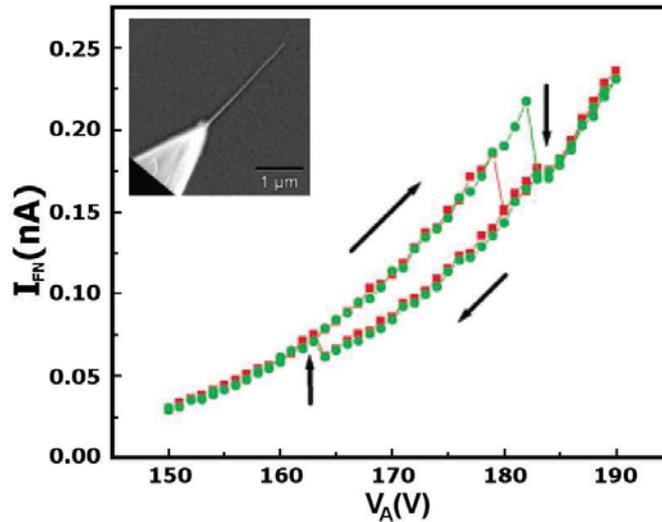


Figure 4.8 – Courant d'EC I_0 en fonction de la tension appliquée V_A pour deux balayages en tension successifs pour le nanofil NW3 ($D=200$ nm ; $L=50$ μm). Les flèches montrent la direction du balayage et des sauts en tension

Encart : Image MEB du nanofil NW1 collé individuellement sur une pointe en tungstène ($D=30$ nm ; $L=2$ μm)

4.4.2 Expérience dans le MEB

Afin de mieux comprendre l'origine de ces auto-oscillations, nous avons poursuivi nos études avec des expériences dans un MEB sur les échantillons NW5 et NW6. De la même façon que pour l'étude des auto-oscillations entretenues par le faisceau du MEB, le signal du détecteur d'électrons secondaires peut-être récupéré par l'intermédiaire d'un

oscilloscope (Figure 4.9). Pour les études préliminaires, une source alternative peut être connectée à une boule en or jouant le rôle d'anode tandis qu'elle est directement reliée à la masse lors des expériences d'auto-oscillations. L'application de la tension continue V_A peut courber le nanofil lorsque celui-ci est placé de façon dissymétrique par rapport à l'anode (Figure 4.9).

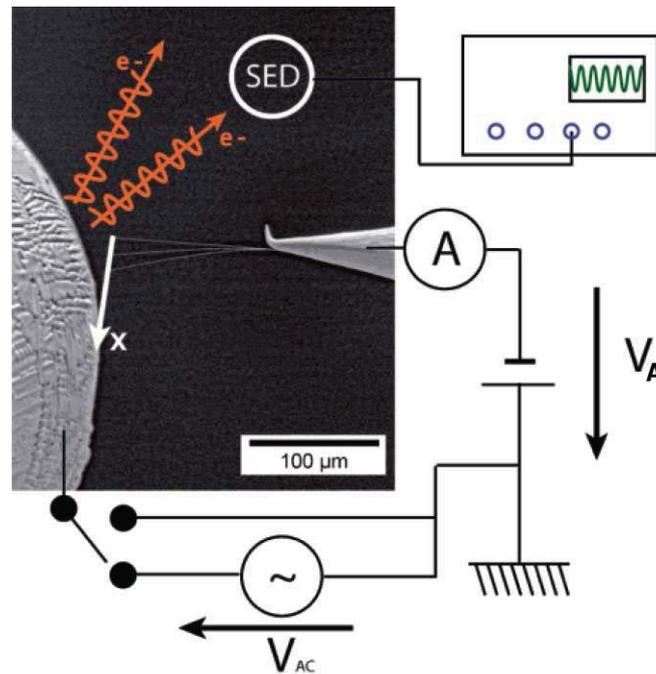


Figure 4.9 – Schéma du système expérimental utilisant le MEB avec l'intégration d'une image MEB du NW6 ($D=400$ nm; $L=125$ µm) pour différentes courbures statiques. Les électrons secondaires émis sont récoltés par le scintillateur du détecteur d'électrons secondaires (SED) dont le signal est exploité avec un oscilloscope.

L'EC est réalisée en appliquant une tension V_A négative et génère un courant d'EC continu I_{FN} corrélé à une augmentation de l'intensité de l'image MEB, pouvant aller jusqu'à la saturation (Figure 4.10). Ce courant d'EC peut donc être détecté par l'intermédiaire du détecteur d'électrons secondaires.

Comme dans le système UHV, lorsque nous augmentons $|V_A|$ (et donc I_{FN}) avec le générateur alternatif déconnecté, le nanofil entre en auto-oscillation puisque l'image du nanofil s'élargit soudainement (Figure 4.10(b)). Pour vérifier que la vibration n'est pas induite par le faisceau du MEB, nous passons le faisceau en mode spot et nous l'éloignons du nanofil. Ensuite, nous effectuons de nouveau un balayage de la tension V_A

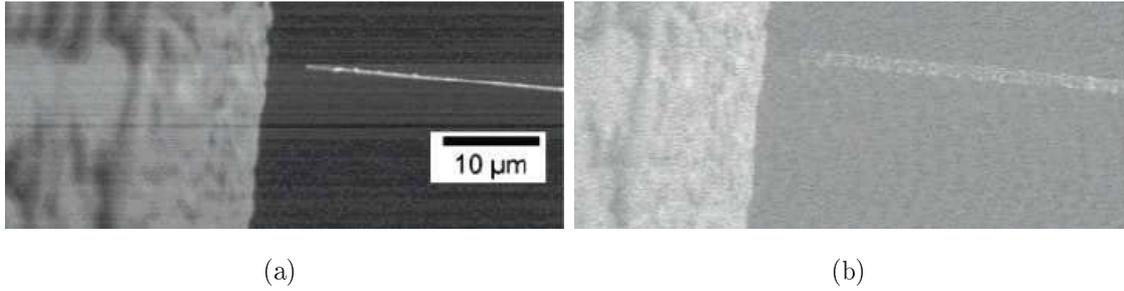


Figure 4.10 – (a) Image MEB du nanofil NW5 ($D=200\text{ nm}$; $L=50\text{ }\mu\text{m}$) au repos face à une boule en or. (b) Le même nanofil en auto-oscillation sous EC avec une amplitude de environ $1\text{ }\mu\text{m}$.

et le signal du détecteur d'électrons secondaires (SED pour le terme anglais Secondary Electron Detector) est retransmis sur l'oscilloscope. Pour la même gamme de tensions et de courants que précédemment, un signal alternatif est enregistré, confirmant ainsi les oscillations du nanofil pendant l'émission d'électrons (Figure 4.11).

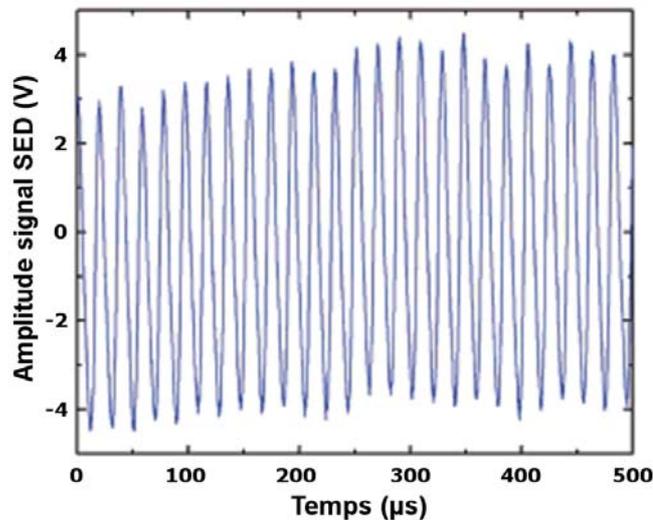


Figure 4.11 – Signal récupéré sur l'oscilloscope pour le nanofil NW6 lorsqu'une tension $V_A=220\text{ V}$ est appliquée et un courant $I_0=50\text{ nA}$ est mesuré. La transformée de Fourier permet d'estimer une fréquence de 54 kHz . L'oscilloscope était en couplage AC dans le but de supprimer la composante continue.

Construire un modèle viable dépend de l'identification et de l'estimation des différents éléments du dispositif électromécanique qui peuvent entrer en jeu. Ces éléments sont : le module d'Young Y , le facteur de qualité Q du nanorésonateur, la tension continue V_A

appliquée au bout de la pointe, la charge sur l'apex du nanofil, la résistivité électrique du nanofil, le courant d'émission I_{FN} qui transite dans le nanofil et enfin la capacité entre le nanofil et l'anode. La flexibilité du système expérimental MEB nous permet de mesurer la plupart de ces paramètres directement. La mesure directe de la fréquence de résonance pour une tension V_A nulle donne une valeur de $Y \simeq 500$ GPa, le facteur de qualité est estimé à $Q \simeq 4000$ et le courant d'EC est compris entre $1 \text{ pA} < I_{FN} < 100 \text{ nA}$. Les résistances de ces nanofils sont mesurées à partir de deux méthodes :

- des mesures $I(V)$ classiques directement dans le MEB en faisant toucher le bout du nanofil et la sphère ;
- l'analyse du spectre d'énergie des électrons dans le système UHV comme précédemment réalisé pour les nanotubes en carbone [Purcell *et al.* 2002a].

Les valeurs des résistances des nanofils utilisés pour ces expériences sont mesurées dans la gamme $10^9 - 10^{10} \Omega$, valeurs typiques pour ce type de semi-conducteur avec un large gap.

D'autres informations utiles sont récoltées en comparant le comportement du nanofil en fonction des deux polarités de la tension V_A . Avec une tension positive sur le nanofil, il n'y a pas d'émission dans notre gamme de tension compte tenu du rayon élevé de la boule en or qui induit une faible amplification du champ électrique. Aucune auto-oscillation n'apparaît, et ceci démontre que le courant d'EC est indispensable pour obtenir des auto-oscillations. Un aspect plus subtil qui s'avère essentiel pour le phénomène est mis à jour lorsque nous comparons l'évolution des fréquences de résonance en fonction des deux polarités de V_A déterminées avec une excitation AC imposée. La figure 4.12 montre un comportement parabolique de la fréquence de résonance due à la force électrostatique. Pour V_A négatif et en dessous du seuil d'EC, les fréquences de résonance coïncident avec celles observées pour une tension positive. Cependant, au-dessus du seuil d'émission, nous déconnectons le signal alternatif ainsi que le balayage du faisceau d'électrons du MEB et nous mesurons désormais la fréquence d'auto-oscillation à partir du signal du SED. Nous observons ainsi une rupture nette entre les deux courbes d'évolutions des fréquences. Ceci s'explique par le fait que la tension à l'extrémité du nanofil qui est responsable de l'accord des fréquences n'est plus identique à V_A à cause de la différence de potentiel le long de ces nanofils à haute résistance.

Un dernier point important pour l'élaboration du modèle et aussi pour la conversion DC/AC, concerne la variation de I_{FN} pendant les oscillations. En regardant le signal du SED sur la figure 4.11, nous observons une amplitude de 3 V, alors que la tension DC moyenne est plus élevée de 6 V que celle sans émission de champ. Nous pouvons donc

estimer approximativement que la composante AC du courant peut atteindre près de 50% de la composante DC, ce qui est excellent pour une géométrie non optimisée.

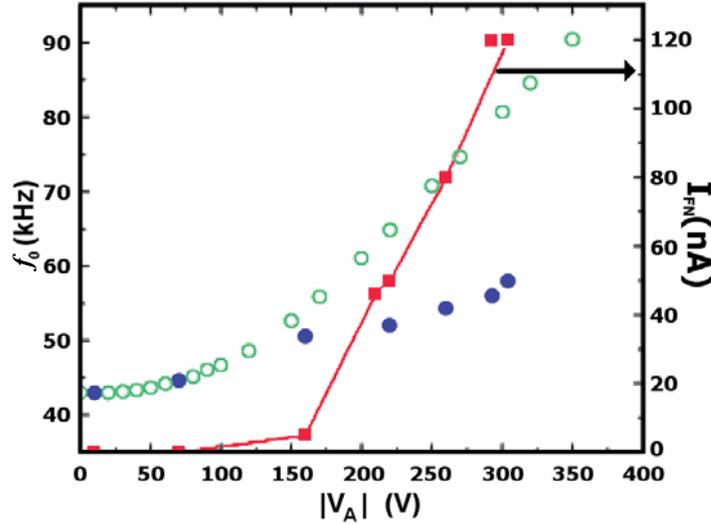


Figure 4.12 – Courbes représentant l'accord de la fréquence de résonance du nanofil NW6 en fonction de la valeur absolue de la tension V_A pour une polarisation positive (\circ) et négative (\bullet). L'évolution du courant d'EC est également représentée (\blacksquare).

4.4.3 Modèle théorique et simulation

Le mouvement de l'apex du nanofil peut être considéré comme un oscillateur avec une fréquence de résonance variable due à la force électrostatique $T = f(x)V^2$, soumis à une force de courbure $F_b = g(x)V^2$ et avec un facteur d'amortissement ω_0/Q . La tension V est la tension à l'extrémité du nanofil et $\omega_0 = 2\pi f_0$ est la pulsation du mode fondamental pour $V_A = 0$. Nous faisons les approximations que les forces T et F_b sont concentrées au bout du nanofil et le mouvement de l'apex du nanofil est régi par l'équation suivante :

$$\ddot{x} + (\omega_0^2 + bT)x = \frac{F_b}{m_{eff}} - \frac{\omega_0}{Q}\dot{x} \quad (4.6)$$

L'axe x est représenté sur la figure 4.9, m_{eff} est la masse effective du nanofil, $f(x)$ et $g(x)$ sont deux fonctions qui dépendent de l'environnement capacitif et b est une constante qui dépend de la masse et de la longueur du nanofil.

A partir des lois de Kirchhoff et de l'équation simplifiée de Fowler-Nordheim, le circuit électrique de ce NEMS est gouverné par la relation suivante :

$$I_{FN} = D(\beta V)^2 \exp\left(-\frac{H}{\beta V}\right) = \frac{V_A - V}{R} - \frac{d}{dt}(CV) \quad (4.7)$$

avec D et H des constantes, $\beta(x)$ le facteur d'amplification, R est la résistance du nanofil et enfin, C est la capacité entre l'apex du nanofil et l'anode connectée à la masse. Le dernier terme de cette équation prend en compte la variation cyclique de la charge au bout du nanofil.

Déterminer $\beta(x)$, $bf(x)$, $g(x)/m_{eff}$ et $C(x)$ par des simulations d'éléments finis est très fastidieux. A la place, nous effectuons des simulations numériques à partir d'équations simplifiées qui peuvent être résolues analytiquement. Ces équations comportent moins de paramètres inconnus mais décrivent un comportement général identique à celui décrit par les équations complètes. La résolution analytique et semi-analytique est très utile pour prouver l'absence d'instabilité numérique. Les équations simplifiées sont :

$$\ddot{X} + \frac{\omega_0}{Q}\dot{X} + \omega_0^2(X - x_0) + p^2V^2X = 0 \quad (4.8)$$

$$-\frac{I_0}{1 + \alpha X^2} + \frac{V_A - V}{R} = C\dot{V} \quad (4.9)$$

avec $X = x_0 - x$, $\omega^2 = \omega_0^2 + p^2V_A^2$ où p^2 est une constante permettant de définir l'évolution de la pulsation en fonction de la tension V_A sur une gamme linéaire.

$I_0 = D\beta_0^2V^2 \exp\left(-\frac{H}{\beta_0V}\right) (1 + ax_e^2)$ et $x_e = \frac{x_0\omega_0^2}{\omega^2}$ est la position d'équilibre correspondant à une valeur de V_A donnée.

La forme approximative du courant d'émission prend en compte les conditions aux limites et le fait que le nanofil n'est pas parfaitement aligné avec l'anode, *i.e.*, il existe une courbure due à l'application de V_A . Les paramètres que nous allons utiliser dans la suite proviennent des expériences réalisées sur le nanofil NW6. Nous obtenons $x_0 = 20 \mu\text{m}$ (à partir de la figure 4.9), $D\beta_0^2 = 2.2 \cdot 10^{-9} \text{ A.V}^{-2}$, $H/\beta_0 = 2276.5 \text{ V}$, $R = 5 \cdot 10^9 \Omega$, $p^2 = 2 \cdot 178 \cdot 576 \text{ rad}^2.\text{s}^{-2}.\text{V}^{-2}$ (calculé à partir de la figure 4.12), $\omega_0 = 2 \pi * 42 \cdot 150 \text{ rad.s}^{-1}$, $Q = 4000$, $C = 10^{-17} \text{ F}$, et $a = 10^{11} \text{ m}^{-2}$. C et a sont les seuls paramètres inconnus à l'origine. La valeur de C utilisée ici est proche de la capacité propre d'une sphère du même diamètre que le nanofil. a est choisi de façon à ce que aX^2 soit comparable à 1 pour les faibles amplitudes d'oscillations.

Pour les études analytiques, il est nécessaire de développer les expressions suivantes :

$$X = x_e + r(t) \cos(\omega t) \quad (4.10)$$

où $r(t)$ représente la faible variation d'amplitude au cours du temps.

$$V = U_e + U_0 \cos(\omega t + \varphi) + U_1 \cos(2\omega t + \varphi) \quad (4.11)$$

$$I_{FN} = \frac{I_0}{1 + \alpha X^2} \approx I_0[A(x_e, r) + B(x_e, r) \cos(\omega t) + D(x_e, r) \cos(2\omega t)] \quad (4.12)$$

avec U_e , U_0 et U_1 des constantes et :

$$A(x_e, r) = \frac{\omega}{2\pi} \int_0^{2\pi/\omega} \frac{dt}{1 + a(x_e + r \cos(\omega t))^2} \quad (4.13)$$

$$B(x_e, r) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^{2\pi/\omega} \frac{\cos(\omega t)}{1 + a(x_e + r \cos(\omega t))^2} dt \quad (4.14)$$

$$D(x_e, r) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^{2\pi/\omega} \frac{\cos(2\omega t)}{1 + a(x_e + r \cos(\omega t))^2} dt \quad (4.15)$$

sont les coefficients de Fourier de I_{FN} pour une valeur de r constante.

Nous injectons les relations précédentes dans nos équations et nous vérifions la stabilité en regardant le signe de la composante proportionnelle à $\sin(\omega t)$ dans l'équation mécanique. Après quelques manipulations algébriques, nous obtenons :

$$K(r) = \frac{\partial r}{\partial t} \approx \frac{1}{2} \left[-\frac{\omega_0}{Q} r - 2p^2 R^2 C I_0 [x_e B(x_e, r) + r J(x_e, r)] [V_A - I_0 R A(x_e, r)] \right] \quad (4.16)$$

Cette équation permet de déterminer les positions d'équilibre et leur stabilité.

Les simulations numériques réalisées avec les équations (4.6) et (4.7) combinées aux méthodes analytique et semi-analytique confirment que l'existence d'une solution immobile ou auto-oscillante dépend de la tension appliquée (Figure 4.13). Une position d'équilibre existe si l'équation (4.16) est égale à zéro et elle est stable si $\frac{\partial K(r)}{\partial r} < 0$. L'approche analytique a montré que la variation de C de plusieurs ordres de grandeurs a un faible impact sur la tension où les auto-oscillations apparaissent. En revanche, cette même analyse montre que les éléments les plus importants sont la dépendance de β (et donc de I_{FN}) par rapport à la position x et la dépendance de la fréquence de résonance par rapport à la tension appliquée. Ce sont ces éléments qui permettent à l'énergie stockée dans la capacité d'être réinjectée dans l'oscillateur mécanique et de compenser les pertes d'énergie. L'existence des oscillations est également facilitée par la dépendance exponentielle de I_{FN} et le faible taux d'amortissement.

La figure 4.13(b) montre un raisonnable accord qualitatif entre la théorie et les expériences concernant la tension DC nécessaire pour initier les auto-oscillations ainsi que l'amplitude du courant alternatif représentée dans l'encart de la figure 4.13(b). La solution immobile coexiste avec la solution auto-oscillante sur une certaine plage de tensions puis devient instable lorsque la tension augmente encore. Ce comportement explique l'observation d'hystérésis dans la figure 4.8.

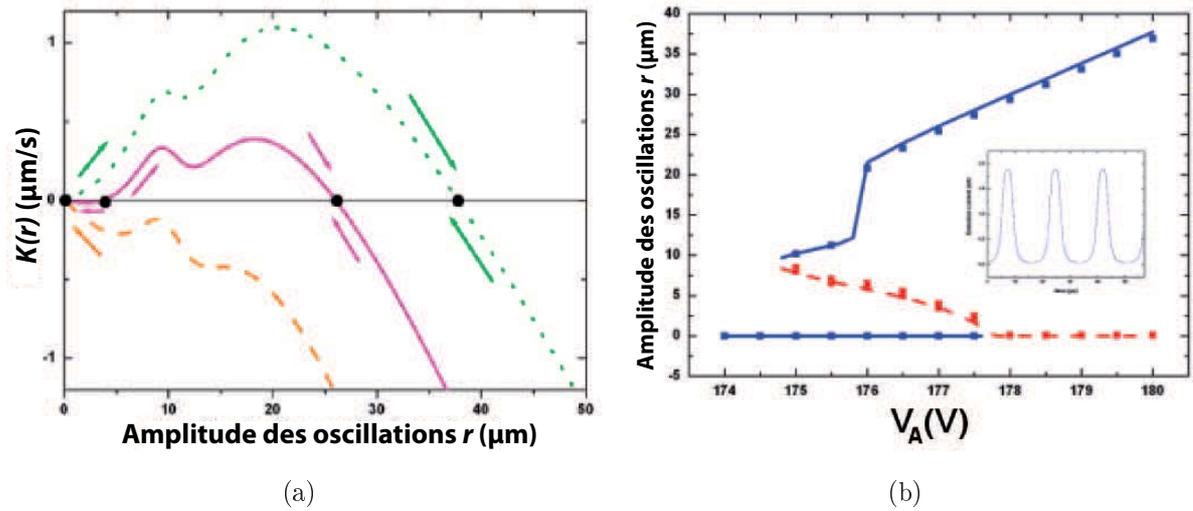


Figure 4.13 – (a) Calcul analytique de la dérivée de l’amplitude par rapport au temps dr/dt en fonction de l’amplitude des oscillations pour différentes tensions appliquées : (---) $V_A = 174$ V; (—) $V_A = 177$ V; (\cdots) $V_A = 180$ V. Les points d’équilibre sont représentés par des points (\bullet) et les flèches indiquent la stabilité de chaque point. (b) Diagramme de stabilité représentant l’amplitude d’oscillation en fonction de V_A . Branches stables (—) et branche instable (---) obtenues à partir des calculs analytiques. Les points obtenus à partir des simulations numériques (\blacksquare) sont en parfait accord avec les calculs analytiques. **Encart** : Courant d’EC à l’équilibre en fonction du temps pour $V_A = 176$ V.

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons mis en évidence deux nouveaux phénomènes d’auto-oscillations de nanofils SiC dont le type d’excitation continue est complètement différent.

Dans le premier cas, le faisceau d’électrons constant d’un microscope électronique permet à la fois d’exciter et de détecter la résonance du premier mode de vibration du nanofil. Le modèle développé et les simulations confirment l’influence de la charge au bout du nanofil pour engendrer ces oscillations. Nous avons également démontré que l’environnement capacitif est un paramètre important pour générer ces auto-oscillations à partir d’un faisceau d’électrons. Cette nouvelle méthode d’excitation/détection est un moyen rapide pour caractériser les résonateurs et nécessite uniquement un microscope électronique.

Le deuxième type d'auto-oscillation que nous avons relaté au cours de ce chapitre repose sur l'EC de nanofils SiC fortement résistifs. Les oscillations sont obtenues en appliquant uniquement et simplement une tension continue. L'entrée spontanée en oscillation est liée au courant d'EC qui provoque une forte chute de potentiel le long du nanofil et à la variation du facteur d'amplification en fonction de la position. Ce nanogénérateur de courant alternatif dont le taux de conversion AC/DC atteint environ 50% est très prometteur et permet d'envisager une intégration de ce NEMS afin de miniaturiser davantage cette fonction et remplacer à terme les oscillateurs électroniques. La modélisation de ce phénomène décrit très bien le comportement de notre NEMS.

Chapitre 5

Nanorésonateurs accordables à base de nanotubes

Sommaire

5.1	Présentation	157
5.2	Testeurs sous pointes	158
5.3	Caractérisation électrique	160
5.3.1	Effet transistor	161
5.3.2	Destruction de feuillets de nanotubes	162
5.3.3	Influence d'un recuit sous atmosphère contrôlée	162
5.3.4	Disparition de l'hystérésis et comportement ambipolaire	163
5.4	Détection des résonances	165
5.4.1	Les techniques de détection électriques : mixing et modulation	166
5.4.2	Protocole expérimental et instrumentation	170
5.4.3	Mesure des résonances	172
5.5	Démodulation FM	182
5.5.1	Présentation	182
5.5.2	Mesures expérimentales	182
5.5.3	Modélisation du phénomène	186
5.6	Transfert de données	190
5.7	Conclusion	192

5.1 Présentation

Dans les précédents chapitres nous avons utilisé principalement des techniques indirectes afin de détecter les vibrations de nos NEMS (Imagerie par microscopie d'émission de champ, visualisation par MEB ou TEM, détection du signal du SED d'un MEB, ...). Dans ce chapitre, où nous présentons des résultats obtenus sur des résonateurs à base de nanotubes de carbone bi-encastés, nous devons détecter les oscillations à partir des mesures du courant électrique dont les faibles signaux haute fréquence sont particulièrement difficiles à mesurer. C'est pour cette raison que l'utilisation d'une technique de « mixing » pour détecter les vibrations d'un nanotube a été une étape importante pour l'étude des NEMS à base de nanotubes suspendus entre deux électrodes. En effet, [Sazonova *et al.* \[2004\]](#) ont démontré qu'un nanotube semiconducteur pouvait jouer le rôle de mélangeur de fréquences et qu'il était ainsi possible de détecter les oscillations haute fréquence à partir d'un signal basse fréquence. Compte tenu des faibles signaux à détecter, l'étude d'un signal basse fréquence est un avantage indéniable qui permet notamment de limiter l'effet des capacités parasites.

Dans ce chapitre, nous allons nous focaliser principalement sur l'étude des nanotubes monofeuillets semiconducteurs permettant d'obtenir un transistor dans la configuration encastree-encastree. Ce comportement est intéressant pour l'utilisation des techniques de mixing même si nous verrons qu'il n'est pas indispensable. L'étude de ce type de configuration se justifie par son plus fort potentiel à être intégré dans des composants par rapport à la configuration encastree-libre.

Pour commencer, nous allons présenter les systèmes expérimentaux que nous avons développés afin de caractériser nos composants. Puis, nous montrerons les mesures électriques réalisées sur nos échantillons. Celles-ci sont indispensables avant toute caractérisation mécanique pour connaître la conductance du transistor obtenu et définir la qualité du contact électrique entre le nanotube et les électrodes. Ensuite, nous expliquerons le principe des différentes techniques de « mixing » répertoriées dans la littérature qui nous ont permis de détecter les premières résonances de nos échantillons. Une large partie sera dédiée à la nouvelle technique que nous avons mise au point et dont la détection est réalisée à partir d'un signal FM. Nous montrerons les réels avantages de cette méthode où le bruit est considérablement réduit et où aucune composante continue n'est présente à basse fréquence par rapport aux autres techniques. Enfin, nous analyserons une nouvelle application des NEMS puisque que nous avons mis en valeur la possibilité de transférer des

données digitales avec un taux de transfert compatible avec la technologie GSM utilisée en téléphonie mobile.

5.2 Testeurs sous pointes

Les caractérisations de nos NEMS en configuration transistor nécessitent l'application de deux signaux distincts sur la source et la grille mais également la récupération du signal de mesure sur le drain. Pour cela, nous avons utilisé deux testeurs sous pointes permettant de positionner précisément des pointes sur les plots en or reliant la source et le drain ainsi que sur la tranche du substrat utilisée comme grille générale de l'ensemble des composants.

La première version de testeur sous pointe que nous avons développé nous a permis de réaliser les premières mesures électriques de nos échantillons à l'air. Ce testeur est constitué de trois micromanipulateurs X-Y-Z manuels permettant de positionner trois pointes en tungstène, d'une loupe binoculaire et d'une lampe col de signe (Figure 5.1). L'ensemble est disposé sur une table anti-vibration afin de limiter les vibrations provenant du sol. Ces caractérisations électriques préliminaires ont été un réel appui lors de l'optimisation de la croissance des nanotubes monofeuillets puisqu'elles permettaient d'avoir un ordre de grandeur sur la concentration de nanotubes entre deux électrodes de contact. De plus, elles ont permis de révéler un problème lié à une concentration trop forte de nanotubes à proximité des motifs disposés sur les bords du substrat. En effet, les interconnexions entre les différents nanotubes permettaient dans certains cas de créer un chemin électrique entre les électrodes et la tranche du substrat. Ce court-circuitage non-désiré rend les mesures de l'effet transistor impossibles sur les échantillons concernés mais la diminution de la concentration de nanotubes a permis de limiter ce phénomène.

La deuxième version de testeur sous pointe est un système développé sur mesure et plus abouti (Figure 5.2(a)). En effet, ce système est compatible avec la technologie UHV et permet de travailler à des pressions de l'ordre de 10^{-10} torr. L'UHV a pour avantage l'augmentation du facteur de qualité puisque l'amortissement des vibrations dû aux frottements est considérablement réduit. Il en résulte une plus grande facilité pour détecter les oscillations par rapport à des caractérisations réalisées à l'air.

Afin d'atteindre des pressions de 10^{-10} torr, nous avons incorporé une pompe scroll pour obtenir un vide primaire, une pompe turbo (Varian Turbo-V 301) pour le vide

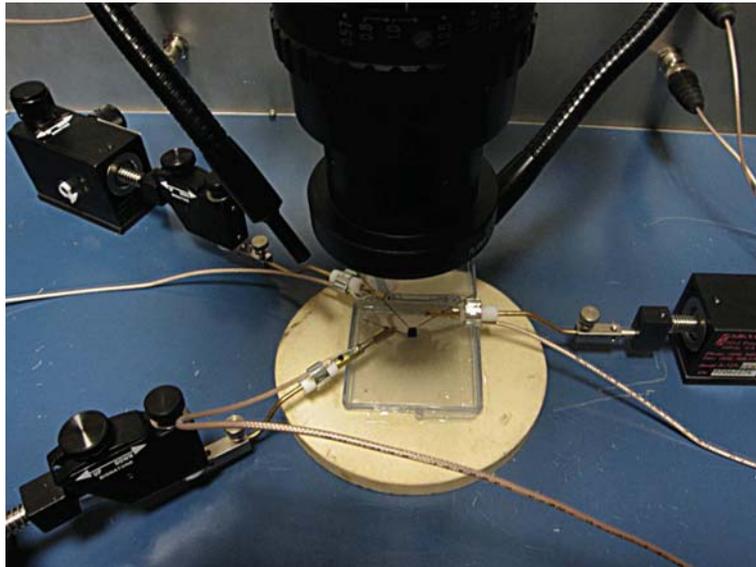


Figure 5.1 – *Photo du testeur sous pointe composé de trois micromanipulateurs X-Y-Z manuels, d'une loupe binoculaire et d'une lampe col de signe*

secondaire et enfin une pompe ionique (Varian VacIon Plus 150) pour l'UHV. De plus, un sas équipé également d'une pompe scroll et d'une pompe turbo (Varian Turbo-V 81), permet l'insertion de nouveaux échantillons sans avoir à détériorer la qualité du vide de la chambre principale.

Ce testeur sous pointe possède trois pointes qui sont spécialement conçues pour transmettre des signaux haute fréquence et les micromanipulateurs X-Y-Z que nous avons choisi pour positionner ces pointes sont spécialement dédiés aux systèmes UHV. L'ensemble du système est posé sur une table anti-vibration sur laquelle est également fixé le support de la binoculaire.

Le porte échantillon est supporté par la bride située dessous la chambre principale (Figure 5.2(b)). Nous avons installé deux moteurs pas à pas compatibles UHV afin de pouvoir piloter le porte échantillon à partir d'une commande externe. Cet avantage permet de positionner rapidement le composant que nous souhaitons étudier à proximité des pointes et surtout de pouvoir étudier un grand nombre de substrats sans être obligés d'ouvrir le système.

Aussi, l'ensemble des connexions électriques internes au système est réalisé avec des câbles coaxiaux SMA. Ils possèdent de bonnes caractéristiques pour les signaux HF et une impédance de 50Ω pratiquement constante sur toute la gamme de fréquences que nous utilisons lors des caractérisations mécaniques de nos échantillons.

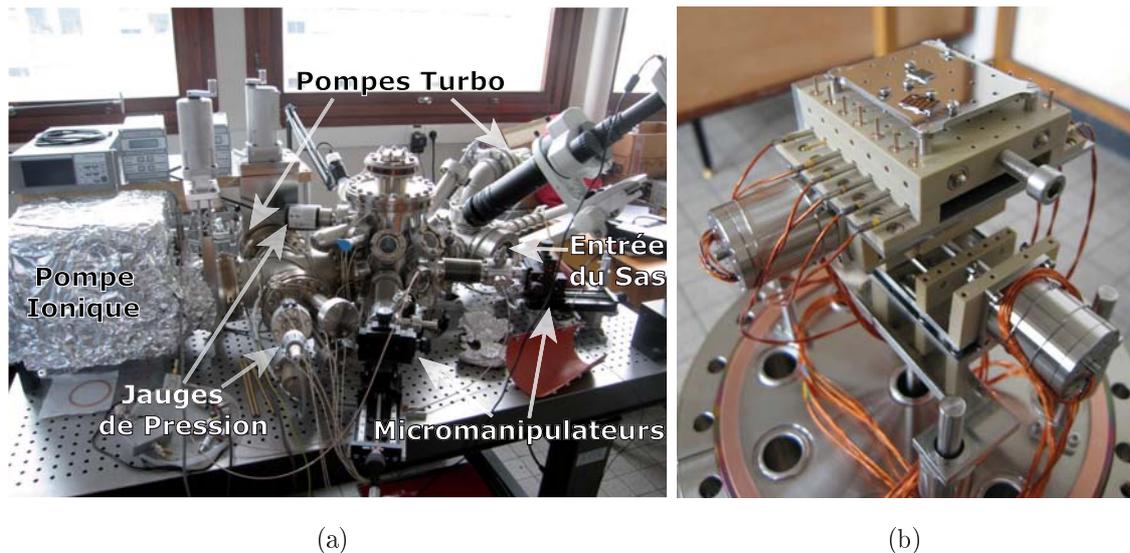


Figure 5.2 – (a) Vue d'ensemble du testeur sous pointe UHV permettant d'effectuer les caractérisations électriques et mécaniques des composants à base de nanotubes en configuration transistor. (b) Photo du porte échantillon qui prend place dans la chambre principale du testeur sous pointe UHV.

5.3 Caractérisation électrique

Les nanotubes de carbone que nous allons étudier dans la suite de ce chapitre présentent un comportement semiconducteur ou métallique. Les mesures électriques sont effectuées à température ambiante en appliquant une tension continue sur la source V_S^{DC} pour polariser les nanotubes. L'évolution du courant I est mesurée à partir d'un amplificateur transimpédance faible bruit sur l'électrode de drain portée à un potentiel nul. Dans le but d'obtenir une caractéristique complète, nous effectuons un balayage de la tension de grille V_G^{DC} qui débute à 0 V, augmente jusqu'à une valeur maximum (en général 10 V) puis diminue jusqu'à une valeur minimum (typiquement -10 V et se termine à 0 V).

Nous allons commencer par décrire différents types de mesures que nous avons réalisées sur nos échantillons à travers un premier exemple complet où le nanotube a été synthétisé au dessus d'un motif dont les électrodes ont une hauteur d'environ 200 nm. Puis nous développerons quelques cas particuliers que nous avons étudiés sur des dispositifs où les électrodes ont une hauteur d'environ 400 nm avant de finir par une présentation de la caractéristique électrique d'un composant fabriqué avec une étape de gravure du SiO_2 et dont nous avons pu détecter la résonance.

5.3.1 Effet transistor

Malgré nos efforts concernant l'optimisation de la synthèse de nanotubes afin d'obtenir un nanotube individuel entre deux électrodes, nous obtenons, dans la majorité des cas, quelques nanotubes en parallèle (cf. chapitre 2). Ainsi, lorsque nous réalisons une première mesure du courant en fonction de la tension de grille pour différentes tensions de polarisation sur un échantillon quelconque, nous obtenons des courbes classiques de nanotubes semiconducteurs superposées à un courant d'offset provenant d'un ou plusieurs nanotubes métalliques (Figure 5.3(a)). Une preuve supplémentaire de la présence de plus d'un nanotube dans ce composant provient des valeurs des courants qui sont relativement élevées et même supérieures au courant de saturation maximal ($25 \mu\text{A}$) d'un nanotube monofeuillet individuel [Yao *et al.* 2000]. Le transistor obtenu est de type p, ce qui correspond à un dopage classique des composants de taille nanométrique. Pour cet échantillon, nous pouvons remarquer la présence d'une très forte hystérésis causée principalement par les charges piégées à proximité du nanotube [Kim *et al.* 2003]. Enfin, toujours pour le même échantillon, une mesure du courant en fonction de la tension V_G^{DC} réalisée en mode passant ($V_G^{DC} = -10 \text{ V}$) permet d'estimer la résistance du dispositif $R \simeq 25 \text{ k}\Omega$ (Figure 5.3(b)).

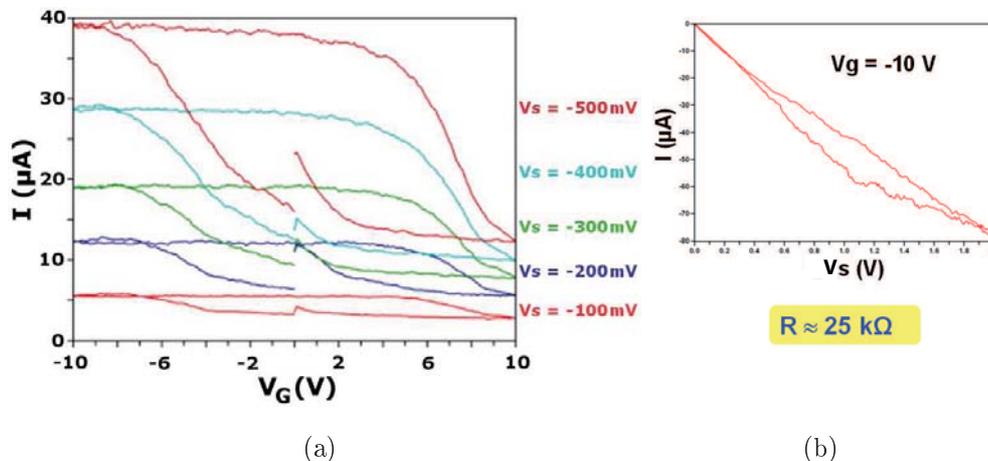


Figure 5.3 – Mesures effectuées sur un composant possédant plusieurs nanotubes métalliques et semiconducteurs (a) Courbes représentant les premières mesures de l'évolution du courant I en fonction de la tension appliquée sur la grille V_G pour différentes tension de polarisation V_s . Un courant d'offset provenant d'un nanotube métallique est superposé à la caractéristique transistor avec une forte hystérésis d'un nanotube semiconducteur. (b) Courbe représentant le courant en fonction de la tension de polarisation. La résistance initiale de cet échantillon est environ de $25 \text{ k}\Omega$

5.3.2 Destruction de feuillets de nanotubes

Pour réduire le nombre de nanotubes entre deux électrodes, nous pouvons détruire par effet joule certains nanotubes en faisant circuler un fort courant provoquant un échauffement d'un ou plusieurs feuillets. Nous avons la possibilité de privilégier la destruction des nanotubes métalliques en fixant la tension $V_G^{DC} = 10$ V et ainsi rendre les nanotubes semiconducteurs non-passant ou au moins de limiter le courant dans ces derniers. Deux aspects importants sont à prendre en compte lorsque nous réalisons ce type de destruction sélective :

- une augmentation trop rapide de la tension de polarisation occasionne une augmentation soudaine du courant et peut conduire à une destruction de l'ensemble des nanotubes ;
- lorsqu'un feuillet est détruit, le courant augmente brusquement dans les autres feuillets et peut provoquer un emballement menant à une destruction successive des feuillets restants.

Par conséquent, un grand soin doit être apporté à l'application de la tension V_G^{DC} dont le pas doit être suffisamment petit. Le contrôle de cette tension doit également être très réactif afin de maîtriser le plus possible cette méthode de destruction.

Sur l'échantillon présenté précédemment, nous avons détruit un grand nombre de feuillets métalliques et probablement certains nanotubes semiconducteurs (Figure 5.4). Pour chaque destruction, nous avons observé un saut en courant dont la valeur est comprise entre : 12 et 14 μA , ou 21 et 22 μA ou 28 et 30 μA , en accord avec celles observées par d'autres groupes de recherches ayant effectué le même type d'expérience [Collins *et al.* 2001, Radosavljević *et al.* 2001, Huang *et al.* 2005]. Ces différentes valeurs de saut en courant correspondent aux différents diamètres des feuillets détruits.

5.3.3 Influence d'un recuit sous atmosphère contrôlée

Après plusieurs séries de destructions, nous obtenons uniquement un ou plusieurs nanotubes semiconducteurs et la résistance de composant a naturellement augmentée ($R \simeq 320$ k Ω) (Figure 5.5(a)). Le courant présente de fortes variations qui peuvent être très handicapantes pour la détection des résonances.

Il est possible d'améliorer la stabilité du courant en effectuant un recuit de l'échantillon afin d'établir un meilleur contact électrique entre les nanotubes et les électrodes en or. Pour cela, nous utilisons un four à recuit rapide sous atmosphère contrôlée dans lequel, les

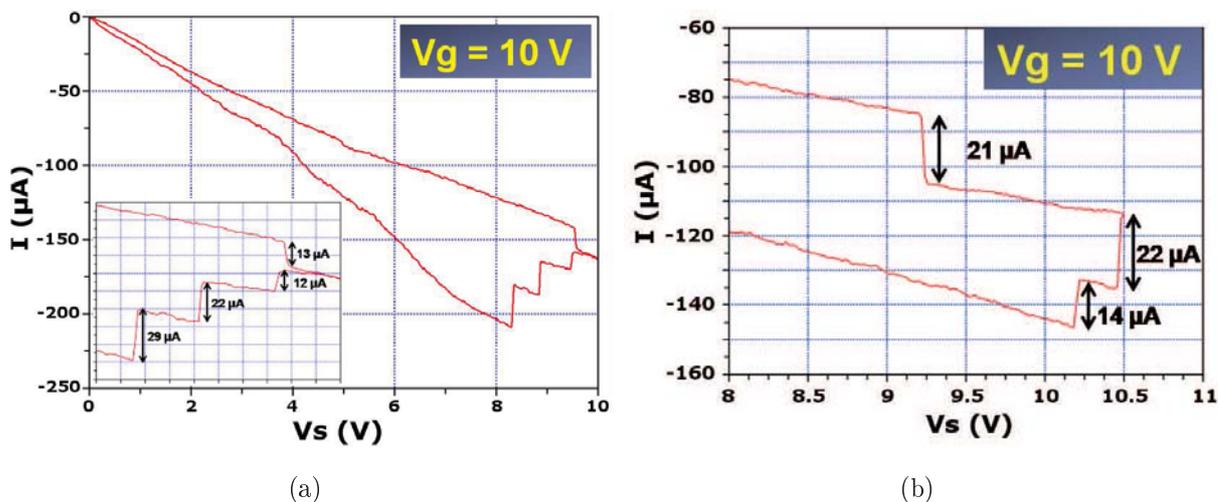


Figure 5.4 – Mesures effectuées sur le même composant que celui de la figure 5.3. (a) Courbes représentant les premières destructions de feuillets de nanotubes par effet joule.

Encart : Zoom sur les sauts en courant correspondant à chaque destruction d'un feuillet. (b) Zoom sur les sauts en courant de la dernière série de destruction.

échantillons sont chauffés à 400°C pendant cinq minutes et dans un environnement saturé d'argon. Il en résulte une nette amélioration de la stabilité du courant et dans le cas de cet échantillon, la résistance a de nouveau légèrement augmenté ($R \simeq 440\text{ k}\Omega$) (Figure 5.5(b)). Toutefois, pour la majorité des échantillons testés où l'instabilité initiale est moins importante que sur cet échantillon, nous observons une diminution de la résistance qui peut être divisée jusqu'à un facteur dix après l'étape de recuit. À noter que dans certains cas, nous observons une modification des tensions de seuils de l'hystérésis après avoir effectué le recuit.

5.3.4 Disparition de l'hystérésis et comportement ambipolaire

L'hystérésis, présente dans les caractérisations électriques d'un transistor à base de Nanotubes, peut être utilisée par exemple pour détecter des espèces chimiques [Kong *et al.* 2000] ou pour fabriquer des mémoires [Fuhrer *et al.* 2002, Radosavljević *et al.* 2002, Cui *et al.* 2002] mais est fortement rédhibitoire pour la réalisation de composants électroniques nécessitant un nombre important de transistors. L'hystérésis obtenue dans les mesures réalisées à l'air est essentiellement due aux charges piégées soit par les molécules d'eau disposées autour du nanotube soit par les charges piégées dans le SiO_2 [Kim *et al.* 2003]. La diminution, voire la disparition de cette hystérésis réside donc dans la diminution

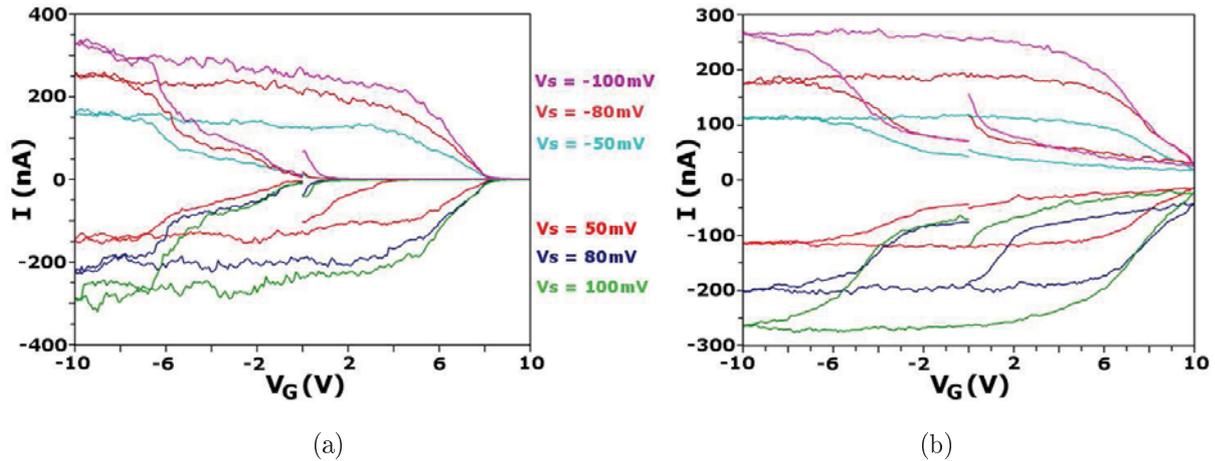


Figure 5.5 – Mesures effectuées sur le même composant que celui des figures 5.3 et 5.4. (a) Courbes représentant l'effet transistor après destruction de l'ensemble des nanotubes métalliques. Le courant d'offset a complètement disparu et la résistance de cet échantillon a augmenté ($R \simeq 320 \text{ k}\Omega$). Une forte instabilité du courant est désormais présente. (b) Courbes représentant l'effet transistor après un recuit rapide de l'échantillon à 400°C pendant cinq minutes sous argon. La résistance de cet échantillon a encore augmenté ($R \simeq 440 \text{ k}\Omega$) mais le courant est désormais nettement plus stable. Le recuit a également modifié les tensions de seuils de l'hystérésis.

de la quantité de charges piégées présentes à proximité du nanotube. Shimauchi *et al.* [2006] ont montré que le process de fabrication du composant peut également entraîner la suppression de l'hystérésis.

Nous nous sommes un peu intéressé à ce phénomène car certains dispositifs à base de nanotubes semiconducteurs ont présenté une disparition de l'hystérésis alors que d'autres dispositifs placés sur le même substrat présentait toujours ce phénomène. Puis, lors des caractérisations mécaniques, seuls les échantillons avec une très faible (voire nulle) hystérésis ont présenté une résonance.

Lorsque nous utilisons les composants avec des électrodes d'une hauteur de 400 nm au lieu de 200 nm pour l'échantillon présenté précédemment ou lorsque les composants ont subi une gravure du SiO_2 , nous mesurons une disparition quasi-totale de l'hystérésis à l'air ambiant (Figure 5.6(a)). La disparition de cette hystérésis est attribuée au fait que le nanotube est suspendu entre les deux électrodes puisque dans ce cas, il se retrouve éloigné des charges piégées dans l'oxyde et les molécules d'eau en contact avec le nanotube sont moins nombreuses que lorsque ce dernier est en contact avec la silice. La diminution de cette hystérésis se retrouve également lorsque nous effectuons des caractérisations

électriques sous UHV puisque le taux d'humidité est quasiment nul (Figure 5.6(b)). Ce type de mesures électriques qui est très rapide à effectuer par rapport à la recherche de résonances est donc un critère important pour sélectionner les échantillons qui ont de réelles chances de présenter une ou plusieurs résonances.

La courbe de la figure 5.6(b) indique que le composant comporte plusieurs nanotubes dont un ou plusieurs métalliques. Le comportement ambipolaire obtenu sous UHV ne résulte pas du dopage de l'un des nanotubes semiconducteurs avec par exemple, du potassium [Bockrath *et al.* 2000]. Ce phénomène s'explique par la quasi disparition des dopants qui modifient le comportement d'un transistor à base d'un nanotube à l'air [Derycke *et al.* 2002, Heinze *et al.* 2002]. Par contre, sous UHV, le nanotube a été chauffé pendant l'étuvage du système et nous obtenons une caractéristique intermédiaire où le nanotube n'est pas complètement passé du type p au type n d'où le comportement ambipolaire.

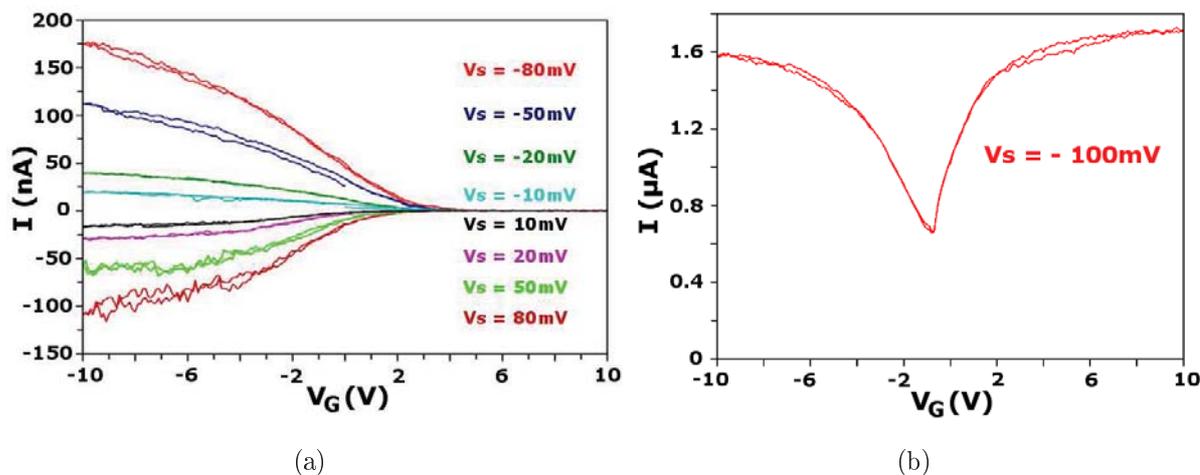


Figure 5.6 – (a) Mesures effectuées à l'air de l'effet transistor d'un nanotube suspendu sur des électrodes d'une hauteur de 400 nm. La suspension du nanotube provoque la disparition de l'hystérésis. (b) Mesure sous UHV de l'effet transistor d'un nanotube suspendu par gravure d'une partie de la silice. La suspension du nanotube couplée à l'UHV provoque la disparition de l'hystérésis dans les mesures de l'effet transistor d'un nanotube semiconducteur ambipolaire.

5.4 Détection des résonances

Malgré de récents progrès, les mesures électriques directes de la réponse intrinsèque à haute fréquence des nanotubes individuels restent un réel challenge à cause de leur impédance discordante et de leurs capacités parasites. En particulier, dans les premières études de la réponse d'un transistor à effet de champ à base de nanotubes (sans aucun degré de liberté), les réponses aux fréquences appliquées ont été limitées à moins de 100 MHz [Singh *et al.*] ou dans une gamme haute fréquence restreinte [Li *et al.* 2004]. C'est seulement très récemment que la détection électrique dans la gamme des GHz a été réalisée [Chaste *et al.* 2008]. C'est dans ce contexte que le mélange de fréquence, afin de réaliser des mesures basse fréquence de phénomènes haute fréquence, fut utilisé.

5.4.1 Les techniques de détection électriques : mixing et modulation

Afin de simplifier grandement la détection, un signal haute fréquence (HF) peut facilement être converti en un signal basse fréquence en le multipliant par un autre signal HF de fréquence voisine. La base mathématique nécessaire est développée en détails par la suite. La première mesure utilisant le mélange de fréquence pour un transistor à base de nanotubes individuels a atteint une fréquence de transport de 580 MHz [Appenzeller et Frank 2004] et peu après, plusieurs dizaines de GHz ont été détectés [Rosenblatt *et al.* 2005, Pesetski *et al.* 2006]. Cette technique est aussi pour le moment, la seule appliquée pour détecter électriquement la résonance mécanique des NEMS à base de nanotubes. La première méthode que nous présentons a été développée par Sazonova *et al.* [2004] et repose sur :

- une détection des vibrations réalisée par une mesure de courant ;
- une mesure de la variation du courant à basse fréquence.

Cette technique nécessite l'utilisation de deux sources HF distinctes dont les pulsations sont décalées de $\Delta\omega$ (Figure 5.7(a)). La tension continue V_G^{DC} appliquée sur la grille produit une force électrostatique statique qui permet de tendre mécaniquement le nanotube et ainsi, modifier et contrôler ses fréquences de résonance [Sazonova 2006]. En simplifiant légèrement, la mise en mouvement du nanotube est réalisée par une force électrostatique périodique obtenue par l'ajout d'une tension alternative sur la grille $\delta V_G = V_G^{AC} \cos(\omega t)$. L'expression de cette force totale est :

$$F_{elec} = \frac{1}{2} C'_G V_G^2 = \frac{1}{2} C'_G (V_G^{DC^2} + 2V_G^{DC} \delta V_G + \delta V_G^2) \quad (5.1)$$

avec C_G la capacité entre le nanotube et la grille et $C'_G = \frac{dC_G}{dz}$ la dérivée de la capacité par rapport à la distance entre le nanotube et la grille.

Suivant le modèle de [Sazonova et al. \[2004\]](#) la détection des vibrations repose sur les propriétés semiconductrices du nanotube où la conductance G dépend de la charge q induite sur le nanotube. Une modulation de la charge δq mène à la modulation de la conductance $\delta G = \frac{dG}{dq} \delta q$ et la charge peut varier soit en changeant le potentiel appliqué sur la grille, soit par une variation de la capacité δC_G :

$$\delta q = \delta(C_G V_G) = C_G \delta V_G + \delta C_G V_G^{DC} \quad (5.2)$$

Le premier terme correspond à l'effet de grille standard d'un transistor et est présent quelque soit la fréquence du signal AC. Le deuxième terme est non-nul seulement quand le nanotube entre en oscillation puisque la distance entre le nanotube et la grille change et résulte en une variation de la capacité δC_G . Par rapport à une position d'origine Z_0 , la position du nanotube au cours du temps a pour expression :

$$Z(\omega) = Z_0 - z(\omega) \cos(\omega t + \phi) \quad (5.3)$$

avec $z(\omega)$ l'amplitude des oscillations du nanotube et ϕ le déphasage entre les vibrations et le signal d'excitation. La variation de capacité provoquée par ces oscillations est donc $\delta C_G(\omega) = C'_G z(\omega) \cos(\omega t + \phi)$ et finalement la modulation de la conductance s'exprime par :

$$\delta G = \frac{dG}{dq} [C_G V_G^{AC} \cos(\omega t) + C'_G z(\omega) V_G^{DC} \cos(\omega t + \phi)] \quad (5.4)$$

Afin de mesurer cette variation de conductance δG , le nanotube est utilisé en tant que mélangeur de fréquences. L'amplitude du courant est obtenue par le produit du signal alternatif $\delta V_{SD} = V_{SD}^{AC} \cos((\omega + \Delta\omega)t)$ appliqué sur la source et la conductance du nanotube $G = G_{DC} + \delta G$. Ainsi, il est possible d'exprimer le courant I du nanotube :

$$\begin{aligned} I &= (G_{DC} + \delta G) \delta V_{SD} \\ &= G_{DC} \delta V_{SD} + \frac{dG}{dq} [C_G V_G^{AC} \cos(\omega t) + C'_G z(\omega) V_G^{DC} \cos(\omega t + \phi)] V_{SD}^{AC} \cos((\omega + \Delta\omega)t) \\ &= G_{DC} V_{SD}^{AC} \cos((\omega + \Delta\omega)t) + \frac{1}{2} \frac{dG}{dq} V_{SD}^{AC} C_G V_G^{AC} [\cos(\Delta\omega t) + \cos((2\omega + \Delta\omega)t)] + \\ &\quad \frac{1}{2} \frac{dG}{dq} V_{SD}^{AC} C'_G z(\omega) V_G^{DC} [\cos(\Delta\omega t - \phi) + \cos((2\omega + \Delta\omega)t + \phi)] \end{aligned} \quad (5.5)$$

et finalement, nous obtenons la composante $I^{\Delta\omega}$ du courant I à la pulsation $\Delta\omega$ pouvant être mesurée par un lock-in :

$$I^{\Delta\omega} = \frac{V_{SD}^{AC}}{2} \frac{dG}{dq} [C_G V_G^{AC} \cos(\Delta\omega t) + C'_G z(\omega) V_G^{DC} \cos(\Delta\omega t - \phi)] \quad (5.6)$$

Ainsi, la mesure de l'amplitude du courant basse fréquence permet bien de détecter les vibrations d'un nanotubes et nous devons également détecter un changement de phase lors de la résonance.

La valeur de $\Delta\omega$ peut arbitrairement être choisie et donc fixée à basse fréquence (entre quelques Hertz et 100 kHz). Cette technique permet de mesurer à basse fréquence une variation de conductance haute fréquence provoquée par les oscillations du nanotube.

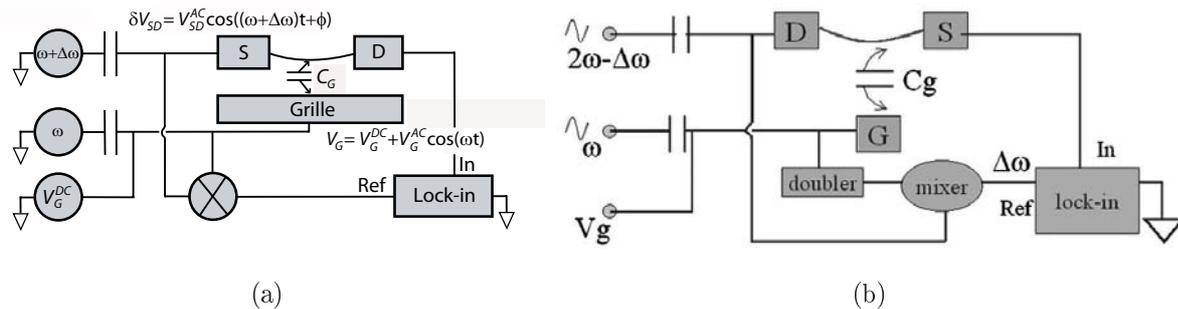


Figure 5.7 – Schémas expérimentaux de techniques de mixing utilisant deux sources HF et dont l'excitation du nanotube est (a) à la pulsation ω [Sazonova et al. 2004] et (b) à la pulsation 2ω [Peng et al. 2006].

Cette technique de mixing fonctionne parfaitement mais présente des inconvénients :

- il existe un courant à la pulsation $\Delta\omega$ même en l'absence de vibrations du nanotube à cause de l'effet transistor ce qui peut rendre la détection plus compliquée ;
- l'application d'une tension continue sur la grille est indispensable pour détecter les oscillations puisque l'amplitude des vibrations $z(\omega)$ est proportionnelle à V_G^{DC} (5.6) ;
- l'utilisation de deux générateurs HF nécessite un contrôle de la phase des deux signaux HF afin que le déphasage entre ces deux signaux ne varie pas au cours de la mesure ;
- le signal de référence du lock-in est obtenu en mélangeant les deux signaux HF et nécessite l'utilisation d'un mixer de qualité. En effet, le lock-in doit constamment recevoir un signal stable à la pulsation $\Delta\omega$ avant d'effectuer la mesure. Nous avons rencontré des problèmes de stabilité en fréquence ou de forte atténuation de ce signal lors de nos mesures dans cette configuration.

Une autre technique de mixing utilisant deux générateurs de signaux HF a été réalisée par Peng et al. [2006]. La différence notable avec la première technique que nous venons de présenter repose sur le fait que le signal appliqué sur l'électrode de source est à la pulsation

$2\omega + \Delta\omega$ au lieu de $\omega + \Delta\omega$ (Figure 5.7(b)). Les inconvénients de la première technique sont toujours présents mais cette méthode en 2ω permet d'améliorer la sensibilité de la détection pour les faibles valeurs de V_G^{DC} . En effet, d'après l'équation (5.1), nous pouvons dire que la méthode précédente en ω utilise le terme proportionnel à $2V_G^{DC}V_G^{AC}$ pour exciter le nanotube (force très faible lorsque V_G^{DC} est petit) tandis que cette nouvelle technique en 2ω utilise une force électrostatique proportionnelle à $V_G^{AC^2}$, à priori valable sur toute la gamme de tension V_G^{DC} . Cette sensibilité accrue permet à Peng *et al.* [2007] de faire fonctionner leur nanotube à l'air et détecter des vibrations à la fréquence de 4 GHz.

Un autre aspect important dans ces deux articles provient du fait que la résonance des nanotubes métalliques est aussi bien détectée que celle des nanotubes semiconducteurs, ce qui remet en question une partie des interprétations précédentes basées sur l'effet transistor. Il est également admis que la variation de la conductance d'un nanotube peut résulter d'un effet piézorésistif ou de la variation des résistances de contact entre le nanotube et les électrodes. Toutefois, pour ce type de détection, il suffit d'avoir une variation de la conductance quelque soit son origine et le principe de mixing reste inchangé.

Sazonova [2006] a également développé une technique de détection reposant sur l'utilisation d'une seule source HF appliquant un signal modulé en amplitude sur la source. Seule une tension continue est appliquée sur la grille afin de pouvoir accorder la fréquence de résonance. Le signal produit à la fois la composante à la pulsation ω pour exciter le nanotube et la composante en $\omega + \Delta\omega$ afin de réaliser le mélange de fréquences. Cette méthode permet de démoduler un signal AM et de s'affranchir du problème lié au déphasage des signaux provenant de deux générateurs distincts. Toutefois, comme nous le verrons plus en détail par la suite il y a toujours la présence d'un courant de fond qui se superpose au signal basse fréquence résultant de la résonance du nanotube.

Enfin, la dernière technique de détection par mixing répertoriée dans la littérature a été décrite par Witkamp *et al.* [2006]. La principale originalité de cette méthode consiste à reproduire exactement la même configuration que la technique en ω mais à partir d'une seule source HF. En effet, le signal à la pulsation $\omega + \Delta\omega$ est généré en mélangeant le signal en ω appliqué sur la grille et le signal de référence du lock-in fixé à $\Delta\omega$ (Figure 5.8). Ainsi, le problème de déphasage entre les deux sources HF et les difficultés à fournir un signal de référence stable en fréquence et d'assez forte puissance sur toute la gamme de fréquences au lock-in sont contournées. Cette technique de détection est la plus simple à mettre en oeuvre et nous a permis de réaliser les premières détections de résonances de nos échantillons. Cependant, l'utilisation d'une seule source HF implique une dépendance

entre les deux amplitudes des signaux appliqués sur la grille et le drain. Ainsi, nous ne maîtrisons pas vraiment quelle puissance est envoyée sur ces deux électrodes.

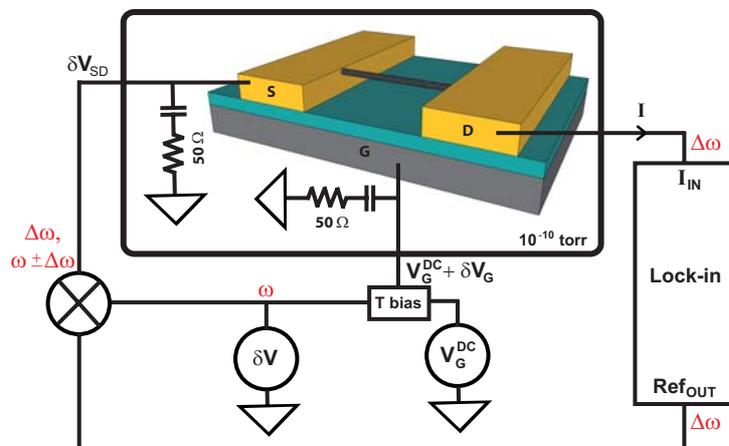


Figure 5.8 – Schéma expérimental de la technique de détection des résonances de nanotubes par mixing développée par [Witkamp et al. \[2006\]](#). Le signal HF appliqué sur la source est obtenu en mélangeant le signal d'excitation et le signal de référence du lock-in. Dans notre cas la mesure est réalisée sous UHV.

5.4.2 Protocole expérimental et instrumentation

Dans un premier temps, nous avons utilisé principalement la technique de [Witkamp et al. \[2006\]](#) pour caractériser les résonances mécaniques de nos échantillons (Figure 5.8). Les mesures sont réalisées dans le testeur sous pointe UHV et les instruments sont pilotés par un programme LabVIEW avec une connectique GPIB. Tous les paramètres importants sont réglables à partir de l'interface du programme et un soin particulier est porté sur l'augmentation et la diminution des tensions DC avec une rampe afin de limiter la destruction des échantillons. Le générateur HF utilisé est un modèle Agilent N5181A (100kHz-3GHz) et l'amplificateur lock-in est un Stanford SR830. La tension continue appliquée sur la grille provient de l'une des sources internes du lock-in et peut varier de -10.5 V à +10.5 V. Le mélangeur de fréquences passif (mixer) a une bande passante comprise entre 2 MHz et 500 MHz. Le T de polarisation qui permet d'appliquer à la fois la tension continue et le signal HF sur la grille, a une bande passante comprise entre 0.1 MHz et 4.2 GHz. L'ensemble des câbles employés sont de type SMA d'impédance 50 Ω de façon à avoir un blindage efficace et une impédance constante sur la gamme de fréquences que nous utilisons. Nous possédons également un deuxième générateur HF Agilent N5181A dans le but de tester d'autres techniques de détection ainsi qu'un oscilloscope Agilent Infiniium

M808104A (1 GHz ; 4 GSa/s), un analyseur de spectre Agilent MXA N9020A (20 Hz-3.6 GHz) et un analyseur de réseau Rohde&Schwartz ZVL (9 kHz-3 GHz) permettant de caractériser plus efficacement notre système complet.

La caractérisation complète d'un composant est effectuée comme ceci :

- Nous fixons la tension DC appliquée sur la grille et effectuons un balayage de la fréquence du signal HF sur une gamme définie initialement.
- Puis, la tension de grille est modifiée avant d'effectuer un nouveau balayage en fréquence.
- Et nous répétons l'opération tant que l'ensemble de la gamme de tension n'est pas totalement scannée.

Suivant la valeur des pas et des gammes en tension et en fréquence utilisés, la mesure peut durer quelques minutes jusqu'à plusieurs heures. Aussi, parmi les nombreux paramètres du lock-in, il est possible de régler sa constante de temps qui définit la durée d'acquisition du signal sur laquelle une moyenne de la valeur est réalisée. Ce paramètre permet de filtrer le bruit aléatoire et d'améliorer ainsi la sensibilité de la mesure. Pour réaliser des mesures correctes, il est important de contrôler le temps entre chaque changement de fréquence du signal HF afin que ce dernier soit supérieur à la constante de temps. Typiquement, nous utilisons une constante de temps inférieure à 100 ms pour effectuer des mesures rapides lors des tests des échantillons et une valeur supérieur ou égale à 100 ms pour effectuer des détections précises. Ainsi, les caractérisations complètes peuvent atteindre une durée de plus de cinquante heures au final. Le temps de pause entre deux changements de fréquences est généralement 10 % supérieur à la constante de temps. Lors de nos mesures, le signal basse fréquence provenant de la source interne du lock-in et servant de référence pour la mesure a une fréquence fixée entre quelques centaines de Hz et quelques kHz.

Enfin, le taux de nanotubes monofeuillets suspendus était plus important sur les composants ayant subis une gravure d'une partie de la silice couplée à un séchage supercritique au CO₂. Par conséquent, nous avons focalisé nos mesures sur ce type de composant. Certains échantillons très robustes ont subi de nombreuses et longues caractérisations mécaniques alors que d'autres échantillons ne présentaient plus de résonance après seulement quelques mises en vibrations. Diverses raisons peuvent expliquer la disparitions des oscillations :

- une mauvaise accroche du nanotube sur l'électrode qui peut engendrer un décrochage du nanotube lors des vibrations ;

- le collage du nanotube sur le substrat lorsque l'amplitude des oscillations est trop importante ;
- une destruction du nanotube lorsque le courant est trop élevé ;
- ou tout simplement une erreur humaine de manipulation lorsque les premières caractérisations ont été réalisées.

5.4.3 Mesure des résonances

Accord des fréquences de résonance

Dans les cas favorables, nos mesures, réalisées par la méthode décrite précédemment, permettent d'obtenir des spectres comme ceux présentés sur la figure 5.9. Nous avons défini la force électrostatique statique qui s'exerce sur le nanotube à partir de l'équation (5.1). Cette force dépend de la tension continue V_G^{DC} appliquée et produit une tension mécanique du nanotube qui engendre une augmentation de la fréquence de résonance du résonateur. L'accord de la fréquence de résonance en fonction de la tension DC appliquée sur la grille est un critère suffisamment fiable pour confirmer que la résonance détectée est bien la résonance mécanique d'un nanotube et non une résonance parasite intrinsèque au système.

A noter qu'au premier ordre, dans cette configuration transistor, deux tensions distinctes permettent de contrôler indépendamment l'accord de la fréquence de résonance (V_G^{DC}) et de fixer la valeur du courant (δV_{SD}) alors que par exemple, dans la nanoradio sous EC, une seule tension contrôle ces deux paramètres qui par conséquent, sont liés. Nous retrouverons, à la fin de ce chapitre, l'indépendance entre l'accord de la fréquence de résonance et la valeur du courant dans la démodulation d'un signal FM à partir d'un nanotube en configuration transistor.

Afin de visualiser la position de la résonance en fonction d'une large gamme de tension V_G^{DC} , nous effectuons une mesure « 3D » de l'amplitude et de la phase du courant $I^{\Delta\omega}$ en fonction de la fréquence d'excitation et de la tension de grille DC. Nous projetons la valeur de l'amplitude ou de la phase du courant, avec une graduation en couleur, en fonction de la fréquence d'excitation (axe y) et de la tension V_G^{DC} (axe x) (Figure 5.10).

Typiquement, pour une valeur de $V_G^{DC} = 10$ V nous obtenons une variation de fréquence supérieure au double de la fréquence propre du nanorésonateur pour $V_G^{DC} = 0$ V. Cette variation de fréquence est relativement importante et constitue un nanorésonateur

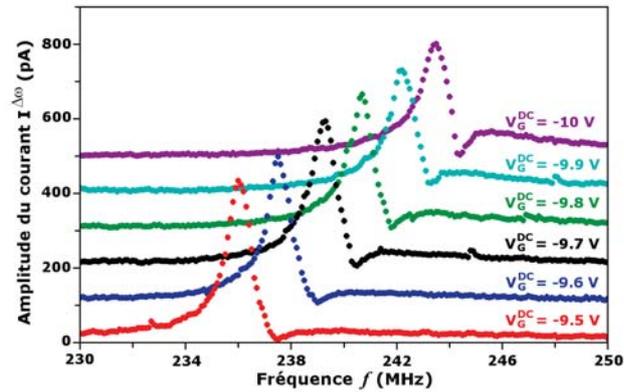


Figure 5.9 – Courbes représentant l’amplitude du courant $I^{\Delta\omega}$ en fonction de la fréquence d’excitation pour plusieurs tensions V_G^{DC} . La fréquence de résonance augmente d’environ 7 MHz lorsque la tension de grille augmente de 0.5 V. Un offset de 100 pA est ajouté aux courbes afin d’améliorer la visibilité. δV vaut 30 mV et la constante de temps est de 100 ms.

accordable intéressant. Compte tenu du fait que la force électrostatique est proportionnelle à $V_G^{DC^2}$, un comportement approximativement symétrique et parabolique est obtenu par rapport à l’axe défini par $V_G^{DC} = 0$ V. Pour information, les lignes horizontales que nous pouvons par exemple observer sur la figure 5.10(b) correspondent à des résonances parasites du système.

Compte tenu de la grande différence entre les valeurs maximales de l’amplitude du courant $I^{\Delta\omega}$, suivant les différentes résonances détectées et surtout en fonction de la tension V_G^{DC} , il est généralement difficile de visualiser parfaitement la position des résonances lorsque nous traçons la projection des données brutes. Pour améliorer la représentation de ces graphiques, nous effectuons divers traitements des données. Le plus simple consiste à normaliser chaque pic en courant dû aux résonances pour chaque valeur de V_G^{DC} scannée (Figure 5.10(a)). Pour des composants plus complexes comportant de nombreuses résonances, ce type de traitement n’est plus assez performant et nous représentons les dérivées premières, voire secondes pour faire ressortir la position des résonances (Figures 5.10(b) et 5.10(c)). Nous pouvons également effectuer un moyennage afin de réduire le bruit des mesures et augmenter le contraste entre la position de la résonance et le signal de fond en filtrant les données. Le principe consiste à comparer et normaliser chaque valeur du courant ou de l’une de ses dérivées par rapport à une constante. Si la valeur du courant est supérieure à la constante, elle est remplacée par la valeur de la constante sinon elle reste inchangée. Ainsi, lorsque la valeur de la constante est choisie de façon optimale, l’ensemble

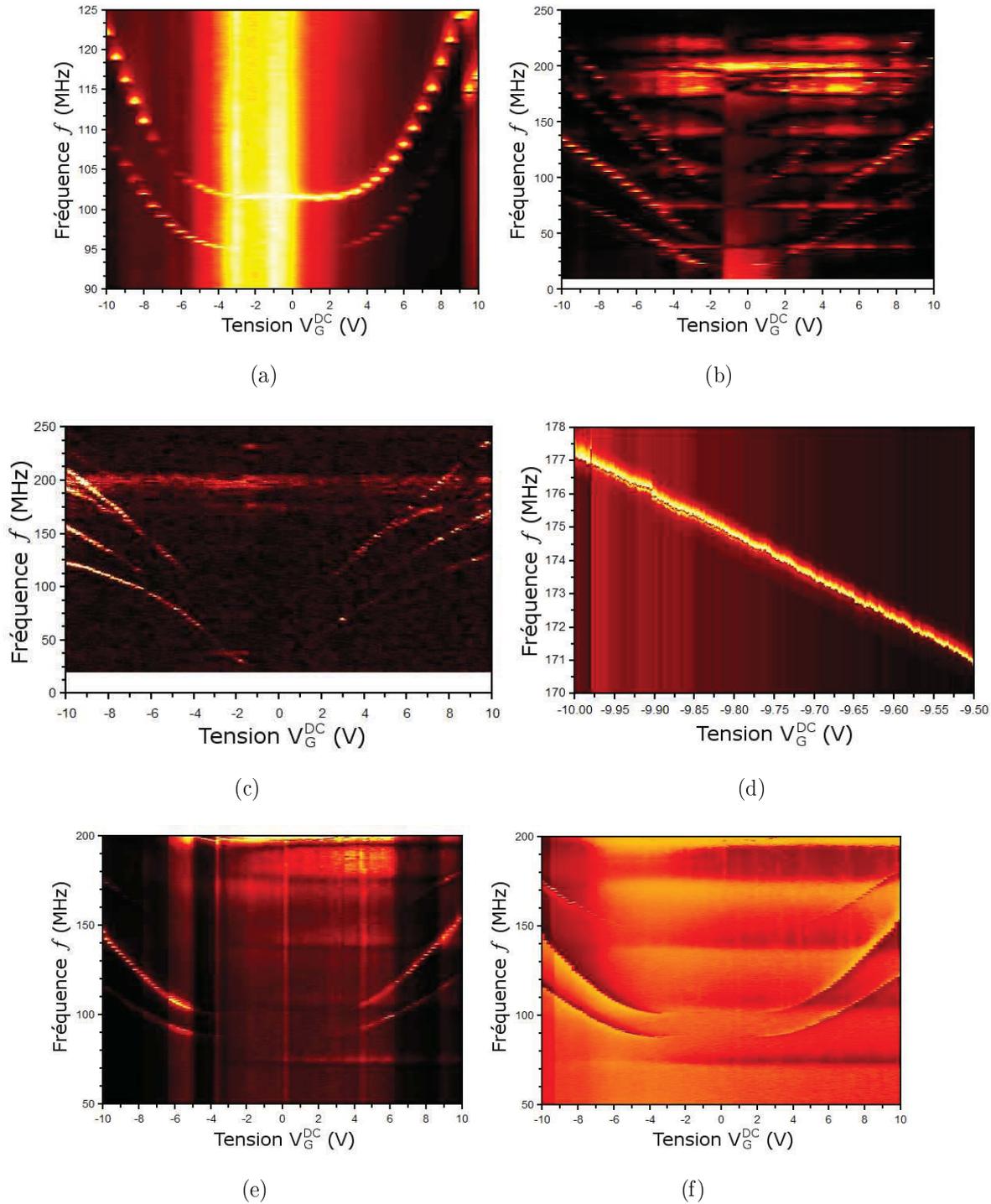


Figure 5.10 – (a); (b); (c) et (d) Mesures expérimentales complètes de l'amplitude du courant $I^{\Delta\omega}$ détecté par le lock-in en fonction de la fréquence d'excitation f et de la tension de grille V_G^{DC} pour différents composants. Le pas en tension de la figure (d) est très réduit (1 mV) afin de réaliser un balayage précis et valider le comportement linéaire obtenu dans cette gamme de tension. (e) Amplitude et (f) phase de $I^{\Delta\omega}$ lors de la même mesure. La variation de la fréquence de résonance est évidemment identique sur les deux graphiques mais légèrement plus précise sur la représentation de la phase.

des positions des résonances ont la même intensité de couleur mais la limitation de cette technique réside dans le fait que les résonances les plus importantes sont élargies et moins précises sur le graphique.

Les figures 5.10(e) et 5.10(f) illustrent respectivement l'amplitude et la phase de $I^{\Delta\omega}$ lors de la même mesure. La variation de la fréquence de résonance est identique sur les deux graphiques mais légèrement plus précise sur la représentation de la phase qui n'a subi aucun traitement des données. Il peut donc être très intéressant d'étudier la phase du courant pour déterminer la position des résonances.

Le pas en tension de la figure 5.10(d) est très réduit (1 mV) afin de réaliser un balayage précis et valider la variation obtenue dans une gamme de tension. Pour ce type de mesure, la fenêtre de balayage en fréquence est ajustée au fur et à mesure en fonction de la nouvelle fréquence de résonance afin de limiter le temps de mesure. Ainsi, nous limitons grandement la possibilité d'une dérive de la fréquence de résonance produite par un changement de masse inopiné du nanotube pouvant intervenir lorsqu'un adsorbat se fixe sur le nanotube. Initialement, nous avons effectué ce type de mesure afin d'essayer de détecter le blocage de coulomb que deux équipes ont très récemment mis en évidence à partir de mesures réalisées à des températures cryogéniques [Steele *et al.* 2009, Lassagne *et al.* 2009]. Malheureusement, le facteur de qualité de nos échantillons n'est pas assez élevé pour nous permettre d'observer ce phénomène de façon précise.

Fréquence de résonance propre des nanotubes

Nous avons observé une grande disparité dans la valeur de la fréquence de résonance des échantillons mesurés pour $V_G^{DC} = 0$ V. En première approximation, ces fréquences de résonance f_n des différents modes propres n d'un nanotube suspendu en configuration transistor et non soumis à une tension mécanique peuvent être calculées à partir de l'équation suivante :

$$f_n = \frac{D}{8\pi} \left(\frac{\beta_n}{L} \right)^2 \sqrt{\frac{Y}{\rho}} \quad (5.7)$$

avec D , L , Y respectivement le diamètre, la longueur et le module de Young du nanotube, $\rho = 2\,250 \text{ kg.m}^{-3}$ la masse volumique du carbone et β_n un coefficient dont la valeur dépend du mode de vibration ($\beta_1 \simeq 4.73$, $\beta_2 \simeq 7.85$, $\beta_3 \simeq 11$).

La variation des fréquences de résonance de nos échantillons pour $V_G^{DC} = 0$ V peut s'expliquer par :

- la non-uniformité du diamètre nominal des nanotubes car même si notre technique de synthèse permet d'obtenir majoritairement des nanotubes monofeuillets individuels, des nanotubes regroupés en fagot ou comportant quelques feuillets peuvent également être produits ;
- une variation de la valeur du module de Young des nanotubes pour les mêmes raisons que précédemment ;
- la non-uniformité de la longueur des nanotubes suspendus puisqu'il est fort probable qu'ils ne soient pas tous dirigés perpendiculairement aux électrodes ;
- le fait que les composants ayant subis une gravure de la silice puis un séchage supercritique peuvent présenter des impuretés collées aléatoirement le long du nanorésonateur et ainsi, modifier leur masse réelle.

Pour information, la figure 5.11 montre l'évolution de la fréquence de résonance théorique du premier mode de vibration calculé à partir de l'équation (5.7) en fonction de la variation du diamètre et de la longueur suspendue d'un nanotube dont le module de Young est de 1 TPa. Au total, expérimentalement, nous avons trouvé des fréquences de résonance du premier mode pour $V_G^{DC} = 0$ V dans la gamme 20 MHz-150 MHz sur plus d'une vingtaine d'échantillons.

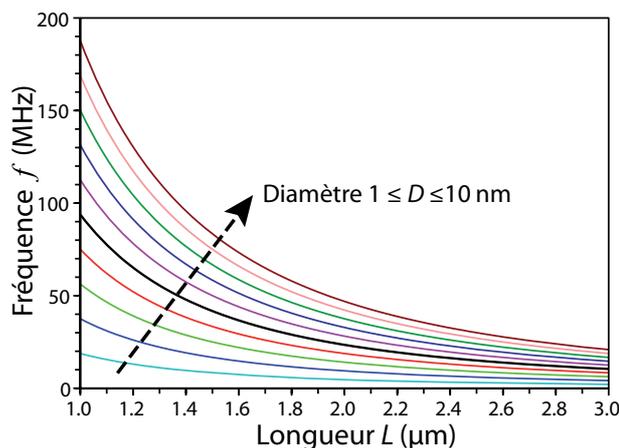


Figure 5.11 – Courbes théoriques représentant l'évolution de la fréquence de résonance du premier mode de vibration 5.7 en fonction du diamètre ($1 \leq D \leq 10$ nm) et de la longueur suspendue ($1 \leq L \leq 3$ μm) d'un nanotube dont le module de Young est de 1 TPa.

Multiplicité et formes des résonances

Les multiples modes de résonance que nous pouvons observer sur les différents graphiques de la figure 5.10 sont difficilement identifiables car nous ne disposons pas d'une information fiable sur le nombre de nanotubes suspendus pour chaque composant. De plus, la détermination de la fréquence de résonance propre d'un mode sans tension mécanique n'est pas évidente et il est difficile de comparer les rapports de ces fréquences qui correspondent théoriquement à $f_n/f_1 = \beta_n^2/\beta_1^2$ soit $f_2 \simeq 2.75f_1$ et $f_3 \simeq 5.41f_1$.

Ainsi, pour le graphique de la figure 5.10(a), nous supposons que les deux modes de résonance observés correspondent aux premiers modes de deux nanotubes distincts. De même, pour les graphiques des figures 5.10(e) et 5.10(f), les trois modes de résonance ne semble posséder aucun lien entre eux.

Les nombreux modes de résonance que nous pouvons distinguer sur les figures 5.10(b) et 5.10(c) sont attribués au fait qu'il est possible que le nanotube ne soit pas complètement tendu entre les deux électrodes au repos. Cet effet dénommé « slack » en anglais signifie que la longueur du nanotube L est plus grande que la distance W entre les deux points d'ancrage du nanotube sur les électrodes. Pour information, le slack s est défini comme le rapport entre l'excès de distance entre L et W sur la longueur du nanotube :

$$s = \frac{L - W}{L} \quad (5.8)$$

Les valeurs typiques de s sont inférieures à 2% pour ce type de géométrie dans des composants à base de nanotubes suspendus et une analyse complète de cet effet est présentée par Ustünel *et al.* [2005] et Sazonova [2006]. Nous ne développerons pas en détails les conséquences de la présence d'un slack ici mais il est important de retenir le fait que le nanotube soit détendu au repos, provoque l'apparition de modes supplémentaires. Ces modes proviennent des oscillations possibles dans le plan et hors du plan définies par la figure 5.12 et les calculs numériques réalisés par Ustünel *et al.* [2005] confirment l'apparition de ces modes (Figure 5.12(c)).

Sazonova [2006] a également étudié la forme des courbes représentant l'évolution de la position de la fréquence de résonance en fonction de la valeur de V_G^{DC} . De la même façon que pour l'effet du slack, nous ne développerons que succinctement l'origine de ce comportement défini par trois régimes dépendant essentiellement de l'intensité de la force électrostatique créée par la tension V_G^{DC} (Figure 5.13(a)). Le premier régime (« bending regime ») correspond au cas où la force est relativement faible et occasionne une légère courbure du nanotube. Dans ce cas, la fréquence de résonance a une évolution

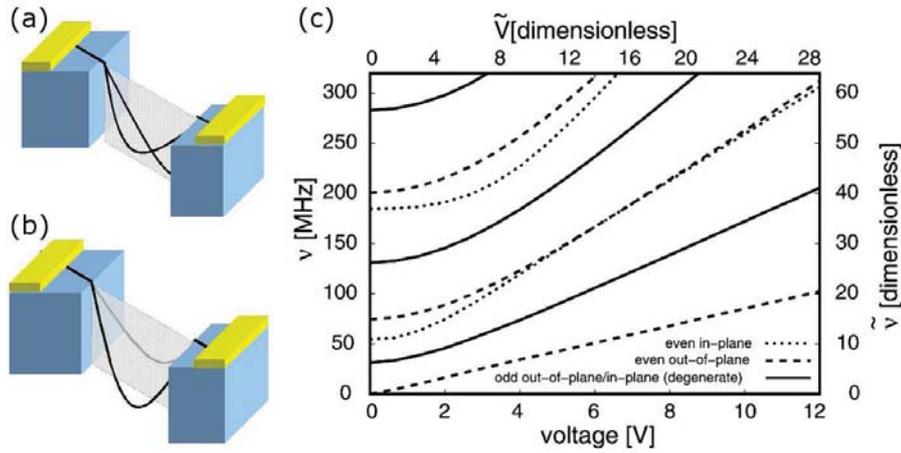


Figure 5.12 – Schéma des modes de vibration (a) dans le plan et (b) hors du plan [Sazonova 2006]. (c) Représentation de l'évolution de la fréquence de résonance des différents modes de vibration en fonction de la tension appliquée sur la grille. Ces courbes sont obtenues à partir de calculs numériques effectués par Ustünel et al. [2005].

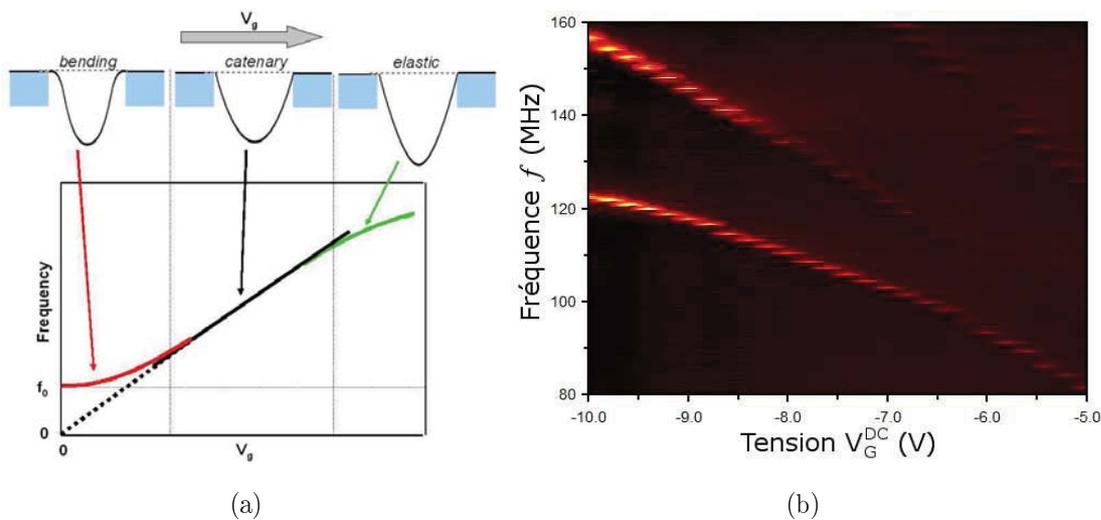


Figure 5.13 – (a) Courbe représentant l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de la tension V_G^{DC} pour les trois différents régimes définis par l'intensité de la force électrostatique. Lorsque la tension V_G^{DC} augmente, la fréquence de résonance évolue de façon quadratique, puis linéaire et enfin sous-linéaire Sazonova [2006].

(b) Mesure expérimentale de l'amplitude du courant $I^{\Delta\omega}$ en fonction de la fréquence de la porteuse f et de la tension de grille V_G^{DC} pour l'un de nos composants. Suivant le mode de résonance issue de la présence d'un slack, la force électrostatique a une influence différente sur l'évolution des résonances. Dans cette gamme de tension, nous observons une résonance dans le régime « catenary » et une résonance dans le régime « elastic ».

quadratique en fonction de V_G^{DC} . Dans le deuxième régime (« catenary regime ») la force devient importante et induit une tension du nanotube qui provoque une progression de la fréquence de résonance proportionnellement à la valeur de V_G^{DC} . Le dernier régime (« elastic regime ») est présent uniquement lorsque la force devient très importante et induit un étirement du nanotube provoquant une augmentation de sa longueur. Cet effet procure une évolution sous-linéaire de la fréquence de résonance en fonction de V_G^{DC} .

Ustünel *et al.* [2005] et Sazonova [2006] ont également montré que les différents modes de résonance résultant de la présence d'un slack ne possèdent pas le même type de variations en fonction de la tension V_G^{DC} (Figure 5.12(c)). Il est donc tout à fait normal que nous observions une diversité entre les régimes de vibration des différents modes d'oscillation d'un même nanotube (Figure 5.13(b)).

Observation fine des résonances

Dans le but d'extraire les paramètres importants de la résonance de nos échantillons, à savoir la fréquence de résonance exacte et le facteur de qualité de notre échantillon, nous effectuons un balayage précis autour de la fréquence de résonance pour une tension V_G^{DC} fixe (Figure 5.14). Nous choisissons généralement une valeur de V_G^{DC} élevée, typiquement 10 V, car la résonance est plus facile à détecter dans cette zone et cela nous permet d'avoir une fréquence de résonance élevée et une amplitude du courant $I^{\Delta\omega}$ relativement importante. La forme des courbes obtenues est très variable suivant les échantillons et correspond à une lorentzienne déphasée superposée à une droite. La lorentzienne est la contribution du mouvement mécanique présent uniquement près de la fréquence de résonance f_0 . La composante linéique provient de la modulation de la conductance par le signal AC appliqué sur la grille et ne possède aucune dépendance avec la résonance.

Afin d'interpoler les données expérimentales, nous avons utilisé l'équation suivante qui correspond une version corrigée du calcul réalisé par Sazonova [2006] :

$$I_{fit}^{\Delta\omega} = Af + B + \frac{I_{pic} \cos \left(\arctan \left(Q \frac{f_0^2 - f^2}{f_0 f} \right) + \Delta\Phi \right)}{Q \sqrt{\left(1 - \frac{f^2}{f_0^2} \right)^2 + \left(\frac{f}{f_0 Q} \right)^2}} \quad (5.9)$$

Les paramètres A , B , I_{pic} , $\Delta\phi$, Q et f_0 sont des paramètres libres et indépendants dont la valeur est déterminée à partir de l'interpolation. A et B permettent de déterminer la composante linéique. La lorentzienne est définie par son amplitude maximale I_{pic} , le facteur de qualité Q qui contrôle sa largeur, la fréquence de résonance f_0 qui précise sa position et $\Delta\phi$ qui représente son déphasage et est défini par la forme de la résonance.

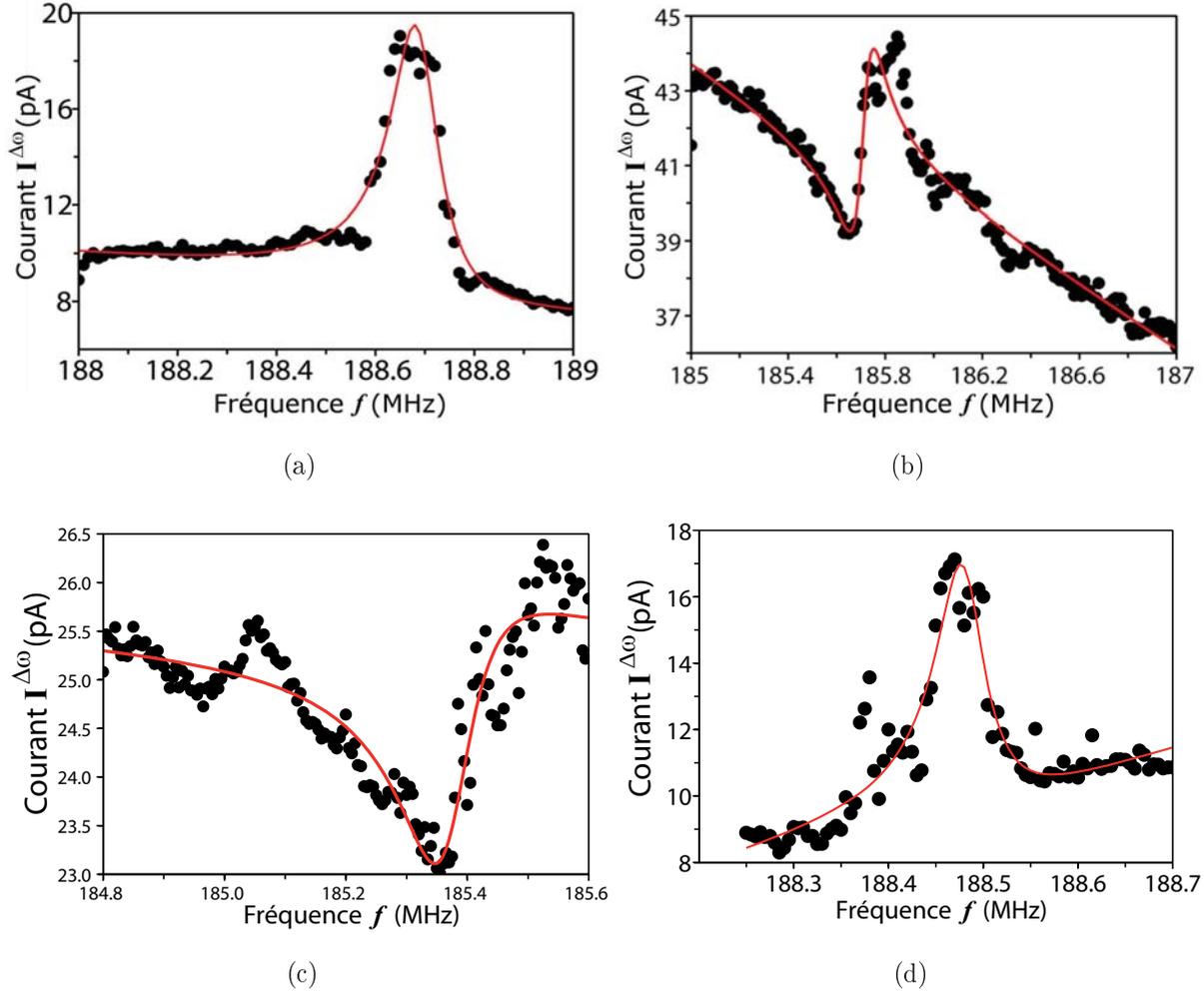


Figure 5.14 – (●) Mesures expérimentales de l'amplitude du courant mixé $I^{\Delta\omega}$ détecté par le lock-in en fonction de la fréquence d'excitation. (—) Interpolation à partir de l'équation (5.9). Les paramètres sont $V_G^{DC} = -10$ V et une constante de temps de 300 ms (a) $\delta V = 20$ mV et à partir de l'interpolation nous obtenons $Q \approx 1600$, $f_0 = 188.69$ MHz et $\Delta\phi = -0.31$ rad. (b) $\delta V = 40$ mV, $Q \approx 2000$, $f_0 = 185.72$ MHz et $\Delta\phi = 1.41$ rad. (c) $\delta V = 30$ mV, $Q \approx 1300$, $f_0 = 185.37$ MHz et $\Delta\phi = 2.37$ rad. (d) $\delta V = 40$ mV, $Q \approx 3000$, $f_0 = 188.48$ MHz et $\Delta\phi = -0.32$ rad.

Nous avons choisi de représenter sur la figure 5.14 des mesures présentant différentes formes de la résonance et des facteurs de qualité relativement important. En effet, grâce aux mesures sous UHV, nous obtenons des facteurs de qualité d'une valeur de quelques centaines et certains échantillons peuvent atteindre une valeur de Q jusqu'à 3000 (Figure 5.14(d)). A notre connaissance, de telles valeurs sont les plus élevées obtenues pour des NEMS à base de nanotubes de carbone en configuration encastrée-encastrée lorsque les mesures sont effectuées à température ambiante.

Des mesures avec une amplitude du signal d'excitation plus élevée ont également été effectuées (δV jusqu'à 150 mV) et aucune hystérésis n'est apparue (Figure 5.15). Cela semble signifier qu'aucun comportement non-linéaire n'est présent pour des tensions d'excitation inférieures à 150 mV sur nos échantillons caractérisés à partir de la technique de Witkamp *et al.* [2006]. Toutefois, ceci est à nuancer avec le fait que nous ne connaissons pas exactement l'amplitude du signal d'excitation réellement appliqué avec cette technique de mixing utilisant une seule source HF. Sur la figure 5.15, nous avons également représenté la phase du signal basse fréquence et nous observons un saut abrupt de 180° caractéristique d'une résonance. Compte tenu du faible taux d'amortissement de notre oscillateur, ce dernier passe instantanément de l'accord à l'opposition de phase quand la pulsation franchit la valeur de la résonance.

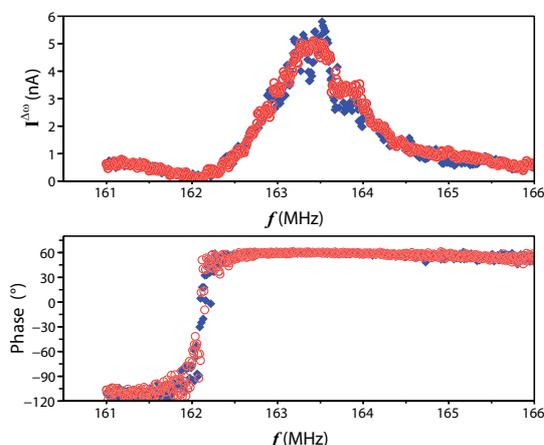


Figure 5.15 – Mesures expérimentales de l'amplitude $I^{\Delta\omega}$ et de la phase du courant mixé en fonction de la fréquence d'excitation pour un balayage suivant les fréquences montantes (\blacklozenge) et descendantes (\circ) avec $V_G^{DC} = 10$ V, $\delta V = 110$ mV et une constante de temps du lock-in de 100 ms. Aucune hystérésis n'est présente et par conséquent, l'oscillateur est toujours dans un régime linéaire.

5.5 Démodulation FM

5.5.1 Présentation

Lorsque nous avons débuté nos études sur les NEMS à base de nanotubes doublement encastrés, nous n'étions pas familiarisé avec les techniques de mixing ou de démodulation et nous avons naturellement commencé nos investigations en reprenant les différentes méthodes publiées que nous avons présentées précédemment. Comme nous venons de le voir, l'ensemble de ces précédents travaux nous ont permis de rapidement détecter et caractériser les résonances de nos composants.

En parallèle, nous avons voulu reproduire l'application sur la nanoradio sous EC développée par [Jensen *et al.* \[2007\]](#) et nous avons commencé à creuser un peu plus le modèle de ce phénomène de démodulation (cf. chapitre 3 section 3.5). Une fois le principe bien compris en ayant considéré tous les termes (dont ceux négligés par [Jensen *et al.* \[2007\]](#)), il est apparu assez simplement que la démodulation d'un signal FM pouvait également être réalisée à partir d'un nanotube en configuration transistor.

Dans cette partie, nous allons présenter une nouvelle forme de nanoradio que nous avons développé [[Gouttenoire *et al.* 2010](#)]. Cette application réunit les deux configurations précédentes [[Jensen *et al.* 2007](#), [Rutherglen et Burke 2007](#)] afin de réaliser la démodulation d'un signal AM ou FM à partir d'un nanotube de carbone monofeuillet suspendu dans une géométrie transistor où les résonances mécaniques accordables jouent un rôle essentiel.

5.5.2 Mesures expérimentales

Nous avons effectué l'ensemble des mesures dans le testeur sous pointe UHV et sept composants différents ont été étudiés pour cette application. Un signal basse fréquence de pulsation ω_m provenant de la source interne de référence de l'amplificateur lock-in est envoyé à l'entrée FM du générateur HF. Typiquement, nous utilisons $\omega_m/(2\pi) = 616.3$ kHz bien que des signaux audio sont également utilisés. Le signal FM, dont nous rappelons l'expression, est appliqué sur l'électrode de source.

$$v_{FM}(t) = V_p \cos \left(\omega_p t + \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_m t) \right) \quad (5.10)$$

avec V_p l'amplitude du signal, ω_p la pulsation HF de la porteuse et $f_\Delta = \omega_\Delta/(2\pi)$ la déviation en fréquence du signal modulé. Finalement, le signal basse fréquence provenant de l'électrode de drain est mesuré directement par l'entrée en courant du lock-in (Figure

5.16(a)). A noter que dans une radio FM standard, ω_Δ est proportionnel à l'amplitude du son à transporter et ω_m est sa fréquence.

Nous réalisons, comme précédemment, un balayage de $f_p = \omega_p/(2\pi)$ sur une large gamme de fréquences et enregistrons l'amplitude R et la phase θ du courant $I_{FM}^{\omega_m}$ du lock-in pour différentes valeurs de V_G^{DC} . Les pics observés sur l'amplitude du courant présentent les mêmes variations de la fréquence de résonance en fonction de la tension de grille que lorsque nous utilisons une autre technique de détection par mixing (Figure 5.16(b)). Ainsi, nous validons notre nouvelle technique de détection à partir d'une excitation FM.

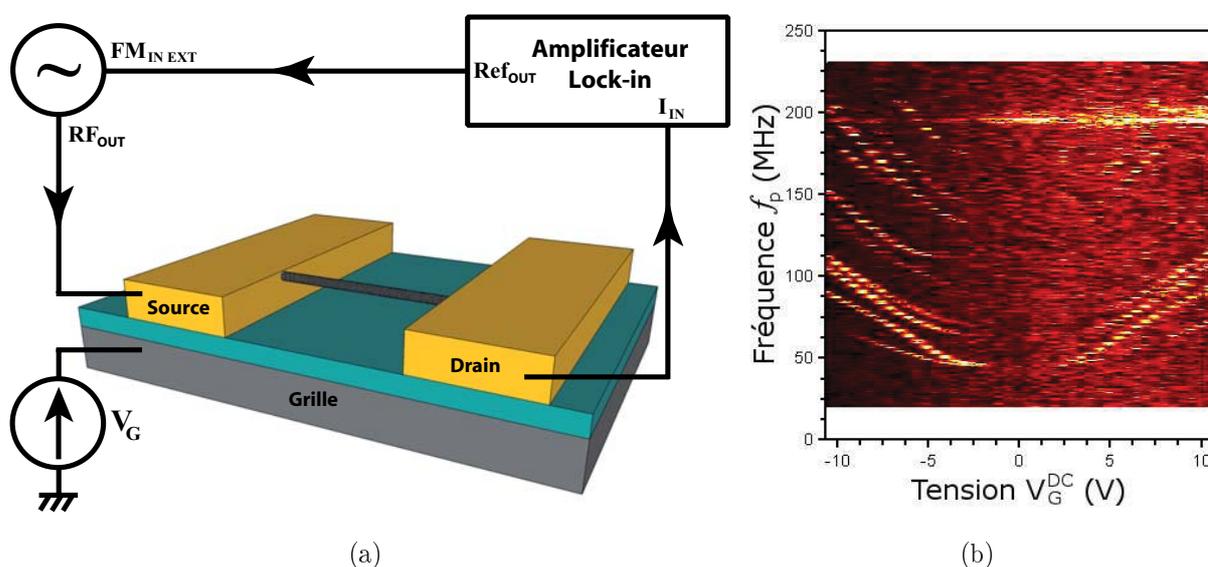


Figure 5.16 – (a) Schéma expérimental permettant de réaliser la démodulation d'un signal FM à partir d'un nanotube résonant. (b) Mesure expérimentale de l'amplitude du courant $I^{\Delta\omega}$ détecté par le lock-in en fonction de la fréquence de la porteuse f_p et de la tension de grille V_G^{DC} .

Après une identification des résonances, un balayage en fréquence précis autour de la fréquence de résonance est effectué afin de déterminer leurs formes exactes (Figure 5.17). L'amplitude R a une forme plutôt inhabituelle avec un pic central encadré de deux pics de plus faible amplitude alors que θ présente un saut abrupt et très clair de 180° quand R devient nul. A noter que les signaux sont remarquablement peu bruités et aucun signal de fond n'est superposé au pic dû à la résonance sur R .

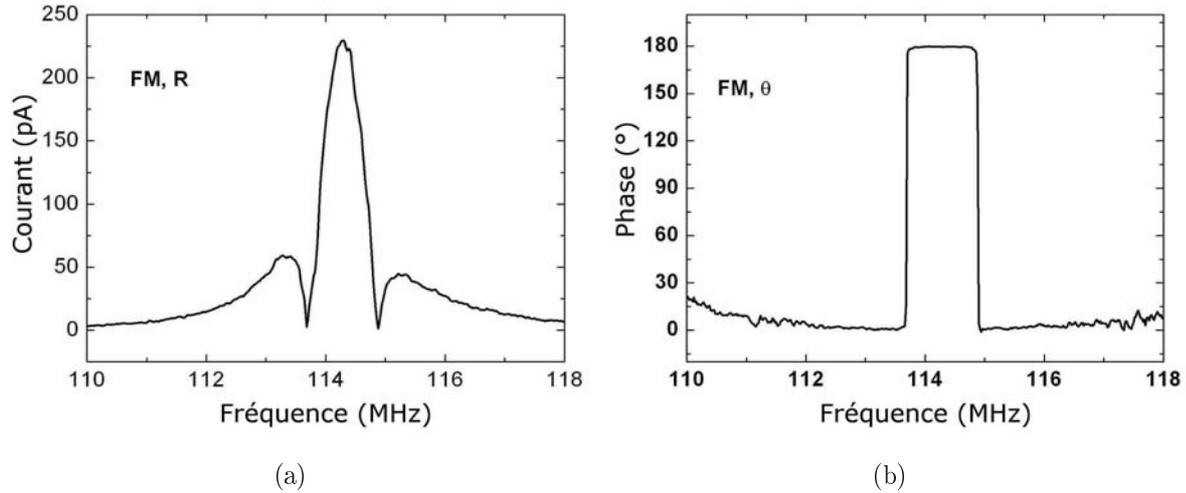


Figure 5.17 – (a) et (b) Amplitude et Phase du courant du lock-in en fonction de la fréquence de la porteuse en mode FM pour $f_{\Delta} = 500 \text{ kHz}$, $\omega_m/(2\pi) = 616.3 \text{ kHz}$, $V_G^{DC} = -9.5 \text{ V}$, $V_p = 20 \text{ mV}$ et une constante de temps de 300 ms.

Dans le but de mieux comprendre l'origine de l'allure des courbes précédentes, nous réalisons des mesures des composantes $X = R \cos(\theta)$ et $Y = R \sin(\theta)$ avec le lock-in. X est le courant en phase alors que Y est le courant en quadrature de phase. Avec un choix approprié de la phase du lock-in, nous annulons la composante Y afin d'avoir le courant résonant seulement dans la composante X (Figure 5.18). Nous pouvons remarquer que l'amplitude R de la figure 5.17(a) à la même forme que la valeur absolue de X de la figure 5.18(a). Cela signifie que le saut en phase du signal θ est dû au changement de signe de X en l'absence d'un signal résonant hors phase.

Pour comparer, nous effectuons également des mesures du courant démodulé provenant d'un signal AM (Figure 5.19). Le signal électromécanique est superposé à un courant de fond de 25 pA et le signal est d'avantage bruité. La démodulation FM est une amélioration notable de la détection des résonances mécaniques puisque les systèmes FM sont meilleurs en terme de bruit par rapport aux systèmes AM [Rutledge 1999]. En effet, le bruit est généralement relié aux variations d'amplitude et est pratiquement indépendant de la fréquence tant que le signal n'est pas trop proche du DC.

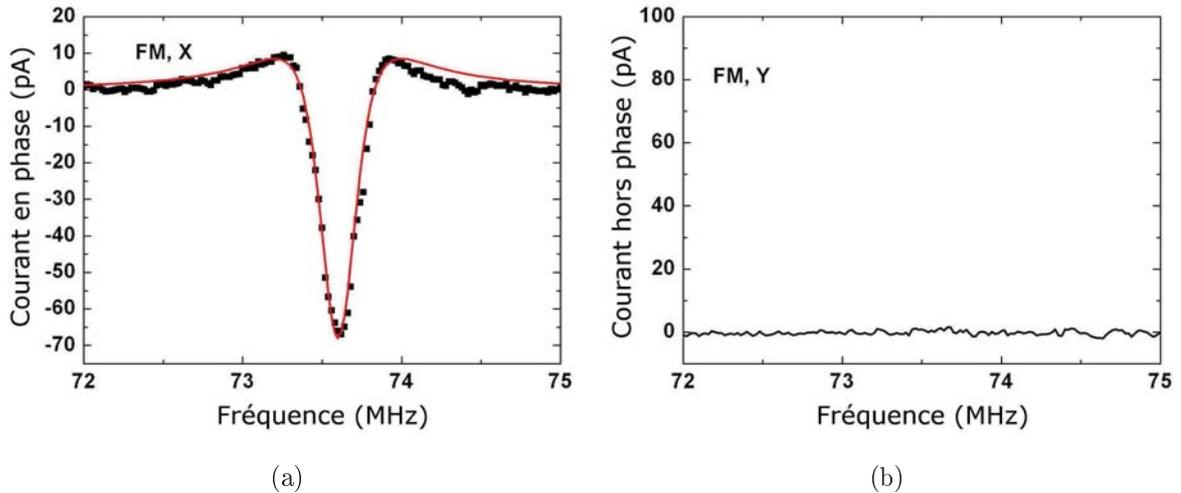


Figure 5.18 – (a) et (b) Courant du lock-in en phase et en quadrature de phase en fonction de la fréquence de la porteuse en mode FM pour un échantillon différent. Avec $f_{\Delta} = 75$ kHz, $\omega_m/(2\pi) = 616.3$ kHz, $V_G^{DC} = 5$ V, $V_p = 10$ mV et une constante de temps de 100 ms. La ligne continue sur la figure (a) représente une interpolation des données expérimentales à partir de l'équation (5.19) ($Q = 160$, $\omega_0/(2\pi) = 73.6$ MHz).

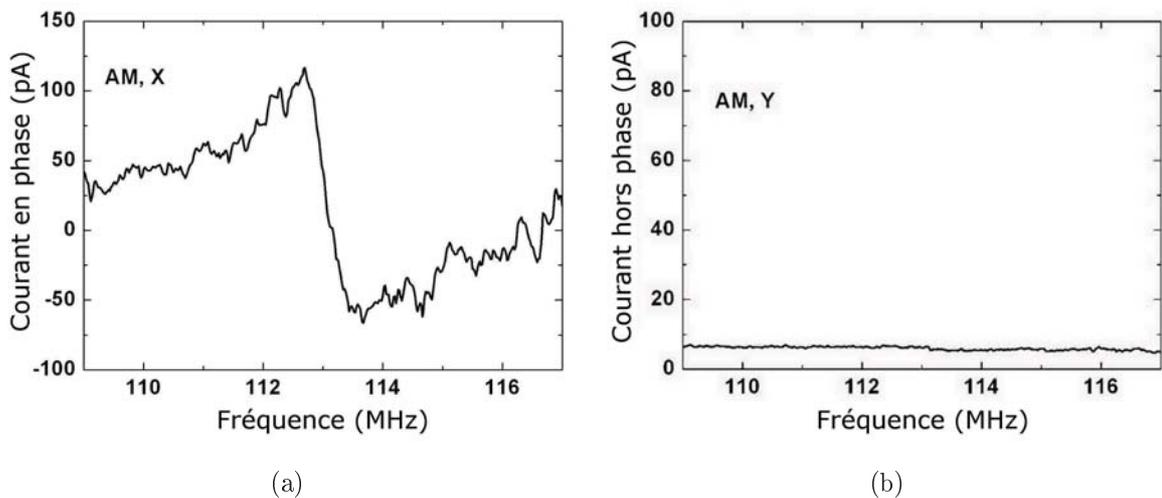


Figure 5.19 – (a) et (b) Courant du lock-in en phase et en quadrature de phase en fonction de la fréquence de la porteuse en mode AM pour le même échantillon que celui de la figure 5.17. Avec $m = 90\%$, $\omega_m/(2\pi) = 616.3$ kHz, $V_G^{DC} = -9.5$ V, $V_p = 20$ mV et une constante de temps de 300 ms.

5.5.3 Modélisation du phénomène

Nous allons montrer que la composante X de la figure 5.18(a) est la dérivée de la partie réelle de la fonction de réponse du résonateur et que l'annulation de Y est une spécificité de la détection FM.

Le courant traversant le nanotube $I(V_{SD}, x, V_G)$ dépend de trois paramètres : la tension de source/drain V_{SD} , la tension de grille V_G et x , la position centrale du nanotube perpendiculairement au substrat. Dans notre expérimentation, une tension de grille continue V_G^{DC} est fixée à une valeur constante et un signal alternatif $V(t)$ (AM ou FM) est appliquée sur la source. Les principaux termes permettant d'exprimer le courant sont donnés par un développement en série de Taylor au deuxième ordre et au voisinage de $V_{SD} = 0$ V et $x = x_0$. A noter que $x_0 \neq 0$ est dû à la force électrostatique qui tend le nanotube lorsque nous appliquons une tension V_G^{DC} .

$$I(V(t), x(t), V_G^{DC}) = I(0, x_0, V_G^{DC}) + \frac{\partial I(0, x_0, V_G^{DC})}{\partial V_{SD}} V(t) + \frac{\partial I(0, x_0, V_G^{DC})}{\partial x} dx(t) + I_2 \quad (5.11)$$

avec $x(t)$ le déplacement mécanique instantané du nanotube engendré par l'excitation électrostatique et I_2 le courant provenant des ordres supérieurs du développement de Taylor. Les signaux basse fréquence qui peuvent être détectés par le lock-in proviennent essentiellement du terme I_2 . En effet, le premier et le troisième terme du membre de droite de l'équation (5.11) sont nuls étant donné qu'aucun courant ne circule en l'absence de tension V_{SD} quelque soit les valeurs de x_0 et V_G^{DC} . De plus, le second terme fournit seulement des signaux haute fréquence.

A présent nous allons développer l'expression de I_2 qui présente les signaux provenant de la technique de mixing FM en incluant seulement les termes du deuxième ordre :

$$I_2 \approx \frac{1}{2} \frac{\partial^2 I}{\partial V_{SD}^2} (V(t))^2 + \frac{\partial^2 I}{\partial x \partial V_{SD}} V(t) dx(t) + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 I}{\partial x^2} (dx(t))^2 \quad (5.12)$$

Pour les mêmes raisons que dans l'équation (5.11), le dernier terme est nul. Le premier terme est le même que celui utilisé par Rutherglen et Burke [2007] pour l'élaboration d'une nanoradio AM à partir d'un nanotube de carbone non suspendu en configuration transistor. Lorsqu'un signal AM est appliqué, ce premier terme donne un signal DC rectifié, quelques signaux haute fréquence et surtout un signal à la pulsation modulée.

Pour l'étude de l'effet d'un signal FM, il est utile de décomposer l'expression du signal (5.10) avec un développement de Jacobi-Anger [Abramowitz et Stegun 1964] dont les

détails du calcul peuvent être consultés en annexe [A.6](#) :

$$v_{FM}(t) = V_p \left[J_0 \frac{\omega_\Delta}{\omega_L} \cos(\omega_p t) + \sum_{n=1}^{+\infty} J_n \frac{\omega_\Delta}{\omega_L} [\cos((\omega_p + n\omega_m)t) + (-1)^n \cos((\omega_p - n\omega_m)t)] \right] \quad (5.13)$$

où J_n est la $n^{\text{ème}}$ fonction de Bessel. Ainsi, avec quelques manipulations algébriques nous pouvons montrer que le carré de cette expression (5.13) nécessaire pour le facteur $V(t)^2$ dans l'équation de I_2 (5.12) ne produit aucun signal à la pulsation de modulation ω_m mais toujours une composante DC ainsi que des signaux haute fréquence. Cela prouve que les non-linéarités purement électriques utilisées par [Rutherglen et Burke \[2007\]](#) ne peuvent en aucun cas permettre de démoduler un signal FM, i.e. aucun son ne peut être entendu à partir de ce terme en mode FM.

Le dernier terme qu'il nous reste à étudier est à l'origine du courant électromécanique produit par un signal FM. Dans la littérature il est habituellement admis que le terme $\frac{\partial^2 I}{\partial x \partial V_{SD}}$ est proportionnel à la transconductance et à C'_G , la dérivée spatiale de la capacité entre le nanotube et la grille, mais peut également être relié à un effet piézorésistif. De tels effets piézorésistifs sont possibles car un effort sur le nanotube peut induire une variation de sa conductance intrinsèque ou de sa résistance de contact [[Cao et al. 2003](#), [Minot et al. 2003](#), [Stampfer et al. 2006](#)]. Dans notre cas, nous ne ferons aucune hypothèse sur l'origine de la modification de la conductance.

Pour la suite de l'étude, nous utilisons l'expression simplifiée du signal FM que nous avons développée au chapitre [3](#) et que nous rappelons ici :

$$v_{FM}(t) = V_p \cos(\omega_i t) = V_p \cos[(\omega_p + \omega_\Delta \cos(\omega_m(t)))t] \quad (5.14)$$

avec ω_i la pulsation instantanée du signal. Avec une approximation selon laquelle le résonateur possède un unique degré de liberté, la fonction de réponse complexe en fréquence du déplacement $\delta x^*(\omega)$ vaut :

$$\delta x^*(\omega_i) = C'_G \frac{V_G^{DC} - V_{offset}}{2m_{eff}} \frac{V_p}{\omega_0^2 - \omega_i^2 + i \frac{\omega_0 \omega_i}{Q}} \quad (5.15)$$

où V_{offset} est une tension d'offset due à quelques charges résiduelles présente pour une tension nulle, m_{eff} est la masse effective du nanotube et ω_0 la pulsation de résonance. Le déplacement mécanique instantané du nanotube est donné par :

$$\delta x(t + \Delta t) = \Re(\delta x^*(\omega_i)) \cos(\omega_i \Delta t + \psi(t)) - \Im(\delta x^*(\omega_i)) \sin(\omega_i \Delta t + \psi(t)) \quad (5.16)$$

En injectant cette relation (5.16) dans l'équation (5.12), nous pouvons déterminer le terme basse fréquence du courant électromécanique I_{FM}^{BF} obtenu à partir d'un signal FM :

$$I_{FM}^{BF} = \frac{1}{2} \frac{\partial^2 I}{\partial x \partial V_{SD}} V_p \Re(\delta x^*(\omega_i)) \quad (5.17)$$

et finalement un développement en série de Taylor de $\Re(\delta x^*(\omega_i))$ pour $\omega_\Delta \ll \omega_p$ donne :

$$\begin{aligned} \Re(\delta x^*(\omega_i)) &= \sum_{n=0}^{+\infty} \frac{1}{n!} \frac{\partial^n \Re(\delta x^*(\omega_p))}{\partial \omega^n} \omega_\Delta^n \cos^n(\omega_m t) \\ &= \Re(\delta x^*(\omega_p)) + \frac{\partial \Re(\delta x^*(\omega_p))}{\partial \omega} \omega_\Delta \cos(\omega_m t) + \frac{\omega_\Delta^2}{2} \frac{\partial^2 \Re(\delta x^*(\omega_p))}{\partial \omega^2} \cos^2(\omega_m t) + \dots \\ &= \sum_{n=0}^{+\infty} \frac{1}{n!} F_n(\omega_p) \omega_\Delta^n \cos^n(\omega_m t) \end{aligned} \quad (5.18)$$

avec en première approximation, $F_n(\omega_p)$ la dérivée $n^{\text{ème}}$ de la partie réelle de $\delta x^*(\omega)$.

Deux points intéressants concernent l'absence totale de termes en $\sin(\omega_m t)$ d'où une composante du courant en quadrature nulle ainsi que l'absence de termes purement électrique avec une composante $\cos(\omega_m)$. En conséquence, contrairement aux autres techniques de détection, aucun courant de fond indésirable n'interfère avec le courant électromécanique. En effet, les techniques que nous avons présentées dans le paragraphe 5.4.1 présentent un courant de fond additionnel purement électrique qui provient du terme $\frac{\partial^2 I}{\partial V_{SD} \partial V_G}$. Dans une détection AM, une analyse similaire montre que le courant de fond est superposé à la partie réelle de $\delta x^*(\omega_p)$.

Dans une détection FM, le courant $I_{FM}^{\omega_m}$ détecté par le lock-in à la pulsation ω_m est proportionnel à $F_1(\omega_p)$ dont le calcul détaillé est réalisé en annexe A.5 :

$$F_1(\omega_p) = \frac{2\omega_p \left(\omega_p^2 - \omega_0^2 - \frac{\omega_0^2}{Q} \right) \left(\omega_p^2 - \omega_0^2 + \frac{\omega_0^2}{Q} \right)}{\left[(\omega_0^2 - \omega_p^2)^2 + \left(\frac{\omega_p \omega_0}{Q} \right)^2 \right]^2} \quad (5.19)$$

Mentionnons le fait qu'à partir des zéros de cette équation il est possible de déterminer le facteur de qualité Q . Nous obtenons un bon accord entre cette équation et nos données lorsque nous réalisons une interpolation (Figure 5.18(a)).

Une particularité du signal FM concerne le fait que la puissance transmise est indépendante de la valeur ω_Δ qui découle de l'identité : $1 = [J_0(u)]^2 + 2 \sum_{n=1}^{+\infty} [J_n(u)]^2$, où u

est un nombre réel quelconque. Comme le courant électromécanique est proportionnel à ω_Δ , il doit augmenter linéairement en fonction de ω_Δ . Avec la figure 5.20 nous confirmons expérimentalement le fait que le courant démodulé FM suit cette dépendance linéaire pour des faibles valeurs de ω_Δ . Il atteint un point culminant pour une valeur de ω_Δ légèrement plus faible que la largeur de la lorentzienne, à cause des termes d'ordres supérieurs présents dans l'équation (5.18). Ce maximum de courant (de l'ordre de $\frac{\partial^2 I}{\partial x \partial V_{SD}} \frac{V_p^2 Q}{2\omega_0}$) est comparable mais plus grand d'au moins un facteur 2 par rapport à l'intensité du signal obtenue avec une technique de mixing à deux sources pour la même puissance du signal d'excitation. Ainsi, il y a un gain non négligeable de signal lorsque nous utilisons une excitation FM. Pour des valeurs trop élevées de ω_Δ , la composante du courant en $\cos(\omega_m)$ n'est plus proportionnelle à $F_1(\omega_p)$. Les zéros de cette fonction divergent et ne permettent plus de déterminer le facteur de qualité directement (Figure 5.20). A partir des données expérimentales pour de faibles ω_Δ , nous extrayons les paramètres de $F_1(\omega_p)$ et calculons numériquement la valeur de la composante $\cos(\omega_m)$ de I_{FM}^{BF} pour différentes pulsations ω_Δ . Nous obtenons un excellent accord entre la théorie et les expériences (Figure 5.20(a)).

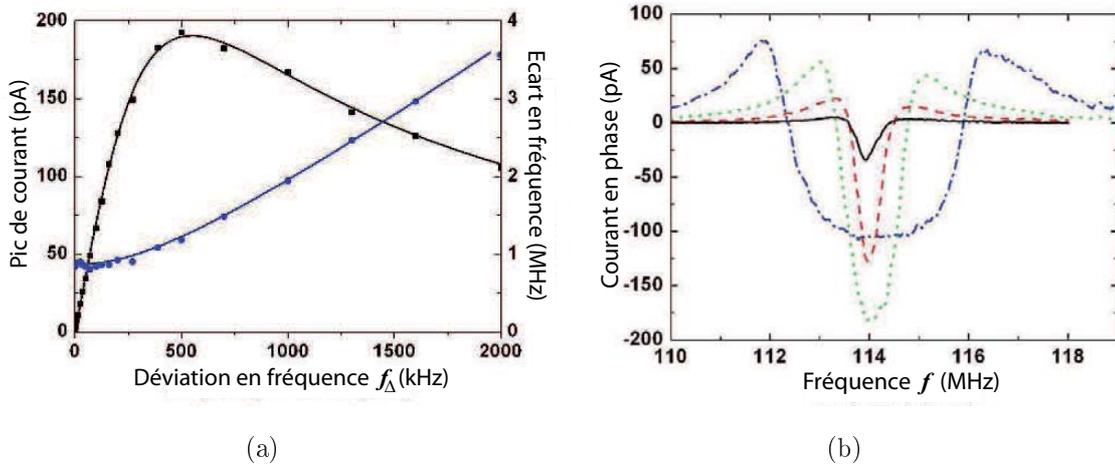


Figure 5.20 – ((a) ■) Valeur absolue du courant maximum $I_{FM}^{\omega_m}$ et (●) écart en fréquence entre les zéros de $F_1(\omega_p)$ pour différentes valeurs de ω_Δ et des paramètres identiques à ceux de la figure 5.17(a). (—) Simulations numériques. (b) Composante en phase du courant $I_{FM}^{\omega_m}$ en fonction de la fréquence d'excitation ω_p pour $f_\Delta = 50$ kHz (—), $f_\Delta = 200$ kHz (---), $f_\Delta = 700$ kHz (···), $f_\Delta = 2$ MHz (— · —)

Finalement dans ce régime, les termes détectables d'ordres supérieurs impliquent l'apparition d'harmoniques provenant du développement du terme $\cos^n(\omega_m t)$ où n représente l'ordre. En première approximation, chaque harmonique est proportionnelle à la $n^{\text{ème}}$ déri-

vée de $\Re(\delta x^*(\omega_i))$ (5.18). Pour $f_\Delta = 500$ kHz, nous observons jusqu'à neuf harmoniques et les harmoniques 2, 3 et 4 sont représentées sur la figure 5.21. De plus, lorsque le signal est envoyé sur un haut parleur, nous entendons clairement et distinctement des distortions. Toutefois, pour des applications radio où $f_\Delta = 200$ kHz, notre composant est toujours dans le régime linéaire.

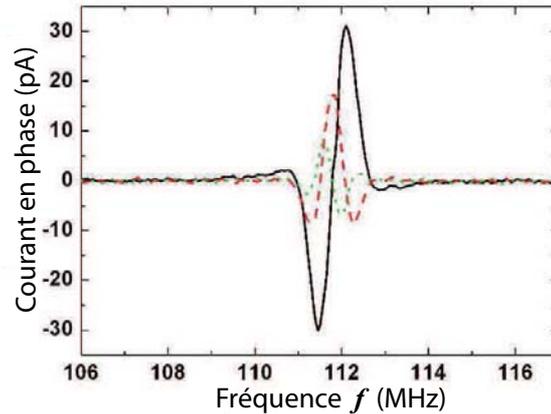


Figure 5.21 – Composante en phase du courant $I^{\Delta\omega}$ en fonction de la fréquence d'excitation ω_p pour différentes harmoniques : (—) harmonique 2, (---) harmonique 3, ($\cdot\cdot\cdot$) harmonique 4, avec $f_\Delta = 500$ kHz, $\omega_m/(2\pi) = 616.3$ kHz, $V_G^{DC} = -9.5$ V, $V_p = 12$ mV et une constante de temps de 300 ms.

Nos expériences avec un signal audio permettent d'entendre distinctement la musique mais la retransmission sur un haut parleur était perturbé par un signal à 50 Hz et toutes les harmoniques associées à ce signal parasite provenant du réseau EDF. Une optimisation de la transmission du signal démodulé jusqu'au haut parleur afin de supprimer le signal à 50 Hz devrait permettre une restitution optimale du signal audio.

5.6 Transfert de données

Un point crucial pour les téléphones portables et les systèmes de communications modernes concerne la démodulation digitale. Ainsi, l'annulation de la composante Y observée lors de la démodulation d'un signal FM montre que cette méthode de détection n'est pas seulement sensible à la fréquence ω_m , mais aussi à la phase du signal. Cet élément à un profond intérêt pour le transfert des données digitales car certaines techniques de modulation usuelles comme la QPSK (Quadrature Phase Shift Keying ou 4-PSK : quatre

valeurs de phase possibles) utilisent la phase du signal pour améliorer la transmission de données en envoyant plus d'un bit en même temps.

Le principe est de coder, par exemple, deux bits en changeant la phase φ d'un signal $v_{dig}(t) = V_{dig} \cos(\omega_m t + \varphi)$ par pas de $\pi/2$. Ceci donne quatre différents états répertoriés dans le tableau suivant.

Phase φ (rad)	Code (bits)
0	00
$\pi/2$	01
π	10
$3\pi/2$	11

Tableau 5.1 – Code en bits en fonction de la valeur du changement de phase φ .

Expérimentalement, nous utilisons un générateur basse fréquence indépendant pour envoyer le signal $v_{dig}(t)$ au générateur HF afin de moduler en fréquence le signal de la porteuse haute fréquence. Nous enregistrons le signal démodulé par l'intermédiaire du lock-in en utilisant sa source interne et la fréquence de la porteuse est fixée à la fréquence de résonance du nanotube. Pour $\varphi = 0$, nous réglons la phase du lock in afin d'obtenir un signal négatif important en X et nul en Y . Ensuite, nous gardons la phase du lock-in constante et nous changeons seulement la phase du générateur externe basse fréquence. Donc, pour $\varphi = \pi/2$, nous avons une composante X nulle et un important signal négatif en Y , c'est-à-dire que la résonance est détectée par la composante en quadrature de phase. Pour $\varphi = \pi$ (respectivement $\varphi = 3\pi/2$), nous avons un signe réversible en X (respectivement Y) en comparaison de $\varphi = 0$ (respectivement $\varphi = \pi/2$).

La figure 5.22(a) démontre clairement qu'une telle démodulation est possible à partir d'un NEMS à base de nanotube. Le taux de transfert maximum d'environ 60 bps (bits par seconde) est limité ici par le temps de transfert de 30 ms de notre connexion GPIB entre le lock-in et l'ordinateur. Pour augmenter d'avantage le taux de transfert des données, nous avons :

- utilisé un échantillon dont le courant électromécanique à la résonance est supérieur à 1 nA afin de diminuer la constante de temps du lock-in et avoir tout de même un rapport signal sur bruit raisonnable ;
- effectué la mesure du courant avec la sortie analogique du lock-in dont la bande passante est de 100 kHz et que nous envoyons à un oscilloscope à haute vitesse de capture.

La figure 5.22(b) montre une amélioration du temps de transfert à $200 \mu\text{s}$ avec un rapport signal sur bruit de 8 quand nous passons de 00 à 01. Par l'intermédiaire de la transition entre ces 2 bits, nous avons donc obtenu un taux de transfert de 10kbps avec cette technique de transfert de données. Ceci signifie que notre composant a atteint la norme requise pour les téléphones mobiles standards GSM (Global System for Mobile communication) largement utilisés avec lesquels la voix est transporté numériquement à un taux de 9.6 kbps.

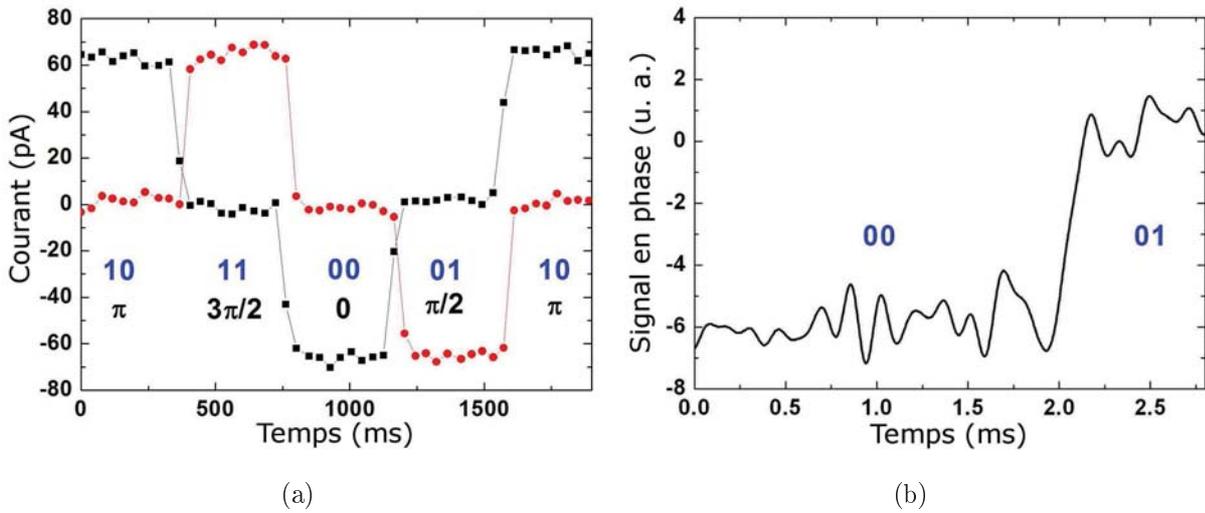


Figure 5.22 – (a) *Démodulation digitale (composante ■ en phase et • en quadrature de phase) pour $f_{\Delta} = 200 \text{ kHz}$, $\omega_m/(2\pi) = 616.3 \text{ kHz}$, $\omega_p/(2\pi) = 112.8 \text{ MHz}$, $V_G^{DC} = -9.5 \text{ V}$, $V_p = 20 \text{ mV}$ et une constante de temps de 10 ms.* (b) *Démodulation digitale rapide avec $f_{\Delta} = 750 \text{ kHz}$, $\omega_m/(2\pi) = 7243 \text{ Hz}$, $\omega_p/(2\pi) = 156.98 \text{ MHz}$, $V_G^{DC} = 9 \text{ V}$, $V_p = 20 \text{ mV}$ et une constante de temps de 30 μs .*

5.7 Conclusion

Dans ce dernier chapitre nous avons présenté les caractérisations électriques puis mécaniques réalisées par l'intermédiaire d'un testeur sous pointe UHV sur des composants à base de nanotubes en configuration transistor.

Nous avons développé les différentes expériences entreprises sur les composants afin de supprimer les nanotubes métalliques, améliorer la stabilité du courant en effectuant un recuit sous atmosphère contrôlée et surtout, utiliser la disparition de l'hystérésis dans les mesures $I(V)$ afin de pré-sélectionner les nanorésonateurs suspendus.

Différentes techniques de mixing ont été testées afin de détecter les résonances de nos composants. L'ensemble des échantillons étudiés présente une grande diversité sur la valeur des fréquences de résonance puisqu'elles sont comprises entre 20 MHz et 150 MHz avec la possibilité de les accorder en appliquant une tension DC sur la grille. Les mesures sous UHV nous ont permis d'atteindre des valeurs du facteur de qualité élevées ($Q \simeq 3000$) pour ce type d'échantillon étudié à température ambiante.

Notre recherche de nouvelles applications pour les NEMS à base de nanotube en configuration transistor nous a mené au développement d'une nouvelle méthode de détection. En effet, nous avons montré que les démodulations FM et digitale sont possibles en utilisant nos composants. Pour la démodulation FM, nous avons démontré théoriquement que la forme du pic de la résonance obtenue est directement reliée à la dérivée de la partie réelle de la fonction de réponse du résonateur. Cette nouvelle technique permet notamment :

- de réduire le bruit des mesures par rapport aux autres méthodes de détection par mixing. Ce qui peut s'avérer utile pour les autres applications des NEMS telles que la mesure de masse ultra faible.
- de supprimer le signal de fond indésirable à la pulsation basse fréquence présent dans les autres techniques.
- de détecter les dérivées de la fonction de réponse, jusqu'au neuvième ordre.

Enfin, nous avons développé une nouvelle application pour les NEMS à base de nanotube puisque notre composant atteint un taux de transfert de données digitales d'environ 10 kbps, compatible avec les normes du système GSM.

Conclusion générale

A travers ce manuscrit de thèse nous venons de présenter nos travaux novateurs portant sur l'étude de phénomènes vibratoires dans les systèmes nanoélectromécaniques et plus particulièrement sur la réalisation de nanorésonateurs accordables. Tout au long de ce travail mêlant études fondamentales et expérimentales, nous nous sommes intéressés aux propriétés électriques, mécaniques et émissives des nanotubes de carbone et des nanofils SiC. Nous avons vu que ces deux types de nanorésonateurs sont utilisés par de nombreuses équipes de recherches afin de réaliser des NEMS performants et c'est dans ce contexte scientifique que s'inscrivent nos principaux résultats.

En ce qui concerne la préparation des échantillons, les nanorésonateurs ont été disposés suivant deux configurations : encastré-libre ou encastré-encastré. Les nanofils ont été fabriqués par une technique relativement simple et reproductible puis localisés individuellement à l'extrémité d'une pointe en tungstène afin d'effectuer des études sous émission de champ. La même disposition a également été réalisée avec des nanotubes de carbone produit par des techniques de PECVD et arc électrique afin de réaliser une nanoradio sous émission de champ. Enfin, un travail conséquent a été apporté pour obtenir des nanotubes monofeuillets suspendus et doublement encastré dans des électrodes. L'optimisation de la croissance des nanotubes couplée aux améliorations continues des procédés utilisés en salle blanche (photolithographie, gravure contrôlée de la silice, séchage supercritique ...) nous a permis d'obtenir des échantillons robustes et de bonne qualité.

Les premiers résultats obtenus sur les oscillations de nanofils caractérisées par l'intermédiaire du phénomène d'émission de champ ont démontré l'extrême sensibilité de ce type de microscopie. Après un traitement thermique de l'échantillon nous avons mesuré à température ambiante une valeur du facteur de qualité exceptionnellement élevée atteignant $1.6 \cdot 10^5$. Nous avons également effectué une modélisation complète de la géométrie encastré-libre comprenant une étude détaillée de l'influence des conditions aux limites. Les simulations découlant du modèle révèlent un comportement assez troublant et non

intuitif puisque sous certaines conditions, il est possible d'observer une diminution de la fréquence de résonance lorsque la force électrostatique augmente.

Les recherches menées sur l'émission de champ nous ont naturellement poussés à approfondir les études sur la nanoradio réalisée à partir des oscillations d'un nanotube sous EC. L'examen complet des équations régissant la démodulation d'un signal AM et FM associé aux expérimentations réalisées vient compléter et confirmer le potentiel réel de cette application. Nous avons démontré que la résonance du nanorésonateur liée au phénomène d'EC est indispensable pour permettre la démodulation d'un signal FM et permet une amplification du signal démodulé à partir d'un signal AM. Cette étude ouvre la voie à la réalisation de composants nanométriques pouvant communiquer sans fil.

Une partie importante de nos recherches fut consacrée aux phénomènes d'auto-oscillations mise en valeur à partir des échantillons composés d'un nanofil collé individuellement sur une pointe. Le premier cas d'auto-oscillation a été observé dans un microscope électronique à balayage dont le faisceau d'électrons constant permet d'exciter le premier mode de résonance du nanofil. Nous avons également mis en évidence la possibilité de détecter la fréquence des oscillations à partir du faisceau d'électrons. Le modèle développé et les simulations confirment l'influence de la charge localisée au bout du nanofil pour engendrer ces oscillations. L'environnement capacitif est également un paramètre important pour générer ces auto-oscillations à partir d'un faisceau d'électrons. Cette nouvelle méthode d'excitation/détection est un moyen rapide pour caractériser les résonateurs et nécessite uniquement un microscope électronique et un oscilloscope.

Le second phénomène d'auto-oscillation s'est révélé lors de l'utilisation de nanofils SiC fortement résistifs en émission de champ. Seule l'application d'une tension continue sur la pointe est nécessaire pour générer l'entrée spontanée du nanofil dans un régime d'oscillation. Notre analyse a démontré que ces auto-oscillations étaient dues à un couplage entre les équations mécaniques et électriques liées au courant d'EC et à la forte résistance du nanofil. La génération de signaux périodiques à partir d'une source d'énergie constante rend notre NEMS unique et constitue l'un des premiers nanogénérateurs dont le taux de conversion AC/DC atteint environ 50%.

Les derniers résultats marquants de ce manuscrit sont dédiés à l'étude de la configuration encastré-encastré où les nanotubes de carbone sont suspendus dans une géométrie de type transistor. Un développement détaillé des caractérisations électriques a été accompli ainsi que de l'ensemble des expériences permettant de supprimer les nanotubes métal-

liques, améliorer la stabilité du courant en effectuant un recuit sous atmosphère contrôlée et surtout, utiliser la disparition de l'hystérésis dans les mesures $I(V)$ afin d'effectuer une pré-sélection des nanorésonateurs suspendus.

Les caractérisations mécaniques ont été réalisées dans un testeur sous pointe UHV inédit à partir de diverses techniques de détections capacitives dites techniques de mixing puisque la détection des oscillations hautes fréquence est effectuée par la mesure d'un signal basse fréquence. Plus d'une vingtaine de composants ont présenté des résonances dont la fréquence est comprise entre 20 et 150 MHz avec des valeurs de facteur de qualité élevées (pour des mesures à température ambiante) typiquement supérieures à 2000. La variation de la tension continue appliquée sur la grille du transistor nous a également permis de contrôler la force électrostatique qui engendre une tension mécanique du nanotube et permet d'accorder la fréquence de résonance.

Nous avons démontré pour la première fois qu'il était possible de réaliser la démodulation d'un signal FM à partir d'un nanotube suspendu en configuration transistor. Cette nouvelle méthode de détection présente des avantages non-négligeables par rapport aux autres méthodes de mixing car le signal démodulé ne présente aucun signal de fond superposé, une stabilité du signal basse fréquence accrue et un gain d'au moins un facteur deux est obtenu sur le signal basse fréquence lorsque nous appliquons un signal d'excitation de puissance identique. La démonstration de ce nouveau phénomène permet d'envisager l'intégration future de ce type de NEMS dans les technologies portables comme les téléphones mobiles afin de réaliser la fonction de radio AM/FM.

Enfin, toujours à partir de ce type de NEMS, nous avons également effectué la transmission de données digitales codées par la phase d'un signal modulant le signal FM. La validation de cette expérience démontre le réel potentiel des NEMS à base de nanotubes de carbone pour être intégrés dans des applications industrielles. En effet, notre composant a atteint un taux de transfert de 10 kbps, compatible avec les normes du réseau téléphonique GSM.

Annexe A

Nanoradio : Etude détaillé de la démodulation FM

A.1 Développement en série de Taylor de l'équation de Fowler Nordheim

Nous utilisons l'approximation de l'équation de Fowler Nordheim suivante :

$$I_{FN}(V(t), \beta(t)) = D\beta^2(t)V^2(t) \exp\left(-\frac{H}{\beta(t)V(t)}\right) \quad (\text{A.1})$$

La tension $V(t)$ et le facteur d'amplification $\beta(t)$ peuvent s'écrire :

$$V(t) = V_{DC} + \delta V \quad (\text{A.2})$$

$$\beta(t) = \beta_0 + \delta\beta \quad (\text{A.3})$$

avec V_{DC} la valeur de $V(t)$ sans signal d'excitation, δV le signal d'excitation qui peut être le signal AM ou FM, β_0 la valeur de $\beta(t)$ en absence de vibration et $\delta\beta$ sa variation lors de la vibration.

Nous allons réaliser un développement en série de Taylor de $I_{FN}(V(t), \beta(t)) = I(t)$ (A.1) au voisinage de la tension V_{DC} et du facteur β_0 .

$$\begin{aligned} I(t) = & I(V_{DC}, \beta_0) + \frac{\partial I}{\partial V} \Big|_{V_{DC}} (V(t) - V_{DC}) + \frac{\partial I}{\partial \beta} \Big|_{\beta_0} (\beta(t) - \beta_0) + \frac{\partial^2 I}{\partial V^2} \Big|_{V_{DC}} \frac{(V(t) - V_{DC})^2}{2} \\ & + \frac{\partial^2 I}{\partial \beta^2} \Big|_{\beta_0} \frac{(\beta(t) - \beta_0)^2}{2} + \frac{\partial^2 I}{\partial \beta \partial V} \Big|_{V_{DC}, \beta_0} (V(t) - V_{DC})(\beta(t) - \beta_0) \end{aligned}$$

et à partir des équations (A.2) et (A.3) nous obtenons la relation :

$$I(t) = I_0 + \left. \frac{\partial I}{\partial V} \right|_{V_{DC}} \delta V + \left. \frac{\partial I}{\partial \beta} \right|_{\beta_0} \delta \beta + \frac{1}{2} \left. \frac{\partial^2 I}{\partial V^2} \right|_{V_{DC}} \delta V^2 + \frac{1}{2} \left. \frac{\partial^2 I}{\partial \beta^2} \right|_{\beta_0} \delta \beta^2 + \left. \frac{\partial^2 I}{\partial \beta \partial V} \right|_{V_{DC}, \beta_0} \delta \beta \delta V \quad (\text{A.4})$$

avec $I_0 = I(V_{DC}, \beta_0)$, le courant de référence sans excitation.

A présent, exprimons les différents termes de l'équation (A.4) :

$$I_0 = D \beta_0^2 V_{DC}^2 \exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right)$$

d'où

$$\exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right) = \frac{I_0}{D \beta_0^2 V_{DC}^2}$$

$$\left. \frac{\partial I}{\partial V} \right|_{V_{DC}} = D \beta_0^2 \left(2V_{DC} + \frac{H}{\beta_0}\right) \exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right) = \left(\frac{2}{V_{DC}} + \frac{H}{\beta_0 V_{DC}^2}\right) I_0$$

$$\left. \frac{\partial I}{\partial \beta} \right|_{\beta_0} = D V_{DC}^2 \left(2\beta_0 + \frac{H}{V_{DC}}\right) \exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right) = \left(\frac{2}{\beta_0} + \frac{H}{\beta_0^2 V_{DC}}\right) I_0$$

$$\left. \frac{\partial^2 I}{\partial V^2} \right|_{V_{DC}} = D \beta_0^2 \left(2 + \frac{2H}{V_{DC} \beta_0} + \frac{H^2}{V_{DC}^2 \beta_0^2}\right) \exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right) = \left(\frac{2}{V_{DC}^2} + \frac{2H}{V_{DC}^3 \beta_0} + \frac{H^2}{V_{DC}^4 \beta_0^2}\right) I_0$$

$$\left. \frac{\partial^2 I}{\partial \beta^2} \right|_{\beta_0} = D V_{DC}^2 \left(2 + \frac{2H}{\beta_0 V_{DC}} + \frac{H^2}{\beta_0^2 V_{DC}^2}\right) \exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right) = \left(\frac{2}{\beta_0^2} + \frac{2H}{\beta_0^3 V_{DC}} + \frac{H^2}{\beta_0^4 V_{DC}^2}\right) I_0$$

$$\left. \frac{\partial^2 I}{\partial \beta \partial V} \right|_{V_{DC}, \beta_0} = D \left(4\beta_0 V_{DC} + 3H + \frac{H^2}{\beta_0 V_{DC}}\right) \exp\left(-\frac{H}{\beta_0 V_{DC}}\right) = \left(\frac{4}{\beta_0 V_{DC}} + \frac{3H}{\beta_0^2 V_{DC}^2} + \frac{H^2}{\beta_0^3 V_{DC}^3}\right) I_0$$

Finalement, la somme de ces termes nous permet d'exprimer $I(t)$ en fonction de I_0 :

$$\begin{aligned} I(t) = I_0 & \left[1 + \left(\frac{2}{V_{DC}} + \frac{H}{\beta_0 V_{DC}^2}\right) \delta V + \left(\frac{2}{\beta_0} + \frac{H}{\beta_0^2 V_{DC}}\right) \delta \beta + \left(\frac{4}{\beta_0 V_{DC}} + \frac{3H}{\beta_0^2 V_{DC}^2} + \frac{H^2}{\beta_0^3 V_{DC}^3}\right) \delta \beta \delta V \right] \\ & + \frac{I_0}{2} \left[\left(\frac{2}{V_{DC}^2} + \frac{2H}{\beta_0 V_{DC}^3} + \frac{H^2}{\beta_0^2 V_{DC}^4}\right) \delta V^2 + \left(\frac{2}{\beta_0^2} + \frac{2H}{\beta_0^3 V_{DC}} + \frac{H^2}{\beta_0^4 V_{DC}^2}\right) \delta \beta^2 \right] \end{aligned} \quad (\text{A.5})$$

A.2 Etude de l'expression de $X(t)$ pour un signal FM

Le déplacement de l'apex du nanotube en fonction du temps est exprimé par la relation suivante :

$$X(t) = X(\omega_i) \cos(\omega_i t + \phi(\omega_i))$$

avec $X(\omega_i)$ l'amplitude du déplacement à la pulsation instantanée ω_i qui vaut :

$$\omega_i = \omega_p + \omega_\Delta \cos(\omega_m t) \quad (\text{A.6})$$

et $\phi(\omega_i)$ le déphasage entre les oscillations mécaniques et le signal d'excitation.

Nous allons réaliser un développement en série de Taylor de $X(\omega_i)$ au voisinage de la pulsation de la porteuse ω_p .

$$X(\omega_i) = X(\omega_p) + \left. \frac{\partial X}{\partial \omega} \right|_{\omega_p} (\omega_i - \omega_p) + \left. \frac{\partial^2 X}{\partial \omega^2} \right|_{\omega_p} \frac{(\omega_i - \omega_p)^2}{2} \quad (\text{A.7})$$

Afin de simplifier l'écriture, posons $\alpha_1 = \left. \frac{\partial X}{\partial \omega} \right|_{\omega_p}$, $\alpha_2 = \left. \frac{\partial^2 X}{\partial \omega^2} \right|_{\omega_p}$ et $\zeta = \omega_\Delta/2$. A partir de l'équation (A.6) nous pouvons réécrire la relation (A.7) par :

$$X(\omega_i) = \underbrace{X(\omega_p) + \alpha_2 \zeta^2}_A + \underbrace{2\alpha_1 \zeta \cos(\omega_m t)}_B + \underbrace{\alpha_2 \zeta^2 \cos(2\omega_m t)}_C$$

avec A, B et C des constantes. Finalement, $X(t)$ s'exprime par l'expression :

$$X(t) = [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)] \cos(\omega_i t + \phi(\omega_i)) \quad (\text{A.8})$$

A.3 Etude de l'expression de $\delta\beta$ pour un signal FM

$\beta(t)$ varie en fonction de l'amplitude $X(t)$ par la relation :

$$\beta(t) = \beta_0 + \underbrace{\beta_1 X(t) + \beta_2 X^2(t)}_{\delta\beta}$$

Nous allons développer l'expression de $\delta\beta$ à partir de l'équation (A.8) afin d'identifier les termes qui participent à la démodulation dans le courant d'EC $I(t)$ (A.5) :

$$\begin{aligned} \delta\beta &= \beta_1 [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)] \cos(\omega_i t + \phi(\omega_i)) \\ &+ \frac{\beta_2}{2} [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^2 \\ &+ \frac{\beta_2}{2} [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^2 \cos(2\omega_i t + 2\phi(\omega_i)) \end{aligned} \quad (\text{A.9})$$

Le premier terme de cette équation comporte essentiellement des harmoniques hautes fréquences et par conséquent il ne sera pas développé. Le deuxième terme est constitué d'harmoniques basses fréquences responsables de la démodulation et nous allons donc l'étudier en détails. Le troisième terme induit seulement des harmoniques hautes fréquences et ne sera pas approfondi. Les harmoniques hautes fréquences seront toutes rassemblées dans la fonction $\Omega_1(\omega_i)$. Ainsi, $\delta\beta$ peut s'écrire sous la forme :

$$\delta\beta = \frac{\beta_2}{2} \left[A^2 + 2AB \cos(\omega_m t) + \frac{B^2}{2} + \frac{B^2}{2} \cos(2\omega_m t) + 2AC \cos(2\omega_m t) + 2BC \cos(\omega_m t) \cos(2\omega_m t) + \frac{C^2}{2} + \frac{C^2}{2} \cos(4\omega_m t) \right] + \Omega_1(\omega_i)$$

et après développement et remplacement des constantes A, B et C par leurs expressions respectives, nous obtenons :

$$\begin{aligned} \delta\beta = & \beta_2 \alpha_1 \zeta [2X(\omega_p) + 3\alpha_2 \zeta^2] \cos(\omega_m t) \\ & + \beta_2 \zeta^2 [\alpha_1^2 + \alpha_2 X(\omega_p) + \alpha_2 \zeta^2] \cos(2\omega_m t) \\ & + \beta_2 \alpha_1 \alpha_2 \zeta^3 \cos(3\omega_m t) + \frac{\beta_2 \alpha_2^2 \zeta^4}{4} \cos(4\omega_m t) \\ & + \frac{\beta_2 X^2(\omega_p)}{2} + \beta_2 \zeta^2 \left[\alpha_2 X(\omega_p) + \alpha_1^2 + \frac{3\alpha_2^2 \zeta^2}{4} \right] + \Omega_1(\omega_i) \end{aligned} \quad (\text{A.10})$$

Cette relation peut s'exprimer sous la forme :

$$\delta\beta = \beta_2 [\alpha_1 \zeta (2X(\omega_p) + 3\alpha_2 \zeta^2) \cos(\omega_m t) + U_1 + \Upsilon_1(n\omega_m)] + \Omega_1(\omega_i) \quad (\text{A.11})$$

avec U_1 égale aux termes constants et $\Upsilon_1(n\omega_m)$ regroupant l'ensemble des harmoniques basses fréquences avec n un entier strictement supérieur à 1.

A.4 Etude de l'expression de $\delta\beta^2$ pour un signal FM

Dans l'équation de $I(t)$ (A.5), le terme $\delta\beta^2$ joue également un rôle dans la démodulation. Etant donné que nous avons déjà montré l'existence d'une multitude d'harmoniques multiple de ω_m , nous nous focaliserons essentiellement sur les coefficients de l'harmonique ω_m résultant de $\delta\beta^2$.

$$\begin{aligned} \delta\beta^2 = & \frac{\beta_1^2}{2} [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^2 \\ & + \frac{\beta_1^2}{2} [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^2 \cos(2\omega_i t + 2\phi(\omega_i)) \\ & + 2\beta_1 \beta_2 [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^3 \cos^3(\omega_i t + \phi(\omega_i)) \\ & + \beta_2^2 [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^4 \cos^4(\omega_i t + \phi(\omega_i)) \end{aligned} \quad (\text{A.12})$$

Dans cette équation, il ressort du premier terme une relation pratiquement identique (à une constante près) au deuxième terme de l'équation (A.9) responsable de la démodulation relatif à $\delta\beta$. Par conséquent, nous pouvons directement déduire une partie de l'expression de $\delta\beta^2$ influant sur la démodulation à partir de l'équation (A.11) et dans la suite nous nommerons cette relation $\chi(\delta\beta)$. Les deuxième et troisième termes donnent uniquement des harmoniques hautes fréquences et ne seront pas explorés d'avantage. Le dernier terme, fournit des signaux hautes fréquences que nous regrouperont sous la désignation $\Omega_2(\omega_i)$ ainsi qu'un nombre important d'harmoniques basses fréquences et d'un terme constant noté U_2 . Les harmoniques d'ordre n seront réunies dans la fonction $\Upsilon_2(n\omega_m)$ afin de se consacrer exclusivement aux termes proportionnels à $\cos(\omega_m t)$.

$$\chi(\delta\beta) = \beta_1^2 [\alpha_1 \zeta [2X(\omega_p) + 3\alpha_2 \zeta^2] \cos(\omega_m t) + U_1 + \Upsilon_1(n\omega_m)] + \Omega_1(\omega_i)$$

$$\delta\beta^2 = \frac{3\beta_2^2}{8} [A + B \cos(\omega_m t) + C \cos(2\omega_m t)]^4 + \Omega_2(\omega_i) + \chi(\delta\beta)$$

$$\delta\beta^2 = \frac{3\beta_2^2}{8} \left[A^2 + \frac{B^2}{2} + \frac{C^2}{2} + (2AB + BC) \cos(\omega_m t) + \left(\frac{B^2}{2} + 2AC \right) \cos(2\omega_m t) \right. \\ \left. + BC \cos(3\omega_m t) + \frac{C^2}{2} \cos(4\omega_m t) \right]^2 + \Omega_2(\omega_i) + \chi(\delta\beta)$$

$$\delta\beta^2 = \frac{3\beta_2^2}{8} \left[(2A^2 + B^2 + C^2)(2AB + BC) + (2AB + BC) \left(\frac{B^2}{2} + 2AC \right) \right. \\ \left. + (B^2 + 4AC) \frac{BC}{2} + \frac{BC^3}{4} \right] \cos(\omega_m t) + U_2 + \Upsilon_2(n\omega_m) + \Omega_2(\omega_i) + \chi(\delta\beta)$$

et à partir des expressions des constantes A, B et C ainsi que le remplacement de $\chi(\delta\beta)$ par sa solution nous obtenons au final :

$$\delta\beta^2 = \zeta \alpha_1 \beta_2^2 \cos(\omega_m t) \left[3X^3(\omega_p) + \frac{27}{2} \alpha_2 \zeta^2 X^2(\omega_p) + \left(\frac{45}{2} \alpha_2^2 \zeta^4 + 9\alpha_1^2 \zeta^2 + \frac{2\beta_1^2}{\beta_2^2} \right) X(\omega_p) \right. \\ \left. + \left(15\alpha_1^2 \zeta^2 + \frac{3\beta_1^2}{\beta_2^2} \right) \alpha_2 \zeta^2 + 33\alpha_2^3 \zeta^6 \right] + U_3 + \Upsilon_3(n\omega_m) + \Omega_3(\omega_i) \quad (\text{A.13})$$

Avec $\Omega_3(\omega_i) = \Omega_1(\omega_i) + \Omega_2(\omega_i)$ regroupant l'ensemble des harmoniques hautes fréquences et $\Upsilon_3(n\omega_m) = \beta_1^2 \Upsilon_1(n\omega_m) + \Upsilon_2(n\omega_m)$ regroupant l'ensemble des harmoniques basses fréquences. $U_3 = \beta_1^2 U_1 + U_2$ regroupe l'ensemble des termes constants.

A.5 Etude de l'expression de $\delta\beta\delta V$ pour un signal FM

La relation $\delta\beta\delta V$ dans l'équation de $I(t)$ (A.5) est la dernière à pouvoir produire un signal démodulé. En effet, le couplage entre $\delta\beta$ et le signal FM qui correspond à $\delta V = V_p \cos(\omega_i t)$ fait apparaître des harmoniques à la pulsation ω_m . Pour exprimer ce terme, nous allons utiliser une approche différente par rapport aux terme $\delta\beta$ et $\delta\beta^2$. Il ne s'agit plus de développer $X(t)$ en série de Taylor mais d'utiliser la réponse mécanique d'un oscillateur harmonique (Annexe B) :

$$\underline{X}(t) = \frac{A_0/m_{eff}}{(\omega_0^2 - \omega_i^2)^2 + \left(\frac{\omega_i\omega_0}{Q}\right)^2} \left[(\omega_0^2 - \omega_i^2)^2 - i \left(\frac{\omega_i\omega_0}{Q}\right)^2 \right] \quad (\text{A.14})$$

et nous pouvons décomposer $X(t)$ suivant ses parties réelles et imaginaires :

$$X(t) = \Re(\underline{X}(t)) \cos(\omega_i t) + \Im(\underline{X}(t)) \sin(\omega_i t) \quad (\text{A.15})$$

Ainsi, l'expression de $\delta\beta\delta V$ pour un signal FM est :

$$\begin{aligned} \delta\beta\delta V &= \beta_1 [\Re(\underline{X}(t)) \cos(\omega_i t) + \Im(\underline{X}(t)) \sin(\omega_i t)] V_p \cos(\omega_i t) \\ &+ \beta_2 [\Re(\underline{X}(t)) \cos(\omega_i t) + \Im(\underline{X}(t)) \sin(\omega_i t)]^2 V_p \cos(\omega_i t) \end{aligned}$$

Nous allons développer cette expression afin d'identifier les termes purement hautes fréquences qui seront regroupés dans la fonction $\Omega_4(\omega_i)$ et ainsi, nous consacrer uniquement sur l'harmonique basse fréquence de pulsation ω_m .

$$\begin{aligned} \delta\beta\delta V &= \frac{\beta_1 V_p}{2} [\Re(\underline{X}(t))(1 + \cos(2\omega_i t)) + \Im(\underline{X}(t)) \sin(2\omega_i t)] \\ &+ \beta_2 V_p \left[\frac{\Re^2(\underline{X}(t))}{2} (\cos(\omega_i t) + \cos(2\omega_i t)) + \Re^2(\underline{X}(t)) \Im(\underline{X}(t)) (\sin(\omega_i t) + \sin(3\omega_i t)) \right. \\ &\left. + \Im^2(\underline{X}(t)) (\cos(\omega_i t) - \cos(3\omega_i t)) \right] \\ \delta\beta\delta V &= \frac{\beta_1 V_p}{2} \Re(\underline{X}(t)) + \Omega_4(\omega_i) \end{aligned} \quad (\text{A.16})$$

L'harmonique de pulsation ω_m provient exclusivement de la partie de $X(t)$ en phase avec le signal d'excitation δV . Au premier ordre, le développement en série de Taylor de $\Re(\underline{X}(\omega_i))$ au voisinage de ω_p pour $\omega_\Delta \ll \omega_p$ est :

$$\Re(X(\omega_i)) = \Re(X(\omega_p)) + \left. \frac{\partial \Re(X)}{\partial \omega_i} \right|_{\omega_p} \omega_\Delta \cos(\omega_m t) \quad (\text{A.17})$$

Finalement nous obtenons à partir des équations (A.16) et (A.17) :

$$\delta\beta\delta V = \beta_1 V_p \zeta \frac{A_0}{m_{eff}} \frac{2\omega_p \left(\omega_p^2 - \omega_0^2 - \frac{\omega_0^2}{Q} \right) \left(\omega_p^2 - \omega_0^2 + \frac{\omega_0^2}{Q} \right)}{\left[(\omega_0^2 - \omega_p^2)^2 + \left(\frac{\omega_p \omega_0}{Q} \right)^2 \right]^2} \cos(\omega_m t) + U_4 + \Upsilon_4(n\omega_m) + \Omega_4(\omega_i) \quad (\text{A.18})$$

avec U_4 et $\Upsilon_4(n\omega_m)$ regroupant réciproquement les termes constants et les harmoniques basses fréquences qui apparaissent lorsque nous développons l'équation (A.17) à un ordre supérieur. En première approximation, nous pouvons noter que ces harmoniques multiples de ω_m et d'ordre n sont proportionnelles aux dérivées n^{ime} de la partie réelle $\Re(X)$.

La réponse statique permet d'exprimer $\frac{A_0}{m_{eff}} = \omega_0^2 x_e$ avec x_e l'amplitude de l'apex du nanotube lorsque ce dernier est soumis à une force A_0 .

A.6 Développement Jacobi-Anger de l'expression d'un signal FM

L'expression d'un signal FM est :

$$v_{FM}(t) = V_p \cos \left(\omega_p t + \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_m t) \right) \quad (\text{A.19})$$

$$= \Re \left(V_p \exp \left(i\omega_p t + i \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_m t) \right) \right) \quad (\text{A.20})$$

Nous allons utiliser la relation de Jacobi-Anger [Abramowitz et Stegun 1964] suivante :

$$\exp(iz \sin \theta) = \sum_{n=-\infty}^{+\infty} J_n(z) \exp(in\theta) \quad (\text{A.21})$$

et l'identité :

$$J_{-n}(z) = (-1)^n J_n(z) \quad (\text{A.22})$$

avec J_n la $n^{ème}$ fonction de Bessel. Ainsi, nous pouvons développer l'expression du signal FM :

$$\begin{aligned} v_{FM}(t) &= V_p \left[\cos(\omega_p t) \Re \left(\exp \left(i \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_m t) \right) \right) - \sin(\omega_p t) \Im \left(\exp \left(i \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_m t) \right) \right) \right] \\ &= V_p \left[\cos(\omega_p t) \left(\sum_{n=-\infty}^{+\infty} J_n \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \cos(n\omega_m t) \right) - \sin(\omega_p t) \left(\sum_{n=-\infty}^{+\infty} J_n \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(n\omega_m t) \right) \right] \end{aligned}$$

puis à partir de la relation (A.22), il vient :

$$v_{FM}(t) = V_p \left[J_0 \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \cos(\omega_p t) + \sum_{n=1}^{+\infty} J_n \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \cos(\omega_p t) \cos(n\omega_m t) [(-1)^n + 1] + \sum_{n=1}^{+\infty} J_n \frac{\omega_\Delta}{\omega_m} \sin(\omega_p t) \sin(n\omega_m t) [(-1)^n - 1] \right]$$

et finalement nous obtenons :

$$v_{FM}(t) = V_p \left[J_0 \frac{\omega_\Delta}{\omega_L} \cos(\omega_p t) + \sum_{n=1}^{+\infty} J_n \frac{\omega_\Delta}{\omega_L} [\cos((\omega_p + n\omega_m)t) + (-1)^n \cos((\omega_p - n\omega_m)t)] \right] \quad (\text{A.23})$$

Annexe B

L'oscillateur harmonique

Un oscillateur harmonique est un oscillateur dont l'évolution au cours du temps est décrite par une fonction sinusoïdale et dont la fréquence ne dépend que des caractéristiques du système. L'intérêt d'un tel modèle est qu'il décrit l'évolution de n'importe quel système physique au voisinage d'une position d'équilibre stable, ce qui en fait un outil transversal utilisé dans de nombreux domaines : mécanique, électricité et électronique, optique.

L'oscillateur non amorti à un degré de liberté le plus simple est une masse m_{eff} attachée à un ressort de constante de raideur k exprimée en N/m. Pour $k = 1$ N/m, il faut un Newton pour allonger le ressort d'un mètre. Si x est la variable qui décrit la position de la masse, l'équation du mouvement de cet oscillateur au cours du temps est obtenue à partir du principe fondamental de la dynamique :

$$m_{eff}\ddot{x}(t) + kx(t) = 0 \quad (\text{B.1})$$

La solution de cette équation est

$$x(t) = X_0 \cos(\omega_0 t + \phi) \quad (\text{B.2})$$

avec t le temps, $\omega_0 = \sqrt{k/m_{eff}}$ la pulsation de résonance correspondant à la fréquence de résonance $f_0 = \omega_0/(2\pi)$ et X_0 et ϕ sont respectivement l'amplitude et la phase du mouvement, définis par les conditions initiales de l'oscillateur.

Dans la pratique, de tels oscillateurs ne sont que des cas idéaux pour lesquels les forces dissipatives (frottement par exemple) sont négligées. Pour tenir compte d'un cas plus réaliste, il faut rajouter un terme dû à l'amortissement $\alpha = m_{eff}\omega_0/Q$ dans l'équation (B.1) avec Q le facteur de qualité de l'oscillateur. De plus, pour que l'amplitude reste constante il est nécessaire d'entretenir les oscillations en fournissant de l'énergie. Dans la suite, nous prenons un cas simple en admettant qu'une excitation sinusoïdale est ajoutée.

L'équation (B.1) devient :

$$m_{eff}\ddot{x}(t) + \alpha\dot{x}(t) + kx(t) = A_0 \cos(\omega t) \quad (B.3)$$

dont la solution est :

$$x(t) = \frac{A_0}{m_{eff}\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \left(\frac{\omega\omega_0}{Q}\right)^2}} \cos(\omega t + \phi) \quad (B.4)$$

avec

$$\phi = \arctan\left(-\frac{\omega\omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)}\right) \quad (B.5)$$

Le facteur de qualité Q permet de mesurer le taux d'amortissement d'un oscillateur, il peut être défini par :

$$Q = \frac{\omega_0}{\Delta\omega} \quad (B.6)$$

avec $\Delta\omega$ la largeur à mi-hauteur du pic de résonance. La figure B.2 représente la dépendance de l'amplitude et de la phase avec la fréquence d'excitation. A la fréquence de résonance f_0 du système, nous pouvons observer que l'amplitude atteint un maximum et que cette valeur est Q fois plus grande que hors résonance. La dépendance de l'amplitude par rapport à la fréquence est de la forme d'une lorentzienne et la largeur à mi-hauteur est obtenue par le rapport entre la fréquence de résonance et le facteur de qualité (B.6). La phase du signal dérive de 180° symétriquement par rapport à la fréquence de résonance où le décalage est de 90° par rapport à la valeur initiale.

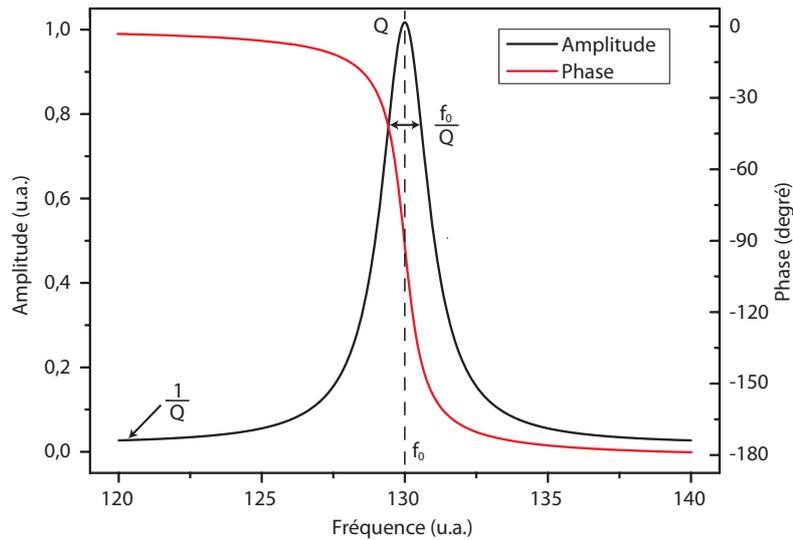


Figure B.1 – Exemple de la variation d'amplitude et de phase d'un oscillateur harmonique simple en fonction de la fréquence d'excitation

L'oscillateur de Duffing forcé permet de mettre en évidence les effets non-linéaires que nous pouvons observer lorsque l'excitation devient trop importante. L'équation du mouvement est la suivante avec une non-linéarité cubique en raideur :

$$m_{eff}\ddot{x}(t) + \alpha\dot{x}(t) + k[x(t) + dx(t)^3] = A_0 \cos(\omega t + \phi) \quad (\text{B.7})$$

Nous pouvons récrire cette équation sous la forme :

$$\ddot{x}(t) + 2\beta\dot{x}(t) + \omega_0^2[x(t) + dx(t)^3] = A_c \cos(\omega t) + A_s \sin(\omega t) \quad (\text{B.8})$$

avec $\beta = \frac{\alpha}{2m_{eff}}$; $A_c = \frac{A_0}{m_{eff}} \cos(\phi)$ et $A_s = -\frac{A_0}{m_{eff}} \sin(\phi)$.

Avec une approximation monochromatique :

$$x(t) = X_0 \cos(\omega t) \quad (\text{B.9})$$

nous obtenons l'équation suivante :

$$X_0 \left[\omega_0^2 - \omega^2 + \frac{3d\omega_0^2 X_0^2}{4} \right] \cos(\omega t) - 2\omega\beta X_0 \sin(\omega t) + \frac{d\omega_0^2 X_0^3}{4} \cos(3\omega t) = A_c \cos(\omega t) + A_s \sin(\omega t) \quad (\text{B.10})$$

L'étape suivante consiste à identifier les termes en cos et sin tout en négligeant le terme en $\cos(3\omega t)$:

$$\begin{cases} (\omega_0^2 - \omega^2)X_0 + \frac{3d\omega_0^2 X_0^3}{4} = A_c \\ -2\omega\beta X_0 = A_s \end{cases}$$

puis avec la relation $\frac{A_0^2}{m_{eff}^2} = A_c^2 + A_s^2$ nous obtenons :

$$\left[(\omega_0^2 - \omega^2)X_0 + \frac{3d\omega_0^2 X_0^3}{4} \right]^2 + [2\beta\omega X_0]^2 = \frac{A_0^2}{m_{eff}^2} \quad (\text{B.11})$$

Pour résoudre cette équation, nous utilisons les changements de variables :

$$z = \omega_0^2 - \omega^2 \quad \text{et} \quad u = X_0^2 + \frac{8z}{9\omega_0^2 d}$$

puis après plusieurs manipulations algébriques, nous obtenons au final une équation du troisième degré de la forme $u^3 + a_1 u^2 + a_2 u + a_3 = 0$:

$$u^3 + \underbrace{\frac{64}{9d^2\omega_0^4} \left[\frac{-z^2}{3} + \left(\frac{1}{4} - \beta \right) z + \beta\omega_0^2 \right]}_{a_2} u + \underbrace{\frac{128}{81d^3\omega_0^6} \left[\frac{8z^3}{9} + (4\beta^2 - 1)z^2 - 4\beta^2\omega_0^2 z - \frac{81A_0^2 d^3 \omega_0^6}{128m_{eff}^2} \right]}_{a_3} = 0 \quad (\text{B.12})$$

Nous pouvons calculer le déterminant

$$\Delta = \frac{1}{3^3} \left[\frac{16}{9d^2\omega_0^4} \left(-\frac{4}{3}z^2 + (1-4\beta)z + 4\beta\omega_0^2 \right) \right]^3 + \left[\frac{2^8}{3^6d^3\omega_0^6}z^3 + \frac{2^7\beta^2 - 2^5}{3^4d^3\omega_0^6}z^2 - \frac{2^7\beta^2}{3^4d^3\omega_0^4}z - \frac{A_0^2}{4m_{eff}^2} \right]^2$$

Et finalement, si nous posons $S = \sqrt[3]{-\frac{a_3}{2} + \sqrt{\Delta}}$ et $T = \sqrt[3]{-\frac{a_3}{2} - \sqrt{\Delta}}$ nous obtenons trois solutions, une réelle et deux imaginaires :

$$u_1 = S + T$$

$$u_2 = -\frac{S+T}{2} + \frac{\sqrt{3}i(S-T)}{2}$$

$$u_3 = -\frac{S+T}{2} - \frac{\sqrt{3}i(S-T)}{2}$$

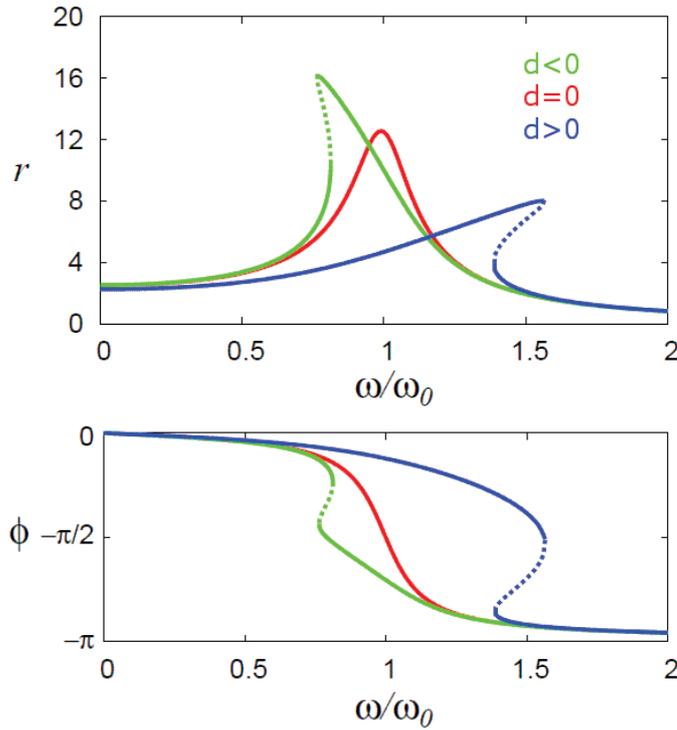


Figure B.2 – Exemple de la variation d'amplitude (r) et de phase (ϕ) d'un oscillateur de Duffing en fonction du rapport ω/ω_0 pour trois cas différents : « softening spring » $d < 0$; « hardening spring » $d > 0$ et aucune non-linéarité $d = 0$.

Références bibliographiques

- M. ABRAMOWITZ et I. A. STEGUN : *Handbook of mathematical functions with formulas, graphs, and mathematical tables*. Dover Publications, 1964.
- J. APPENZELLER et D. J. FRANK : Frequency dependent characterization of transport properties in carbon nanotube transistors. *Applied Physics Letters*, 84(10):1771–1773, 2004.
- J. L. ARLETT, J. R. MALONEY, B. GUDLEWSKI, M. MULUNEH et M. L. ROUKES : Self-sensing micro- and nanocantilevers with attonewton-scale force resolution. *Nano Letters*, 6(5):1000–1006, 2006.
- A. AYARI, P. VINCENT, S. PERISANU, M. CHOUËIB, V. GOUTTENOIRE, M. BECHELANY, D. CORNU et S. T. PURCELL : Self-oscillations in field emission nanowire mechanical resonators : A nanometric dc-ac conversion. *Nano Letters*, 7(8):2252–2257, 2007.
- B. BABIĆ, J. FURER, M. IQBAL et C. SCHÖNENBERGER : Suitability of carbon nanotubes grown by chemical vapor deposition for electrical devices. *Electronic Properties of Synthetic Nanostructures, AIP Conf. Proc.*, 723:574–582, 2004.
- B. BABIĆ, J. FURER, S. SAHOO, S. FARHANGFAR et C. SCHÖNENBERGER : Intrinsic thermal vibrations of suspended doubly clamped single-wall carbon nanotubes. *Nano Letters*, 3(11):1577–1580, 2003.
- R. BACON : Growth, structure, and properties of graphite whiskers. *Journal of Applied Physics*, 31(2):283–290, 1960.
- S. BANDOW, S. ASAKA, Y. SAITO, A. M. RAO, L. GRIGORIAN, E. RICHTER et P. C. EKLUND : Effect of the growth temperature on the diameter distribution and chirality of single-wall carbon nanotubes. *Physical Review Letters*, 80(17):3779–3782, 1998.
- I. BARGATIN, E. B. MYERS, J. ARLETT, B. GUDLEWSKI et M. L. ROUKES : Sensitive detection of nanomechanical motion using piezoresistive signal downmixing. *Applied Physics Letters*, 86:133109, 2005.

- A. BARREIRO, R. RURALI, E. R. HERNÁNDEZ, J. MOSER, T. PICHLER, L. FORRÓ et A. BACHTOLD : Subnanometer motion of cargoes driven by thermal gradients along carbon nanotubes. *Science*, 320:775–778, 2008.
- M. BECHELANY : *Nouveaux procédés de croissance de nanofils à base de SiC et de nanotubes de BN, étude des propriétés physiques d'un nanofil individuel à base de SiC*. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard, 2006.
- M. BECHELANY, A. BRIOUDE, D. CORNU, G. FERRO et P. MIELE : A raman spectroscopy study of individual sic nanowires. *Advanced Functional Materials*, 17(6):939–943, 2007.
- J. BECHHOEFER : Feedback for physicists : A tutorial essay on control. *Reviews of Modern Physics*, 77:783–836, 2005.
- R. G. BECK, M. A. ERIKSSON, M. A. TOPINKA et R. M. WESTERVELT : GaAs/AlGaAs self-sensing cantilevers for low temperature scanning probe microscopy. *Applied Physics Letters*, 73(13):1149–1151, 1998.
- F. W. BEIL, R. H. BLICK, A. WIXFORTH, W. WEGSCHEIDER, D. SCHUH et M. BICHLER : Detection of coherent acoustic oscillations in a quantum electromechanical resonator. *Applied Physics Letters*, 90:043101, 2007.
- J.-M. BENOIT : *Transport et propriétés vibrationnelles des nanotubes de carbone et composites polymère-nanotubes*. Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2001.
- M. BOCKRATH, J. HONE, A. ZETTL et P. L. MCEUEN : Chemical doping of individual semiconducting carbon-nanotube ropes. *Physical Review B*, 61(16):10606–10608, 2000.
- J.-M. BONARD, M. CROCI, I. ARFAOUI, O. NOURY, D. SARANGI et A. CHÂTELAIN : Can we reliably estimate the emission field and field enhancement factor of carbon nanotube film field emitters? *Diamond and Related Materials*, 11:763–768, 2002.
- J.-M. BONARD, M. CROCI, C. KLINKE, F. CONUS, I. ARFAOUI, T. STÖCKLI et A. CHATELAIN : Growth of carbon nanotubes characterized by field emission measurements during chemical vapor deposition. *Physical Review B*, 67:085412, 2003.
- M. BÜTTIKER : Four-terminal phase-coherent conductance. *Physical Review Letters*, 57(14):1761–1764, 1985.
- R. E. BURGESS, H. KROEMER et J. M. HOUSTON : Corrected values of Fowler-Nordheim field emission functions $v(y)$ and $s(y)$. *Physical Review*, 90(4):515, 1953.

- J. CAO, Q. WANG et H. DAI : Electromechanical properties of metallic, quasimetallic, and semiconducting carbon nanotubes under stretching. *Physical Review Letters*, 90:157601, 2003.
- D. W. CARR et H. G. CRAIGHEAD : Fabrication of nanoelectromechanical systems in single crystal silicon using silicon on insulator substrates and electron beam lithography. *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 15(6):2760–2763, 1997.
- D. W. CARR, S. EVOY, L. SEKARIC, H. G. CRAIGHEAD et J. M. PARPIA : Measurement of mechanical resonance and losses in nanometer scale silicon wires. *Applied Physics Letters*, 75(7):920–922, 1999.
- J. CHASTE, L. LECHNER, P. MORFIN, G. FÈVE, T. KONTOS, J.-M. BERROIR, D. C. GLATTLI, H. HAPPY, P. HAKONEN et B. PLAÇAIS : Single carbon nanotube transistor at GHz frequency. *Nano Letters*, 8(2):525–528, 2008.
- X. CHEN, S. ZHANG, G. J. WAGNER, W. DING et R. RUOFF : Mechanical resonance of quartz microfibers and boundary condition effects. *Journal of Applied Physics*, 95(9):4823–4828, 2004.
- L. A. CHERNOZATONSKII, Y. V. GULYAEV, Z. J. KOSAKOVSKAJA, N. I. SINITSYN, G. V. TORGASHOV, Y. F. ZAKHARCHENKO, E. A. FEDOROV et V. P. VAL'CHUK : Electron field emission from nanofilament carbon films. *Chemical Physics Letters*, 233(1-2):63–68, 1995.
- M. CHHOWALLA, K. B. K. T. C. DUCATI, N. L. RUPESINGHE, G. A. J. AMARATUNGA, A. C. FERRARI, D. ROY, J. ROBERTSON et W. I. MILNE : Growth process conditions of vertically aligned carbon nanotubes using plasma enhanced chemical vapor deposition. *Journal of Applied Physics*, 90(10):5308–5317, 2001.
- H.-Y. CHIU, P. HUNG, H. W. C. POSTMA et M. BOCKRATH : Atomic-scale mass sensing using carbon nanotube resonators. *Nano Letters*, 8(12):4342–4346, 2008.
- M. CHOUEIB : *Étude des propriétés physiques de nanofils individuels de carbure de silicium par émission de champs*. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard, 2009.
- M. CHOUEIB, A. AYARI, P. VINCENT, M. BECHELANY, D. CORNU et S. T. PURCELL : Strong deviations from Fowler-Nordheim behavior for field emission from individual SiC nanowires due to restricted bulk carrier generation. *Physical Review B*, 79:075421, 2009.

- A. N. CLELAND et M. L. ROUKES : Fabrication of high frequency nanometer scale mechanical resonators from bulk Si crystals. *Applied Physics Letters*, 69(18):2653–2655, 1996.
- A. N. CLELAND et M. L. ROUKES : Noise processes in nanomechanical resonators. *Journal of Applied Physics*, 92(5):2758–2769, 2002.
- P. G. COLLINS, M. HERSAM, M. ARNOLD, R. MARTEL et P. AVOURIS : Current Saturation and Electrical Breakdown in Multiwalled Carbon Nanotubes. *Physical Review Letters*, 86(14):3128–3131, 2001.
- J. B. CUI, R. SORDAN, M. BURGHARD et K. KERN : Carbon nanotube memory devices of high charge storage stability. *Applied Physics Letters*, 81(17):3260–3262, 2002.
- H. DAI, J. H. HAFNER, A. G. RINZLER, D. T. COLBERT et R. E. SMALLEY : Nanotubes as nanoprobe in scanning probe microscopy. *Nature*, 384:147–150, 1996a.
- H. DAI, A. RINZLERAND, P. NIKOLAEV, A. TRESS, D. T. COLBERT et R. E. SMALLEY : Single-wall nanotubes produced by metal-catalyzed disproportionation of carbon monoxide. *Chemical Physics Letters*, 260(3-4):471–475, 1996b.
- S. DATTA : *Electronic transport in mesoscopic systems*. Cambridge University Press, 1997.
- W. A. de HEER, A. CHÂTELAIN et D. UGARTE : A carbon nanotube field-emission electron source. *Science*, 270:1179–1180, 1995.
- N. de JONGE, Y. LAMY et M. KAISER : Controlled Mounting of Individual Multiwalled Carbon Nanotubes on Support Tips. *Nano Letters*, 3(12):1621–1624, 2003.
- R. S. DECCA, D. LÓPEZ, E. FISCHBACH et D. E. KRAUSE : Measurement of the Casimir force between dissimilar metals. *Physical Review Letters*, 91:050402, 2003.
- V. DERYCKE, R. MARTEL, J. APPENZELLER et P. AVOURIS : Controlling doping and carrier injection in carbon nanotube transistors. *Applied Physics Letters*, 80(15):2773–2775, 2002.
- M. DRESSELHAUS et G. D. P. AVOURIS : *Carbon nanotubes : synthesis, structure, properties, and applications*. Springer, 2001.
- T. DÜRKOP : *Electronic properties of carbon nanotubes studied in field-effect transistor geometries*. Thèse de doctorat, Université du Maryland, 2004.

- K. L. EKINCI : NEMS : All you need is feedback. *Nature Nanotechnology*, 3:319–320, 2008.
- K. L. EKINCI, X. M. H. HUANG et M. L. ROUKES : Ultrasensitive nanoelectromechanical mass detection. *Applied Physics Letters*, 84(22):4469–4471, 2004a.
- K. L. EKINCI et M. L. ROUKES : Nanoelectromechanical systems. *Review of Scientific Instruments*, 76:061101, 2005.
- K. L. EKINCI, Y. T. YANG et M. L. ROUKES : Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems. *Journal of Applied Physics*, 95(5):2682–2689, 2004b.
- A. ERBE, C. WEISS, W. ZWERGER et R. H. BLICK : Nanomechanical resonator shuttling single electrons at radio frequencies. *Physical Review Letters*, 87:096106, 2001.
- M. FAUCHER, B. GRIMBERT, Y. CORDIER, N. BARON, A. WILK, H. LAHRECHE, P. BOVE, M. FRANÇOIS, P. TILMANT, T. GEHIN, C. LEGRAND, M. WERQUIN, L. BUCHAILLOT, C. GAQUIÈRE et D. THÉRON : Amplified piezoelectric transduction of nanoscale motion in gallium nitride electromechanical resonators. *Applied Physics Letters*, 94:233506, 2009.
- X. L. FENG, R. HE, P. YANG et M. L. ROUKES : Very high frequency silicon nanowire electromechanical resonators. *Nano Letters*, 7(7):1953–1959, 2007.
- X. L. FENG, C. J. WHITE, A. HAJIMIRI et M. L. ROUKES : A self-sustaining ultrahigh-frequency nanoelectromechanical oscillator. *Nature Nanotechnology*, 3:342–346, 2008.
- R. H. FOWLER et L. W. NORDHEIM : Electron emission in intense electric fields. *Proceedings of the Royal Society of London*, 119(781):173–181, 1928.
- S. FRANK, P. PONCHARAL, Z. L. WANG et W. A. de HEER : Carbon nanotube quantum resistors. *Science*, 280:1744–1746, 1998.
- M. S. FUHRER, B. M. KIM, T. DÜRKOP et T. BRINTLINGER : High-mobility nanotube transistor memory. *Nano Letters*, 2(7):755–759, 2002.
- G. N. FURSEY : *Field Emission in Vacuum Microelectronics*. 2005.
- J. W. GADZUK et E. W. PLUMMER : Field emission energy distribution (FEED). *Reviews of Modern Physics*, 45(3):487–548, 1973.

- R. GAO, Z. L. WANGAND, Z. BAI, W. A. de HEER, L. DAI et M. GAO : Nanomechanics of individual carbon nanotubes from pyrolytically grown arrays. *Physical Review Letters*, 85(3):622–625, 2000.
- D. GARCIA-SANCHEZ, A. S. PAULO, M. J. ESPLANDIU, F. PEREZ-MURANO, L. FORRÓ, A. AGUASCA et A. BACHTOLD : Mechanical detection of carbon nanotube resonator vibrations. *Physical Review Letters*, 99, 2007.
- D. GARCIA-SANCHEZ, A. M. van der ZANDE, A. S. PAULO, B. LASSAGNE, P. L. MCEUEN et A. BACHTOLD : Imaging mechanical vibrations in suspended graphene sheets. *Nano Letters*, 8(5):1399–1403, 2008.
- L. GMELIN : *Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie : Silicium*. 8 éd., 1959.
- V. GOUTTENOIRE, T. BAROIS, S. PERISANU, J.-L. LECLERCQ, S. T. PURCELL, P. VINCENT et A. AYARI : Digital and FM demodulation of a doubly-clamped single wall carbon nanotube oscillator : towards a nano cell phone. *accepté dans Small*, 2010.
- C. GRILLET, P. POTTIER, X. LETARTRE, C. SEASSAL, P. ROJO-ROMEO, P. VIKTOROVITCH, M. L. V. D'YERVILLE et D. CASSAGNE : Characterisation of 2D photonic crystals cavities on InP membranes. *The European Physical Journal Applied Physics*, 16:37–44, 2001.
- Q. GU, A. FALK, J. WU, L. OUYANG et H. PARK : Current-driven phase oscillation and domain-wall propagation in $W_xV_{1-x}O_2$ nanobeams. *Nano Letters*, 7(2):363–366, 2007.
- A. GUPTA, D. AKIN et R. BASHIR : Detection of bacterial cells and antibodies using surface micromachined thin silicon cantilever resonators. *The Journal of Vacuum Science and Technology B*, 22(6):2785–2791, 2004.
- J. HAFNER, C. CHEUNG et C. LIEBER : Direct growth of single-walled carbon nanotube scanning probe microscopy tips. *Journal of the American Chemical Society*, 121(41), 1999a.
- J. HAFNER, C. CHEUNG et C. LIEBER : Growth of nanotubes for probe microscopy tips. *Nature*, 398:761–762, 1999b.
- J. B. HAGEN : *Radio-Frequency Electronics : Circuits and Applications*. Cambridge University Press, 1996.
- G. L. HARRIS : *Properties of Silicon Carbide*. 1995.

- E. C. HEERES, E. P. A. M. BAKKERS, A. L. ROES, M. KAISER, T. H. OOSTERKAMP et N. de JONGE : Electron emission from individual indium arsenide semiconductor nanowires. *Nano Letters*, 7(2):536–540, 2007.
- S. HEINZE, J. TERSOFF, R. MARTEL, V. DERYCKE, J. APPENZELLER et P. AVOURIS : Carbon nanotubes as schottky barrier transistors. *Applied Physics Letters*, 80:106801, 2002.
- R. HEYD, A. CHARLIER et E. MCRAE : Uniaxial-stress effects on the electronic properties of carbon nanotubes. *Physical Review B*, 55(11):6820–6824, 1997.
- J. Y. HUANG, S. CHEN, S. H. JO, Z. WANG, D. X. HAN, G. CHEN, M. S. DRESSELHAUS et Z. F. REN : Atomic-scale imaging of wall-by-wall breakdown and concurrent transport measurements in multiwall carbon nanotubes. *Physical Review Letters*, 94:236802, 2005.
- S. IIJIMA : Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 354:56–58, 1991.
- S. IIJIMA et T. ICHIHASHI : Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter. *Nature*, 363:603–605, 1993.
- B. ILIC, H. G. CRAIGHEAD, S. KRYLOV, W. SENARATNE, C. OBER et P. NEUZIL : Attogram detection using nanoelectromechanical oscillators. *Journal of Applied Physics*, 95(7):3694–3703, 2004.
- B. ILIC, S. KRYLOV, K. AUBIN, R. REICHENBACH et H. G. CRAIGHEAD : Optical excitation of nanoelectromechanical oscillators. *Applied Physics Letters*, 86:193114, 2005.
- T. ITOH et T. SUGA : Minimum detectable force gradients of piezoelectric microcantilever. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 5(3):231–236, 1995.
- A. JAVEY, J. GUO, Q. WANG, M. LUNDSTROM et H. DAI : Ballistic carbon nanotube field-effect transistors. *Nature*, 424:654–657, 2003.
- K. JENSEN, K. KIM et A. ZETTL : An atomic-resolution nanomechanical mass sensor. *Nature Nanotechnology*, 3:533–537, 2008.
- K. JENSEN, J. WELDON, H. GARCIA et A. ZETTL : Nanotube radio. *Nano Letters*, 7(11):3508–3511, 2007.
- C. JOURNET : *La production de nanotubes de carbone*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1998.

- K. KANAYA et S. OKAYAMA : Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets. *Journal of Physics D*, 5:43–58, 1972.
- C. KANE, E. MELE, R. LEE, J. FISCHER, P. PETIT, H. DAI, A. THESS, R. E. SMALLEY, A. VERSCHUEREN, S. TANS et C. DEKKER : Temperature dependent resistivity of single wall carbon nanotubes. *Europhysics Letters*, 41(6):683–688, 1998.
- D. KARABACAK, T. KOUH et K. L. EKINCI : Analysis of optical interferometric displacement detection in nanoelectromechanical systems. *Journal of Applied Physics*, 98:124309, 2005.
- D. KARABACAK, T. KOUH, C. C. HUANG et K. L. EKINCI : Optical knife-edge technique for nanomechanical displacement detection. *Applied Physics Letters*, 88:193122, 2006.
- G.-T. KIM, G. GU, U. WAIZMANN et S. ROTH : Simple method to prepare individual suspended nanofibers. *Applied Physics Letters*, 80(10):1815–1817, 2002.
- H. S. KIM, H. QIN et R. H. BLICK : Self excitation of nano-mechanical pillars. *arXiv :0708.1646v1*, 2007. <http://arxiv.org/abs/0708.1646>.
- W. KIM, A. JAVEY, O. VERMESH, Q. WANG, Y. LI et H. DAI : Hysteresis caused by water molecules in carbon nanotube field effect transistors. *Nano Letters*, 3(2):193–198, 2003.
- S. S. KISTLER : Coherent Expanded-Aerogels. *Journal of Physical Chemistry*, 36(1):52–64, 1932.
- R. KNOBEL et A. N. CLELAND : Piezoelectric displacement sensing with a single-electron transistor. *Applied Physics Letters*, 81(12):2258–2260, 2002.
- R. KNOBEL et A. N. CLELAND : Nanometre-scale displacement sensing using a single electron transistor. *Nature*, 424:291–293, 2003.
- J. KONG, N. R. FRANKLIN, C. ZHOU, M. G. CHAPLINE, S. PENG, K. CHO et H. DAI : Nanotube molecular wires as chemical sensors. *Science*, 287:622–625, 2000.
- J. KONG, E. YENILMEZ, T. TOMBLER, W. KIM, H. DAI, R. B. LAUGHLIN, L. LIU, C. S. JAYANTHI et S. WU : Quantum interference and ballistic transmission in nanotube electron waveguides. *Physical Review Letters*, 87:106801, 2001.

- T. KOUH, D. KARABACAK, D. H. KIM et K. L. EKINCI : Diffraction effects in optical interferometric displacement detection in nanoelectromechanical systems. *Applied Physics Letters*, 86:013106, 2005.
- A. KRISHNAN, E. DUJARDIN, T. W. EBBESEN, P. N. YIANILOS et M. M. J. TREACY : Young's modulus of single-walled nanotubes. *Physical Review B*, 58(20):14013–14019, 1998.
- R. V. KROTKOV, M. T. TUOMINEN et M. L. BREUER : Franklin's Bells and charge transport as an undergraduate lab. *American Journal of Physics*, 69(1):50–55, 2001.
- W. KRÄTSCHMER, L. D. LAMB, K. FOSTIROPOULOS et D. R. HUFFMAN : Solid C₆₀ : a new form of carbon. *Nature*, 347:354–358, 1990.
- M. D. LAHAYE, O. BUU, B. CAMAROTA et K. C. SCHWAB : Approaching the quantum limit of a nanomechanical resonator. *Science*, 304:74–77, 2004.
- W. R. L. LAMBRECHT, B. SEGALL, M. METHFESSEL et M. van SCHILFGAARDE : Calculated elastic constants and deformation potentials of cubic SiC. *Physical Review B*, 44(8):3685–3694, 1991.
- R. LANDAUER : Electrical resistance of disordered one-dimensional lattices. *Philosophical Magazine*, 21(172):863–867, 1970.
- B. LASSAGNE, D. GARCIA-SANCHEZ, A. AGUASCA et A. BACHTOLD : Ultrasensitive mass sensing with a nanotube electromechanical resonator. *Nano Letters*, 8(11):3735–3738, 2008.
- B. LASSAGNE, Y. TARAKANOV, J. KINARET, D. GARCIA-SANCHEZ et A. BACHTOLD : Coupling mechanics to charge transport in carbon nanotube mechanical resonators. *Science*, 325:1107–1110, 2009.
- N. V. LAVRIK et P. G. DATSKOS : Femtogram mass detection using photothermally actuated nanomechanical resonators. *Applied Physics Letters*, 82(16):2697–2699, 2003.
- C. LI et T.-W. CHOU : Single-walled carbon nanotubes as ultrahigh frequency nanomechanical resonators. *Physical Review B*, 68:073405, 2003.
- J. LI et S. EVOY : Study of laser-induced self-oscillations in silicon nanomechanical resonators. *Journal of Applied Physics*, 98:084316, 2005.

- M. LI, R. B. BHILADVALA, T. J. MORROW, J. A. SIOSS, K.-K. LEW, J. M. REDWING, C. D. KEATING et T. S. MAYER : Bottom-up assembly of large-area nanowire resonator arrays. *Nature Nanotechnology*, 3:88–92, 2008.
- M. LI, H. X. TANG et M. L. ROUKES : Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications. *Nature Nanotechnology*, 2:114–120, 2007.
- S. LI, Z. YU, S.-F. YEN, W. C. TANG et P. J. BURKE : Carbon nanotube transistor operation at 2.6 GHz. *Nano Letters*, 4(4):753–756, 2004.
- W. LIANG, M. BOCKRATH, D. BOZOVIC, J. H. HAFNER, M. TINKHAM et H. PARK : Fabry-Perot interference in a nanotube electron waveguide. *Nature*, 411:665–669, 2001.
- Y.-M. LIN et M.-H. REI : Process development for generating high purity hydrogen by using supported palladium membrane reactor as steam reformer. *International Journal of Hydrogen Energy*, 25(3):211–219, 2000.
- A. LOISEAU, P. LAUNOIS, P. PETIT, S. ROCHE et J.-P. SALVETAT : *Understanding carbon nanotubes : from basics to applications*. Springer, 2006.
- F. LÉONARD et J. TERSOFF : Role of Fermi-level pinning in nanotube Schottky diodes. *Physical Review Letters*, 84(20):4693–4696, 2000.
- J. P. LU : Elastic Properties of Carbon Nanotubes and Nanoropes. *Physical Review Letters*, 79(7):1297–1300, 1997.
- M. MARCHAND : *Emission de champs de nanotubes*. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard, 2009.
- M. S. MARCUS, J. M. SIMMONS, S. E. BAKER, R. J. HAMERS et M. A. ERIKSSON : Predicting the Results of Chemical Vapor Deposition Growth of Suspended Carbon Nanotubes. *Nano Letters*, 9(5):1806–1811, 2009.
- R. MARTEL, V. DERYCKE, C. LAVOIE, J. APPENZELLER, K. K. CHAN, J. TERSOFF et P. AVOURIS : Ambipolar Electrical Transport in Semiconducting Single-Wall Carbon Nanotubes. *Physical Review Letters*, 87:256805, 2001.
- R. MARTEL, T. SCHMIDT, H. R. SHEA, T. HERTEL et P. AVOURIS : Single- and multi-wall carbon nanotube field-effect transistors. *Applied Physics Letters*, 73(17):2447–2449, 1998.

- L. MARTY, A. IAIA, M. FAUCHER, V. BOUCHIAT, C. NAUD, M. CHAUMONT, T. FOURNIER et A. BONNOT : Self-assembled single wall carbon nanotube field effect transistors and AFM tips prepared by hot filament assisted CVD. *Thin Solid Films*, 501:299–302, 2006.
- H. Z. MASSOUD, J. D. PLUMMER et E. A. IRENE : Thermal oxidation of silicon in dry oxygen growth-rate enhancement in the thin regime. *Journal of The Electrochemical Society*, 132(11):2685–2693, 1985.
- E. D. MINOT : *Tuning the band structure of carbon nanotubes*. Thèse de doctorat, Université de Cornell, 2004.
- E. D. MINOT, Y. YAISH, V. SAZONOVA, J.-Y. PARK, M. BRINK et P. L. MCEUEN : Tuning carbon nanotube band gaps with strain. *Physical Review Letters*, 90:156401, 2003.
- K. MØLHAVE, S. B. GUDNASON, A. T. PEDERSEN, C. H. CLAUSEN, A. HORSEWELL et P. BØGGILD : Electron irradiation-induced destruction of carbon nanotubes in electron microscopes. *Ultramicroscopy*, 108:52–57, 2007.
- C. MONAT, C. SEASSAL, X. LETARTRE, P. REGRENY, P. ROJO-ROMEO, P. VIKTOROVITCH, M. L. V. D'YERVILLE, D. CASSAGNE, J. P. ALBERT, E. JALAGUIER, S. POCAS et B. ASPAR : InP-based two dimensional photonic crystal on silicon : In-plane Bloch mode laser. *Applied Physics Letters*, 81(27):5102–5104, 2002.
- C. T.-C. NGUYEN : Frequency-selective mems for miniaturized communication devices. *Proceedings of the 1998 IEEE Aerospace Conference*, 1:445–460, 1998.
- L. NICU, M. GUIARDEL, F. CHAMBOSE, P. ROUGERIE, S. HINH, E. TREVISIOL, J.-M. FRANCOIS, J.-P. MAJORAL, A.-M. CAMINADE, E. CATTAN et C. BERGAUD : Resonating piezoelectric membranes for microelectromechanically based bioassay : detection of streptavidin-gold nanoparticles interaction with biotinylated DNA. *Sensors and Actuators B : Chemical*, 110(1):125–136, 2005.
- L. W. NORDHEIM : The effect of the image force on the emission and reflexion of electrons by metals. *Proceedings of the Royal Society of London*, 121(788):626–639, 1928.
- T. W. ODOM, J.-L. HUANG, P. KIM et C. M. LIEBER : Atomic structure and electronic properties of single-walled carbon nanotubes. *Nature*, 391:62–64, 1998.

- M. P. PAÏDOUSSIS et G. X. LI : Pipes conveying fluid : a model dynamical problem. *Journal of Fluids and Structures*, 7(2):137–204, 1993.
- H. B. PENG, C. W. CHANG, S. ALONI, T. D. YUZVINSKY et A. ZETTL : Ultrahigh frequency nanotube resonators. *Physical Review Letters*, 97:087203, 2006.
- H. B. PENG, C. W. CHANG, S. ALONI, T. D. YUZVINSKY et A. ZETTL : Microwave electromechanical resonator consisting of clamped carbon nanotubes in an abacus arrangement. *Physical Review B*, 76:035405, 2007.
- S. PERISANU : Communication interne. 2009.
- S. PERISANU, V. GOUTTENOIRE, P. VINCENT, A. AYARI, M. CHOUEIB, M. BECHELANY, D. CORNU et S. T. PURCELL : Mechanical properties of SiC nanowires determined by scanning electron and field emission microscopies. *Physical Review B*, 77:165434, 2008.
- S. PERISANU, P. VINCENT, A. AYARI, M. CHOUEIB, M. BECHELANY, D. CORNU et S. T. PURCELL : High Q factor for mechanical resonances of batch-fabricated SiC nanowires. *Applied Physics Letters*, 90:043113, 2007a.
- S. PERISANU, P. VINCENT, A. AYARI, M. CHOUEIB, D. GUILLOT, M. BECHELANY, D. CORNU, P. MIELE et S. T. PURCELL : Ultra high sensitive detection of mechanical resonances of Nanowires by field emission microscopy. *Physica Status Solidi A*, 204(6):1645–1652, 2007b.
- A. A. PESETSKI, J. E. BAUMGARDNER, E. FOLK, J. X. P. J. D. ADAM et H. ZHANG : Carbon nanotube field-effect transistor operation at microwave frequencies. *Applied Physics Letters*, 88:113103, 2006.
- P. PONCHARAL, S. FRANK, Z. L. WANG et W. A. de HEER : Conductance quantization in multiwalled carbon nanotubes. *The European Physical Journal D*, 9:77–79, 2001.
- P. PONCHARAL, Z. L. WANG, D. UGARTE et W. A. de HEER : Electrostatic deflections and electromechanical resonances of carbon nanotubes. *Science*, 283:1513–1516, 1999.
- S. T. PURCELL, P. VINCENT, C. JOURNET et V. T. BINH : Hot nanotubes stable heating of individual multiwall carbon nanotubes to 2000 K induced by the field-emission current. *Physical Review Letters*, 88:105502, 2002a.
- S. T. PURCELL, P. VINCENT, C. JOURNET et V. T. BINH : Tuning of nanotube mechanical resonances by electric field pulling. *Physical Review Letters*, 89:276103, 2002b.

- M. RADOSAVLJEVIĆ, M. FREITAG, K. V. THADANI et A. T. JOHNSON : Nonvolatile molecular memory elements based on ambipolar nanotube field effect transistors. *Nano Letters*, 2(7):761–764, 2002.
- M. RADOSAVLJEVIĆ, J. LEFEBVRE et A. T. JOHNSON : High-field electrical transport and breakdown in bundles of single-wall carbon nanotubes. *Physical Review B*, 64:241307, 2001.
- B. C. REGAN, S. ALONI, R. O. RITCHIE, U. DAHMEN et A. ZETTL : Carbon nanotubes as nanoscale mass conveyors. *Nature*, 428:924–927, 2004.
- A. G. RINZLER, J. H. HAFNER, P. NIKOLAEV, P. NORDLANDER, D. T. COLBERT, R. E. SMALLEY, L. LOU, S. G. KIM et D. TOMÁNEK : Unraveling Nanotubes : Field Emission from an Atomic Wire. *Science*, 269:1550–1553, 1995.
- S. ROSENBLATT, H. LIN, V. SAZONOVA, S. TIWARI et P. L. MCEUEN : Mixing at 50 GHz using a single-walled carbon nanotube transistor. *Applied Physics Letters*, 87:153111, 2005.
- M. L. ROUKES : Nanoelectromechanical Systems. *Technical Digest of the 2000 Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, 2000.
- D. RUGAR, R. BUDAKIAN, H. J. MAMIN et B. W. CHUI : Single spin detection by magnetic resonance force microscopy. *Nature*, 430:329–332, 2004.
- C. RUTHERGLEN et P. BURKE : Carbon nanotube radio. *Nano Letters*, 7(11):3296–3299, 2007.
- D. B. RUTLEDGE : *The electronics of radio*. Cambridge University Press, 1999.
- J.-P. SALVETAT, G. ANDREW, D. BRIGGS, J.-M. BONARD, R. R. BACSA, A. J. KULIK, T. STÖCKLI, N. A. BURNHAM et L. FORRÓ : Elastic strain of freely suspended single-wall carbon nanotube ropes. *Physical Review Letters*, 82(5):944–947, 1999.
- S. SAPMAZ, Y. M. BLANTER, L. GUREVICH et H. S. J. van der ZANT : Carbon nanotubes as nanoelectromechanical systems. *Physical Review B*, 67:235414, 2003.
- V. SAZONOVA : *A tunable carbon nanotube resonator*. Thèse de doctorat, Université de Cornell, 2006.
- V. SAZONOVA, Y. YAISH, H. USTÜNEL, D. ROUNDY, T. A. ARIAS et P. L. MCEUEN : A tunable carbon nanotube electromechanical oscillator. *Nature*, 431:284–287, 2004.

- R. J. SCHOELKOPF, P. WAHLGREN, A. A. KOZHEVNIKOV, P. DELSING et D. E. PROBER : The radio-frequency single-electron transistor (RF-SET) : a fast and ultrasensitive electrometer. *Science*, 280:1238–1242, 1998.
- K. SCHWAB : Spring constant and damping constant tuning of nanomechanical resonators using a single-electron transistor. *Applied Physics Letters*, 80(7):1276–1278, 2002.
- J. F. SHACKELFORD et W. ALEXANDER : *Materials Science and Engineering Handbook*. CRC Press, 3 éd., 2001.
- H. SHIMAUCHI, Y. OHNO, S. KISHIMOTO et T. MIZUTANI : Suppression of hysteresis in carbon nanotube field-effect transistors : Effect of contamination induced by device fabrication process. *Japanese Journal of Applied Physics*, 45:5501–5503, 2006.
- V. SIDORKINA, A. van RUNA, A. van LANGEN-SUURLINGA, A. GRIGORESCU et E. van der DRIFT : Towards 2-10 nm electron-beam lithography : A quantitative approach. *Proceedings of the Micro- and Nano-Engineering 2007 Conference*, 85:5–6, 2008.
- D. V. SINGH, K. A. JENKINS, J. APPENZELLER, D. NEUMAYER, A. GRILL et H.-S. P. WONG : Frequency response of top-gated carbon nanotube field-effect transistors. *IEEE Transactions on Nanotechnology*.
- C. STAMPFER, A. JUNGEN, R. LINDERMAN, D. OBERGFELL, S. ROTH et C. HIEROLD : Nano-electromechanical displacement sensing based on single-walled carbon nanotubes. *Nano Letters*, 6(7):1449–1453, 2006.
- G. A. STEELE, A. K. HÜTTEL, B. WITKAMP, M. POOT, H. B. MEERWALDT, L. P. KOUWENHOVEN et H. S. J. van der ZANT : Strong coupling between single-electron tunneling and nanomechanical motion. *Science*, 325:1103–1107, 2009.
- K. SUENAGA, C. COLLIEX, N. DEMONCY, A. LOISEAU, H. PASCARD et F. WILLAIME : Synthesis of Nanoparticles and Nanotubes with Well-Separated Layers of Boron Nitride and Carbon. *Science*, 278:653–655, 1997.
- L. W. SWANSON et A. E. BELL : Recent advances in field electron microscopy of metals. *Advances in Electronics and Electron Physics*, 1975.
- J. TANG, G. YANG, Q. ZHANG, A. PARHAT, B. MAYNOR, J. LIU, L.-C. QIN et O. ZHOU : Rapid and reproducible fabrication of carbon nanotube AFM probes by dielectrophoresis. *Nano Letters*, 5(1):11–14, 2005.

- S. J. TANS, A. R. M. VERSCHUEREN et C. DEKKER : Room-temperature transistor based on a single carbon nanotube. *Nature*, 393:49–52, 1998.
- T. THOME, D. BRAGA et G. BLAISE : Effect of current density on electron beam induced charging in sapphire and yttria-stabilized zirconia. *Journal of Applied Physics*, 95(5):2619–2624, 2004.
- T. THOME, D. BRAGA, G. BLAISE, J. COUSTY, L. P. VAN et J. M. COSTANTINI : Charging kinetics in virgin and 1 MeV-electron irradiated yttria-stabilized zirconia in the 300-1000 K range. *Materials Science and Engineering : B*, 130:177–183, 2006.
- M. M. J. TREACY, T. W. EBBESEN et J. M. GIBSON : Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes. *Nature*, 381:678–680, 1996.
- F. S. TSE, I. E. MORSE et R. T. HINKLE : *Mechanical Vibrations*. Allyn and Bacon, 1978.
- H. USTÜNEL, D. ROUNDY et T. A. ARIAS : Modeling a suspended nanotube oscillator. *Nano Letters*, 5(3):523–526, 2005.
- R. van ZYL, W. PEROLD et R. BOTHA : The Gunn-diode : Fundamentals and Fabrication. *Communications and Signal Processing, 1998. COMSIG '98. Proceedings of the 1998 South African Symposium on*, p. 407–412, 1998.
- P. VINCENT : *Synthèse, caractérisation et étude des propriétés d'émission de champ de nanotubes de carbone*. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard, 2002.
- P. VINCENT, S. PERISANU, A. AYARI, M. CHOUEIB, V. GOUTTENOIRE, M. BECHELANY, A. BRIOUDE, D. CORNU et S. T. PURCELL : Driving self-sustained vibrations of nanowires with a constant electron beam. *Physical Review B*, 76:085435, 2007.
- P. VINCENT, S. T. PURCELL, C. JOURNET et V. T. BINH : Modelization of resistive heating of carbon nanotubes during field emission. *Physical Review B*, 66:075406, 2002.
- E. C. WALTER, R. M. PENNER, H. LIU, K. H. NG, M. P. ZACH et F. FAVIER : Sensors from electrodeposited metal nanowires. *Surface and Interface Analysis*, 34:409–412, 2002.
- D. A. WALTERS, L. M. ERICSON, M. J. CASAVANT, J. LIU, D. T. COLBERT, K. A. SMITH et R. E. SMALLEY : Elastic strain of freely suspended single-wall carbon nanotube ropes. *Applied Physics Letters*, 74(25):3803–3805, 1999.

- G. WENTZEL : Eine verallgemeinerung der quantenbedingungen für die zwecke der wellenmechanik. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*, 38:518–529, 1926.
- J. W. G. WILDÖER, L. C. VENEMA, A. G. RINZLER, R. E. SMALLEY et C. DEKKER : Electronic structure of atomically resolved carbon nanotubes. *Nature*, 391:59–62, 1998.
- P. A. WILLIAMS, S. J. PAPADAKIS, A. M. PATEL, M. R. FALVO, S. WASHBURN et R. SUPERFINE : Fabrication of nanometer-scale mechanical devices incorporating individual multiwalled carbon nanotubes as torsional springs. *Applied Physics Letters*, 82(5):805–807, 2003.
- B. WITKAMP, M. POOT et H. S. J. van der ZANT : Bending-mode vibration of a suspended nanotube resonator. *Nano Letters*, 6(12):2904–2908, 2006.
- E. W. WONG, P. E. SHEEHAN et C. M. LIEBER : Nanobeam mechanics : elasticity, strength, and toughness of nanorods and nanotubes. *Science*, 277:1971–1975, 1997.
- S. S. WONG, E. JOSELEVICH, A. T. WOOLLEY, C. L. CHEUNG et C. M. LIEBER : Covalently functionalized nanotubes as nanometresized probes in chemistry and biology. *Nature*, 394:52–55, 1998a.
- S. S. WONG, A. T. WOOLLEY, T. W. ODOM, J.-L. HUANG, P. KIM, D. V. VEZENOV et C. M. LIEBER : Single-walled carbon nanotube probes for high-resolution nanostructure imaging. *Applied Physics Letters*, 73(23):3465–3467, 1998b.
- Y. WU, M. HUANG, F. WANG, X. M. H. HUANG, S. ROSENBLATT, L. HUANG, H. YAN, S. P. O'BRIEN, J. HONE et T. F. HEINZ : Determination of the young's modulus of structurally defined carbon nanotubes. *Nano Letters*, 8(12):4158–4161, 2008.
- N. S. XU, S.-Z. DENG et J. CHEN : Nanomaterials for field electron emission : preparation, characterization and application. *Ultramicroscopy*, 95:19–28, 2003.
- N. S. XU et S. E. HUQ : Novel cold cathode materials and applications . *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 48:47–189, 2005.
- M. J. YACAMÀN, M. M. YOSHIDA, L. RENDON et J. G. SANTIESTEBAN : Catalytic growth of carbon microtubules with fullerene structure. *Applied Physics Letters*, 62(6):657–659, 1993.
- Y. YAISH, J.-Y. PARK, S. ROSENBLATT, V. SAZONOVA, M. BRINK et P. L. MCEUEN : Electrical nanoprobng of semiconducting carbon nanotubes using an atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 92:046401, 2004.

- B. I. YAKOBSON : *Recent advances in the chemistry and physics of fullerenes and related materials*, vol. 97-14. Electrochemical Society, 1997.
- B. I. YAKOBSON, C. J. BRABEC et J. BERNHOLC : Nanomechanics of Carbon Tubes : Instabilities beyond Linear Response. *Physical Review Letters*, 76(14):2511–2514, 1996.
- L. YANG, M. P. ANANTRAM, J. HAN et J. P. LU : Band-gap change of carbon nanotubes : Effect of small uniaxial and torsional strain. *Physical Review B*, 60(19):13874–13878, 1999.
- Y. T. YANG, C. CALLEGARI, X. L. FENG, K. L. EKINCI et M. L. ROUKES : Zeptogram-scale nanomechanical mass sensing. *Nano Letters*, 6(4):583–586, 2006.
- Z. YAO, C. L. KANE et C. DEKKER : High-field electrical transport in single-wall carbon nanotubes. *Physical Review Letters*, 84(13):2941–2944, 2000.
- M.-F. YU, B. S. FILES, S. AREPALLI et R. S. RUOFF : Tensile loading of ropes of singlewall carbon nanotubes and their mechanical properties. *Physical Review Letters*, 84(24):5552–5555, 2000.
- C. ZHOU, J. KONG et H. DAI : Intrinsic electrical properties of individual single-walled carbon nanotubes with small band gaps. *Physical Review Letters*, 84(24):5604–5607, 2000.