



**HAL**  
open science

# Conception d'une plateforme microrobotique pour la manipulation et la caractérisation de films fins

Bruno Sauvet

► **To cite this version:**

Bruno Sauvet. Conception d'une plateforme microrobotique pour la manipulation et la caractérisation de films fins. Automatique / Robotique. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2013. Français. NNT: . tel-00803822

**HAL Id: tel-00803822**

**<https://theses.hal.science/tel-00803822>**

Submitted on 22 Mar 2013

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

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

# Thèse

présentée à

**L'Université Pierre et Marie Curie**

par

**Bruno SAUVET**

pour obtenir le diplôme de

**Doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie**

**Spécialité : Robotique**

---

**Conception d'une plateforme microrobotique pour la  
manipulation et la caractérisation de films fins**

---

*Soutenue le 28 février 2013*

## **JURY**

M.	A. FERREIRA	Professeur à l'ENSI de Bourges	Rapporteur
M.	P. LUTZ	Professeur à FEMTO-ST	Rapporteur
M.	B. CAGNEAU	Maître de conférences à l'Université de Versailles Saint-Quentin	Examineur
M.	S. HALIYO	Maître de conférences à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur
M.	S. REGNIER	Directeur de thèse	
		Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur
M.	A. SHUKLA	Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur



# Thèse

présentée à

**L'Université Pierre et Marie Curie**

par

**Bruno SAUVET**

pour obtenir le diplôme de

**Doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie**

**Spécialité : Robotique**

---

**Conception d'une plateforme microrobotique pour la  
manipulation et la caractérisation de films fins**

---

*Soutenue le 28 février 2013*

## **JURY**

M.	A. FERREIRA	Professeur à l'ENSI de Bourges	Rapporteur
M.	P. LUTZ	Professeur à FEMTO-ST	Rapporteur
M.	B. CAGNEAU	Maître de conférences à l'Université de Versailles Saint-Quentin	Examineur
M.	S. HALIYO	Maître de conférences à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur
M.	S. REGNIER	Directeur de thèse	
		Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur
M.	A. SHUKLA	Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie	Examineur



# Conception d'une plateforme microrobotique pour la manipulation et la caractérisation de films fins

## Résumé

Les nanosciences s'intéressent de plus en plus aux forts potentiels des objets surfaciques. Isolé récemment, le graphène en constitue un très bon exemple. Fort d'une résistance mécanique supérieure à celle de l'acier et d'une conductivité très élevée, il apparaît comme un candidat prometteur pour de nombreuses applications. Cependant, l'utilisation et l'exploitation de ce type d'objet requièrent une étude approfondie pour comprendre leurs comportements physiques. Par définition les objets surfaciques ont une géométrie assimilable à une structure plane comme un film ou une membrane. Ils possèdent deux dimensions de taille micrométrique nettement supérieures à la troisième de taille nanométrique. Les objets surfaciques maximisent donc leurs surfaces de contact. Comme le micromonde est largement dominé par les forces surfaciques, ces échantillons maximisent les forces d'adhésion avec un substrat. Leurs études passent donc par la capacité à transférer, à observer et à caractériser cette classe d'échantillons. Cette thèse s'articule autour de ces 3 points clefs.

- la mise au point d'une méthode robotisée de transfert de film fin sous microscopie optique
- la conception d'une plateforme multi-outils de caractérisation sous microscopie électronique et également d'outils pour améliorer l'observation sous cette microscopie
- la caractérisation en raideur de membrane comme illustration des développements proposés

Cette thèse montre les difficultés inhérentes aux objets surfaciques mais aussi leurs forts potentiels. Par extension, elle démontre l'importance de posséder des outils adaptés à cette classe d'échantillons. Enfin, elle montre la faisabilité des approches robotiques retenues et ouvre de nombreuses perspectives à partir des outils développés pour les différentes phases d'études de ces membranes.

**Mots clefs :** micro-manipulation, film fin, réalité virtuelle, caractérisation, plateforme, transfert, collage, conception

## Abstract

Nanosciences have shown increasing interest in the potential of bidimensional objects. A very good example of this is graphene, which was recently isolated. As it benefits from both a higher mechanical resistance than steel and a very high conductivity, it appears as a strong candidate for many applications. However, using and fully exploiting these objects requires an in-depth study of their physical behaviour. Bidimensional objects are plane structures such as films and membranes : they are nanometrically thin. The area of contact with a surface is therefore maximised. As the microworld is largely dominated by surface forces, their adhesion on substrates is also maximised. Their study requires the ability to transfer, observe and characterise this kind of samples. This PhD thesis is structured around 3 steps :

- setting up a robotised method to transfer thin films under an optical microscope ;
- designing a multi-tool characterisation platform under an electronic microscope, as well as tools to improve observation under such a microscope ;
- to illustrate the proposed methods, characterising the stiffness of membranes.

This PhD work showcases the difficulties related to bidimensional objects as well as their high potential. As such, it emphasises the importance of using tools designed with the manipulation of such samples in mind. Finally, it stands as a proof-of-concept of the selected robotic methods and opens up many prospective applications based on the tools designed for the study of the aforementioned membranes.

**Keywords :** micro-manipulation, thin films, virtual reality, characterization, platform, transfer, adhesion, design



---

---

# Remerciements

---

Je tiens tout d'abord à adresser ma reconnaissance à Stéphane Régnier, Professeur à l'université Pierre et Marie Curie et Sinan Haliyo, Maître de Conférences à l'université Pierre et Marie Curie pour la confiance qu'ils m'ont accordé. Leurs enseignements durant mes études ainsi que leurs encadrements durant ma thèse furent réellement des moments enrichissants. Je suis heureux et fier d'avoir partagé ces 3 années de thèse avec vous.

Je veux également remercier toute l'équipe MAP, nouvellement MicRob, les anciens autant que les nouveaux pour le plaisir que j'ai eu à travailler avec eux et la bonne ambiance qui règne dans l'équipe, Aude (une mention spéciale pour toi), Abdenbi, Cécile, Gilgueng, Denis, Sébastien, Puco, Laura, Soukeyna, le duo Jean-Ochin & Allister, et enfin la chine Zhenjiang, Tianming, Tiantian, mais également les stagiaires, Mathieu, Huikhang, Ludovico et les autres.

Je ne saurais oublier de remercier le personnel administratif de l'ISIR, Ludovic, Michèle, Camille, Yves, Adela, Sylvain, qui sont à la base du bon fonctionnement de ce laboratoire.

J'ai une pensée sympathique pour tout les doctorants que j'ai eu le plaisir de rencontrer ainsi que la fine équipe avec qui j'ai passé le Master robotique (ils se reconnaîtront :D) : Joseph, Pierre (encore un effort c'est bientôt fini), Eric, Nicolas, Yan, Consuelo, Juan-Manuel (accroche-toi également), Anja, Vincent, Eric, Cong, j'en oublie très certainement qu'ils m'en excusent.

Une mention particulière pour Danielle et Bertrand Pétré pour leur soutien ainsi que leurs précieuses relectures orthographiques pour ce manuscrit. Je tiens également à remercier ma famille ainsi que mes amis (non, Chupa Cabron c'est jamais fini) pour leur soutien.

Enfin, je finis ces remerciements en exprimant mon amour pour ma compagne Marie-Amélie Pétré, qui m'a supporté et soutenu tout les jours de cette thèse et bien avant. Les remerciements n'étant pas un exercice facile, que ceux qui ne s'y retrouvent pas ne m'en tiennent pas rigueur.

Merci à tous

*Bruno Sauvet le 01/02/2013*



---

---

# Table des matières

---

<b>Table des matières</b>	<b>i</b>
<b>Table des figures</b>	<b>v</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>1 Les membranes à l'échelle microscopique</b>	<b>5</b>
1 État de l'art . . . . .	6
1.1 La physique du micromonde . . . . .	6
1.1.1 Effet d'échelle . . . . .	7
1.1.2 Les forces surfaciques . . . . .	7
1.2 Imagerie des objets surfaciques . . . . .	9
1.2.1 Microscopie optique . . . . .	9
1.2.2 Microscopie à sonde locale . . . . .	10
1.2.3 Microscopie électronique . . . . .	11
1.2.4 Spectroscopie Raman . . . . .	11
1.3 Manipulation et transfert . . . . .	12
1.3.1 Micromanipulation robotisée . . . . .	12
1.3.2 Manipulation de films fins . . . . .	14
1.3.3 Transfert de films fins . . . . .	16
2 Les membranes de graphite et de graphène . . . . .	19
2.1 Mode de production . . . . .	20
2.1.1 Graphène exfolié mécaniquement . . . . .	20
2.1.2 Oxyde de graphène . . . . .	21
2.1.3 Graphène épitaxié et dépôt chimique en phase vapeur . . . . .	22
2.2 Propriétés physiques . . . . .	22
2.3 Enjeu du transfert du graphène . . . . .	26
3 Objectifs . . . . .	26

<b>2</b>	<b>Micromanipulation de membranes de graphite par collage</b>	<b>29</b>
1	Micromanipulation de membranes de graphite . . . . .	29
2	Analyse de l'échantillon et des méthodes de manipulation . . . . .	30
2.1	Préparation de l'échantillon . . . . .	30
2.2	Analyse des stratégies conventionnelles de micromanipulation . . . . .	31
3	Plateforme de micromanipulation robotisée par collage . . . . .	33
3.1	Description de la plateforme . . . . .	33
3.2	Micromanipulation par collage . . . . .	34
3.2.1	Collage et détachement de l'échantillon . . . . .	34
3.2.2	Dépose de l'échantillon saisi . . . . .	36
3.3	Résultats expérimentaux obtenus . . . . .	37
3.3.1	Application au graphite . . . . .	37
3.3.2	Application au graphène . . . . .	41
3.4	Discussion . . . . .	41
4	Plateforme robotisée à deux doigts indépendants sous environnement contrôlé . . . . .	44
4.1	Différents éléments de la plateforme . . . . .	45
4.2	Conception et intégration d'une chambre sous vide . . . . .	47
4.3	Résultats expérimentaux . . . . .	48
5	Analyse et synthèse . . . . .	51
<b>3</b>	<b>Conception d'une plateforme robotisée sous MEB</b>	<b>53</b>
1	Plateforme robotisée sous microscopie électronique . . . . .	54
1.1	État de l'art . . . . .	54
1.2	Cahier des charges de la plateforme . . . . .	57
1.3	Conception et réalisation de la plateforme . . . . .	60
2	Assistance à l'opérateur pour la téléopération nanorobotique . . . . .	62
2.1	Atténuation du bruit à haute fréquence du MEB . . . . .	62
2.2	Réalité Virtuelle . . . . .	66
2.2.1	Environnement virtuel et modélisation . . . . .	67
2.2.2	Synchronisation de la plateforme par rapport à la chambre . . . . .	67
2.2.3	Synchronisation des portes-outils et porte-échantillon . . . . .	73
3	Analyse et synthèse . . . . .	74
<b>4</b>	<b>Caractérisation des propriétés mécaniques des membranes</b>	<b>77</b>
1	Échantillons et méthode de mesure de la raideur . . . . .	78
1.1	Description des membranes . . . . .	78
1.2	L'outil de caractérisation . . . . .	80
1.3	Méthode de mesure du diapason avec pointe . . . . .	82
1.3.1	Modélisation en mode non contact . . . . .	82
1.3.2	Modèle dynamique en contact . . . . .	83
1.3.3	Calibration de la raideur du diapason . . . . .	85
2	Validation expérimentale de la mesure de raideur par diapason . . . . .	86
2.1	Description du système . . . . .	86
2.2	Caractérisation de la raideur d'une poutre AFM . . . . .	88
2.3	Limites de la caractérisation sous optique de membranes . . . . .	89
3	Caractérisation mécanique de membranes sous microscopie électronique . . . . .	90

---

3.1	Plateforme de caractérisation et capteur . . . . .	91
3.1.1	Plateforme robotisée de déplacement et environnement virtuel . . . . .	91
3.1.2	Calibration du diapason . . . . .	92
3.2	Cartographie en raideur de membranes . . . . .	94
3.2.1	Mesures . . . . .	94
3.2.2	Discussion . . . . .	96
4	Conclusion et perspectives . . . . .	96
<b>Conclusions et perspectives</b>		<b>99</b>
<b>Notations et abréviations</b>		<b>103</b>
<b>Annexes</b>		<b>107</b>
<b>A Modèle géométrique de la platine du MEB</b>		<b>107</b>
<b>B Algorithme de suivi pour la platine</b>		<b>109</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>113</b>



---

---

# Table des figures

---

1.1	Exemple de films fins de graphite multi-couches. . . . .	5
1.2	Exemple d'effet d'échelle. . . . .	7
1.3	Graphène illuminé par différentes longueurs d'onde . . . . .	10
1.4	Imagerie à l'échelle micrométrique . . . . .	11
1.5	Décollement de couches de graphène . . . . .	14
1.6	Fracture par oxydation et schéma du montage . . . . .	14
1.7	Grand film de graphène transféré par PMMA . . . . .	16
1.8	Schéma de production de graphène sur du cuivre . . . . .	17
1.9	Construction à base de graphène. . . . .	19
1.10	Graphène exfolié mécaniquement . . . . .	20
1.11	Comparaison des résistances à la traction . . . . .	23
1.12	Schéma du graphène dans une micro-chambre . . . . .	24
2.1	Multiples films fins de graphite . . . . .	31
2.2	Représentation CAO du système . . . . .	34
2.3	Schéma de la méthode de collage complète . . . . .	35
2.4	Décollement d'un film fin de graphite . . . . .	36
2.5	Dépose et ablation mécanique de membrane collée sur le pyrex . . . . .	37
2.6	Manipulation d'une petite surface de film fin . . . . .	38
2.7	Mesure par AFM de l'épaisseur de membrane de graphène . . . . .	38
2.8	Film fin transféré sur une grille TEM imagée sous MEB . . . . .	39
2.9	Lithographie effectuée avec une pipette en verre . . . . .	40
2.10	Tranchée et détachement de graphite . . . . .	40
2.11	Manipulation par collage de MLG d'épaisseur inférieure à 10 nm . . . . .	41
2.12	Décollement d'une couche fine de graphène accolée à une zone plus épaisse . . . . .	42
2.13	Transfert de film fin sur une grille TEM . . . . .	44
2.14	Différents éléments et vue d'ensemble de la platine multi-doigts . . . . .	46
2.15	Représentation en 3D de l'enceinte sous vide . . . . .	47

2.16	Décollement de film de graphite sur un substrat comportant des tranchées . . . . .	49
2.17	Décollement de film de graphène sur grille TEM de cuivre . . . . .	49
2.18	Décollement de film de graphite sur grille TEM de cuivre . . . . .	50
3.1	plateforme de nanomanipulation [Bartenwerfer 12] . . . . .	55
3.2	Plateforme de nanomanipulation [Zhang 13] . . . . .	56
3.3	Contraintes d'encombrement liées à la chambre du MEB . . . . .	59
3.4	Plateforme robotique de nanomanipulation . . . . .	61
3.5	Comparaison du bruit d'un détail d'une image obtenue au MEB . . . . .	63
3.6	Schéma de l'algorithme de débruitage. . . . .	64
3.7	Évolution de l'indice PSNR . . . . .	65
3.8	Exemple d'application de la méthode de débruitage en temps réels . . . . .	65
3.9	Gros plan des images MEB . . . . .	65
3.10	Vue intérieure de la chambre principale d'un MEB . . . . .	66
3.11	Manipulateurs et leur modélisation sous Blender . . . . .	68
3.12	Représentation virtuelle de l'ensemble platine et plateforme . . . . .	68
3.13	Suivi de la mire par modèle CAO . . . . .	69
3.14	Schéma des repères géométriques du système . . . . .	70
3.15	Déplacement manuel de la platine et résultat dans l'environnement virtuel . . . . .	71
3.16	Bruit statique de l'algorithme . . . . .	72
3.17	Translation par palier de la platine . . . . .	72
3.18	Schéma de commande depuis le système réel, . . . . .	73
3.19	Schéma de commande depuis le système virtuel . . . . .	74
4.1	Membranes suspendues d'InP imagées au MEB . . . . .	79
4.2	Ensemble de membranes d'InP imagées au MEB . . . . .	79
4.3	Diapason et capteur . . . . .	80
4.4	Représentation de diapason par le modèle de [Castellanos-Gomez 09]. . . . .	82
4.5	Schéma de la station Nanonis . . . . .	87
4.6	Caractérisation d'un diapason par la méthode des masses additionnelles . . . . .	87
4.7	Caractérisation d'une poutre AFM . . . . .	88
4.8	Membrane d'InP imagée par microscopie optique inclinée avec un objectif 20x . . . . .	89
4.9	Limites rencontrées lors de la caractérisation sous optique . . . . .	90
4.10	Environnement virtuel de la plateforme de caractérisation de membrane équipée d'un diapason. . . . .	91
4.11	Descente du capteur vers les échantillons . . . . .	92
4.12	Cartographie de membranes en cours de manipulation sous MEB . . . . .	93
4.13	Résultats de cartographie en raideur de membranes d'InP . . . . .	95
A.1	Positions des différents centres géométriques . . . . .	108

---

---

# Introduction générale

---

De nombreux domaines, comme l'électronique, la physique des matériaux ou encore les sciences de la vie, sont concernés par les applications potentielles du domaine des nanosciences. Cet essor considérable est en partie dû à l'apparition des nouvelles structures comme des nanotubes ou des nanohélices. L'utilisation et l'exploitation de ces nouveaux composants nécessitent néanmoins une étude approfondie pour mieux comprendre leur comportement physique. La caractérisation *in situ* de leurs propriétés, c'est-à-dire sur le lieu même de fabrication, est donc un enjeu majeur des nanosciences actuelles.

Cependant ces études se heurtent au problème de l'échelle. La physique du micromonde est fondamentalement différente de celle de l'échelle macroscopique puisque les forces surfaciques dominent les autres forces existantes comme la gravité. De la même façon, du fait des échelles micro ou nanoscopiques considérées, la moindre interaction avec ces objets est impossible pour l'homme. La réalisation de ces études passe donc par la mise au point de systèmes interactifs et pilotés par un utilisateur.

Aujourd'hui, la recherche s'intéresse de plus en plus aux objets bidimensionnels. La récente découverte du graphène et de ses nombreuses propriétés en sont un parfait exemple. Ce matériau est notamment plus résistant mécaniquement que l'acier et plus conducteur que le silicium. C'est un candidat prometteur pour révolutionner un grand nombre d'applications.

Par définition, les objets surfaciques ont une géométrie assimilable à une structure plane comme un film ou une membrane. Ils possèdent deux dimensions de taille micrométrique nettement supérieures à la troisième de taille nanométrique. Par conséquent, ces objets maximisent la surface de contact, et par extension les forces d'adhésion sur leur substrat d'origine. Les méthodes classiques de préhension telles que les micropinces robotisées ne semblent aujourd'hui pas capables de résoudre le problème de leur manipulation. Il existe ainsi de nombreuses méthodes

pour fabriquer ces objets surfaciques mais le transfert de ces objets de leur substrat de production vers un substrat de mesure est un problème ouvert aujourd'hui. Il convient alors de se doter d'outils ou de méthodes capables de déplacer ce type d'objets vers les lieux de leur caractérisation. Il est également important de s'assurer que ces techniques ne modifient pas leurs propriétés physiques durant ce transfert. Une fois transféré, l'échantillon peut être analysé et étudié, par exemple, sous microscope électronique par un opérateur.

Cette thèse s'intéresse donc aux trois étapes clefs dans l'étude d'un objet surfacique : la mise au point d'une nouvelle méthode robotisée de transfert de film fin, l'élaboration d'outils d'assistance pour faciliter le travail de l'opérateur et la caractérisation physique *in situ* de membranes. Le présent document est composé de quatre chapitres, chacun dédié à une étape spécifique de l'étude d'un objet surfacique.

Le premier chapitre présente les différentes propriétés des objets surfaciques pour mieux appréhender leur comportement aux petites échelles. Une description de la physique est effectuée pour évaluer son influence sur la manipulation des films fins. Après une description des techniques d'observation de ces objets, une étude bibliographique sur les méthodes actuelles de leurs manipulations et de leur transfert est proposée. Elle montre que, malgré certains avantages, ces techniques de transferts sont encore fortement liées aux stratégies de transferts chimiques. Cette caractéristique induit l'élimination du substrat de fabrication par un nettoyage chimique, pouvant engendrer une pollution de l'échantillon. Cette contrainte ne peut garantir une qualité optimale de l'objet manipulé. Un exemple de film fin est proposé autour du graphène. Ce matériau étonnant, isolé en 2004, présente un grand nombre de propriétés intéressantes, mécanique, électronique ou optique. Cette étude permet de mieux comprendre les enjeux de ces nouvelles structures surfaciques. L'enjeu de la capacité de transfert des films fins est abordé. Une première réflexion montre l'intérêt de disposer de méthode de transfert et de manipulation garantissant un film « propre » de dopage ou de toute introduction de défaut dans la structure.

Le deuxième chapitre concerne la mise au point d'une méthode originale robotisée de transfert de film fin. Celle-ci est conçue à partir d'un cahier des charges strict sur la qualité des échantillons après le transfert. Une nouvelle approche est proposée à partir d'un système robotisé et d'un collage localisé sous microscopie optique. Cette méthode est testée avec succès sur des films de graphite de 10 nm d'épaisseur. En plus de cette méthode de transfert, ce chapitre présente un second système robotisé multi-outils pour améliorer la dextérité lors des tâches de manipulation d'objets surfaciques. Des essais sont effectués sur des films fins avec des substrats fonctionnalisés. Malgré les limites rencontrées pour le transfert de film de moindres épaisseurs, ces méthodes montrent le potentiel des techniques hybrides physico-chimico-robotiques pour ce problème. L'analyse de ces méthodes nous donne des indices importants. Le premier concerne les limites de la microscopie optique pour la manipulation d'objet surfacique. La réponse à cette difficulté passe par l'utilisation de microscopie électronique qui présente une meilleure profondeur de champ ainsi qu'une plus grande résolution. Le second point est l'intérêt d'un système multi-outils commandé en boucle fermée pour atteindre des résolutions adéquates par rapport à la géométrie du système. Le troisième point porte sur l'importance de degrés de liberté du système robotisé. Ces conclusions sont à la base d'un cahier des charges pour la conception d'une nouvelle plateforme robotisée.

Le troisième chapitre traite de la téléopération pour la manipulation des objets bidimensionnels sous microscope électronique. L'opérateur est au centre du système pour obtenir des tâches de manipulations manuelles ou semi-automatisées. Une étude bibliographique des plateformes usuelles sous microscope électronique vient compléter le cahier des charges du deuxième chapitre. Cette étude montre l'importance d'actionneurs de résolutions différentes, micrométriques et nanométriques. À l'aide de ce cahier des charges, une plateforme robotisée est conçue sous un microscope électronique. Celle-ci dispose de 9 degrés de liberté et d'une résolution nanométrique. Elle est composée d'un système multi-outils ainsi que d'un support robotisé pour les échantillons. Cette plateforme est montée sur une platine d'observation à 5 degrés de liberté (3 translations, 1 rotation et 1 inclinaison). Dans le cadre d'une approche orientée opérateur, les problèmes d'observation de la manipulation sont abordés. Deux observations sont nécessaires pour l'opérateur : l'une pour observer le contact outil/échantillon et l'autre pour observer le comportement de la plateforme. Cependant en microscopie électronique ces observations sont indirectes du fait de la nécessité d'employer une enceinte sous vide. Des outils sont ainsi proposés pour améliorer cette visualisation de la scène. Le premier est un algorithme pour débruiter en temps réel l'image du microscope électronique. Le second s'appuie sur la réalité virtuelle pour l'observation de la plateforme. Cet outil de réalité virtuelle donne à l'opérateur une vision 3D de la scène par rapport à la chambre confinée du microscope électronique. L'opérateur exploite cet outil pour piloter en temps réel la plateforme grâce au couplage de la plateforme avec l'environnement virtuel. Cet outil simplifie l'utilisation d'un système robotisé à cinématique complexe par des retours d'informations visuels .

Le dernier chapitre est consacré à la caractérisation mécanique *in situ* de membranes suspendues d'*InP*. Ces échantillons se présentent sous la forme d'une membrane maintenue par quatre attaches au-dessus du substrat. À partir de la plateforme conçue dans le chapitre précédent et des outils proposés, quatre membranes sont étudiées. Un outil dynamique de caractérisation mécanique, un diapason, est exploité à l'extrémité du système robotisé. La modélisation de cet outil est proposée pour comprendre son fonctionnement et sa calibration montre que les amplitudes des mouvements d'oscillations ne peuvent pas endommager les membranes. Ainsi, une mesure de raideur est obtenue par la mesure du décalage de fréquence lors du contact de l'outil avec la membrane. Le système robotique est exploité pour choisir avec une haute résolution les points pour effectuer ces mesures. La téléopération du système est assistée par la réalité virtuelle. Une cartographie en raideur est obtenue pour trois échantillons et une mesure latérale entre deux attaches est obtenue pour le quatrième. Ces résultats sont les premiers, à notre connaissance, pour la caractérisation en raideur *in situ* de membranes suspendues. Avec une raideur moyenne mesurée à 5 N/m, ces résultats laissent présager une très grande fréquence de résonance. Des améliorations sont encore à apporter pour tendre vers une automatisation complète du processus de mesure.

La conclusion montre les difficultés inhérentes aux objets surfaciques mais aussi leurs forts potentiels. Par extension, elle démontre également l'importance de posséder des outils adaptés aux différentes tâches de manipulation pour cette classe d'échantillons. Ces travaux montrent la faisabilité des approches robotiques retenues même si de nombreuses difficultés n'ont pas encore été résolues. Cette thèse ouvre de nombreuses perspectives à partir des outils développés pour les différentes phases d'études de ces membranes.



# Les membranes à l'échelle microscopique

Les développements de la micromécanique et de la microélectronique ont provoqué un vif intérêt pour les films fins et leurs nombreuses propriétés physiques [Lee 08, Booth 08]. L'aboutissement de ces recherches est l'intégration de ces matériaux prometteurs dans de nouveaux MEMS ou résonateurs [Bunch 07]. De nombreux processus de fabrication sont maintenant connus pour mettre au point ces structures [Geim 09, Shukla 09] sous différentes formes par exemple sur un substrat ou de façon suspendue.

Ces films fins sont des matériaux avec des géométries assimilées à des structures planes. Ils possèdent deux dimensions de taille micrométrique nettement supérieures à la troisième de taille nanométrique (voir figure 1.1). Ils présentent ainsi un ratio important surface/épaisseur et n'offrent pas, en raison de cette géométrie plane, de volume pour une saisie par contact à l'aide de pinces par exemple.

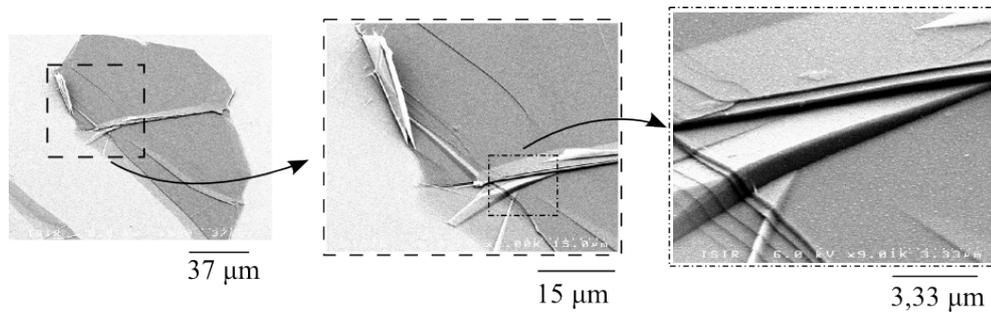


Figure 1.1 - Exemple de films fins de graphite multi-couches.

L'exploitation de ces membranes dans des systèmes plus complexes nécessite une identification fine de leurs propriétés physiques. Cette analyse passe par différentes phases : une phase d'observation sous différents microscopes, une phase de manipulation ou de transport et une étape ultime de mesures *in situ* de leurs propriétés comme leur raideur ou leur module de Young.

Certains de ces microscopes nécessitent d'utiliser un substrat avec des propriétés spécifiques. Par exemple, dans un Microscope Électronique à Balayage (MEB), le substrat doit être nécessairement conducteur<sup>1</sup>. Le MET, Microscope Électronique en Transmission, nécessite un substrat sous forme de grille pour l'analyse en transmission de l'échantillon. D'autres applications potentielles des films fins, tel que le dopage utilisé en électronique, peuvent nécessiter l'utilisation de substrats particuliers. Ainsi, même sans considérer les étapes ultérieures d'intégration et de caractérisation physique, l'échantillon doit être transféré du substrat de fabrication vers celui d'analyse. Ce transport est le cœur aujourd'hui de nombreux travaux de recherche et la micro-robotique peut apporter des solutions à ce problème complexe de manipulation de structures membranaires.

La manipulation de films fins est rendue difficile pour deux raisons principales. La première provient des propriétés du micromonde et la seconde de la géométrie en deux dimensions (2D) de ces objets. Pour mieux comprendre l'influence du micromonde sur la manipulation de films fins, une description de la physique du micromonde est proposée dans ce chapitre ainsi que différentes méthodes d'observation et leurs contraintes inhérentes. Différentes méthodes de manipulation et de transfert de films fins sont ensuite détaillées pour montrer les limites des méthodes classiques et les besoins actuels. Pour appréhender cette problématique, une attention particulière est menée autour du graphite et du graphène. Ce dernier matériau apparaît très prometteur pour l'électronique du futur et une analyse fine est menée pour percevoir les enjeux et les complexités autour de ces structures dont les membranes de graphène apparaissent comme un exemple caractéristique.

## 1 État de l'art

### 1.1 La physique du micromonde

Le micromonde est un domaine de travail où la taille des objets est située entre 1 mm et 1  $\mu\text{m}$ . Ce domaine est caractérisé par une influence des forces en présences particulière, avec une prédominance des forces en jeu différente de celle connue à l'échelle macroscopique<sup>2</sup> (ou échelle humaine). La manipulation à ces échelles est rendue complexe car le comportement de l'objet est régi par les forces surfaciques de collage. Cette physique est à la fois la source des difficultés rencontrées dans le micromonde mais aussi la source de solutions nouvelles pour des stratégies possibles de manipulation.

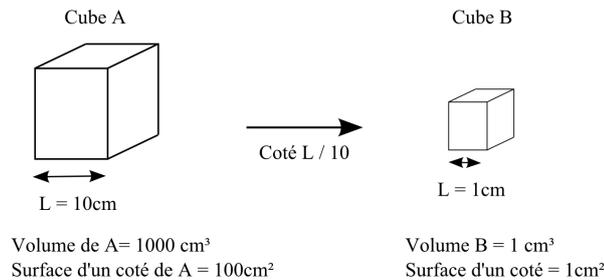
---

1. pour éviter des problèmes d'accumulation d'électrons.  
2. échelle allant de 1 mm à 100 m

### 1.1.1 Effet d'échelle

La modification d'échelle impacte un grand nombre de phénomènes physiques et est appelée « effet d'échelle ». A l'échelle macroscopique, les forces les plus importantes sont la gravité et les forces d'inertie. Ces forces volumiques sont proportionnelles au volume du corps considéré. A l'échelle microscopique, les forces surfaciques comme la pression sont prépondérantes et la balance des efforts est ainsi modifiée.

Prenons l'exemple d'un cube de 10 cm de côté (voir figure 1.2). Le volume de ce cube est  $1000 \text{ cm}^3$  et la surface d'un côté est de  $100 \text{ cm}^2$ . Si l'on considère un cube dont les arêtes sont 10 fois plus petites que celles du premier, son volume est  $1 \text{ cm}^3$  et la surface d'un côté est de  $1 \text{ cm}^2$ . En divisant les dimensions du cube par 10, son volume est divisé par 1000. La surface d'un côté est seulement divisée par 100. Lorsque l'on passe d'une échelle macroscopique à une échelle microscopique ces effets sont accentués. Les effets des forces volumiques deviennent rapidement négligeables par rapport aux forces surfaciques.



**Figure 1.2** - Exemple d'effet d'échelle. La diminution des longueurs d'un objet n'a pas la même incidence sur la diminution du volume et sur celle de la surface de cet objet. La division des côtés d'un cube par 10 divise le volume par 1000 et la surface par 100. Ainsi, le volume diminue plus vite que la surface quand les dimensions de l'objet diminuent.

Cet exemple simple n'illustre qu'une partie des modifications des phénomènes physiques. L'effet d'échelle ne s'applique pas seulement sur les forces surfaciques et volumiques, il affecte tout aussi bien la dynamique des fluides et des solides (vibrations et oscillations) que le transfert de chaleur.

Pour des objets surfaciques, cette contrainte forte de prédominance des forces surfaciques complexifie fortement les opérations usuelles dans le sens où les membranes restent collées par exemple sur leur substrat d'origine ou sur les doigts d'un préhenseur qui le saisit.

### 1.1.2 Les forces surfaciques

Trois grandes classes de forces d'adhésion sont prépondérantes à l'échelle microscopique [Israëlachvili 91] :

- les forces de van der Waals, forces d'interaction entre les molécules de deux corps en présence. Ces forces dépendent des matériaux en contact, au travers de la constante de

Hamaker, et de la distance d'interaction. L'évaluation de cette constante, qui détermine le calcul de la force, nécessite de nombreuses données physiques sur les matériaux ;

- les forces électrostatiques, forces de Coulomb classiques qui dépendent des charges acquises par les surfaces<sup>3</sup> ;
- la force capillaire dont l'existence est déterminée par les conditions d'humidité de l'environnement. La force de capillarité dépend d'un grand nombre de paramètres, comme le liquide utilisé, à travers le paramètre de tension de surface  $\gamma$  (N/m), le volume de liquide, les matériaux utilisés, la distance séparant les solides et leur géométrie notamment.

Une classification des forces en fonction de la distance de séparation de deux objets est proposée par [Lee 91] (tiré de [Régner 08]) et est présentée dans la table 1.1. D'une manière générale, l'adhésion entre solides implique tous les phénomènes de liaisons chimiques qui contribuent à la cohésion des solides comme les liaisons hydrogènes, métalliques, covalentes ou ioniques. Bien que l'énergie de ces liaisons ne soit pas négligeable, leurs effets ne sont pas considérés [Krupp 67]. En effet, en dehors de lieux extrêmement contraints (ultra-vide), les liaisons chimiques à la surface des objets ont tendance à être saturées par des substances contaminantes (oxydation, etc.). Elles ne peuvent alors plus créer de liaisons lorsque les corps entrent en contact. Ainsi, les forces considérées sont celles mentionnées précédemment, et utilisées dans quelques travaux de références [Bowling 86, Fearing 95, Hecht 90].

**Tableau 1.1** - Forces en présence à l'échelle microscopique [Lee 91]

Distance d'interaction	Force
Jusqu'à l'infini	gravité
De quelques nm à 1 mm	force capillaire
> 0.3 nm	force électrostatique
> 0.3 nm	force de van der Waals
< 0.3 nm	interactions moléculaires
0.1 – 0.2 nm	interactions chimiques

Classiquement, les forces sont exprimées entre un objet sphérique et un plan. Dans ce mémoire, les forces pour les interactions plan/plan sont rappelées pour montrer l'influence et la complexité du détachement objet/substrat. Par exemple, la force de van der Waals s'exprime ainsi [Adamson 97, Israelachvili 92, van den Tempel 72] par unité de surface :

$$W = -\frac{A}{12\pi z^2} \quad F = -\frac{A}{6\pi z^3} \quad (1.1)$$

avec  $W$  le potentiel d'interaction entre deux surfaces planes,  $A$  la constante de Hamaker et  $z$  la distance d'interaction.

De même, la force de capillarité entre deux surfaces planes peut s'écrire :

$$F = -\frac{\pi\gamma}{z}(r_1^2 \cos \theta_1 + r_2^2 \cos \theta_2) \quad (1.2)$$

---

3. Il est à noter que, les dimensions réduites des objets considérés impliquant de faibles charges surfaciques, les phénomènes de triboélectrification, apparition de charges surfaciques par contact entre les matériaux, ne sont pas négligeables.

avec  $\gamma$  le paramètre de tension de surface (N/m),  $z$  la distance de séparation des deux surfaces,  $r_1$  et  $r_2$  les rayons de l'aire de l'interface solide-liquide et  $\theta_1$  et  $\theta_2$  les angles de contact du volume de liquide. Dans le cas de deux plaques de matériau identique (c'est-à-dire de deux angles de contact identiques) :

$$F = -\frac{2\pi\gamma}{z}r^2 \cos \theta \quad (1.3)$$

avec  $\gamma$  la tension de surface du liquide et  $\theta$  l'angle de contact.

Les forces électrostatiques apparaissent selon deux cas précis [Hays 91] :

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

La force d'interaction s'exprime par la loi de Coulomb et s'écrit pour deux surfaces :

$$F_{plan} = \frac{\epsilon_0 U^2 S}{2z^2} \quad (1.4)$$

avec  $S$  la surface de contact et  $U$  le potentiel de contact,  $z$  la distance de séparation et  $\epsilon_0$  la permittivité de l'air.

Cette dépendance à la distance des surfaces de contact et à l'aire de contact engendre des forces très importantes qu'il faut vaincre pour le décollement des membranes.

## 1.2 Imagerie des objets surfaciques

L'observation de ces objets surfaciques peut être effectuée avec un ensemble de systèmes de vision qui sont ici décrits spécifiquement pour notre contexte. Ces systèmes diffèrent par les principes physiques qu'ils utilisent pour imager mais aussi par leurs caractéristiques notamment de profondeur de champ, de distance de travail, de contraintes environnementales et de nature de l'échantillon imageable.

### 1.2.1 Microscopie optique

Le microscope optique ou photonique est un instrument qui repose sur l'utilisation de photon et d'un système composé d'un jeu de miroirs et de lentilles pour obtenir l'agrandissement d'une image. Sa résolution est de l'ordre de  $0.2 \mu\text{m}$ . Cette microscopie que l'on rencontre couramment dans les laboratoires peut être soit en transmission<sup>4</sup> soit en réflexion<sup>5</sup>. Cet instrument est limité par :

- l'échantillon, dans le cas d'une microscopie en réflexion, qui doit être suffisamment fin pour être traversé par la lumière,
- la résolution, qui est limitée à la moitié de la longueur d'onde d'illumination, de l'ordre du dixième de micromètre (loi de Rayleigh).

4. en transmission, le chemin optique traverse l'échantillon

5. en réflexion, le chemin optique se reflète sur l'échantillon

- le champ de vision, qui diminue lorsque la résolution de l'objectif augmente.

Suivant l'épaisseur des films observés, certains films sont peu visibles par microscopie optique (c'est notamment le cas du graphène). Dans ce cas, il est nécessaire de créer un contraste pour favoriser l'observation. C'est notamment possible par l'utilisation d'un substrat diélectrique ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , PMMA) d'une épaisseur définie et d'une source lumineuse d'une longueur d'onde appropriée [Blake 07, Gao 08] (voir figure 1.3). Par exemple, un substrat de 50 nm de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  avec une lumière bleue (440 - 500 nm) implique une meilleure identification du graphène [Blake 07]. Avec un substrat de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , une meilleure identification [Gao 08] reste possible avec une épaisseur de 197 nm pour une lumière d'une longueur d'onde de 600 nm (couleur orange). Ainsi la longueur d'onde d'une source lumineuse reliée à l'épaisseur d'un substrat diélectrique modifie le chemin optique, créant ainsi un contraste favorable à l'observation.

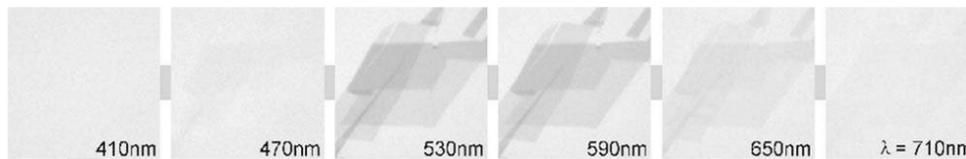


Figure 1.3 - Graphène illuminé par différentes longueurs d'onde [Blake 07]

### 1.2.2 Microscopie à sonde locale

Le microscope à sonde locale est un microscope utilisant une poutre avec une extrémité très fine pour cartographier un échantillon. La résolution de cet instrument dépend de la taille de la pointe. Ce microscope peut tout aussi bien être utilisé pour manipuler des échantillons que pour mesurer des efforts sur la pointe [Xie 10]. Il existe différents types de microscopes à sonde locale.

- le microscope à force atomique (AFM<sup>6</sup>) : il exploite l'interaction (attraction/répulsion) entre les atomes de l'apex nanométrique d'une pointe et les atomes surfaciques d'un échantillon. Elle permet d'analyser des zones allant de quelques nanomètres à quelques micromètres de côté et de mesurer des forces de l'ordre du nanonewton. L'analyse des flexions du micro-levier permet de déterminer l'exact parcours de la pointe, ainsi que la mesure des forces d'interactions intervenant entre elle et l'échantillon. La microscopie à force atomique se décline sous trois modes principaux, le mode contact, le mode contact intermittent (ou mode Tapping) et le mode non contact. Cet outil est souvent exploité pour la caractérisation ou la manipulation d'objets micro ou nanoscopiques.
- Le microscope à effet tunnel (STM<sup>7</sup>) : la pointe est maintenue très proche de l'échantillon et le système mesure le courant électrique dû à l'effet tunnel pour obtenir une image de la surface de l'échantillon. Ce dernier a cependant besoin d'être conducteur ou semi-conducteur pour pouvoir être imagé. Sa résolution est d'environ 0.1 nm.

6. pour Atomique Force Microscope en anglais

7. pour Scanning Tunneling Microscope en anglais

Ces appareils sont limités par le bruit de l'appareil de mesure et le bruit thermique inhérent de la poutre. En plus d'être utilisé pour imager un échantillon, l'AFM peut aussi être exploité pour déterminer la hauteur des films fins [Bunch 07].

### 1.2.3 Microscopie électronique

La microscopie électronique est une microscopie qui utilise les électrons pour imager et peut être en transmission (MET<sup>8</sup>) ou en réflexion (MEB<sup>9</sup>). Sa résolution théorique est d'environ 0.2 nm. Son principe repose sur l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la matière. Suite à cette interaction, un certain nombre d'émissions électroniques, comme par exemple les électrons secondaires, les rayons X ou encore les électrons rétrodiffusés, sont captés par des détecteurs puis traités pour visualiser l'échantillon. Chaque type d'émission nécessite un détecteur spécifique et le type d'informations accessibles par ces émissions est varié et porte aussi bien sur la topographie, que le contraste par éléments atomiques, ou encore sur l'analyse de surface. Pour éviter une interaction entre le faisceau d'électrons et des molécules ou particules (molécules d'oxygène, poussières), cette microscopie nécessite un environnement sous vide. De plus, pour éviter une accumulation d'électrons sur l'échantillon (empêchant l'observation), ce dernier ainsi que le substrat doivent être conducteurs.

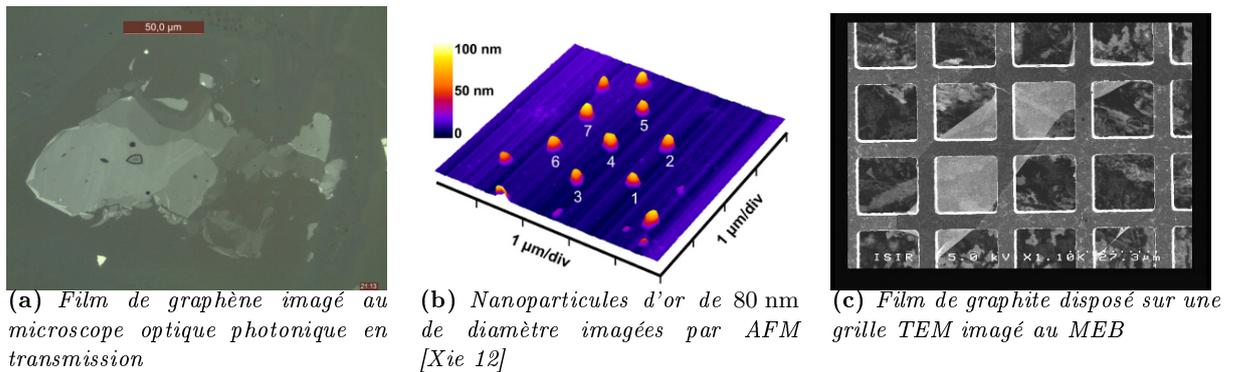


Figure 1.4 - Imagerie à l'échelle micrométrique

### 1.2.4 Spectroscopie Raman

Les trois types de microscopie présentés précédemment ne permettent pas toujours de caractériser le nombre de couches ou l'épaisseur des films fins. Dans ce cas, une méthode chimique est employée.

La spectroscopie Raman est une méthode non destructive d'analyse chimique. Elle consiste à focaliser sur l'échantillon une source laser puissante pour provoquer son excitation. La lumière

8. pour Microscope Électronique en Transmission

9. pour Microscope Électronique à Balayage

émise par l'échantillon est ensuite récupérée par un capteur pour être analysée et reconstruire le spectre Raman. Avec cette méthode, les matériaux peuvent être étudiés et leur composition chimique peut être précisément déterminée.

Utilisée pour des films fins, cette technique est exploitée pour déterminer le nombre de couches dans un échantillon de manière précise [Faugeras 08, Shukla 09, Banerjee 08, Bunch 07].

### 1.3 Manipulation et transfert

Ces films peuvent être observés selon différents microscopes avec les propriétés précédemment décrites. La manipulation de ces films pour par exemple, les placer sur une grille de TEM ou pour leur caractérisation physique reste aujourd'hui un problème complexe, leur géométrie plane et leur phase de production engendrant des difficultés supplémentaires à ces échelles.

Dans le cadre plus général de la manipulation de films ou de membranes, le terme « manipulation » correspond à la modification de la structure géométrique du matériau sur un même substrat (par exemple, retourner l'objet, modifier sa position ou sa forme). Ces modifications ne nécessitent pas forcément une liaison maintenue dans le temps pour accomplir la tâche. Le terme « transfert » correspond au déplacement d'un objet d'un point A vers un point B, sur le même substrat, ou d'un premier substrat vers un second substrat. Contrairement à la manipulation, le transfert nécessite une liaison maintenue notamment lors de changement de substrats. Le terme « tâche de manipulation » est employé pour faire référence à la fois à la manipulation et au transfert.

#### 1.3.1 Micromanipulation robotisée

La microrobotique peut apporter des solutions prometteuses et intéressantes pour la manipulation du fait de la grande résolution de mouvements, de la possibilité de sélection d'un objet à manipuler et de la possible automatisation des tâches par le système. Un grand nombre de stratégies basées sur des principes physiques différents ont été développées. Elles peuvent également être classifiées suivant deux types :

- les solutions sans contact comme les pinces optiques, les systèmes à diélectrophorèse ou les pinces magnétiques qui présentent l'avantage de ne jamais créer de contact entre l'effecteur et l'objet annulant ainsi l'effet d'adhésion. Les forces de blocage sur les micro-objets sont toutefois faibles et ces procédés sont souvent limités à une classe restreinte de matériau en termes de forme et de propriétés physiques ;
- Les solutions de préhension par contact comme les préhenseurs capillaires, les préhenseurs à gel, les micropinces ou les préhenseurs par adhésion permettent la manipulation d'un grand nombre de type de matériau et de forme de micro-objets. Ils sont également capables d'engendrer une force importante pouvant être intéressante par exemple dans le cadre d'une opération d'insertion pour un micro-assemblage. Ces principes sont en général perturbés par les effets d'adhésion et des stratégies innovantes de lâcher doivent être développées pour assurer une relâche contrôlée et précise de l'objet.

La prise et la dépose d'objets sont des opérations largement répandues dans le monde industriel [Ferreira 03]. Les préhenseurs à doigts de serrage sont des outils intuitifs pour l'utilisateur et tiennent une part importante dans la résolution des problèmes de manipulation. La miniaturisation de ces principes de préhension permet également de manipuler des objets dont la taille caractéristique est inférieure au millimètre. Les prototypes de micropince peuvent être classés en trois grandes catégories [Agnus 09] :

- les micropinces actionnées partiellement ou totalement monolithiques, pour lesquelles le matériau actif joue le rôle à la fois de structure mécanique, permettant d'amplifier le mouvement, mais aussi d'actionneur(s) ; les déformations peuvent alors être directement exploitées afin de générer les mouvements utiles aux tâches de micromanipulation ;
- les micropinces actionnées « multicomposants », qui sont constituées d'un ou plusieurs actionneurs, lesquels déforment une structure compliant passive réalisée dans un matériau tel que le nickel, l'acier, le silicium ou même le verre, et d'une interface spécifique, entre les extrémités des actionneurs de la pince et l'objet à manipuler, appelé « organe terminal » ;
- les micropinces passives qui ne possèdent pas d'actionneur pilotant les mouvements de fermeture ou d'ouverture, ceux-ci sont obtenus de manière passive lors de la saisie de l'objet (clipsage réversible). Le lâcher ne peut s'effectuer que si l'objet est maintenu en position par un autre élément (collage, clipsage non réversible, etc.).

Concernant les pinces actionnées de nombreux principes d'actionnement sont utilisés comme l'actionnement électrostatique, hydraulique, thermique ou piezoélectrique. La différence de géométrie entre une pince (3D) et un film fin (2D) rend difficile l'opération de saisie et encore plus la dépose de l'objet. Ces méthodes bien maîtrisées pour des objets 3D [Khadraoui 11] avec une gamme dimensionnelle jusqu'à 10 micromètres n'offrent aujourd'hui pas de solution pour notre problématique autour des films ou des membranes.

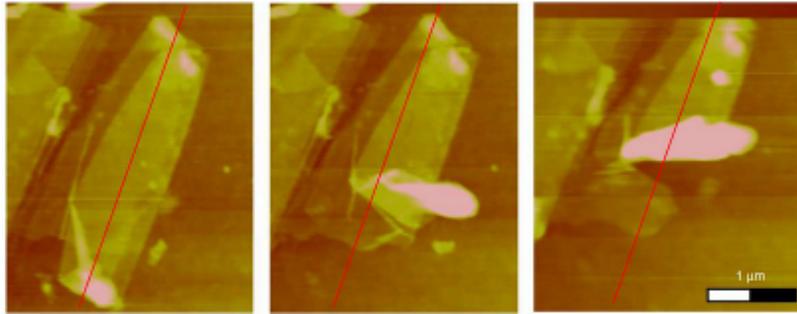
L'avantage d'une manipulation sans contact est sa capacité à pouvoir relâcher aisément un objet, du fait de l'absence des forces de surface. Les pinces optiques utilisent un faisceau laser pour manipuler des micro-objets en utilisant la pression de radiation. Ces pinces optiques fonctionnent sur des objets transparents possédant des indices de réfraction supérieurs aux indices de réfraction du milieu de manipulation. Dans ce cas, les particules sont attirées par la région de plus grande intensité lumineuse. En déplaçant le faisceau laser, il est alors possible de déplacer la particule sans contact direct avec celle-ci [Pacoret 10]. Les forces électrostatiques peuvent être utilisées pour manipuler un micro-objet sans contact en commandant un champ électrique [Gauthier 12]. La lévitation acoustique est aussi une solution sous deux formes, la lévitation par ondes stationnaires ou la lévitation par champ proche.

La micromanipulation sans contact est aussi utilisée pour la fabrication et la manipulation de films fins. [Sidorov 07] se sert par exemple des forces électrostatiques pour déposer du graphène sur du SiO<sub>2</sub>. [Maragó 10] déplace à l'aide de pinces optiques des paillettes de graphène qui ont été dispersées dans une solution eau/tensioactif. Cependant ces techniques sont fortement liées aux types d'échantillons étudiés.

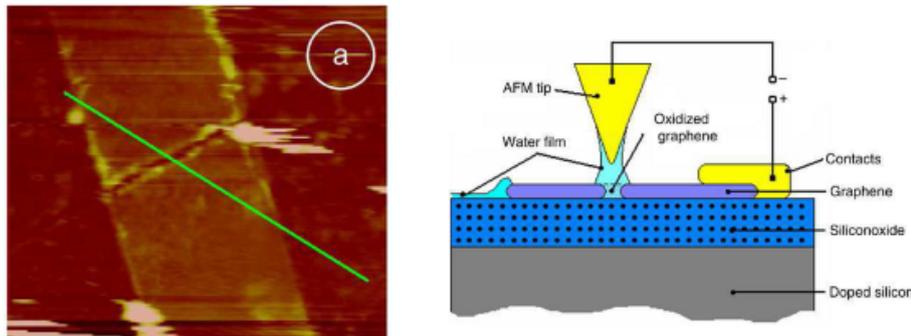
### 1.3.2 Manipulation de films fins

En plus d'être un outil d'observation, l'AFM peut être exploité pour manipuler les films fins<sup>10</sup>. En effet à l'aide de sa pointe, de nombreuses tâches sont possibles comme déplacer latéralement des couches de films, couper les films fins dans le cas de films multicouches [Giesbers 08, Eilers 09] (voir figure 1.5) ou encore plier ou replier les films sur eux-mêmes [Schniepp 08].

Cependant, en raison d'une grande adhésion entre l'échantillon et le substrat, une fonctionnalisation du substrat ou de l'échantillon est souvent nécessaire [Giesbers 08, Eilers 09, Schniepp 08]. Pour cela, certains couples substrat/échantillon sont plus favorables que d'autres. Pour peler du graphène, Giesbers [Giesbers 08] montre qu'un substrat de GaAs est plus adapté que du SiO<sub>2</sub>, notamment par sa plus grande rugosité. Le rapport adhérence/rugosité est un élément clef pour la manipulation.



**Figure 1.5** - Décollement de couches de graphène par AFM [Giesbers 08]. Le décollement s'effectue le long de la ligne rouge.



**Figure 1.6** - Fracture par oxydation et schéma du montage [Giesbers 08]

La manipulation de films fins et plus particulièrement de graphène est résumée dans le tableau 1.2. Il apparaît que les films fins peuvent être manipulés dans le plan et que de nombreuses tâches sont réalisables comme l'indentation, des découpes voire des retournements. Cependant

<sup>10</sup>. les techniques présentées ici portent sur des films de graphène qui est un des matériaux les plus étudiés du fait de ses propriétés. Ces techniques sont bien évidemment transposables pour d'autres types de matériaux

**Tableau 1.2** - *Synthèse des différentes techniques de manipulation du graphène*

	<b>Modes de fabrication</b>	<b>Outils</b>	<b>Techniques de manipulation</b>
[Giesbers 08]	Graphène exfolié mécaniquement sur du GaAS	Pointe AFM	Déplacement latéral et découpe
		Pointe AFM, montage électrique	Oxydation locale du graphène, fracture contrôlée
[Eilers 09]	Graphène exfolié mécaniquement	Pointe AFM	Déplacement latéral et découpe
			Retournement complet du graphène sans destruction
[Schniepp 08]	Graphène oxydé fonctionnalisé (FGS)	Pointe AFM	Pliage du graphène sur lui-même
[Kong 09]	Oxyde de graphène réduit	Filtration sous vide; solution de $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Assemblage couche par couche graphène + or -Film de graphène par filtration sous vide -Immersion dans du $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ -Dépôt particule or par réduction spontanée -Itération pour différentes couches
[Lu 10]	Graphène oxydé	Pointe AFM	Création de motifs (carré, triangle, zigzag)

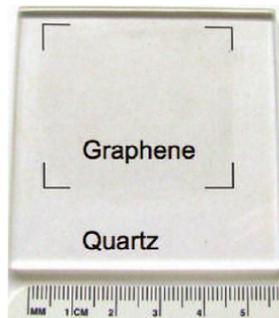
ces stratégies s'appuient sur une fonctionnalisation du substrat ou de l'échantillon et modifient les propriétés intrinsèques du matériau.

### 1.3.3 Transfert de films fins

La plupart des méthodes de transfert de films fins utilisent un substrat intermédiaire, appelé aussi substrat de transfert, qui est réversible chimiquement ou thermiquement pour réaliser le transfert.

[Li 09b] propose une méthode utilisant du polyméthacrylate de méthyle (PMMA<sup>11</sup> comme substrat intermédiaire de transfert pour de grands films de graphène. Leurs surfaces sont d'environ 20 cm<sup>2</sup> pour une épaisseur allant de 1 à 2 couches de graphène (voir figure 1.7). A partir des travaux de Li et al., [Yamaguchi 10] propose de couler directement le PMMA sur le graphène en le plaçant dans une centrifugeuse pour permettre l'uniformité du dépôt. Le substrat est dissout chimiquement et l'ensemble obtenu (PMMA-graphène) est transféré sur le substrat final où le PMMA est ensuite dissout chimiquement.

[Bajpai 11] propose une méthode basée sur un contact entre du graphène fabriqué sur un substrat de Cu par dépôt chimique en phase vapeur (CVD<sup>12</sup>) et du SiO<sub>2</sub> silanisé<sup>13</sup> qui est le substrat de transfert. La liaison est durable grâce à un contact par liaison H (hydrogène) entre le graphène et le substrat de transfert. Cette méthode ne modifie pas les propriétés électroniques du graphène mais seulement une dizaine de couches est transférée (environ 3.5 nm). La conservation de la géométrie de la membrane n'est pas garantie.



**Figure 1.7** - Grand film de graphène transféré par PMMA [Li 09b]

En conservant la stratégie d'un substrat intermédiaire, [Caldwell 10] utilise du ruban thermique<sup>14</sup> pour le transfert de graphène (graphène épitaxié sur du 4H-SiC) vers différents substrats comme du SiO<sub>2</sub>, du GaN et du Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Un ruban est appliqué sur le graphène et l'ensemble (substrat d'origine, graphène et ruban thermique) est comprimé de 3 à 6 N/mm<sup>2</sup> à pression

11. Polymethyl-methacrylate en anglais

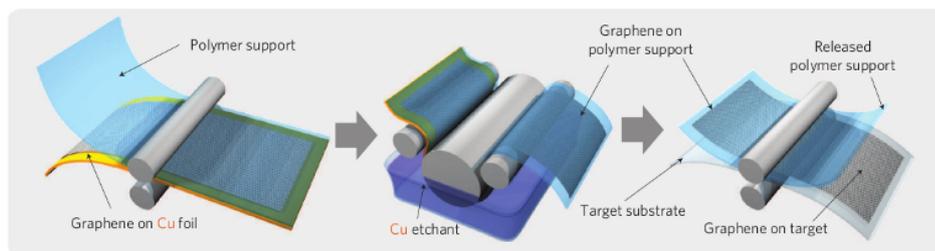
12. Chemical Vapour Deposition en anglais

13. Silanisation : déposer un support de silice sur un substrat, permettant de fixer chimiquement des molécules

14. Un ruban thermique possède la propriété de modifier son pouvoir d'adhérence suivant une plage de température prédéfinie

contrôlée pour permettre l'adhérence du graphène sur le ruban. Le ruban est transféré sur le substrat d'arrivée, rendu fonctionnel par application de plusieurs traitements dont le plasma d'oxygène et le nettoyage par ultrasons. Un second traitement d'adhérence (compression, température et pression contrôlée) est appliqué pour le substrat d'arrivée. Une fois l'adhérence obtenue sur le substrat d'arrivée, les résidus de ruban sont dissouts par application de solution chimique.

[Bae 10] propose une méthode industrielle de production de graphène par rouleaux (voir figure 1.8) et par utilisation également de ruban thermique. Le graphène est cultivé par CVD sur un substrat de cuivre flexible. Une feuille est disposée sur l'échantillon. L'ensemble cuivre/graphène/ruban thermique est passé entre deux rouleaux pour permettre l'adhérence du graphène sur le ruban par compression (0.2 MPa) et chauffage (1000 °C). Le cuivre est retiré par traitement électrochimique, le graphène adhère ainsi au ruban. Il est ensuite transféré du substrat intermédiaire au substrat final par un même procédé. Le nouvel ensemble ruban thermique/graphène/substrat final est passé entre deux rouleaux qui vont à la fois comprimer l'ensemble et le porter à une nouvelle température (120 °C) pour diminuer l'adhérence entre le graphène et le ruban thermique. Le graphène est ainsi transféré et se compose de régions allant de 1 à 4 couches.



**Figure 1.8** - Schéma de production de graphène sur du cuivre par rouleaux [Bae 10]

Le substrat intermédiaire n'est pas la seule stratégie pour transférer des films fins. [Regan 10] présente une méthode de transfert direct en utilisant le substrat final comme substrat de transfert. Ce procédé utilise les tensions de surface pour créer une forte adhérence entre le graphène et le substrat. Le graphène ainsi transféré est du graphène épitaxié fabriqué sur du cuivre. Regan montre que le transfert est amélioré par des géométries perforées car la présence des trous améliore les variations de tension de surface ainsi que l'évaporation du solvant.

Les méthodes de transfert de graphène, d'un substrat d'origine vers un substrat final, sont résumées dans le tableau 1.3. Ces méthodes présentent des avantages comme la production en chaîne du graphène obtenu mais elles sont encore très liées aux stratégies de transferts chimiques, autrement dit à l'élimination du substrat de fabrication par un nettoyage chimique. Cette contrainte nécessite une infrastructure adaptée et ne garantit pas une qualité optimale de graphène.

Pour appréhender la complexité de ces opérations de manipulation et de caractérisation physique, le paragraphe suivant introduit un état de l'art sur le graphite et le graphène. Plus qu'une analyse, il s'agit de percevoir au travers de cette étude, les complexités propres à cette classe d'éléments surfaciques en terme de production (les tailles, les différentes couches jusqu'à la couche ultime mono-atomique), de visualisation (les propriétés physico-chimiques), de propriétés intrin-

Tableau 1.3 - Synthèse des différentes techniques de transfert du graphène

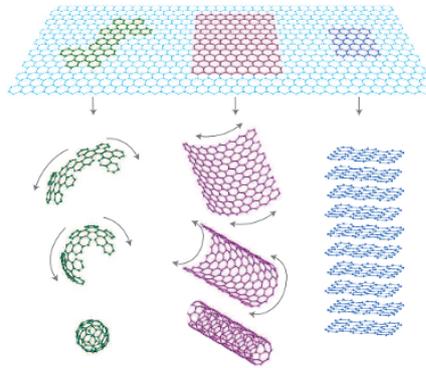
	Modes de fabrication	Outils	Techniques de transfert
[Li 09b]	Graphène épitaxié, culture sur cuivre	PMMA	-Dépose de PMMA sur graphène -Dissolution du cuivre -Transfert sur substrat d'arrivée -Dissolution du PMMA → Graphène sur substrat final
[Yamaguchi 10]	Graphène épitaxié oxydé (CDG)		
[Caldwell 10]	Graphène épitaxié, Culture sur du 4H-SiC	Ruban thermique	-Dépose du ruban sur graphène -Compression de l'ensemble : adhérence du graphène sur ruban -Fonctionnalisation du substrat d'arrivée -Dépose sur substrat d'arrivée -Compression + traitement thermique → Graphène sur substrat final
[Bae 10]	Graphène épitaxié, dépôt chimique en phase vapeur (CVD), culture sur cuivre	Transfert à la chaîne par rouleau + Ruban thermique	Par passages successifs entre des rouleaux en ligne : -Dépose du ruban sur graphène -Compression + traitement thermique -Dissolution du cuivre -Ajout du substrat d'arrivée -Compression + traitement thermique → Graphène sur substrat final
[Regan 10]	Graphène cultivé par déposition de vapeur chimique à basse pression sur du cuivre	Isopropanol; substrat final	-Grille TEM+goutte IPA sur graphène -Évaporation de IPA -Dissolution du cuivre →graphène sur grille TEM
[Bajpai 11]	Graphène par CVD sur du cuivre	Substrat de transfert SiO <sub>2</sub> silanisé	-Contact entre graphène et SiO <sub>2</sub> silanisé -Application d'une pression -Lien par liaison d'hydrogène →graphène sur SiO <sub>2</sub>

sèques (les méthodes de mesures locales, globales, les valeurs mesurées *in situ*) pour avoir une vue d'ensemble du problème.

## 2 Les membranes de graphite et de graphène

Le graphène a été isolé en 2004 par André Geim et Konstantin Novoselov de l'Université de Manchester [Novoselov 04]. Un simple ruban adhésif a suffi pour exfolier successivement les différentes couches d'un morceau de graphite jusqu'à obtenir une seule couche de carbone, d'une épaisseur située entre 0,35 et 0,4 nm. Cette découverte a valu à ces chercheurs le Prix Nobel de physique en 2010 [Nobelprize.org 11].

Le graphène est un cristal monocouche constituant la structure moléculaire du graphite (voir figure 1.9). Il est donc composé d'atomes de carbone. Son empilement constitue le graphite qui est un minéral allotrope<sup>15</sup>. Mais dans le cas d'empilement inférieur à 10 couches, on parle de MLG<sup>16</sup>. Il est composé d'un réseau structuré en nid d'abeille qui lui confère des propriétés particulières [Soldano 10, Geim 07, Geim 09], notamment mécaniques (une résistance supérieure à celle de l'acier), électroniques (propriété des électrons [Soldano 10]) et optiques (capteur opto-électronique [Hwang 09]) qui intéressent de plus en plus la communauté scientifique présageant de multiples applications.



**Figure 1.9** - Construction à base de graphène. Grâce à sa bidimensionnalité le graphène constitue l'élément de construction de base du graphite. Il peut être enroulé en sphère (fullerène), en nanotube 1D (nanotube de carbone) ou empilé en 3D (graphite) [Geim 07]

De nombreux laboratoires ont étudié le graphène et ont mis au point différents modes de production. Il est à noter que les propriétés physiques déterminées sont souvent corrélées à la méthode de production.

15. Propriété d'un minéral pouvant exister sous différentes formes moléculaires. Un exemple pour le carbone est le diamant et le graphite. Ces deux minéraux sont composés de carbone. Ils n'ont cependant pas les mêmes propriétés physiques. Ces différences proviennent de leur structure moléculaire.

16. pour Multi-Layer Graphene en anglais

## 2.1 Mode de production

Les modes de production du graphène ont une forte influence sur le matériau. Cette influence porte notamment sur les propriétés physiques [Wassei 10, Schniepp 08] mais aussi par le biais du substrat sur le type de manipulation et de transfert réalisables. Une description détaillée des avantages et inconvénients est disponible dans [Soldano 10]. Ce paragraphe décrit les méthodes de production les plus courantes.

### 2.1.1 Graphène exfolié mécaniquement

Ce graphène est obtenu mécaniquement par réduction de graphite. L'exfoliation mécanique consiste à peler du graphite pour enlever successivement les différentes couches. La manière la plus simple consiste à utiliser un ruban adhésif pour peler plusieurs fois le graphite [Novoselov 04] ou frotter le graphite contre une surface [Novoselov 05]. Une fois le processus effectué, le ruban est pressé sur le substrat pour transférer le graphène sur celui-ci.

[Shukla 09] propose une méthode améliorée qui consiste à créer une liaison entre le substrat et l'échantillon avant le pelage. Une liaison ionique réversible est créée en appliquant une différence de potentiel (de l'ordre du kV) sous haute température (environ 200 °C). Le graphène est ensuite décollé par couches successives à l'aide d'une bande adhésive. Avec ce procédé, du graphène avec des épaisseurs faibles inférieures à 10 couches est obtenu. Cette méthode est très rapide et peu coûteuse dans un environnement standard (voir figure 1.10). Le ruban adhésif n'est pas la seule méthode de production mécanique. [Giesbers 08] utilise une pointe AFM. En fixant préalablement du graphite sur un substrat, la pointe AFM est utilisée pour peler le graphite en détachant les couches.



**Figure 1.10** - Graphène exfolié mécaniquement, le contraste des couleurs correspond aux différentes couches de graphène - IMPMC

Le graphène peut également être exfolié et déposé sur un substrat par une dépose électrostatique. Le dispositif est constitué de deux électrodes en cuivre. Le graphène, obtenu par clivage, est collé sur l'électrode supérieure et le substrat est disposé sur l'électrode inférieure. Le décollage

des couches de graphène vers le substrat se fait par application d'une tension, de 5 kV à 8 kV pour décoller de 3 à 7 couches, inférieur à 10 kV pour 10 couches [Sidorov 07]. L'épaisseur de graphène déposée sur le substrat se situe entre 1 et 22 couches, le nombre de couches dépendant du champ électrostatique appliqué.

A partir d'une exfoliation mécanique, [Booth 08] démontre une méthode pour obtenir du graphène en suspension d'une taille d'environ 100  $\mu\text{m}$ . Le graphène est exfolié sur le substrat composé d'une couche de Si et de PMMA. Des couches d'or, de PMGI<sup>17</sup> et de cuivre sont déposées successivement sur le graphène et sont dissoutes partiellement pour créer sa suspension. Elles servent à la fois à fabriquer le substrat de suspension et à protéger le graphène des dissolutions du substrat et des couches par photolithographie chimique et traitement thermique.

[Banerjee 08] propose une dépose de graphène sur divers types de substrats (perforé ou non, oxyde d'aluminium anodisé<sup>18</sup> et cuivre). Le graphite est exfolié directement sur le substrat à l'aide d'un translateur deux axes ( $Z$  et  $\theta$ ) et d'un substrat. L'exfoliation d'une couche micrométrique terminée, le substrat est chauffé entre 800-900°C pendant 3 h dans une solution d'argon puis nettoyé des particules libres par nettoyage par ultrasons dans de l'éthanol.

L'exfoliation mécanique est une méthode de production très efficace pour obtenir du graphène. Ses propriétés électriques et structurelles sont de qualité et liées à de la pureté du cristal de base. Cependant avec cette méthode, de grandes surfaces ne peuvent pas être obtenues et celle-ci ne se prête donc pas à une production à grande échelle [Soldano 10].

### 2.1.2 Oxyde de graphène

L'oxydation de graphite est une deuxième méthode pour obtenir du graphène appelé oxyde de graphène (GO). L'oxyde de graphène peut être produit thermiquement [Schniepp 06] ou chimiquement [Stankovich 06]. Dans le cas d'une oxydation thermique c'est un chauffage rapide (1050 °C) qui sépare l'oxyde de graphite en différentes couches uniques. Toutefois ces deux méthodes pourtant similaires ne fournissent pas des résultats identiques. En effet, les différences de réduction de l'oxydation créent des défauts dans la structure [Schniepp 08]. Le GO peut être utilisé sous forme de solution colloïdale. [Yamaguchi 10] utilise cette solution de GO dans une centrifugeuse où est vaporisé un solvant permettant la déposition du graphène sur la surface et son agglomération en film. Le graphène obtenu porte le nom de CDG (Chimically Derived Graphene en anglais). [Dikin 07] filtre cette solution pour obtenir de grands films d'oxyde de graphène. Les particules de graphène dans la solution sont obtenues par dispersion de graphite oxydé à l'aide d'ultrasons. La solution est filtrée et l'oxyde de graphène se dépose donc sur le filtre. Celui-ci est séché par la suite et est pelé pour obtenir les échantillons dont l'épaisseur est suivie en contrôlant le volume de la solution. Les échantillons finaux ont une taille approximative de 5 mm  $\times$  30 mm.

Lorsque le graphène est sous la forme oxydée, sa structure est modifiée. Il présente alors des caractéristiques physiques différentes de celles observées sous la forme exfoliée ou épitaxiée (voir

17. PMGI pour polymethyl glutaramide en anglais

18. AAO en anglais pour anodized aluminium oxide

tableau 1.5). Cependant l'oxyde de graphène est simple à obtenir avec un choix dans l'épaisseur des échantillons.

### 2.1.3 Graphène épitaxié et dépôt chimique en phase vapeur

D'autres méthodes de fabrication de graphène portent sur des réactions chimiques, formés par croissance sur un substrat. Il existe deux processus, le premier est le graphène épitaxié et le second le dépôt chimique en phase vapeur.

Le graphène épitaxié est produit à partir de carbure de silicium subissant un traitement thermique [Caldwell 10]. Un substrat de 4H-SiC est soumis à une pression donnée (100 mbar) et à une forte température (1600°C) pendant 20 min. La croissance du graphène se fait par sublimation<sup>19</sup> de carbure de silicium (SiC).

Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD)<sup>20</sup> [Li 09a] est un processus qui consiste à décomposer à haute température (1000 °C) des gaz carbonés comme du méthane sur des plaques de métal comme le cuivre. Avec cette méthode, du graphène de 2 à 3 couches d'épaisseur est obtenu.

Les méthodes de production de graphène épitaxié et CVD, permettent une production en masse [Bae 10] avec des propriétés optiques et électroniques acceptables. Cependant les caractéristiques physiques du graphène obtenu ne sont pas optimales car le choix des solutions chimiques influent sur la qualité structurale du graphène [Soldano 10, Schniepp 08].

## 2.2 Propriétés physiques

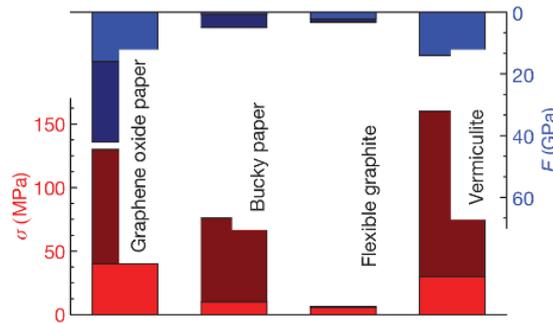
L'ordre de grandeur de la raideur du graphène est estimé à environ 350 N/m, avec une résistance à la rupture de 42 N/m [Lee 08]. Le module de Young est estimé entre 500 et 1000 GPa [Lee 08, Bunch 08, Frank 07]. Cela en fait un matériau extrêmement résistant comparativement à d'autres matériaux comme l'acier (module de Young aux alentours de 200 GPa suivant le type d'alliage). Cependant, même oxydé, le graphène conserve un module de Young élevé : 250 GPa [Gómez-Navarro 08]. [Bunch 08] déduit la constante élastique pour une membrane de graphène de l'ordre de 0,2 N/m à partir de courbes force-déplacement effectuées à l'aide d'une pointe AFM. De plus, il a observé et estimé une longueur en porte-à-faux correspondant à  $10^6$  fois son épaisseur. Cette estimation signifie que ce matériau est suffisamment rigide pour supporter son propre poids sur une grande longueur avant de s'affaisser.

[Dikin 07] a étudié les propriétés mécaniques de feuilles d'oxyde de graphène par des essais de traction compression et flambement sur des feuilles de différentes épaisseurs (voir figure 1.11). Sa résistance à la traction a été mesurée à environ  $\sigma = 125$  MPa et son module de Young se situe entre 18 GPa et 40 GPa. [Rasuli 10] a étudié également les propriétés mécaniques de membranes de graphène à couches uniques à l'aide d'un AFM. Celles-ci sont en porte-à-faux au dessus d'un trou

19. sublimation : passage de l'état solide à l'état gazeux

20. CVD en anglais pour chemical vapour deposition

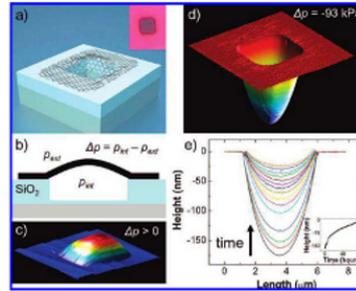
de 4  $\mu\text{m}$ . Les caractéristiques suivantes ont été déterminées comme sa constante de Hamaker :  $3 * 10^{-8}\text{J}$ , son module de Young dans la direction normale  $E_c = 37\text{ GPa}$ , son module de Young dans le plan :  $E_a = 0,7\text{ GPa}$ . Les modules de Young ont été déterminés à partir de courbes force-déplacement (modèle DMT) et d'un modèle de poutre en porte-à-faux en apesanteur.



**Figure 1.11** - Comparaison des résistances à la traction  $\sigma$  du module de Young  $E$  entre différents matériaux fins sous forme de feuille : graphène, buckyball (feuille de nanotube de carbone), graphite flexible (préparé par étirement de graphite par rouleau) et vermiculite (un minéral naturel). Les valeurs hautes et basses sont montrées par deux couleurs. [Dikin 07]

[Bunch 07] s'est intéressé à la fréquence de résonance. Du graphène suspendu, obtenu par clivage, est posé sur une électrode en or et du  $\text{SiO}_2$ . La résonance est réalisée, soit par modulation optique à l'aide d'un laser, soit électriquement. La détection de mouvement est effectuée à l'aide d'un laser et d'une photodiode. Pour mesurer la sensibilité du résonateur à des perturbations externes, un facteur de qualité ( $Q = f_0/\Delta f$ ) est déterminé pour chaque échantillon. Pour un graphène d'une couche unique le facteur de résonance est de 70, 5 MHz. La fréquence de résonance varie de 1 MHz à 170 MHz pour des épaisseurs allant de 1 couche à 20 couches (environ 75 nm). [Bunch 07] trouve une tension interne de 13 nN.

[Bunch 08] montre l'imperméabilité d'une membrane de graphène monocouche au gaz courant (hélium, argon, air) à l'aide d'une micro-chambre de dimensions  $4,75\ \mu\text{m} \times 4,75\ \mu\text{m}$  (voir figure 1.12). Une perte de pression est toutefois constatée à travers la membrane de graphène mais aucune dépendance entre cette perte de pression et l'épaisseur de la membrane n'est constatée. A l'aide de ce dispositif, une mesure de la masse par unité de surface est obtenue. Elle est mesurée à  $9,6 * 10^{-7}\text{ kg/m}^2$  et la constante élastique du graphène à  $Et/(1 - \nu) = 390 \pm 20\text{ N/m}$  avec  $E$  le module de Young,  $t$  l'épaisseur et  $\nu$  le coefficient de Poisson. A pression constante,  $P_{ext} = P_{int}$ , [Bunch 08] trouve une fréquence de résonance de 38 MHz.



**Figure 1.12** - (a) Schéma du graphène sur la micro-chambre, coin haut-droit image optique d'une unique couche de graphène. (b) Coupe schématique du dispositif. (c) Image AFM (mode tapping). La hauteur de la cavité est de 90 nm. (d) Image AFM (mode tapping). La hauteur de la cavité est de  $-175$  nm. (e) Tracé continu AFM au centre la membrane de graphène (a). A l'intérieur, tracé continu de la déflexion du centre de la membrane en fonction du temps. [Bunch 08]

**Tableau 1.4** - Synthèse du Module de Young

	Modes de fabrication	Techniques de caractérisation	Échantillons	Valeurs
[Lee 08]	Exfoliation mécanique	AFM	- couche unique de graphène - indentation à travers des trous de $1,5 \mu\text{m}$ de diamètre	1 TPa
[Bunch 08]	Exfoliation mécanique	AFM	- couche unique de graphène - indentation sur une membrane de surface $4,75 \mu\text{m} \times 4,75 \mu\text{m}$	$\approx 1$ TPa
[Frank 07]	Exfoliation mécanique	AFM	- $\leq 5$ couches (2 à 8 nm) - indentation sur une membrane de surface $1,5 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$	500 GPa
[Gómez-Navarro 08]	Oxydation par réduction chimique	AFM	oxyde de graphène	250 GPa
[Dikin 07]	Filtrage de solution colloïdale d'oxyde de graphène - épaisseur de feuille : $25 \mu\text{m}$	traction, compression	oxyde de graphène	entre 18 GPa et 40 GPa
[Rasuli 10]	graphène HOPG exfolié	AFM	couche en porte-à-faux au dessus d'un trou de $4 \mu\text{m}$	suivant la direction normale $E_c = 37$ GPa; dans le plan $E_a = 0,7$ GPa

Tableau 1.5 - Synthèse des propriétés du graphène.

	Modes de fabrication	Techniques de caractérisation	Propriétés	Valeurs
[Lee 08]	exfoliation mécanique - couche unique de graphène	AFM	Raideur	350 N/m
[Bunch 08]	exfoliation mécanique - couche unique de graphène	AFM	Module de Young	1 TPa
			Masse par surface	$m = (9,6) \times 10^{-7} \text{ kg/m}^2$
			Module de Young	1 TPa
			Constante élastique	$k = 0,2 \text{ N/m}$
			Constante élastique du graphène	$Et/(1-\nu) = 390 \pm 20 \text{ N/m}$
		AFM et micro-chambre	Fréquence de résonance	surface : 4,75 $\mu\text{m} \times 4,75 \mu\text{m}$ ; $F_0 = 38 \text{ MHz}$
		Micro-chambre	Imperméabilité	
[Gómez-Navarro 08]	GO (réduction chimique)	AFM	Module de Young	250 GPa
			Tension interne	plus faible que pour du graphène exfolié mécaniquement
[Frank 07]	exfoliation mécanique ; < 5 couches ; 2 à 8 nm	AFM	Module de Young	500 GPa
			Constante élastique	1 à 5 N/m
			Tension interne	$\approx 100 \text{ nN}$
[Booth 08]	exfoliation mécanique		Longueur en porte-à-faux	$10^6$ fois son épaisseur
[Bunch 07]	exfoliation mécanique ; 1 couche	Laser	Fréquence de résonance	surface : $\approx 5 \mu\text{m} \times 2,4 \mu\text{m}$ $F_0 = 70,5 \text{ MHz}$
			Tension de surface	13 nN
			Fréquence de résonance	surface : $\approx 5 \mu\text{m} \times 2,4 \mu\text{m}$ épaisseur : $\approx 0,3 \text{ nm}$ à 75 nm $F_0 = 1 \text{ MHz}$ à 170 MHz
[Hwang 09]	exfoliation mécanique	Laser	Capteur optoélectronique infrarouge	
[Boukhalov 09]		Calcul numérique	Dégradation de l'énergie du graphène par des impuretés métalliques	Dégradation : aluminium, fer, cobalt, nickel
				Aucune dégradation : or
[Dikin 07]	GO, épaisseur de 25 $\mu\text{m}$	Traction, compression	Module de Young	entre 18 GPa et 40 GPa
			Résistance à la traction	$\sigma \approx 125 \text{ MPa}$
[Rasuli 10]	graphène HOPG ; 1 couche	Porte à faux (trou : 4 $\mu\text{m}$ ) et AFM	Constante de Hamaker	$3 * 10^{-8} \text{ J}$

### 2.3 Enjeu du transfert du graphène

Par ses nombreuses propriétés physiques, le graphène est un matériau prometteur pour son utilisation dans des systèmes complexes comme les MEMS<sup>21</sup>. Différentes méthodes de fabrication ont été mises au point, produisant des graphènes avec des différences dans leurs caractéristiques physiques. Ces dissimilitudes se retrouvent notamment dans la structure atomique de l'échantillon, par l'introduction de défauts ou par son dopage. L'intérêt de ces échantillons est leur utilisation dans des applications différentes. Toutes ces méthodes de fabrication élargissent donc le champ d'application du graphène.

L'exploitation de ces différents films fins de graphène nécessite leur étude physique. Il s'agit à la fois de comprendre leurs propriétés physiques mais aussi leur comportement sous différentes excitations physiques. L'étape clef de cette étude est la capacité de transfert de l'échantillon vers les outils d'analyse. Ainsi la manipulation du graphène est non seulement une étape pour l'étude et la compréhension du matériau mais surtout un enjeu pour son utilisation future. Les techniques de manipulation et de transfert contribuent à développer le savoir-faire vers l'intégration de graphène dans les systèmes complexes.

## 3 Objectifs

La difficulté majeure de l'étude des films fins est leur géométrie bi-dimensionnelle. Ces derniers présentent un grand ratio surface/épaisseur, qui maximise l'influence des forces surfaciques notamment avec le substrat, en limitant de plus l'utilisation de techniques de transfert classiques. Il devient donc nécessaire de les dépasser en proposant de nouvelles techniques de transfert.

Une technique, qu'elle soit de manipulation, de transfert ou de caractérisation, est cependant limitée par l'environnement et la plate-forme robotisée avec laquelle elle est associée. La tâche de l'opérateur, en particulier pour les films fins, est difficile. De nombreuses limites sont sources d'erreurs et d'échecs : pas de vision directe, une microscopie complexe, peu de repères spatiaux notamment. L'automatisation du processus est ainsi impossible. Des outils orientés utilisateur doivent être mis en place pour lui fournir une meilleure approche des tâches de manipulation.

L'objectif de cette thèse est de proposer des outils et des méthodes pour la manipulation de films fins dans le micro-monde. Ces travaux s'inscrivent dans le cadre d'un projet EMERGENCE UPMC et du projet ANR<sup>22</sup> NANOROBUST (Caractérisation multiphysique de nano-objets et manipulation robotisée sous environnement MEB). Pour répondre à ce défi scientifique, trois étapes clefs dans l'étude d'un matériau planaire sont abordées :

- Une méthode originale de manipulation de films fins est proposée. Son cahier des charges comporte des contraintes fortes sur la qualité des échantillons après le transfert. En particulier, elle ne doit pas dégrader la structure du film, mécaniquement ou chimiquement.

---

21. Microsystème électromécanique en anglais MicroElectroMechanical Systems

22. Agence Nationale de Recherche

Des nouvelles approches microrobotiques sont explorées en particulier la mise en contact d'un système robotisé et le collage pour saisir et relâcher une membrane de graphite. Des techniques à base de systèmes multidoigts sous un environnement optique sont aussi développées pour proposer un démonstrateur robotisé pour la manipulation de structures planaires. Ces méthodes originales ne répondent pas encore au problème de la manipulation de membranes sur leur substrat d'origine mais ouvrent une porte pour la recherche de méthodes hybrides comme par exemple des méthodes physico-chimique et robotique.

- Une approche orientée utilisateur de la manipulation est le second point clef de cette thèse. Il s'agit de développer des outils logiciels comme le débruitage des images de microscope électronique ou la réalité virtuelle pour aider l'utilisateur et le guider dans l'exploration de la tâche de manipulation. Une immersion de l'utilisateur avec des systèmes robotisés complexes est rendue possible et la tâche de manipulation est facilitée avec, par exemple, une vue spatiale et la présence de capteurs virtuels pour une meilleure représentation des distances et des efforts en jeu. Ces outils apparaissent comme essentiels pour développer des méthodes originales et pour interagir de façon contrôlée avec le micromonde. Ces outils de simulation virtuelle couplée au système réel sont aujourd'hui à la fois novateurs [Sauvet 12] et apparaissent comme une solution originale pour l'exploitation de méthodes robotisées dans des problèmes de manipulation au sens large aux petites échelles.
- Une étude de la caractérisation mécanique est la troisième contribution de cette thèse. Il s'agit de proposer un système robotisé orienté utilisateur pour la mesure de raideur *in situ* de membranes. En particulier, la cartographie en raideur de membranes, non plus sur substrat mais suspendues, avec une épaisseur ultrafine est proposée à partir de la mise en place d'un système microrobotisé complexe à haute résolution sous microscope électronique. Un capteur d'effort dynamique, en regard des nombreuses études en statique, est exploité pour mesurer un décalage de fréquence et donc une variation de la raideur au contact. La première cartographie de raideur d'une membrane suspendue est ainsi obtenue par cet outil original et cette méthode orientée utilisateur.

Le document explicite ces différentes contributions à travers 3 chapitres sur les nouvelles méthodes, la conception d'un système microrobotisé couplé à un simulateur de réalité virtuelle et les mesures *in situ* de membranes suspendues. Enfin un dernier chapitre retrace les éléments essentiels de cette thèse et ouvre des perspectives.



# Micromanipulation de membranes de graphite par collage

---

## 1 Micromanipulation de membranes de graphite

Un défi majeur pour la caractérisation de matériaux membranaires est la réduction des contacts chimiques durant le transfert. Durant cette étape, des impuretés peuvent rester fixées sur l'échantillon et modifier ses propriétés [Boukhvalov 09]. Ces impuretés sont assimilables à du dopage d'échantillon. Comprendre les modifications des propriétés physiques d'un matériau par dopage fait l'objet de nombreuses recherches [Boukhvalov 11a, Yazyev 10, Boukhvalov 11b, Lahiri 10]. Dans ces exemples, ces dopages sont contrôlés. Il semble essentiel, pour l'analyse, de maîtriser le processus de transfert afin d'éliminer ces résidus non contrôlés. Les résultats seront plus pertinents et proches de la réalité physique des membranes.

La manipulation de films fins est rendue difficile à la fois par les propriétés du micromonde et par la géométrie en deux dimensions (2D). Dans le micromonde, les forces de surfaces sont prédominantes par rapport aux forces volumiques. Les films fins présentent par leurs structures planes un grand ratio surface/épaisseur qui induit une grande interaction entre la surface des films et le substrat. De plus, leur géométrie 2D complique la saisie par des techniques classiques comme des pinces commandées.

Pour manipuler un film fin, de nouvelles approches microrobotiques peuvent être explorées. Une stratégie basée sur le collage est présentée dans ce chapitre. Une goutte de colle est créée puis déposée sur une petite partie isolée préservant le reste du film des contacts chimiques. L'objectif de cette méthode est le transfert d'une zone spécifique de film sélectionnée pour ses propriétés physiques. Cette nouvelle approche est validée sur des films fins de graphite. Pour illustrer sa

potentialité, des résultats sur la manipulation de membrane de  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  avec une hauteur estimée entre 10 et 40 couches (10 à 15 nm) sont détaillés et les limites intrinsèques de la méthode sont exposées.

Cette approche trouve ses limites dans la dextérité du système pour la manipulation et il apparaît impossible de tendre vers des structures ultimes à couche ultra-fine. Une autre solution apparaît avec la manipulation à plusieurs doigts indépendants dans une configuration où l'humidité est contrôlée en permanence et où le substrat est modifié pour réduire les effets d'adhésion. Des résultats sont montrés sur cette seconde plateforme et les limites sont clairement établies.

La première partie de ce chapitre détaille l'ensemble des contraintes relatives au problème et analyse les méthodes usuelles de manipulation. La seconde partie explicite les différents composants de la technique microrobotisée par collage et les résultats obtenus. Une analyse fine des limites de cette méthode est proposée. Une seconde plateforme est développée avec un système multi-doigts, un environnement contrôlé et un substrat modifié pour proposer des alternatives nouvelles. Cette seconde plateforme montre les limites des contacts ponctuels mais ouvre la voie à des techniques à adhésion surfacique contrôlée.

## 2 Analyse de l'échantillon et des méthodes de manipulation

### 2.1 Préparation de l'échantillon

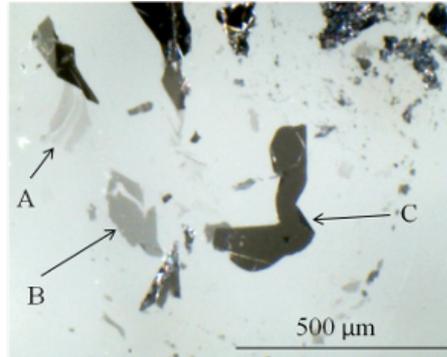
Les films fins de graphite et de graphène utilisés pour cette thèse sont obtenus par une technique de collage par liaison anodique adaptée à la préparation de graphène [Shukla 09]. Ils sont issus d'une collaboration forte avec l'IMPMC<sup>1</sup>. Cette technique consiste à coller un morceau de graphite sur un substrat en verre pyrex, en chauffant le système aux alentours de  $200^\circ\text{C}$  et en appliquant simultanément une forte tension (de l'ordre du kV). Après le clivage mécanique des couches de graphite sur le pyrex l'échantillon présente de multiples zones avec des épaisseurs variées, d'une centaine de couches aux mono-couches. Nous nous focalisons dans notre approche aux transferts mécaniques d'échantillons de graphite compris entre 10 et 40 couches.

Ces échantillons se présentent sous forme de morceaux de graphite ou de graphène, collés très fortement sur du pyrex. Cette méthode présente l'avantage de fournir de manière simple et rapide des échantillons de graphite ou de graphène. L'analyse de l'échantillon se fait après sa fabrication sous microscope optique. Cette dernière indique la surface de l'échantillon obtenu par fabrication ainsi que sa classe, un matériau de type graphite pour une épaisseur supérieure à 4 ou 5 couches ou de type graphène pour une épaisseur inférieure à 4 ou 5 couches.

L'échantillon obtenu se présente sous la forme d'un film plus ou moins épais (suivant le nombre de couches obtenues par fabrication) collé à plat sur un substrat de pyrex. Cette disposition des échantillons est une contrainte majeure pour ce projet et détermine les techniques de micromanipulation applicables ou non.

---

1. Institut de Minéralogie et de Physique des Milieux Condensés



**Figure 2.1** - *Multiple films fins de graphite. Les zones A, B, C correspondent à des films fins avec un nombre de couches différent (c'est-à-dire une épaisseur différente). Le nombre de couches de la zone C est supérieur à 100, celui de la zone B est situé entre 10 et 40 couches et celui de la zone A inférieur à 10 couches.*

La seconde contrainte majeure concerne la réduction de contact chimique entre l'outil et l'échantillon. Elle est liée principalement à la technique de manipulation envisagée. L'intérêt principal est la préservation de l'échantillon. Cette maîtrise de la qualité d'un échantillon est la clef essentielle pour mieux comprendre ses propriétés physiques. De façon associée, elle est aussi un indice de la modification de ses propriétés physiques par les contacts chimiques.

## 2.2 Analyse des stratégies conventionnelles de micromanipulation

Différentes techniques de manipulation de films fins ont été proposées (voir Chapitre 1). La plupart d'entre elles utilisent un substrat réversible intermédiaire, conçu pour maximiser les forces de contact avec la couche mince. Comme ces forces sont plus élevées que celles issues de l'interaction entre le film mince et le substrat initial, le film se colle au nouveau substrat. Le substrat intermédiaire peut être, par exemple, du PMMA (Polymethyl Methacrylate) ou du cuivre, dissout après le transfert [Li 09b, Yamaguchi 10]. Ce substrat intermédiaire peut aussi prendre la forme d'un ruban thermique dont les propriétés de collage et de décollage sont contrôlées par une maîtrise de la pression et de la température [Caldwell 10, Bae 10]. Une autre solution est l'utilisation des tensions de surface pour transférer le graphène sur une grille de TEM [Regan 10]. Avec ces méthodes, de larges surfaces de graphène ( $4.5 \times 4.5 \text{ cm}^2$  [Li 09b],  $16 \times 16 \text{ mm}^2$  [Caldwell 10]) peuvent être transférées.

Toutes ces techniques sont cependant étroitement liées aux transferts chimiques. Bien que Regan [Regan 10] montre que son transfert ne laisse pas de résidu de polycristalline Cu sur l'échantillon, les méthodes utilisées (solutions de nettoyage, ruban thermique, etc.) comportent de nombreux autres composants comme l'isopropanol ou encore le  $\text{FeCl}_3$ . Ces derniers sont susceptibles de laisser des résidus sur l'échantillon. Des études supplémentaires doivent être menées sur l'altération des films par des résidus [Boukhvalov 09, Lahiri 10]. En effet, suite à ce transfert, le film entré en contact avec le substrat intermédiaire peut conserver sur sa surface des éléments chimiques pouvant modifier ses propriétés physiques. Il est ainsi difficile de garantir une bonne qualité de films minces.

Tableau 2.1 - Manipulation conventionnelle de films fins

	Substrat intermédiaire	Méthode de libération
[Unarunotai 10]	Palladium (Pd)/Polyimide(PI)	Pd : gravure chimique humide (chemical wet etching) PI : gravure ionique réactive (reactive ion etching)
[Caldwell 10, Bae 10]	Ruban thermique réversible	Chauffage du ruban jusqu'à la température de libération
[Li 09b, Yamaguchi 10]	PMMA	Acetone
[Regan 10]	Isopropanol	Tension de surface

La microrobotique peut apporter des solutions prometteuses et intéressantes pour la manipulation du fait de la grande résolution de mouvements, de la possibilité de sélection d'un objet à manipuler et de la possible automatisation des tâches (par exemple le guidage des actionneurs). Un grand nombre de stratégies basées sur des principes physiques différents a été développée. Cependant, ces techniques ne peuvent résoudre le problème de manipulation de films fins exfoliés. Dans notre cas, l'échantillon est maintenu à plat sur le substrat et ne peut pas être saisi à l'aide de ces techniques. Ces dernières sont souvent limitées par des classes de matériaux, du point de vue des propriétés physiques ou par la forme de l'échantillon à manipuler [Régnier 08]. Les techniques sans contact fournissent une force trop faible de l'ordre du piconewton [Régnier 08] pour la saisie. Celle-ci n'est pas suffisante pour contrer la force de surface et décoller le film fin (de l'ordre de  $0.3 \text{ N/mm}^2$  [Zhang 05]).

Tableau 2.2 - Avantages et inconvénients de micromanipulation par contacts pour les films fins

	Avantages	Inconvénients
Pincettes à doigts	Manipulation intuitive	Uniquement pour des objets volumineux
Changement de phases	Indépendant du type de matériaux utilisés et de leurs formes - contact mécanique complet - Force de manipulation de l'ordre de $1 \text{ N/mm}^2$	Manque de souplesse du système - utilisation d'un liquide de type eau - taille des objets manipulés $> 500 \mu\text{m}$
Préhension par dépression	Vitesse d'exécution rapide	Taille minimum des objets manipulables : $0.6 \text{ mm}$ [Gastel 04]
Tension de surface	Utilisé pour le transfert de graphite [Regan 10]	Hydrophile, oléophile [Westkämper 96]

Jusqu'à présent les stratégies conventionnelles ne sont pas compatibles avec des objectifs de réduction de contacts chimiques. Les stratégies développées par la microrobotique n'apportent pas de solutions satisfaisantes pour résoudre les problèmes et contraintes fixés par le type d'échantillons utilisés dans ces travaux. Une nouvelle approche est donc proposée dans ce chapitre. Il s'agit de proposer des méthodes originales par maîtrise du contact adhésif entre l'outil et l'objet à manipuler. Une solution apparaît alors avec l'exploitation d'une colle réversible : à l'instant

du contact entre l'outil et l'objet, elle peut être activée ; juste avant le contact pour la phase de dépôt, son rôle peut être dissipé par action d'un phénomène extérieur comme la lumière.

La technique choisie est basée sur l'utilisation d'une micro-goutte de colle pour créer un contact précis entre l'outil monodoigt et le film de graphite. À l'aide de ce contact, le décollement d'un film fin est rendu possible. Comparée avec les stratégies présentées précédemment, cette approche est située à la frontière entre la manipulation par changement de phase et celle par adhésion. Pour comprendre les enjeux de cette méthode, celle-ci est testée dans un environnement optique classique avec un système microrobotisé conçu durant les travaux relatifs à ma thèse.

### 3 Plateforme de micromanipulation robotisée par collage

#### 3.1 Description de la plateforme

Le système conçu dans le cadre du projet EMERGENCE avec l'IMPMC est représenté sur la figure 2.2. Cette plateforme est composée d'un microscope optique inversé pour observer la zone par une vue du dessous, d'un système robotique 3 axes et de différents éléments pour le collage et le décollement de l'échantillon choisi. Le choix de la microscopie en transmission (le faisceau optique traverse l'échantillon) libère l'espace au-dessus de l'échantillon et facilite la mise en place du micromanipulateur et du guide lumière. La source de lumière et l'objectif optique sont donc situés de part et d'autre de l'échantillon. Sur la figure 2.2 l'objectif est situé en-dessous de l'échantillon, dans la partie basse du microscope.

Le micromanipulateur choisi est un système de la société SUTTER avec des moteurs pas à pas et une résolution de 40 nm sur chaque axe, compatible avec la définition du problème. Il est commandé, via une interface série, en vitesse et par un joystick fourni par le constructeur. Ce système déplace l'outil pour le collage : celui-ci est une pipette creuse pour amener la colle au contact de l'échantillon. Il est à noter que le faible volume de colle désirée contraint énormément le problème puisque, évidemment, la surface de colle doit être maîtrisée. Ces pipettes sont fabriquées au sein de l'ISIR par élongation d'un tube de verre à l'aide d'un système de fabrication de pipettes (micropipette Puller P1000 de Sutter Instrument). Ces pipettes sont des tubes fins de borosilicate (de référence B150-110-10) et les dimensions finales sont pour la largeur de la pointe 2 – 3  $\mu\text{m}$  et sa longueur de pointe 3 – 4 mm .

Dans cette pipette, une colle UV<sup>2</sup> est introduite et est utilisée pour le collage et le décollement. Le choix de ce type de colle, c'est à dire à polymérisation contrôlée comme les colles UV ou thermique, s'est imposé pour fournir à l'opérateur la maîtrise complète du processus de collage. Cette colle se polymérise sous l'action d'un rayonnement ultraviolet et sa viscosité (2.5 k/ms)<sup>3</sup> permet son déplacement à l'intérieur de la pipette sous l'action d'une pression. Une pompe à seringue programmable<sup>4</sup> est connectée à la pipette à l'aide d'un tube en plastique. Cette pompe contrôle la vitesse de la colle par le réglage de la pression à l'intérieur de la pipette.

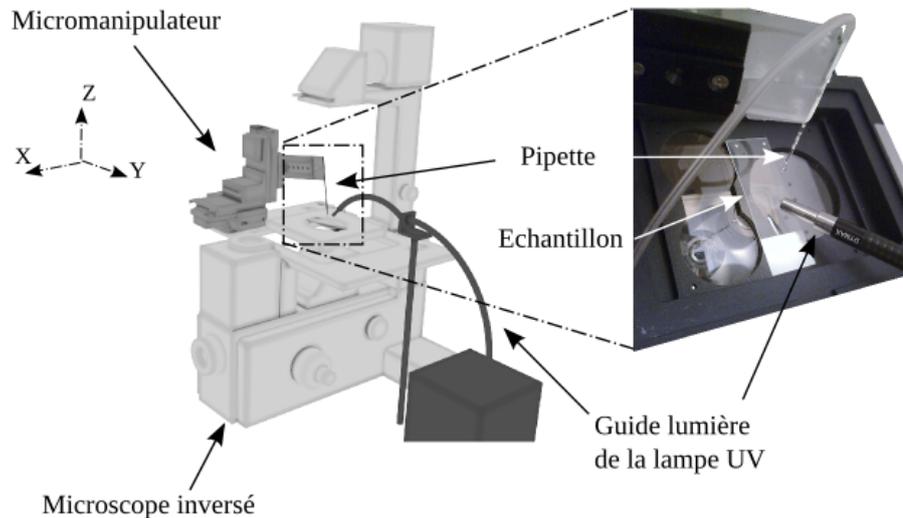
---

2. Référence 429 de Dymax corporation

3. 2.5 Pa · s

4. Pompe Aladdin de WPI

La solidification de la colle est réalisée par une lampe UV<sup>5</sup> d'une puissance<sup>6</sup> de 75 kgm<sup>2</sup>/s<sup>3</sup> avec une longueur d'onde pour la lumière située dans la gamme 280 – 450 nm (lumière visible et ultra-violet).



**Figure 2.2** - Représentation CAO du système. La pipette est fixée à un micromanipulateur 3 axes cartésiens qui est contrôlé manuellement. La colle est polymérisée à l'aide d'une lampe UV disposée dans l'espace de travail. Le système de vision se compose d'un microscope inversé relié à une caméra. A droite, le détail de l'espace de travail.

## 3.2 Micromanipulation par collage

### 3.2.1 Collage et détachement de l'échantillon

Une fois le film global fin de graphite posé sur la plateforme, un échantillon et un point de contact avec l'outil sont sélectionnés par l'utilisateur à partir d'une image obtenue par microscopie inversée. Le système robotisé est ensuite commandé pour mettre en contact de façon précise la pipette avec la localisation ponctuelle choisie sur un échantillon donné. Une goutte de colle, contrôlée par l'intermédiaire du pousse-seringue<sup>7</sup>, est alors créée entre la pipette et le film fin. Quand la goutte a atteint la taille désirée par l'utilisateur, elle est polymérisée avec la lampe UV pendant 30 s. L'ensemble de cette procédure est relatée dans la figure 2.3.

Un lien artificiel est donc créé entre la pipette et le film fin par l'intermédiaire de la goutte de colle. Le film fin peut alors être détaché en déplaçant verticalement la pipette à l'aide du micromanipulateur. La première étape est de soulever à faible vitesse la pipette pour décoller par l'intermédiaire de la goutte, la zone du film fin située sous celle-ci. Il s'agit de vaincre par

5. Bluewave75 par Dymax corporation

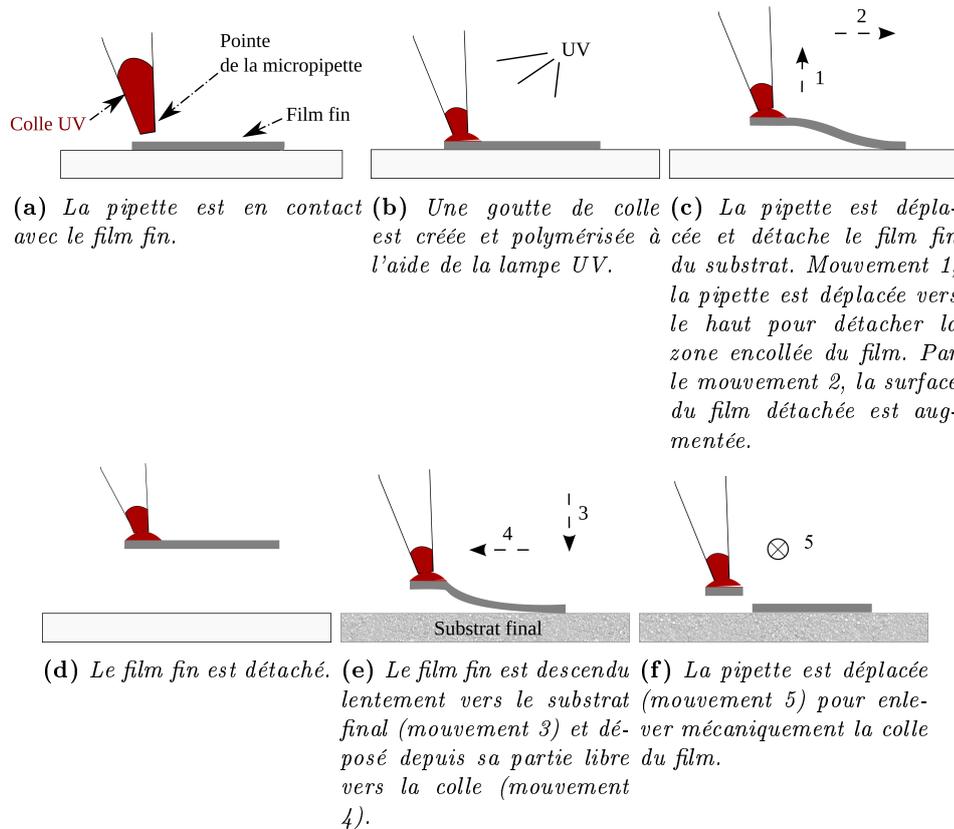
6. 75 W

7. Paramétré à 7 ml/min

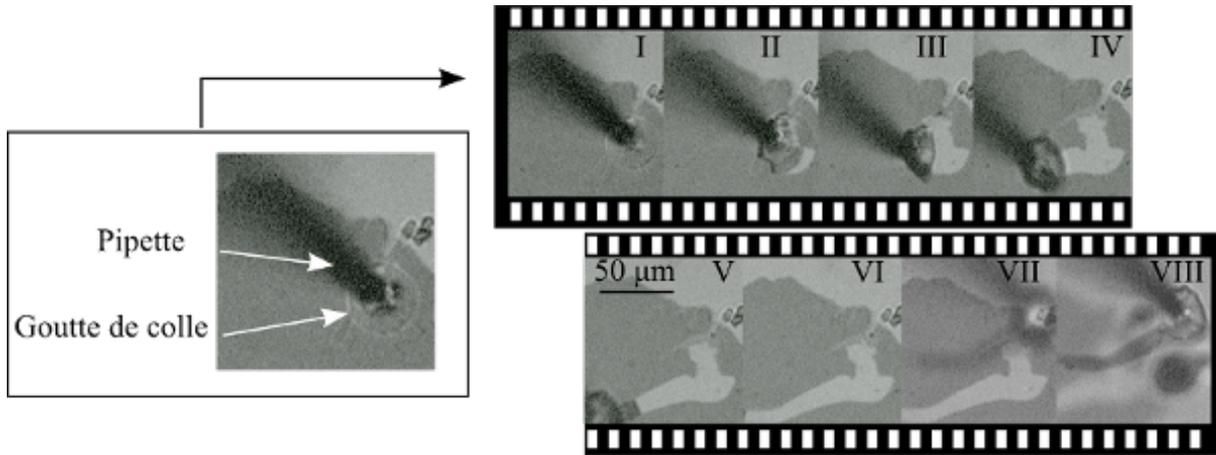
effet statique la force d'adhésion entre le substrat et la membrane. Un décollement de film fin par cette méthode est visible figure 2.4.

La difficulté de cette première étape réside dans le retour visuel (par l'intermédiaire du microscope). Celui-ci ne fournit qu'une image en deux dimensions. L'estimation de la distance substrat/pointe est difficilement interprétable, autant pour le collage que pour le décollement. Ainsi la distance suffisante de décollement est laissée à l'appréciation de l'opérateur et de son expérience. La seconde difficulté provient de l'étape elle-même, qui nécessite de décoller « suffisamment » l'ensemble goutte/membrane pour décoller le reste de la surface du film avec le point de collage créé. Il est important pour la réussite de cette étape de ne pas détruire les liaisons de l'ensemble, c'est-à-dire de déchirer le film autour de la goutte de colle. Cette opération est très délicate à automatiser du fait de la complexité des forces mises en jeu.

L'augmentation de la taille du film fin décollé est effectuée sous contrôle visuel, par l'intermédiaire du déplacement de la pipette dans la direction du déchirement du film. Lors du détachement de l'extrémité du film, une attention particulière est donnée aux mouvements de la pipette. Celle-ci doit être déplacée lentement pour éviter que le film ne s'enroule sur lui-même. Ces étapes montrent clairement la complexité du processus et l'intervention nécessaire d'un utilisateur expérimenté pour fermer la boucle de commande en position du système microrobotisé.



**Figure 2.3** - Schéma de la méthode de collage complète. (a) à (d) Collage et détachement du film. (e) et (f) Dépose du film fin.



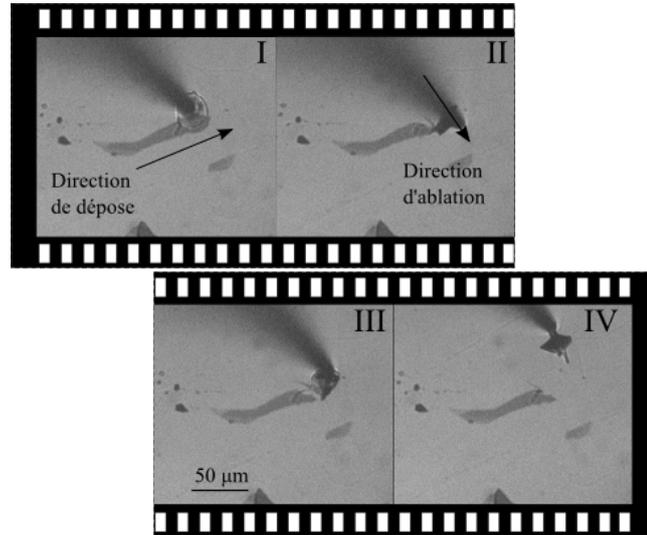
**Figure 2.4** - *Décollement d'un film fin de graphite. Le substrat est gris clair et le graphite gris foncé. Image I, La pipette est en contact avec le film fin par l'intermédiaire de la goutte de colle. Images II à VI, la pipette est déplacée vers la gauche pour détacher le film fin du substrat. Sur l'image VII, la mise au point est effectuée sur le substrat. Sur l'image VIII, celle-ci est effectuée sur le film fin de graphite détaché. Cette différence de mise au point entre les images VII et VIII montre que le film de graphite a été détaché et soulevé. La taille du film fin est d'environ  $70 \times 12 \mu\text{m}^2$ . Le temps de cette opération est d'environ 60 s.*

### 3.2.2 Dépose de l'échantillon saisi

L'opération de dépose s'effectue en deux étapes, le déplacement vers la zone de dépose du substrat puis la libération de la pipette. Après l'opération de décollement la pipette (avec le graphite collé à sa pointe) est déplacée par le micromanipulateur vers le second substrat. Elle est ensuite déplacée vers le point de contact recherché. La dépose est effectuée par un mouvement du micromanipulateur à faible vitesse dans le sens de la longueur depuis la partie libre du film vers la goutte (voir figure 2.5). Le film fin se colle à la surface par exploitation des forces d'adhésion.

La dernière étape consiste à séparer le film fin de la pipette. La libération est obtenue par une ablation mécanique de la partie encollée du film (partie du film localisée sous la colle). Pour que cette ablation réussisse, il faut que seule la partie encollée se détache du reste du film et que l'autre partie reste au contact du substrat. Cette contrainte revient à maximiser les forces de contacts entre le film et le substrat (forces électrostatiques) et à minimiser les efforts de la pipette sur le film. Pour répondre à cette contrainte, une solution est de déplacer la pipette perpendiculairement à la direction principale de la dépose. Dans le cas, par exemple, d'une dépose dans le sens nord/sud, l'ablation est effectuée dans le sens ouest/est ou inversement. Ainsi, le film fin adhère au substrat sans la goutte de colle puisque celle-ci reste attachée à la pipette (voir figure 2.5).

Avec cette technique originale, un film fin sur un substrat donné est obtenu en limitant les résidus chimiques. Ces derniers sont limités à la goutte de colle qui a été détachée de l'échantillon. Cette méthode a été appliquée sur différentes épaisseurs de film, de 2 couches de graphène (soit environ 0.8 nm) à du graphite d'une quarantaine de couches (soit environ 16 nm) .



**Figure 2.5** - Dépose et ablation mécanique de la membrane collée sur le pyrex. Le film fin transféré est l'échantillon décollé figure 2.4. Le substrat est gris clair et le graphite gris foncé. Image I, la pipette est descendue lentement vers le substrat et la dépose se fait dans le sens de la longueur du film fin, depuis la partie libre vers la goutte de colle. Image II, la pipette est déplacée perpendiculairement à la direction de dépose, pour enlever mécaniquement la colle. Image III, la pipette est déplacée vers le haut pour finir le détachement de la colle. Image IV, le transfert est terminé, le film fin est sur le substrat et la goutte de colle est sur la pipette. La taille du film fin est de  $70 \times 12 \mu\text{m}^2$ . Le temps de la manipulation est d'environ 40 s

### 3.3 Résultats expérimentaux obtenus

#### 3.3.1 Application au graphite

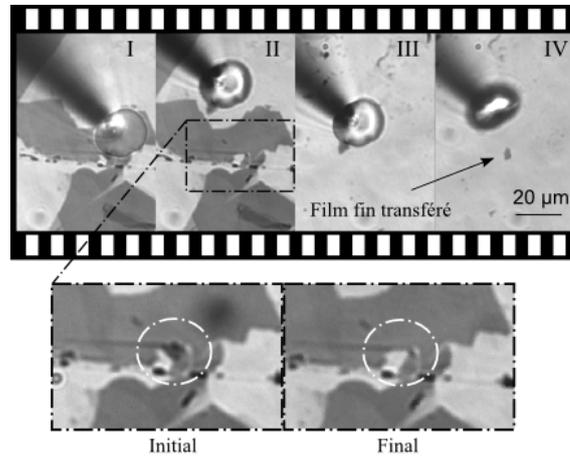
Cette méthode robotisée est testée avec succès sur des échantillons de graphite de différentes tailles. Deux types de transfert sont effectués. Le premier type est réalisé sur du verre pyrex (voir figures 2.5 et 2.6) et le second sur une grille TEM (voir figure 2.8).

Les films fins transférés sur du pyrex ont une surface comprise entre  $4.2 \times 4.7 \mu\text{m}^2$  (voir figure 2.6) et  $70 \times 12 \mu\text{m}^2$  (voir figure 2.5). Ces transferts sont accomplis sur le même substrat de départ et d'arrivée (le substrat de fabrication des échantillons). L'épaisseur du film fin figure 2.5 est mesurée transversalement à l'aide d'un AFM (voir figure 2.7). Celle-ci est de 10 nm soit un peu moins de 30 couches de carbone.

La tâche complète (détachement et dépose) a duré environ 90 s. Le taux de réussite de l'opération de collage et de détachement est de l'ordre de 20 %. Cette opération est considérée comme accomplie lorsque la taille du film décollé excède celle de la goutte de colle. Le taux de réussite de la phase de dépose est de l'ordre de 30 %.

Un film fin d'une surface de  $4.8 \times 11 \mu\text{m}^2$  est transféré sur une grille TEM<sup>8</sup>. Ce film fin est

8. Une grille TEM est un support permettant l'analyse dans des Microscopes Électroniques en Transmission



**Figure 2.6** - Manipulation d'une petite surface de film fin. Ses dimensions sont  $4.2 \times 4.7 \mu\text{m}^2$ . Le substrat est gris clair et le film de graphite est gris foncé. Image I : le collage est réussi. Image II : le film fin est collé à la pipette. Image III : la pipette est déplacée pour effectuer le transfert du film. Image IV : le film fin est déposé. Le temps total est d'environ 90 s et le temps de la tâche de saisie est d'environ 15 s. L'image initiale/finale située en bas montre la zone avant/après à l'emplacement du film décollé.

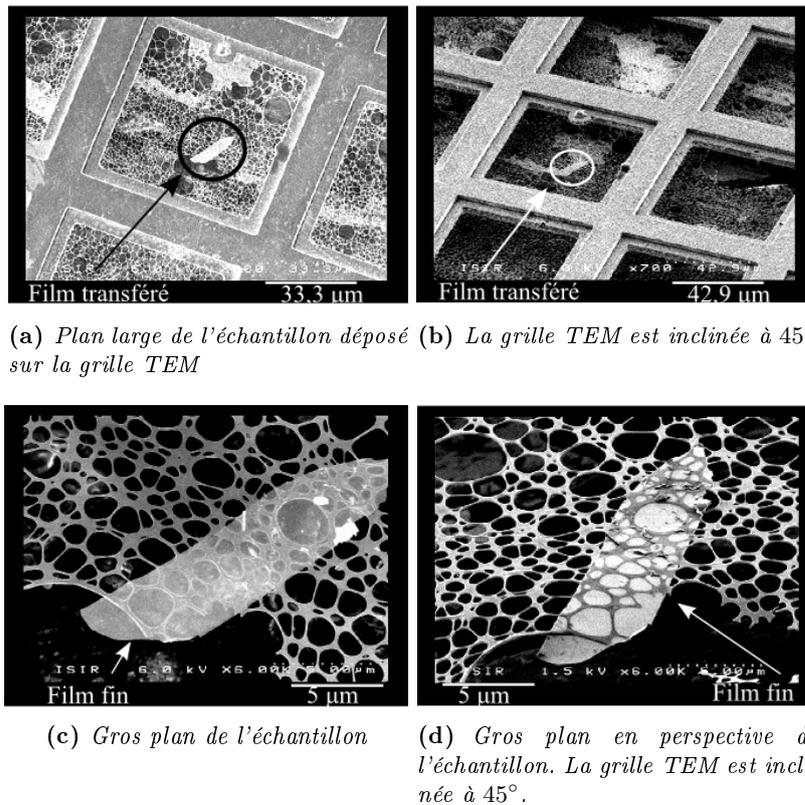


(a) Résultat de la mesure par l'AFM. La hauteur mesurée du film par l'AFM (b) Trajectoire de la mesure est comprise entre  $7,557 \mu\text{m}$  et  $7,547 \mu\text{m}$  soit une épaisseur de 10 nm, environ AFM (flèche rouge). 30 couches.

**Figure 2.7** - Mesure par AFM de l'épaisseur de membrane décollée figure 2.4 et redéposée figure 2.5.

imagé à l'aide d'un MEB (voir figure 2.8). Sur la figure 2.8(d), des aspérités sont présentes sur la membrane. Il s'agit probablement de poussières dues au transport et à la manipulation des échantillons. Mais 50 % de sa surface sont exempts d'impuretés.

Ce film étant très fin (voir figure 2.8(d)), il apparaît en transparence vis-à-vis de la grille TEM. L'impression donnée est qu'il serait situé en-dessous de la grille TEM. Cette mauvaise interprétation apparaît car celui-ci est semi-transparent aux électrons lorsque la tension d'accélération du faisceau d'électrons est trop élevée. Cette tension laisse apparaître le substrat mais le film est bien situé au-dessus de la grille.



**Figure 2.8** - Film fin transféré sur une grille TEM imagée sous MEB. La grille TEM est composée de filets, sur lesquels les échantillons sont déposés et maintenus par cette structure solide. Le film fin a été déposé sur le filet. (c) et (d) Le film fin laisse apparaître en transparence le filet situé en-dessous de lui. (d) Ce film présente quelques défauts situés dans la partie supérieure de l'image, comme de la poussière due probablement au transport de la grille TEM dans le MEB.

Pour faciliter le détachement et créer une forme de membrane déterminée, des tranchées sont créées à l'aide d'une pipette en verre de diamètre extérieur 1,5 mm, de diamètre intérieur 0,86 mm, de pointe de 2 – 3  $\mu\text{m}$  sur 3 mm de longueur (voir figure 2.9 gauche). Lors de ces lithographies, la pipette est endommagée par le contact substrat/pipette. Cet endommagement de la pointe est cependant minime et plusieurs lithographies ont été effectuées. Une sonde en métal peut aisément remplacer, par exemple, l'utilisation d'une pipette. Malgré la réalisation de ces tranchées dans l'échantillon, son déchirement reste imprévisible (voir figure 2.10).

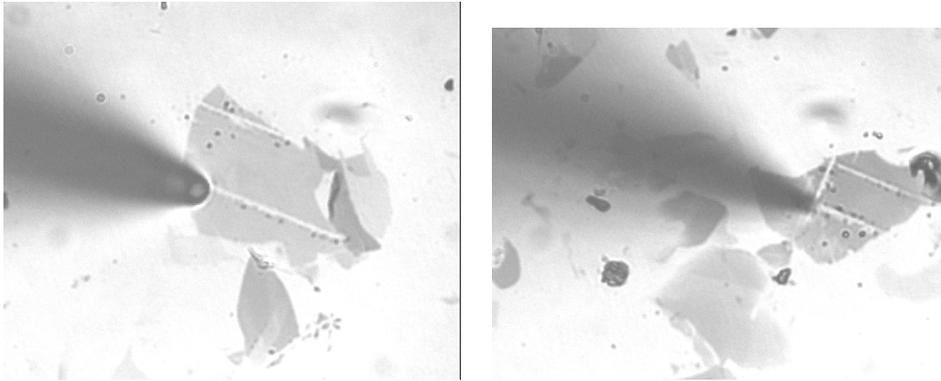
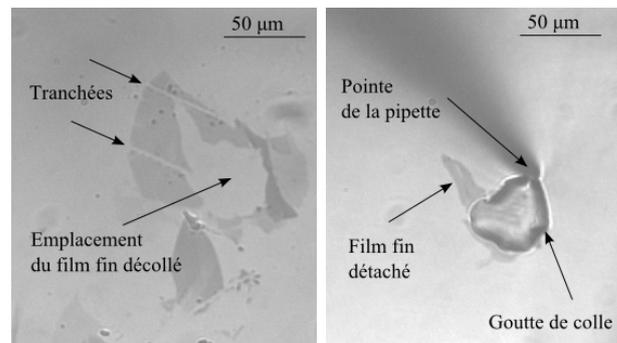


Figure 2.9 - Lithographie effectuée avec une pipette en verre, l'épaisseur du trait est de 2 – 3  $\mu\text{m}$ .



(a) Les tranchées ont été créées sur la membrane sectionnée, pour contrôler son déchirement  
 (b) La pipette avec la membrane détachée.

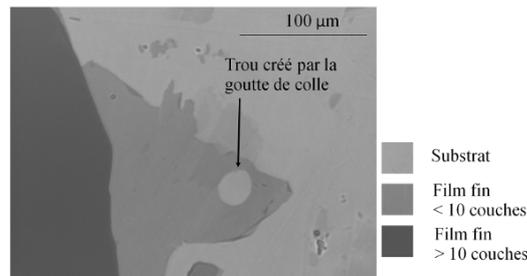
Figure 2.10 - Tranchée et détachement de graphite. La forme de la membrane détachée est imprévisible. La taille du film détaché est d'environ  $32 \times 10 \mu\text{m}^2$

### 3.3.2 Application au graphène

La même approche est appliquée pour du graphène, c'est-à-dire sur des régions plus fines que le graphite. Ces films ultra fins ont une épaisseur inférieure à une dizaine de couches (environ 4 nm). Ils sont appelés graphène multi-couches (MLG<sup>9</sup>).

Aucun échantillon viable n'est obtenu avec la méthode de collage. En effet, cette méthode est seulement capable de détacher la zone de graphène en contact avec la goutte de colle, c'est-à-dire la zone située sous la goutte. Des trous, du diamètre de la goutte de colle, sont créés dans le film de graphène (voir figure 2.11).

Les échantillons ainsi décollés ne sont pas viables car ils ne dépassent pas la superficie de la goutte de colle. Ils ne peuvent donc pas être transférés sur un autre substrat sans un nettoyage de la goutte de colle. Celui-ci ne peut être effectué qu'à l'aide d'un produit chimique, en contradiction avec les contraintes du projet.



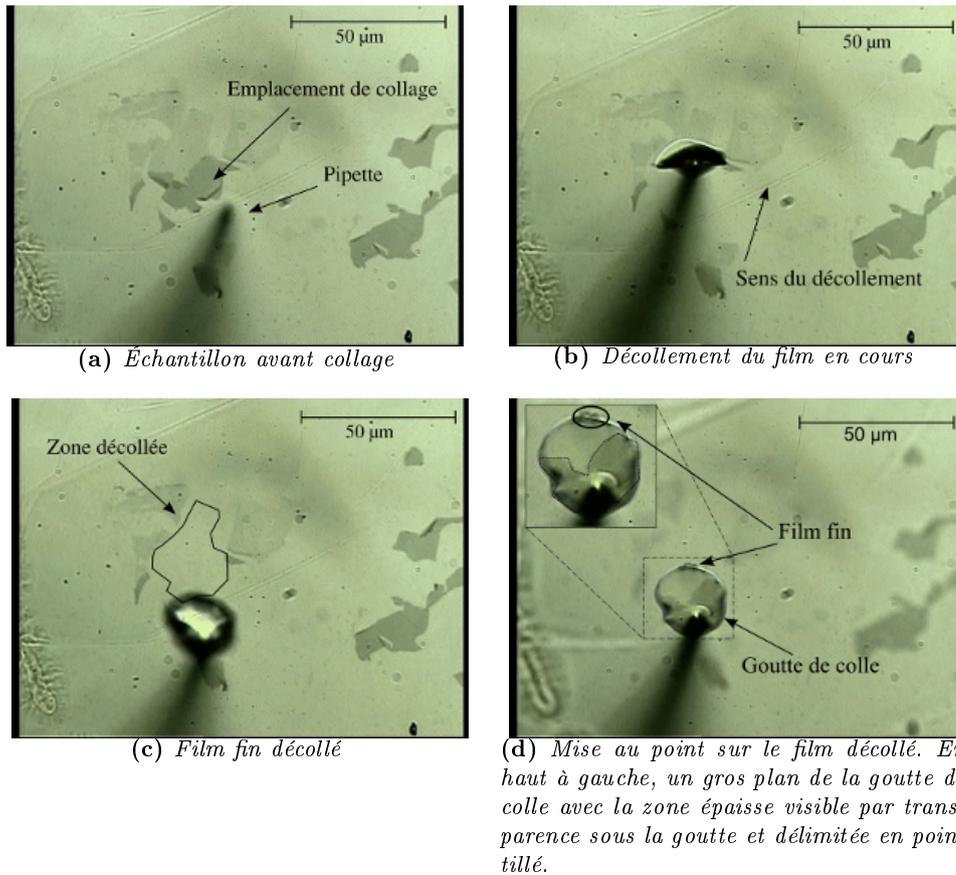
**Figure 2.11** - Manipulation par collage de MLG d'épaisseur inférieure à 10 nm. Les MLG sont gris et gris foncés et le substrat est gris très clair. La méthode employée ne décolle pas une superficie supérieure à la goutte de colle. Elle produit un troué sur le film d'un diamètre correspondant au diamètre de la goutte de colle.

Le décollage par micro-collage peut toutefois être utilisé pour des MLG lorsqu'un échantillon comporte des zones avec différentes couches empilées les unes sur les autres. Ces zones présentent ainsi des épaisseurs différentes. Dans ce cas, le collage peut s'effectuer sur une zone épaisse. Le décollage de cette zone entraîne le décollage des zones plus fines (voir figure 2.12). Ce cas est possible lorsque deux zones d'épaisseurs différentes partagent la même première couche qui est la couche en contact avec le substrat. Dans ce cas, le micromanipulateur décolle la zone épaisse et attire toutes les couches en contact avec le substrat. La couche ultra-fine est alors entraînée par le décollage de la couche plus épaisse (voir figure 2.12). Cependant le déchirement du film reste imprévisible et celui-ci tend à se replier sur lui-même.

## 3.4 Discussion

Cette nouvelle méthode robotisée par collage est validée pour des transferts de films de graphite. Elle présente cependant différents facteurs limitants. Le contrôle de la formation de la

9. Pour Multi-Layer Graphene en anglais



**Figure 2.12** - Décollement d'une couche fine de graphène accolée à une zone plus épaisse. Le collage est effectué sur la zone épaisse. La zone mince est décollée par continuité du décollement. Un mauvais contrôle de la pipette crée une accumulation d'énergie élastique dans la colle. Celle-ci, lors de la libération, entraîne le collage de la quasi totalité du film décollé sous la colle (excepté la partie appelée 'film fin' en (d)).

goutte de colle (vitesse et forme) est un paramètre important pour réussir le transfert. Il semble qu'une goutte aplatie, ronde, peu épaisse, favorise le détachement. Cette goutte est obtenue en programmant une vitesse de colle de l'ordre de 7 ml/min. Si la vitesse est trop lente, la goutte tend à s'épaissir puis à remonter le long de la pipette à cause de la capillarité.

Différents phénomènes physiques facilitent le détachement du film fin. Pendant la polymérisation, la goutte se rétracte et semble déchirer un certain nombre de couches supérieures de la membrane en contact avec elle. Cette rétraction améliore la fixation de la colle sur l'échantillon. Ensuite, lors du décollement du film fin, la liaison entre les couches de graphène maintient la zone déchirée située sous la colle par rapport au reste de la membrane et provoque le décollement de cette zone (voir figures 2.4 et 2.10). Lorsque cette zone est trop fine, dans le cas par exemple de membranes de graphène, il semble que la rétraction déchire toutes les couches jusqu'au substrat. Dès lors, la pipette, par l'intermédiaire de la goutte de colle, ne peut pas décoller de superficies plus grandes que celle de la goutte de colle (voir figure 2.11).

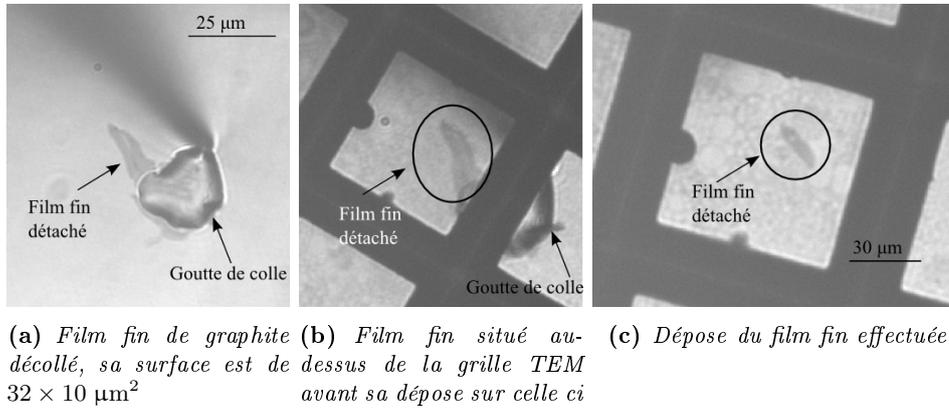
Dans un deuxième temps, après la polymérisation, la goutte reste flexible. Cette flexibilité semble améliorer le détachement en créant une tension supplémentaire au niveau de la colle. Cette tension peut être assimilée à une raideur élastique. Cependant, une trop grande accumulation d'énergie élastique dans la goutte peut engendrer un relâchement soudain et peut ainsi perturber les mouvements du micromanipulateur de manière imprévisible. Ces conséquences peuvent aller de la destruction de la pointe de la pipette sur le substrat, au collage de la membrane sur ou sous la goutte de colle (voir figure 2.12). Le contrôle de cette énergie élastique est essentiel. Il peut être effectué par des mouvements contrôlés d'aller-retour du micromanipulateur pour étendre la goutte en lui redonnant sa forme initiale. **Quand les conditions de forme et de taille de la goutte de colle sont satisfaites, le transfert de film de graphite d'une dizaine de couches peut être réalisé.**

Le déchirement de la membrane est aujourd'hui imprévisible. Il est impératif d'adapter le mouvement de la pipette sur un retour visuel pour augmenter la surface du film détaché. Sa forme influence l'étape de dépose car cette dernière doit être effectuée depuis l'extrémité libre vers la goutte de colle. Le taux de réussite de la phase de décollement est influencé par plusieurs paramètres dont notamment la qualité de l'adhérence du film sur le substrat et le déchirement imprévisible de celui-ci. Le temps de la tâche complète est situé entre 1 et 2 min. Il dépend principalement de l'étape de décollement. La création de tranchées fines sur la membrane n'a pas amélioré le détachement du film.

La surface du film transféré sur la grille TEM n'a pas été maximisée (voir figure 2.13 ; seulement une partie, environ 15 %, a pu être déposée sur cette grille). Cette différence de superficie entre le film détaché et la partie réellement transférée sur la grille, s'explique d'une part par la flexibilité et la fragilité de la grille TEM et d'autre part, par les limites du micromanipulateur.

La grille est composée de carbone et est facilement déchirable avec la pointe de la pipette ou par la goutte de colle. La taille de cette goutte devient un facteur limitant pour la dépose de films sur des grilles TEM. Le second point concerne le micromanipulateur utilisé car celui-ci possède trois degrés de liberté cartésiens. L'approche de l'ensemble film/pipette est verticale. Il est ainsi difficile de maîtriser et de différencier le contact entre d'une part, la grille et la partie

libre du film et d'autre part, entre la grille et la goutte de colle. Il manque au système un degré de liberté supplémentaire, une inclinaison, pour éviter le second contact et ainsi déposer seulement la partie libre du film sur la grille.



**Figure 2.13** - Transfert de film fin sur une grille TEM. La surface du film fin déposé sur la grille est de  $4.8 \times 11 \mu\text{m}^2$  soit environ 15 % de la surface du film décollé.

La pipette est utilisée pour plusieurs rôles suivant les phases de cette méthode. Elle a tout d'abord un rôle de « préhenseur » par l'action de la colle, puis un rôle de manipulateur lors du décollage du film. Cependant, le déchirement aléatoire des films rend difficile la prévision du comportement des films fins et il manque ici un second outil, un outil esclave, pour maîtriser ces comportements. Lors de la phase de décollage, le deuxième outil pourrait éviter le repliement du film sur lui-même, en créant un support pour celui-ci. Lors de la phase de dépose, cet outil contrôlerait la partie libre du film maintenu à la pointe de la pipette. Le film pourrait donc être déposé avec plus de contrôle et de précision, améliorant de façon substantielle, la dextérité vis-à-vis de cette phase.

## 4 Plateforme robotisée à deux doigts indépendants sous environnement contrôlé

Cette première plateforme a donné des éléments essentiels à la compréhension des difficultés relatives à la manipulation ou la caractérisation physique de structures membranaires. Typiquement, la nécessité de développer des outils orientés utilisateur, simplifiant les nombreuses étapes, est apparue de façon claire. De même, les degrés de liberté et la résolution du système robotisé sont un autre axes de recherche. Ces deux thèmes seront développés dans les troisième et quatrième chapitres.

Un autre point est apparu avec la nécessité d'aborder la dextérité du système au travers d'un système multi-doigts. Cette recherche développée dans notre laboratoire pour une autre classe de problèmes a montré certains avantages [Xie 11, Xie 12]. Nous nous concentrerons ici sur un système sous microscope optique pour étudier si deux doigts indépendants sont une solution au problème de l'adhésion substrat membrane. Un autre problème autour de la maîtrise de

l'environnement et des forces mises en jeu sera aussi étudié dans le cadre de la conception de cette nouvelle plateforme.

Cette seconde partie du chapitre montre les éléments constitutifs de ce système et en particulier les problèmes liés au contrôle des systèmes et à l'environnement. Enfin, quelques résultats préliminaires montrent la faisabilité des stratégies basées sur la dextérité pour la manipulation de membranes ultra-fines.

#### 4.1 Différents éléments de la plateforme

L'utilisation d'un système multi-outils ou multi-doigts<sup>10</sup> offre un réel intérêt pour la manipulation en ouvrant le champ des stratégies. En s'appuyant sur une platine de micro-manipulation de marque RAITH de microscopie électronique, une plateforme multi-doigts à environnement contrôlé sous microscopie optique est développée. Cette plateforme est composée de trois modules :

- un module de vision optique,
- un module d'environnement sous vide (développé dans le paragraphe 4.2),
- un système robotisé à deux doigts indépendants (voir figure 2.14(a)) .

La platine est équipée de deux doigts manipulateurs (voir figure 2.14) contrôlés par l'utilisation combinée de moteur à courant continu et de moteur piézoélectrique en boucle ouverte (voir figure 2.14(e)). Ces doigts manipulateurs possèdent une structure cartésienne à six degrés de liberté chacun. Le contrôle du système est effectué par l'intermédiaire d'une interface de commande ou par ordinateur. Les doigts peuvent être équipés d'outils comme des poutres AFM, des capteurs ou de simple pointes (voir figure 2.14(d)).

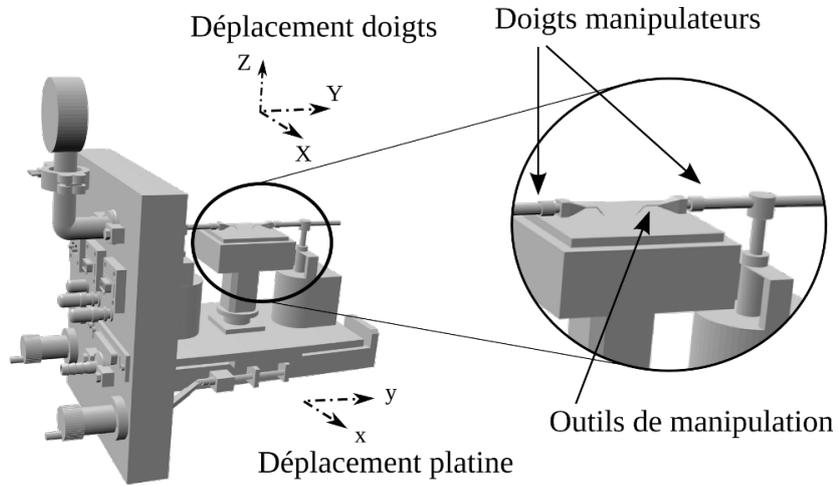
L'usage de moteurs en boucle ouverte peut perturber les déplacements des outils par des phénomènes physiques tel que l'hystérésis. Dans le cas de la platine, deux types de moteurs sont disponibles : des moteurs à courant continu (CC) et des moteurs piézoélectriques. La résolution de ces derniers est 100 nm et la plage d'utilisation des moteurs CC est de  $\pm 10$  mm . Ces derniers sont employés pour de grands déplacements, par exemple pour des phases approche/retrait. Les moteurs piézoélectriques sont utilisés lorsqu'une grande précision (ou une fine résolution) est exigée, par exemple au contact. L'intérêt de ce type d'architecture est d'utiliser la complémentarité de ces deux types de moteurs, à la fois de grand déplacement avec les moteurs CC avec une grande résolution disponible avec les moteurs piézoélectriques.

Lors d'une manipulation, les phases demandant un positionnement précis sont plus sensibles face aux phénomènes d'hystérésis et de dérive. Les moteurs piézoélectriques sont ainsi caractérisés et leurs comportements sont modélisés par un modèle de Prandtl-Ishlinskii [Rakotondrabe 12]. Un modèle inverse, basé sur une anticipation du comportement, est appliqué pour annuler l'effet d'hystérésis.

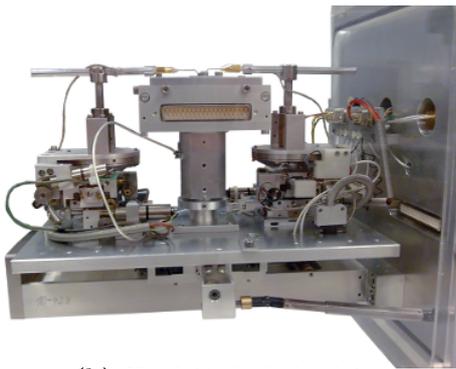
Une des contraintes fortes observées pendant les expériences est la variabilité avec l'environnement pour l'adhésion et le contrôle des micromanipulateurs. Une solution proposée est de créer

---

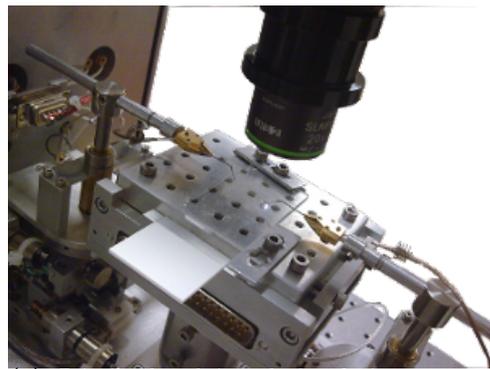
10. Dans la suite de ce chapitre, les mots 'doigt' ou 'outil' sont utilisés indifféremment dans le texte.



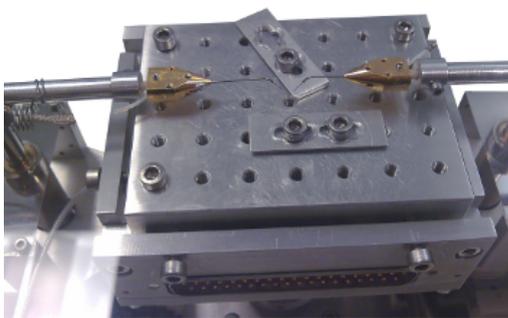
(a) Modélisation 3D de la platine.



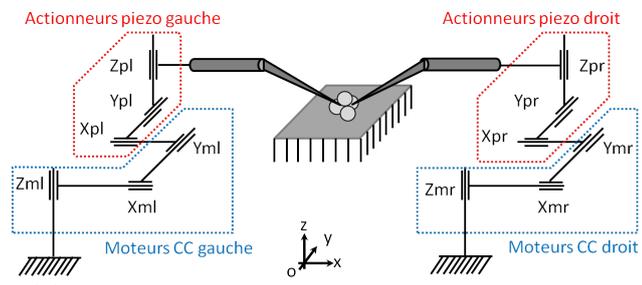
(b) Vue latérale de la platine



(c) Détails des doigts de la platine sous un système optique par réflexion.



(d) Détails des pointes équipées de pointes.



(e) Schéma cinématique des deux doigts manipulateurs

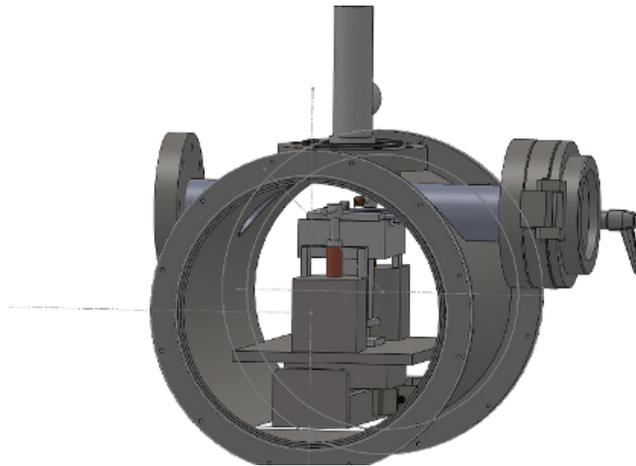
Figure 2.14 - Différents éléments et vue d'ensemble de la platine multi-doigts

un environnement spécifique de type chambre à vide pour garantir la répétabilité des opérations. Cette chambre pourrait ainsi être exploitée pour des opérations de vibrations à très faibles déflexions, expériences impossibles à l'air libre.

## 4.2 Conception et intégration d'une chambre sous vide

Le déroulement d'une opération de micromanipulation peut être influencé par des paramètres tels que la température, le degré d'hygrométrie, les particules en suspension dans l'air ou les vibrations mécaniques. Mis à part ce dernier paramètre, les autres sont contrôlables par l'usage d'une chambre sous vide. L'intérêt premier d'un tel environnement n'est pas de réduire ces paramètres mais de maîtriser leurs influences.

Une enceinte à vide est conçue pour la platine multi-doigts (voir figure 2.15). En plus des critères de conception du vide dans la conception de cette enceinte (matériaux, fixation, type de vide, fabrication des pièces, agencement . . .), deux critères sont ajoutés. Le premier porte sur la portabilité du système. L'ISIR est amené régulièrement à collaborer avec des laboratoires avec des domaines de recherche différents (physique, biologie, chimie). Ces laboratoires ont besoin du savoir-faire de l'ISIR en microrobotique. Ils ne sont pas tous équipés spécifiquement pour la micromanipulation. Des critères particuliers de fabrication ou d'utilisation (fabrication sous salle blanche, durée de vie, fragilité) peuvent rendre difficile le déplacement des échantillons. Dans le cadre de ces collaborations, transférer le savoir-faire et les outils, par le biais d'une plateforme transportable vers ces différents lieux est un atout. Le second critère est l'ajout d'un hublot d'observation. Le travail à « l'aveugle » dans un environnement clos est peu aisé. Un hublot d'observation offre la possibilité de vérifier la mise en place des outils, de déplacer les outils hors champ caméra ou de placer une seconde caméra.



**Figure 2.15** - Représentation en 3D de l'enceinte sous vide, du système optique et de la platine. Les deux façade fermant l'enceinte ne sont pas représentées.

L'enceinte est composée d'un tube cylindrique (longueur 204 mm, épaisseur de 2 mm), la pièce principale. Elle est fermée au deux extrémités. L'une de ces deux fermetures accueille la

connectique des différents éléments. Deux hublots sont prévus de part et d'autre du cylindre, l'un pour la mise en place des échantillons et l'observation et le deuxième pour l'observation seulement. Enfin un système de vision optique en réflexion est disposé sur le dessus (voir figure 2.15). Le poids de la plateforme complète (enceinte et platine) est d'environ 15 kg.

### 4.3 Résultats expérimentaux

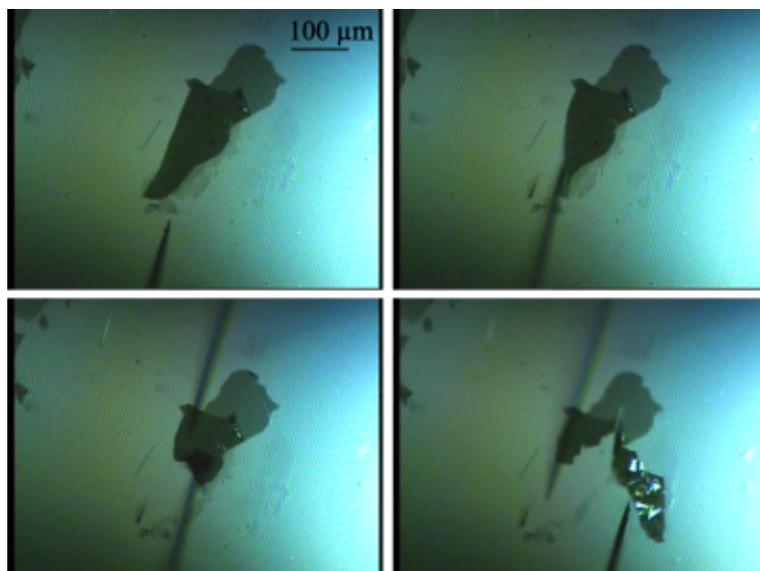
Deux types d'échantillons ont servi d'objets d'étude pour la platine à doigts robotisés. Le premier échantillon a été fabriqué par la méthode décrite paragraphe 2.1 sur un substrat de pyrex fonctionnalisé. Celui-ci comporte des tranchées de  $2\ \mu\text{m}$  de large espacées de  $2\ \mu\text{m}$  pour une profondeur de  $1\ \mu\text{m}$ . Les échantillons présentent donc moins de surface en contact avec le substrat, ce qui diminue les forces d'adhérence entre les échantillons et le substrat. Une des pointes est positionnée dans une tranchée puis déplacée le long de celle-ci en-dessous de l'échantillon jusqu'à son décollement. La seconde pointe est utilisée comme support pour contrôler l'orientation du film décollé. Un film de graphite d'environ  $100\ \mu\text{m}$  de large sur  $200\ \mu\text{m}$  de long a été décollé du substrat (voir figure 2.16).

Le second type d'échantillons est fabriqué directement sur des grilles TEM à section carrée sans membrane support. À l'aide d'une pointe, les zones de moindre adhérence sur les bords du film sont recherchées. Lorsqu'une zone est déterminée, le décollement est accentué jusqu'au décollement de l'échantillon. Cette méthode est appliquée sur un échantillon de graphène dont la grille TEM est à section carrée de  $20 * 20\ \mu\text{m}^2$  (voir figure 2.17) ainsi que sur un film de graphite dont la grille est à section carrée de  $50 * 50\ \mu\text{m}^2$  (voir figure 2.18). Aucun échantillon de graphène n'a pu être décollé car la résolution de la microscopie optique est trop faible. Un film de graphite a pu être transféré de sa grille de TEM de fabrication vers une seconde grille TEM. Cependant, le film s'est replié sur lui-même en accordéon.

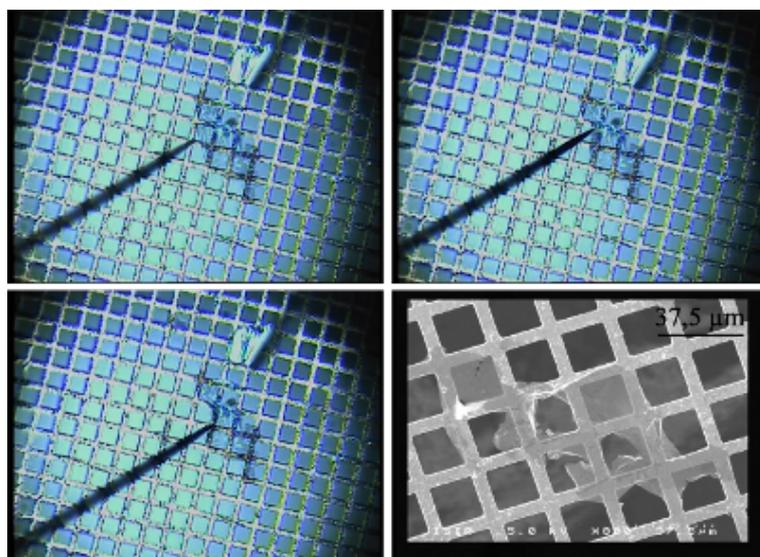
Les différents décollements et transferts réussis ont montré la faisabilité de l'utilisation d'une station multi-doigts robotisée pour les tâches de manipulation sur les films fins. Cette stratégie appliquée aux films fins se heurte cependant aux limites de résolutions de la microscopie optique.

Une plateforme autonome et polyvalente est conçue. Elle est autonome par son poids relativement faible. Compte tenu des limites précédemment identifiées, des améliorations sont intégrées comme un contrôle de l'hystérésis et un environnement sous vide pour maîtriser les variations de paramètres tels que l'humidité et la température.

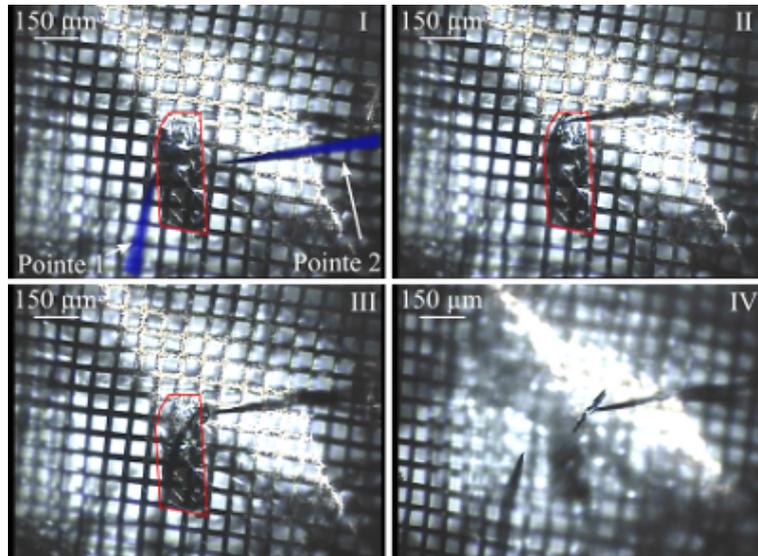
Le système multi-doigts améliore fortement la manipulation de membranes par l'utilisation d'un outil maître et d'un outil esclave, mais les déplacements cartésiens rendent peu aisée la manipulation de membranes. Le module de vision optique reste limité par sa résolution. La problématique de la manipulation de membrane ou film fin reste encore ouverte et doit être repensée. L'utilisation d'outils non cartésiens ainsi que d'une microscopie avec une plus forte résolution doivent être envisagées.



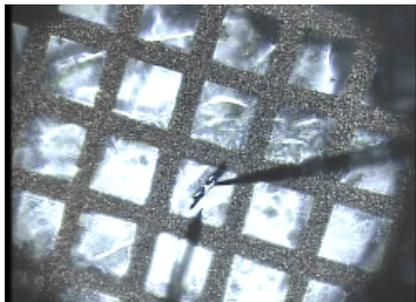
**Figure 2.16** - Décollement de film de graphite sur un substrat comportant des tranchées. Les tranchées font 2 μm de large espacée de 2 μm pour une profondeur de 1 μm.



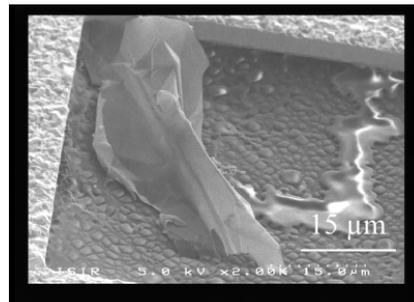
**Figure 2.17** - Décollement de film de graphène sur grille TEM de cuivre. Les sections carrées font 20 μm de côté. Le film est imagé sous MEB.



(a) Décollement de film de graphite sur une grille TEM de cuivre. Les pointes sont colorées en bleu en bleu sur l'image I. Les trous font  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ . Le contour d'origine du film est dessiné en rouge. Image I, le film est entier. Image II et III, le coin gauche du film est décollé par la pointe 1. La pointe 2 maintient le film vertical. Image IV, le film détaché s'est collé en position vertical par force électrostatique sur la pointe 2 qui est remontée à la verticale. La mise au point est effectuée sur la pointe 2. La différence de mise au point entre la pointe et le substrat montre que le film est détaché du substrat.



(b) Déposition sur une seconde grille TEM du film détaché.



(c) Imagerie du film sous MEB. Le film s'est replié en accordéon.

Figure 2.18 - Décollement de film de graphite sur grille TEM de cuivre.

## 5 Analyse et synthèse

Dans le but de caractériser des films fins à l'aide d'équipements spécifiques comme des MEBs, des AFMs ou des TEMs, il est nécessaire d'être capable de manipuler une zone sélectionnée d'un film fin sans altérer ses propriétés par des résidus chimiques. Pour atteindre ce but, une technique basée sur un collage localisé est proposée dans ce chapitre. Cette méthode utilise une micro goutte de colle pour obtenir une liaison entre un film fin sélectionné sur le substrat et l'outil de transfert. Elle limite ainsi le contact entre le film et les éléments chimiques de la colle en localisant cette dernière. Ainsi, une fois le transfert et l'ablation mécanique de la partie encollée effectués, la membrane transférée est libre de tout contact chimique et ses propriétés physiques sont préservées. Cette méthode est validée par des expériences sur du graphite de différentes tailles. Des films fins de  $4.2 \times 4.7 \mu\text{m}^2$  à  $70 \times 12 \mu\text{m}^2$  avec une épaisseur d'environ 10 nm ont été manipulés sur deux types de substrats, du pyrex et une grille TEM.

Suivant la technique de fabrication utilisée et notamment pour celle utilisée dans ces travaux, la méthode présentée dans ce chapitre transfère des échantillons de graphène lorsque les forces d'adhésions entre l'échantillon et le substrat sont élevées. Elle reste limitée à des transferts de membranes de carbone d'une dizaine de nanomètres. Dans ce cas, une fonctionnalisation du substrat avec, par exemple la création de tranchées pourrait diminuer la surface de film en contact avec le substrat et ainsi réduire les forces d'adhésions. Mais cette méthode est cependant tout-à-fait adaptée pour d'autres méthodes de fabrication de graphène qui présentent des forces d'adhésion moindres, comme de l'oxyde de graphène (GO) ou encore graphène CVD<sup>11</sup>. Dans ce cas, le transfert de films ultra fins comme du graphène est possible. Ce travail est une première étape vers le transfert sélectif d'objets surfaciques avec des méthodes autour de l'adhésion contrôlée au contact.

La mise au point de cette méthode de transfert montre les limites de l'usage d'un environnement non contrôlé ainsi que l'usage d'un outil unique. Une plateforme a été conçue avec ces nouvelles contraintes en améliorant la résolution et la dextérité du système microrobotisé. Les résultats prouvent la faisabilité d'utiliser des stratégies robotisées multi-doigts pour des films fins avec des substrats fonctionnalisés. Néanmoins les résultats montrent cependant que les contraintes sont trop fortes pour la microscopie optique et le système associé. Pour pouvoir fermer la boucle de contrôle du système robotique pour ces systèmes du point de vue utilisateur, des outils dédiés et simplifiant sa tâche doivent être développés autour d'un environnement de microscopie performant, le microscope électronique.

---

11. CVD en anglais pour chemical vapour deposition, en français dépôt chimique en phase vapeur



# Conception d'une plateforme robotisée sous MEB

---

Le chapitre précédent présente des méthodes de transfert de films fins. Ces méthodes, manuelles du point de vue opérateur, sont donc très dépendantes de sa dextérité. L'observation de l'échantillon est un facteur important pour le succès de l'opération. Les dimensions de celui-ci et la résolution requise pour les tâches de manipulation nécessitent une meilleure qualité visuelle que celle offerte par la microscopie optique. Afin de bénéficier d'une plus forte résolution pour la téléopération ainsi que d'une plus grande profondeur de champ, la microscopie électronique est alors abordée.

Ce chapitre traite de la conception d'une plateforme de nanomanipulation et de caractérisation sous microscope électronique à balayage (MEB). L'utilisation de ce type de microscope s'accompagne de contraintes lourdes, notamment liées à l'isolement et l'encombrement de la chambre sous vide. Des systèmes robotisés et intégrés ont été réalisés dans différents laboratoires [Eichhorn 12, Ahmad 12a]. Ces réalisations s'accompagnent souvent d'améliorations techniques ou de diverses adaptations pour le microscope utilisé, comme par exemple l'emploi de système multi-outils [Qin 12] ou encore le couplage avec d'autres types de microscopie [Nakajima 11]. Malgré ces perfectionnements, les problèmes liés à l'observation pour la téléopération sous microscopie électronique demeurent. De plus, il n'existe pas encore de solution adaptée pour les tâches de manipulation d'objets bidimensionnels.

Pour améliorer l'interaction de l'opérateur avec la plateforme, il est nécessaire d'améliorer sa visualisation de la tâche. Des outils d'aide à l'observation pour la téléopération sous MEB sont donc proposés. Ces outils portent sur plusieurs types d'observations nécessaires à l'opérateur : améliorer l'observation de l'interaction outil/échantillon en temps réel et donner une visualisation fine de la configuration spatiale des outils de la plateforme par l'utilisation d'un

environnement en réalité virtuelle ou augmentée. Ce dernier possède aussi l'avantage, par le biais des capteurs « virtuels » implémentés à partir du moteur physique de cet environnement, de fournir des informations indisponibles par des mesures directes.

Dans une première partie, ce chapitre présente les différents systèmes robotiques récents mis au point dans différents laboratoires pour la téléopération sous microscopie électronique. Ensuite, la plateforme robotique conçue au sein de l'ISIR est présentée. La seconde partie expose les améliorations apportées à ce système de téléopération pour l'observation sous microscopie électronique. Le premier outil se focalise sur la réduction de bruit en mode vidéo dans le MEB et le second sur l'utilisation d'un environnement virtuel pour une meilleure visualisation de la scène de la tâche. Cette plateforme est la base du système de caractérisation mécanique *in situ* développé au quatrième chapitre.

## 1 Plateforme robotisée sous microscopie électronique

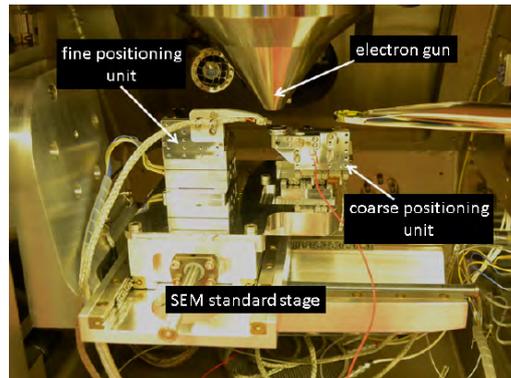
### 1.1 État de l'art

Le choix de la microscopie électronique pour la microrobotique est motivé par les performances de résolution nanométrique de l'image ainsi que la profondeur de champ permettant l'observation simultanée de l'outil et des échantillons. Le principe de base de cette microscopie consiste à utiliser un bombardement d'électrons. Ces électrons remplacent les photons de l'imagerie classique. Il est ainsi possible d'avoir des longueurs d'ondes beaucoup plus courtes et une résolution très supérieure à la microscopie photonique. Toutefois, l'image produite n'est pas l'équivalent d'une image photonique agrandie. Par exemple, la luminosité, ainsi que les phénomènes de réflexion ou de transmission dépendent des caractéristiques diélectriques des matériaux. De plus, la bonne transmission des électrons nécessite un vide de bonne qualité pour éviter leurs dispersions dues aux collisions avec des molécules d'air. Par conséquent, les échantillons sont placés dans une enceinte isolée et hermétiquement fermée. Cette enceinte est de dimensions réduites et constitue un environnement très contraint dû à la présence des instruments et composants divers nécessaires pour l'imagerie électronique.

L'intégration d'une plateforme robotique dans cet environnement nécessite donc un travail de conception réfléchi, dépendant de la tâche visée et de l'architecture du MEB utilisé. Plusieurs exemples de systèmes nanorobotiques sous MEB ont été proposés dans la littérature. Il est à noter que malgré l'apparition commerciale de composants adaptés, il n'existe pas encore aujourd'hui d'offre complète clés en main, à cause notamment des difficultés mentionnées ci-dessus. Une sélection non-exhaustive des réalisations dans le contexte de leurs domaines d'application est proposée ici.

L'équipe du professeur Fatikow de l'Université d'Oldenburg développe des plateformes axées principalement sur la modification et l'assemblage automatisés d'éléments tels que des nano-

tubes de carbones (CNT<sup>1</sup>) et des nanofils en silicone (SiNW<sup>2</sup>) par des outils fonctionnalisés échangeables [Eichhorn 12, Bartenwerfer 12, Stolle 12]. Ces plateformes disposent d'une rotation de l'ensemble pour observer l'ensemble outil/échantillon et les portes-outils avec des actionneurs pour des déplacements grossiers et fins. Tous les actionneurs sont linéaires et le système ne dispose pas de rotation relative entre les échantillons et les outils.



**Figure 3.1** - plateforme de nanomanipulation [Bartenwerfer 12]

Deux plateformes sont développées à l'Université de Toronto. La première est axée sur la manipulation et la mesure de caractéristiques électriques de nanofils [Ru 10]. La seconde est conçue pour la manipulation, le découpage et la caractérisation de nanofils ainsi que leur assemblage en nanotransistor à effet de champ (FET<sup>3</sup>) [Zhang 13]. Cette dernière est équipée de 4 outils à 3 degrés de liberté en translation. Elle est fixée à la platine du MEB et l'ensemble dispose de 3 degrés de liberté supplémentaires en translation.

Le département Micro-nano Engineering de l'Université de Nagoya, dirigé par le professeur Fukuda, développe des systèmes robotiques principalement pour la manipulation et le test de cellules biologiques sous conditions contrôlées. Ces tests portent notamment sur la mesure de l'adhésion de surface, de leur raideur ou de leur conductivité électrique [Ahmad 12a, Shen 11, Ahmad 12b, Yang 12]. Le porte-échantillon et les portes-outils disposent de 3 degrés de liberté en translation. De plus, un porte-outil possède un degré de liberté supplémentaire en rotation.

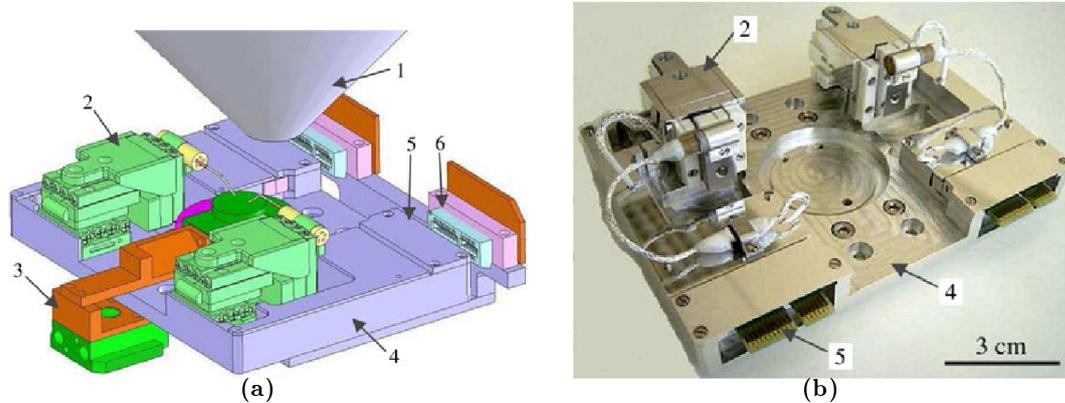
Le Laboratoire Nationale Oak Ridge au Tennessee développe une plateforme de vision et de manipulation multi-outils où les échantillons sont dans des conditions cryostatiques contrôlées [Chang 11, Qin 12, Kim 07] pour étudier la croissance dans le domaine ferroélectrique. Elle est équipée de 4 outils à 3 degrés de liberté (x,y et z) pour des déplacements fins et le substrat dispose aussi de également 3 degrés de liberté (x, y et z) pour des déplacements sur des grandes courses.

La faculté d'ingénierie de l'Université de Shizuoka développe une plateforme robotique pour la micromanipulation biologique sous MEB [Takahashi 11]. Les portes-outils installés sur la

---

1. Carbon Nano-tubes en anglais  
 2. Silicon Nano-Wires en anglais  
 3. Field-Effect Transistors

plateforme possèdent 3 degrés de liberté, avec à la fois des déplacements grossiers et fins.



**Figure 3.2** - plateforme de nanomanipulation [Zhang 13]. 1- canon à électrons. 2- nanomanipulateur. 3- support d'échantillon. 4- support des nanomanipulateurs. 5- connecteur électrique mâle. 6- connecteur électrique femelle.

Toutes ces plateformes utilisent un ou plusieurs actionneurs fins, avec une précision nanométrique (entre 0.7 nm et 5 nm) pour une course de l'ordre du micromètre (entre 1.2  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$ ). Certains disposent en plus d'actionneurs complémentaires pour des déplacements plus longs. Ces modules ont le plus souvent une résolution micrométrique pour une course de l'ordre du millimètre [Qin 12, Ru 10, Nakajima 12, Bartenwerfer 12] (voir figure 3.1).

Certains travaux proposent des améliorations pour faciliter la nanomanipulation sous MEB. [Eichhorn 12, Bartenwerfer 12, Ru 10, Zhang 13] intègrent un système multi-outils et [Nakajima 12, Kim 07] un système de changement d'outil intégré dans la chambre. Les systèmes haptiques sont également utilisés. [Takahashi 11] exploite une interface commerciale avec 6 axes pour la micromanipulation biologique et la détection d'efforts. Le couplage de cette microscopie avec d'autres techniques d'imagerie est proposé. [Nakajima 11] intègre un microscope optique à l'intérieur de la chambre pour l'étude des cellules biologiques par fluorescence. Par ailleurs [Bartenwerfer 12] incorpore une sonde ionique focalisée (FIB<sup>4</sup>) dans le MEB, en plus d'une sonde de microscopie à force atomique pour servir d'outil de manipulation et de mesure. Cette plateforme est utilisée pour manipuler avec un retour haptique des nanosphères de 550 nm. Enfin, [Qin 12] couple un microscope à effet tunnel (STM<sup>5</sup>) avec un MEB.

Le tableau 3.1 présente une comparaison des caractéristiques cinématiques des systèmes mentionnés ci-dessus. Cette analyse montre que les actionneurs linéaires sont une solution privilégiée, à l'inverse de la robotique classique qui préfère les moteurs rotatifs. En effet, à cette échelle, la technologie piézoélectrique « stick-slip » est prépondérante et exploitée pour l'utilisation d'actionneurs linéaires de bonne qualité. Ce type d'actionneurs présente une cinématique avec des modèles géométriques plus simples, donc une commande simplifiée et une meilleure précision. Néanmoins, la manque de rotation possible entre les outils et les échantillons peut apparaître

4. Focused Ion Beam en anglais

5. Scanning Tunneling Microscope

comme un handicap important pour la manipulation d'objets à géométrie complexe.

Il est à noter que les systèmes présentés dans cette analyse sont conçus pour des objets 0D (sphères, particules) ou 1D (nanofils). La manipulation de structures bidimensionnelles comme proposée dans ce travail nécessite une cinématique plus adaptée.

**Tableau 3.1** - Synthèse des plateformes

	Éléments de la plateforme (actionneurs)	Degrés de liberté	Résolution	Course
Oldenburg	Porte-outil (Smaract)	3 ddl grossiers	10 nm	35 mm
	Porte-outil (Physik Instrument)	3 ddl fins	1.55 nm	50 $\mu\text{m}$
	Inclinaison plateforme	1 ddl	–	–
Toronto1	(SmarAct)	2* 3ddl	100 nm	11 mm
			0.7 nm	1.2 $\mu\text{m}$
Toronto2	Outils (Zyvex S100)	4x 3ddl (x, y, z) grossier	100 nm	12 mm
		3ddl (x, y, z) grossier	5 nm	100 $\mu\text{m}$
	Plateforme	3ddl (x, y, z)	–	–
Tennessee	Outils (Unisoku)	4* 3ddl (x, y, z) fin	1.5 $\mu\text{m}$	3 – 5 mm
	Plateforme	3ddl (x, y, z) grossier	–	–
Nagoya	Outils (Picomotors)	3ddl	30 nm	12 – 16 mm
	Outils (Nanomotors PZTs)	3 ddl	2 nm	–
	Substrat	3 ddl (x, y, z)	2 nm	–

## 1.2 Cahier des charges de la plateforme

Cette partie développe le cahier des charges de la plateforme en abordant les caractéristiques cinématiques de la plateforme nécessaires aux tâches de manipulation d'objets surfaciques et les contraintes propres dues à la chambre du MEB.

**Considérations cinématiques** L'étude d'objets membranaires demande une précision nanométrique pour le déplacement des outils du fait de la taille de l'épaisseur de ces objets. En effet, les opérations d'approche, de manipulation et de dépose nécessitent une résolution fine. Ces études nécessitent également un positionnement ultra-précis des outils sur l'objet. La plateforme doit donc disposer d'un manipulateur microrobotique en boucle fermée avec une résolution nanométrique.

De plus, la possibilité d'observer simultanément l'outil et l'échantillon sous des angles variés est très intéressante pour la téléopération. Il est donc recommandé de doter l'ensemble porte-échantillon/capteur des degrés de liberté supplémentaires (par exemple une inclinaison) pour que

cet ensemble puisse être orienté sous le canon à électrons du MEB.

Le chapitre précédent a introduit deux éléments nécessaires en terme de dextérité pour les tâches de manipulation de films fins. Le premier est la présence d'une inclinaison relative entre l'échantillon et les outils, notamment pour le décollement ou la dépose de film. Il est à noter que cette orientation doit être indépendante de l'orientation pour l'observation mentionnée précédemment. Le second élément est l'usage d'un système multi-outils pour la manipulation dextre de ce type d'objet, avec la même possibilité de positionnement et d'orientation relative entre les outils et les échantillons.

Une spécificité additionnelle de ce travail, détaillée dans le chapitre suivant, est l'utilisation d'un capteur actif pour la caractérisation. Ce capteur, un diapason, pose la question de la masse des capteurs pour les actionneurs et la structure microrobotique. En effet, certains capteurs peuvent présenter un important porte-à-faux pour le système. Un porte-outil fixe supplémentaire pour ce type de capteurs peut donc être intégré sans complexifier davantage la cinématique. Les besoins robotisés pour la plateforme de micromanipulation sont résumés dans le tableau 3.2.

**Tableau 3.2** - *Synthèse des besoins robotisés pour les tâches de micromanipulation*

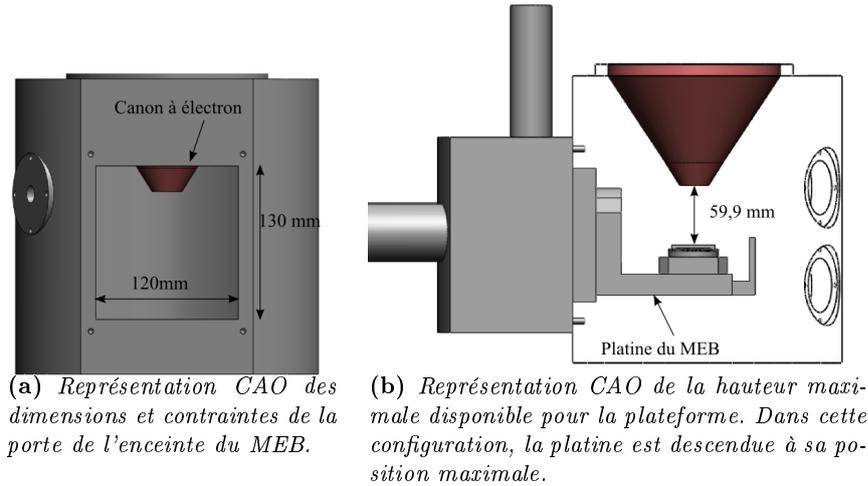
Éléments de la plateforme		Besoins robotisés
Porte-outil	Outil fixe	–
	Outil mobile	3 axes de translation
Porte-échantillon		3 axes de translation 2 ou 3 rotations
Porte-échantillon et porte-outil		Inclinaison d'observation Actionneurs en boucle fermée Résolution nanométrique

**Contraintes liées à l'utilisation d'un MEB** L'utilisation d'un MEB est soumise à des contraintes liées à l'imagerie par électrons. Une première contrainte est la nécessité d'utiliser des matériaux non-magnétiques pour éviter la perturbation du champs d'électrons. Une deuxième contrainte est l'utilisation des matériaux compatibles avec le vide pour éviter sa pollution par dégazage des matériaux. Pour des éléments motorisés, le choix d'actionneurs nécessite une réflexion du fait de l'absence de dissipation thermique par convection. Enfin l'intégration d'une plateforme dans l'enceinte fermée du MEB doit tenir compte des éléments tels que le volume disponible à l'intérieur de la chambre et l'accès pour l'insertion des instruments.

L'ISIR dispose d'un MEB Hitachi S4500, qui est utilisé pour les développements expérimentaux de ce travail. Il est constitué d'une chambre principale dans laquelle sont placées les échantillons à analyser, d'un sas pour mettre en place les échantillons sans ouvrir la chambre et d'une platine manuelle à 5 degrés de liberté (3 translations, une rotation et une inclinaison) servant à déplacer l'échantillon sous le canon à électrons. Il dispose aussi de divers capteurs à électrons situés dans la chambre principale.

Les dimensions de l'ouverture de l'enceinte ainsi que les éléments obstruant une partie de

cette ouverture (canon à électrons et porte-échantillon de la platine) constituent une première contrainte pour les dimensions d'insertion (largeur et hauteur) de la plateforme robotisée. Les dimensions maximales de celle-ci pour son insertion à travers cette ouverture sont de 59,5 mm de hauteur et de 120 mm de largeur (voir figure 3.3). En positionnant la plateforme sur la platine du MEB, cette dernière peut utiliser les degrés de liberté de la platine comme déplacement grossier et notamment l'inclinaison pour son observation complète.



**Figure 3.3** - Contraintes d'encombrement liées à la chambre du MEB

L'enceinte possède un diamètre intérieur de 208 mm et un volume utile d'environ 1770 cm<sup>3</sup>. La platine présentant une avancée à l'intérieur de l'enceinte, la longueur maximale de la plateforme ne peut excéder 155 mm.

Pour que la plateforme robotisée conserve les degrés de liberté supplémentaires de la platine, une marge de déplacement est prévue. Les contraintes dimensionnelles sont résumées dans le tableau 3.3.

**Tableau 3.3** - Synthèse des contraintes dimensionnelles pour la plateforme

Caractéristiques	Valeurs
largeur insertion	120 mm
hauteur insertion	59,5 mm
longueur maximale	155 mm
degrés de liberté de la platine du MEB	3 translation. X, Y, Z : course de 25 mm
	1 rotation suivant Z : course de 360°
	1 inclinaison suivant X : course de 45°

### 1.3 Conception et réalisation de la plateforme

Une structure qui répond aux contraintes décrites est composée d'un porte-outil mobile, d'un porte-outil fixe, et d'un porte-échantillon mobile. Le choix d'une structure parallèle comme un hexapode pour le porte-échantillon donne à celui-ci une grande souplesse pour son utilisation avec 6 degrés de liberté (translations et rotations) pour le mouvement relatif entre l'échantillon et les outils. Cette solution est aussi plus compacte que l'utilisation en série d'actionneurs linéaires et rotatifs sur les portes-outils. Le porte-outil mobile est doté de 3 actionneurs linéaires cartésiens, qui ont des meilleurs rapports précision/encombrement que les actionneurs rotatifs à cette échelle. Cette architecture fournit les mouvements relatifs nécessaires entre chaque composant. De plus, en fixant la plateforme sur la platine d'origine du MEB, l'opérateur dispose des 5 degrés de liberté supplémentaires pour les déplacements pour agir sur l'observation.

Le plateforme est composée de plusieurs actionneurs produits par la société SmarAct : un Smarpod 110.45 à 6 degrés de liberté (3 rotations et 3 translations cartésiennes) pour le porte-échantillon mobile, un manipulateur 3 axes composé des micro-translateurs SLC-1720 pour le porte-outil mobile et d'un porte outil fixe (voir figure 3.4). Ces structures sont assemblées par SmarAct à partir des composants existants selon la conception réalisée à l'ISIR. Elle est fixée sur la platine manuelle du MEB. La plateforme bénéficie donc de 9 degrés de liberté pour la manipulation et de 5 degrés de liberté supplémentaires pour l'observation par l'intermédiaire de la platine du MEB. L'assemblage de la plateforme sur la platine ainsi que le câblage de la plateforme ont nécessité la conception et la fabrication de différentes structures intermédiaires réalisée à l'ISIR. Ces pièces ont été conçues dans un souci de minimiser les pertes de volume de travail de la plateforme.

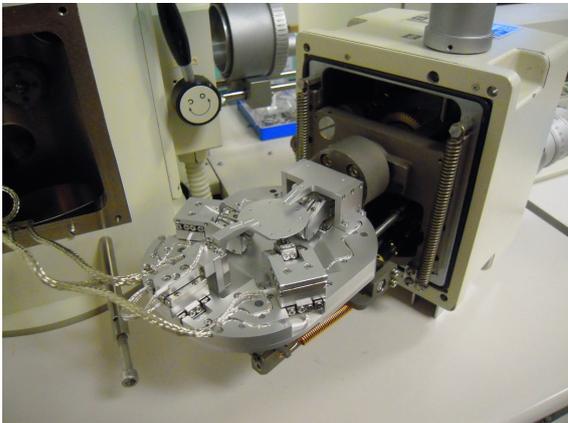
Les actionneurs SmarAct sont fournis avec un contrôleur électronique et les bibliothèques de développement. Il est ainsi possible de piloter facilement leur différente cinématique par des schémas de commandes intrinsèquement en boucle fermée et relativement simples à implémenter.

En synthèse, cette plateforme répond au cahier des charges imposé pour la manipulation et la caractérisation d'objets surfaciques :

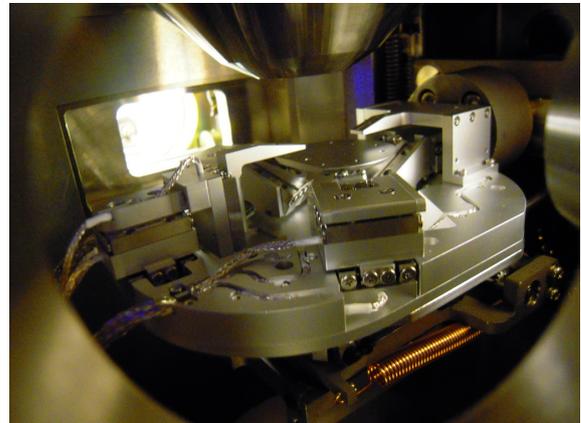
- elle possède une résolution nanométrique avec des translateurs en boucle fermée avec un contrôle en position. Elle est donc adaptée aux tâches de manipulation d'objets membranaires.
- l'hexapode, le manipulateur 3 axes et le support fixe sont inclinables sous le faisceau à électrons par l'intermédiaire de la platine. Ainsi les tâches de manipulation sont observables latéralement sans modifier les références des translateurs les uns par rapport aux autres.
- l'hexapode conserve à partir de ses rotations la capacité de modifier l'orientation de son repère par rapport à ceux du porte-outil mobile et du support fixe.



(a) Le micromanipulateur Smarpod



(b) Plateforme complète; le Smarpod est positionné sur la platine du MEB



(c) Disposition de la plateforme dans la chambre du MEB

**Figure 3.4** - Plateforme robotique de nanomanipulation

## 2 Assistance à l'opérateur pour la téléopération nanorobotique

L'utilisation de la plateforme robotisée sous MEB pour une tâche téléopérée n'est pas intuitive pour l'opérateur. Tout d'abord, l'isolement du système dans l'enceinte complexifie la perception de la configuration cinématique des outils et de l'échantillon. Ensuite, l'image de l'échantillon obtenue par le faisceau d'électrons est bruitée en mode vidéo et couvre une zone très réduite. La visualisation de l'ensemble de la zone de travail n'est donc pas possible. La perspective de l'image empêche l'opérateur d'évaluer correctement la position relative des objets. Par conséquent, le positionnement 3D des outils par rapport aux échantillons demande une attention particulière de la part de l'opérateur. Ce problème est aussi présent pour les phases de transfert et de dépose. De plus, l'encombrement extrême de l'enceinte et l'absence de vue générale entraînent un risque de collisions entre le système robotique et les composants du microscope.

Deux types d'assistance à l'opérateur sont proposés dans ce chapitre pour lui donner une manipulation plus intuitive et plus sûre. La première concerne l'amélioration de la qualité d'image du MEB en mode vidéo. Une méthode temps-réel basée sur l'utilisation d'un algorithme de traitement d'image à haute fréquence est proposée dans le paragraphe 2.1.

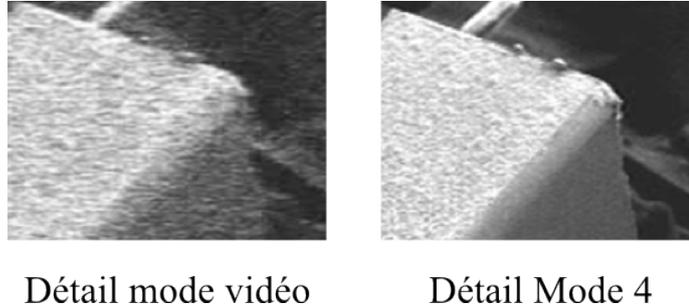
La seconde, plus intrusive, concerne l'utilisation d'une maquette numérique du système dans un environnement de réalité virtuelle. La représentation de l'espace de travail et le positionnement des outils se compliquent lors de leur utilisation dans une enceinte fermée. Sans possibilité efficace de maîtriser leur positionnement, l'emploi de micromanipulateurs est peu aisé. Pour faciliter leur usage dans un tel environnement l'emploi de la réalité virtuelle avec une interaction en temps réel avec la plateforme est proposé dans le paragraphe 2.2.

### 2.1 Atténuation du bruit à haute fréquence du MEB

Pour réussir des tâches de manipulation sous MEB comme des transferts d'échantillons ou la caractérisation de leurs propriétés physique, il est important de positionner correctement et précisément l'outil sur l'échantillon. Ceux-ci sont initialement placés sous le faisceau d'électrons, utilisé pour produire l'image du MEB. Cependant, la microscopie électronique est limitée pour observer en temps réel car sa fréquence de rafraîchissement d'image, pour des images détaillées, est inférieure à la dizaine de Hertz. Pour observer en temps réel un mode dynamique, appelé mode vidéo, est employé avec une vitesse de balayage plus élevée. Pour notre système Hitachi S4500, cette vitesse de balayage est de 0.08 s. À cette vitesse, le suivi des déplacements de l'échantillon et/ou de l'outil est observé proche du temps réel pour l'œil humain.

La qualité des images est directement liée à cette vitesse de balayage (voir figure 3.5). Lorsque le faisceau d'électrons balaye l'échantillon rapidement, celui-ci diminue le temps passé sur une zone et donc le nombre d'interactions entre le faisceau et l'échantillon. Le nombre d'électrons réémis par cette interaction et reçu par les capteurs est naturellement moindre. Une vitesse de balayage élevée diminue ainsi la quantité d'informations pouvant être imagée. L'image est obtenue plus rapidement (0.08 s pour ce mode dynamique contre 20 s pour le mode de meilleure qualité) mais la qualité des images s'en trouve dégradée, par l'augmentation notable du bruit dans l'image

observée (voir figure 3.5). Cette dégradation est une contrainte forte pour la téléopération sous MEB en temps réel.



**Figure 3.5** - Comparaison du bruit d'un détail d'une image obtenue au MEB. A gauche, l'image est obtenue en 0.08 s et correspond au mode vidéo du MEB. À droite, l'image est acquise en 20 s. L'image de droite contient des détails plus élevés et nettement moins de bruit.

Le bruit d'imagerie d'un MEB parasitant l'observation en temps réel est lié à la fois à la qualité du MEB et à la conductivité de l'échantillon. Il est donc difficile, sans changer de microscope ni d'échantillon, d'améliorer la vision sans passer par des méthodes de traitement d'images. Une méthode originale est proposée pour quantifier le bruit de l'image et appliquer des paramètres correctifs [Ouarti 12]. La correction des images par cette méthode est très rapide. Il est donc possible de l'appliquer en ligne, pendant la visualisation, sans réduire la fréquence d'affichage, ni induire du retard.

La méthode de débruitage en temps réel exposée dans ce document repose sur un principe de quantification de bruit de l'image : il s'agit d'estimer le bruit d'acquisition et de se servir de cette estimation pour débruiter le flux vidéo en temps réel. Elle est constituée de deux phases (figure 3.6). La première est un pré-traitement qui donne une estimation du bruit et les différents paramètres de débruitage. Lors de la seconde phase, ces paramètres sont appliqués en temps-réel pour débruiter l'image.

**Phase de pré-traitement** Lors du pré-traitement, l'algorithme détermine les meilleurs paramètres de débruitage à partir d'une image de référence enregistrée. Cette image est obtenue par un balayage lent, à la meilleure résolution possible. Elle contient de façon intrinsèque la plus grande définition possible. L'algorithme calcule ensuite différentes valeurs des paramètres de débruitage ( $\lambda$ ) pour cette image de référence par itération. Puis, les images débruitées sont comparées avec l'image de référence à l'aide de la méthode PSNR<sup>6</sup> pour quantifier la qualité du débruitage. Cette méthode donne une mesure de quantification de la variation entre l'image reconstruite ou débruitée et l'image d'origine. Ainsi, à partir de cette mesure, les meilleurs paramètres de débruitage sont déterminés de façon itérative (voir figure 3.7). Ils sont choisis pour diminuer le plus de bruit dans l'image et conserver les propriétés originales de l'image au plus proche de sa référence.

---

6. Peak Signal to Noise Ratio en anglais

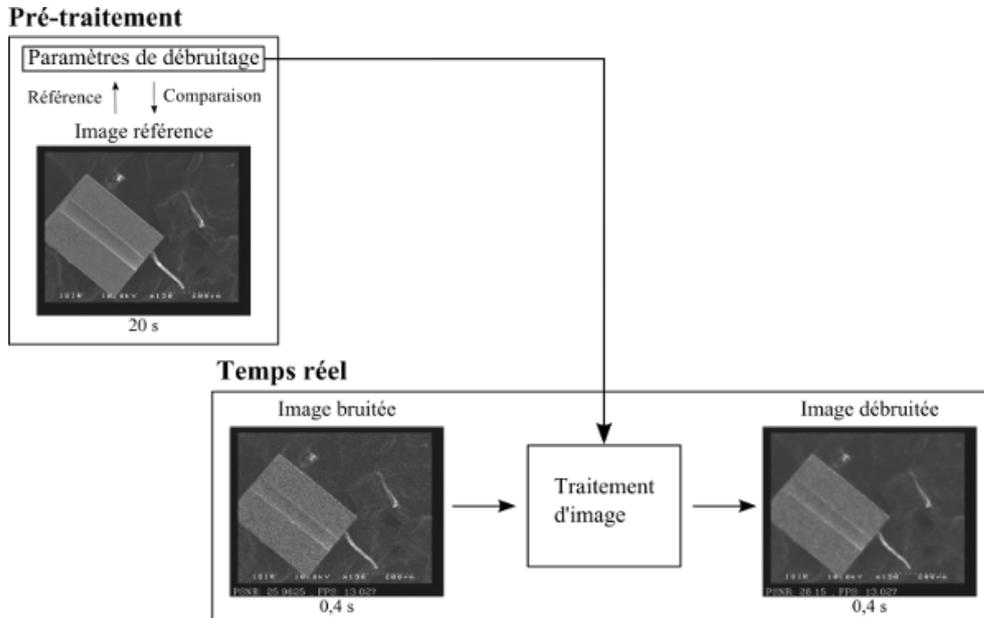


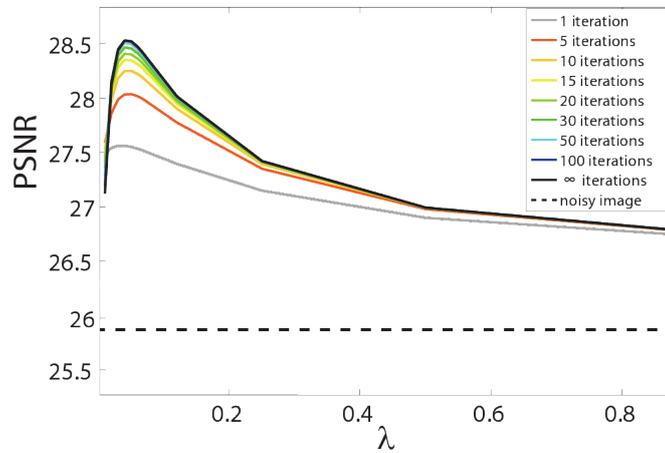
Figure 3.6 - Schéma de l'algorithme de débruitage.

L'exemple proposé sur la figure 3.7 représente l'évolution de l'indice PSNR en fonction de  $\lambda$  et des différentes itérations. Tous les calculs itératifs convergent vers un maximum, autour de la valeur optimale de débruitage  $\lambda = 0.04$ , pic des courbes. On peut constater que 15 à 20 itérations sont suffisantes pour atteindre une valeur de PSNR proche de la valeur maximale. Il est donc possible d'obtenir un temps optimal de pré-traitement avec un nombre d'itérations relativement réduit.

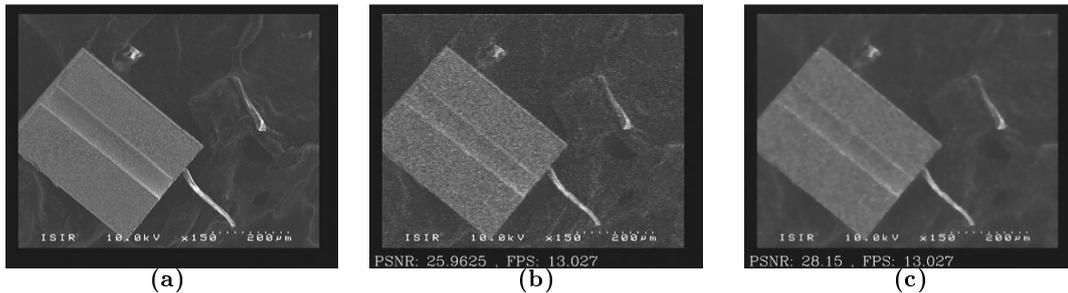
**Phase en temps réel** Une fois le paramètre de correction  $\lambda$  déterminé (voir figure 3.7), il peut être appliqué en temps réel. La figure 3.8 décrit le résultat de l'application du facteur correctif sur le mode vidéo, avec une fréquence de 13 Hz.

**Résultats et Discussion** Cette méthode présente plusieurs avantages. Tout d'abord, elle conserve la netteté des bords des éléments (voir figure 3.8 et figure 3.9). Elle préserve donc la représentation tridimensionnelle des objets comme les coins ou les pointes. Cette propriété présente un intérêt pour la manipulation des objets. En effet, l'utilisation de micro-outils est plus dépendante de l'observation de leur géométrie que de leurs états de surface.

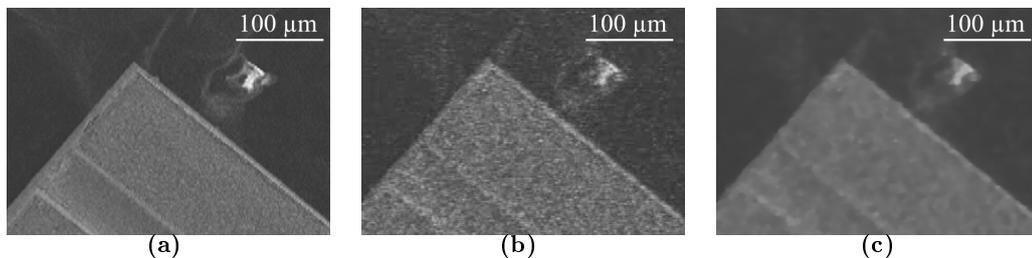
Cet algorithme conserve une bonne visibilité des outils et de la scène et peut être couplé avec des asservissements visuels, par exemple pour une automatisation des tâches. Cependant elle atténue de nombreux détails, comme l'état de surface, mais ces détails sont toutefois difficilement observables dans le mode vidéo (temps réel).



**Figure 3.7** - Évolution de l'indice PSNR en fonction de  $\lambda$  et du nombre d'itérations.  $\lambda$  est le paramètre de débruitage proportionnel au bruit. Sur cette figure, le  $\lambda$  optimal est de 0.04. La ligne noire pointillée représente l'indice PSNR pour l'image bruitée. On constate qu'autour du  $\lambda$  optimal, les itérations convergent vers une valeur maximale.



**Figure 3.8** - Exemple d'application de la méthode de débruitage en temps réel. (a) Image de référence prise pour déterminer les paramètres du PSNR. (b) Image bruitée en temps réel (PSNR=25.96). (c) La même image après application du débruitage (PSNR=28.15). Le temps d'échantillonnage est aux environs de 13 images par seconde.



**Figure 3.9** - Gros plan des images de la figure 3.8. (a) Image de référence. (b) Image bruitée. (c) Image débruitée.

## 2.2 Réalité Virtuelle

L'utilisation d'une plateforme à cinématique complexe dans l'environnement encombré du MEB pose le problème d'évitement de collision entre les outils robotiques et les composants du microscope. Dans le cas du microscope Hitachi S4500, l'observation de l'intérieur de la chambre n'est possible qu'à travers une caméra infrarouge. Cette caméra est intégrée au MEB et son emplacement n'est pas prévu en fonction de la plateforme robotique. Elle est utilisée pour observer l'introduction des échantillons ainsi que la position des différents outils et capteurs à l'intérieur de cette chambre. Néanmoins, le champ d'observation est extrêmement réduit avec la disposition des composants et la profondeur de la scène difficilement interprétable (voir figure 3.10).



**Figure 3.10** - Vue intérieure de la chambre principale d'un MEB. Cette image provient d'une caméra infrarouge disposée dans la chambre. Sur cette image, le canon à électrons ainsi que le capteur pour électrons rétrodiffusés entrave la visibilité de l'opérateur et l'espace de travail du micromanipulateur situé derrière le canon à électrons.

Il est très difficile pour l'opérateur de déduire la configuration cinématique 3D des outils robotiques à partir de cette image. De plus, comme décrit dans la partie précédente, les positions relatives des outils et de l'échantillon sont difficiles à déduire de l'image du MEB. Pour remédier à la problématique d'observation et de représentation spatiale du système robotique, l'utilisation d'un environnement virtuel est proposée. Une maquette numérique synchronisée sur la configuration de la plateforme réelle est représentée en 3D, avec un choix complet de points de vue de la scène. L'opérateur est donc pleinement conscient de la cinématique de l'ensemble. Au-delà de l'observation, l'intégration de la réalité virtuelle dans la boucle de commande implique certaines améliorations. Par exemple, la détection de la collision en tous points de l'espace peut-être utilisée alors que le système physique ne comporte aucun capteur pour fournir cette information. Un moteur de simulation physique peut aussi être inclus dans cet environnement de RV et peut être exploité pour la définition de guides virtuels, la planification de trajectoires, le calcul en ligne des forces d'adhésion à partir des modèles numériques etc.

Il existe quelques exemples dans la littérature d'utilisation de la RV pour la micro et la nanomanipulation [Probst 07, Ferreira 06, Kim 06]. Sans être associé directement à un système réel, l'environnement virtuel apparaît comme un formidable outil d'apprentissage du micromonde et des tâches de manipulation [Mattos 11, Millet 13]. Son intégration à des plateformes réelles de micromanipulation fait encore l'objet de nombreuses recherches [Mehrtaash 12]. Une autre appli-

cation intéressante est son association avec un AFM pour reconstruire virtuellement la surface scannée [Kim 06]. L'environnement virtuel offre également la possibilité d'effectuer des manipulations déportées entre deux sites distants. Cette approche est utilisée pour une manipulation entre l'ISIR (Paris, France) et Oldenburg (Allemagne) [Bolopion 12] avec un retour haptique. Ce système donne à l'opérateur parisien la possibilité de travailler sur le système allemand sous MEB, à 800 km, avec une précision de la dizaine de nanomètres en déplacement et de l'ordre du microNewton en effort.

L'environnement virtuel proposé dans ce travail est couplé aux différents micromanipulateurs de la plateforme en temps réel. Ce couplage renforce l'interaction de l'opérateur avec les tâches de manipulation et la plateforme de manipulation est observable sans limite de points de vue. Pour la correspondance et la synchronisation entre le système réel et son modèle virtuel, il est nécessaire de travailler sur deux échelles distinctes. La différence entre ces échelles est d'une part due à l'amplitude des déplacements et leurs précisions (du nanomètre pour les interactions outil/échantillon aux centimètres pour le déplacement de la plateforme) et d'autre part aux moyens de mesures et capteurs disponibles. Les manipulateurs SmarAct sont en boucle fermée, alors que la platine du MEB est un système à vernier manuel, sans sortie numérique.

Il s'agit dans un premier temps de synchroniser la position et l'orientation de la platine avec l'environnement virtuel. Cette étape correspond à la localisation du repère de la plateforme dans le repère de la chambre du MEB, supposé absolu. Dans un deuxième temps, les positions et orientations des portes-outils et du porte-échantillon sont traitées, en plaçant leur repère respectif dans le repère de la plateforme. Ces étapes de synchronisation sont détaillées dans la suite, après la modélisation des composants du système.

### 2.2.1 Environnement virtuel et modélisation

Les maquettes numériques (voir figure 3.11) sont construites à l'aide de Blender, logiciel open source de modélisation, de rendu et d'animation 2D/3D<sup>7</sup>. Ce logiciel inclut un moteur physique capable de simuler la dynamique d'un système et la détection de collisions. Ces maquettes numériques sont donc placées dans un environnement dynamique interactif. En utilisant des scripts en Python, l'interaction avec des dispositifs périphériques et la communication sont implémentées pour l'intégration dans une boucle de commande de plus haut niveau.

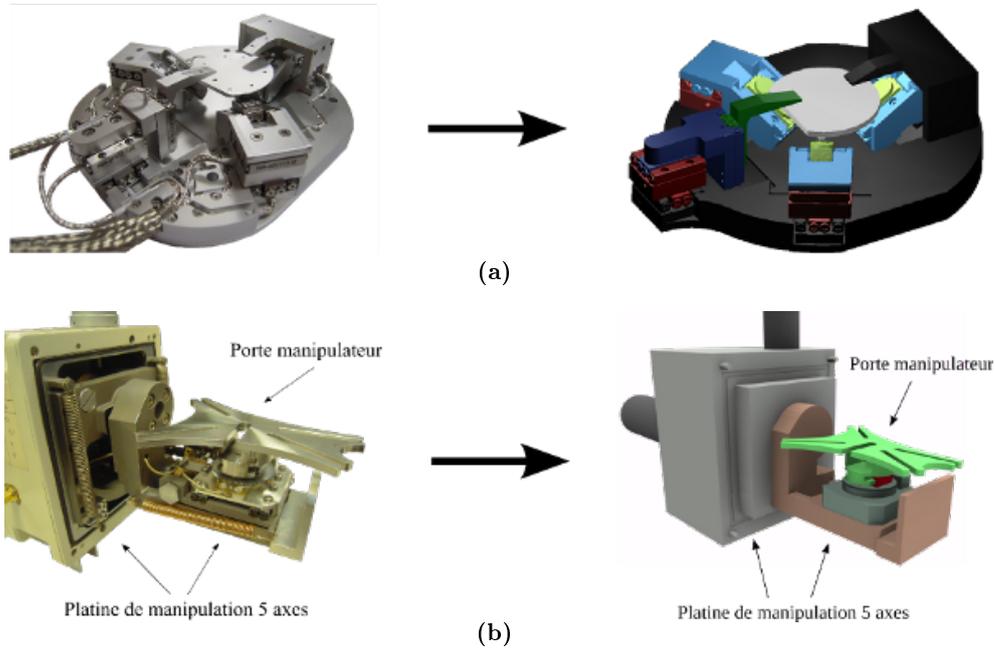
Le modèle virtuel obtenu reproduit l'ensemble du système en respectant les contraintes cinématiques et les axes de liaison, et inclut les composants du MEB avec la platine et le canon à électrons (voir figure 3.12).

### 2.2.2 Synchronisation de la plateforme par rapport à la chambre

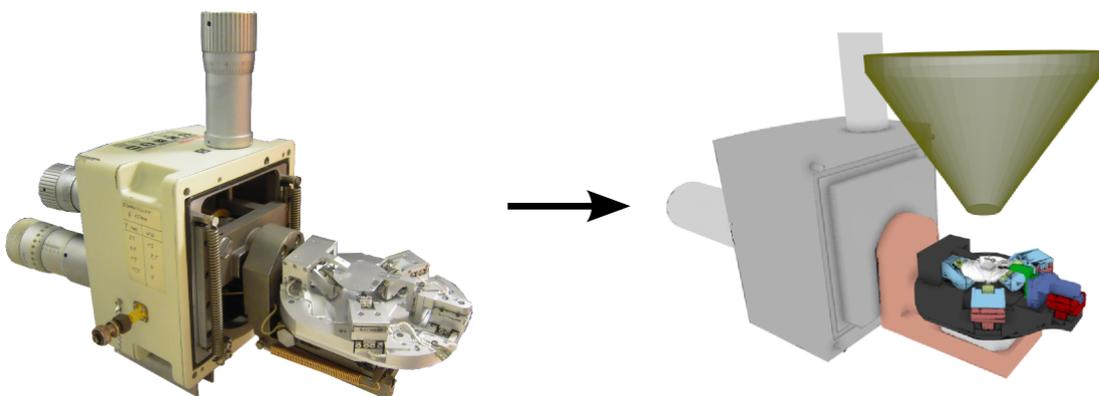
Le MEB dispose d'une platine à 5 degrés de liberté qui déplace l'ensemble de la plateforme et les échantillons sous le canon à électrons. Cette platine est commandée par l'action de verniers

---

7. <http://www.blender.org>



**Figure 3.11** - Manipulateurs, platine du MEB et leurs modélisation sous Blender. (a) Hexapode Smaract. (b) La platine 5 axes de manipulation du MEB avec le porte-micromanipulateur.



**Figure 3.12** - Représentation virtuelle de l'ensemble platine et plateforme. À gauche le modèle réel, à droite le modèle virtuel complété du canon à électrons.

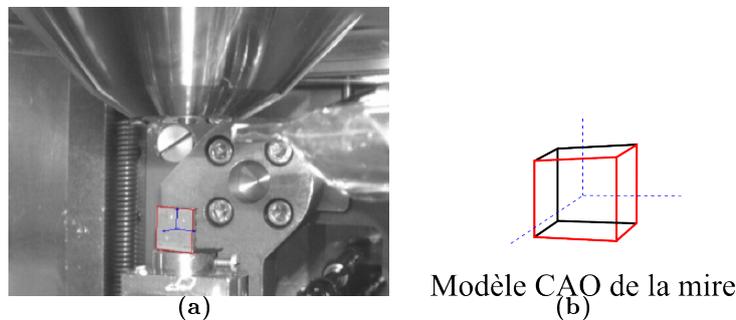
Tableau 3.4 - Résolution de la platine

Degré de liberté	Résolution	Course
X, Y	2 $\mu\text{m}$	0 – 25 mm ;
Z	20 $\mu\text{m}$	3 – 28 mm
rotation suivant Z	0.18°	360°
inclinaison suivant X	0.5°	-5 – 45°

manuels. Ces derniers possèdent des résolutions de l'ordre du micromètre pour les translations et de la centaine de microdegrés pour les rotations (voir tableau 3.4).

L'absence de mesure numérique de la position sur ces mécanismes nécessite de chercher un capteur alternatif pour la synchronisation. Dans cet objectif, une méthode de suivi de trajectoire 3D est proposée en utilisant la caméra infrarouge intégrée au MEB.

Ce suivi est basé sur l'asservissement visuel d'une mire matérielle disposée sur la platine. Il repose sur la superposition d'un modèle CAO tridimensionnel de la mire avec la mire réelle (voir figure 3.13). L'algorithme calcule les transformations homogènes entre la mire et son modèle. Ce type d'asservissement est réputé robuste même en présence d'occlusions partielles de l'objet suivi. Cette méthode de suivi 3D est implémentée en utilisant la bibliothèque ViSP (pour Visual Servoing Platform) développée à l'INRIA<sup>8</sup> [Tamadazte 10, Marchand 05].



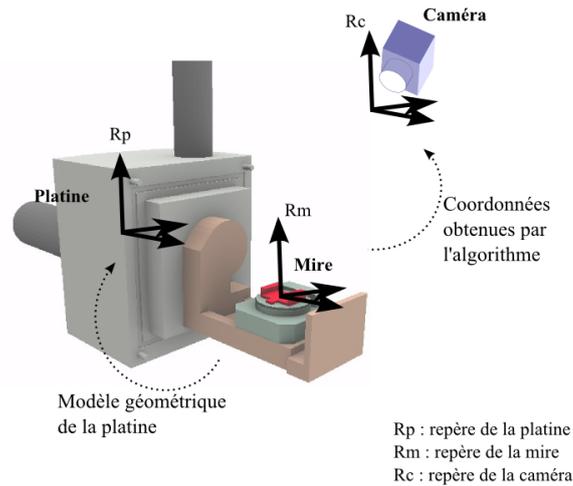
**Figure 3.13** - (a) Suivi de la mire par modèle CAO. (b) Modèle CAO de la mire. Les segments suivis par le traitement d'image sont en rouge.

La position du modèle 3D est initialisée à l'écran sur la position initiale de la mire disponible sur la première image. Ensuite, sur chaque image, l'algorithme cherche la géométrie de la mire pour superposer le modèle 3D avec celle-ci. En cas de convergence, la procédure fournit des matrices de transformation homogène entre la mire réelle et son modèle, dans le repère de la caméra. La simplicité de la mire utilisée implique la convergence dans la très grande majorité des cas avec un temps de traitement compatible avec un flux de 30 images/s.

Pour reproduire les mouvements de la platine, le système virtuel a besoin de connaître les

8. INRIA - IRISA, équipe Lagadic, <http://www.irisa.fr/lagadic/ViSP/ViSP.html>

déplacements de la mire manipulée par l'intermédiaire des verniers de la platine (translations X,Y,et Z, rotation et inclinaison), exprimés dans le repère fixe de la platine. Ces valeurs sont calculées en utilisant le modèle géométrique inverse de la platine et la position connue et fixe de la caméra (voir figure 3.14 et annexe A). Ainsi les valeurs des positions des degrés de liberté en translation, rotation et inclinaison de la platine sont estimées par l'algorithme et sont envoyées à l'environnement virtuel.



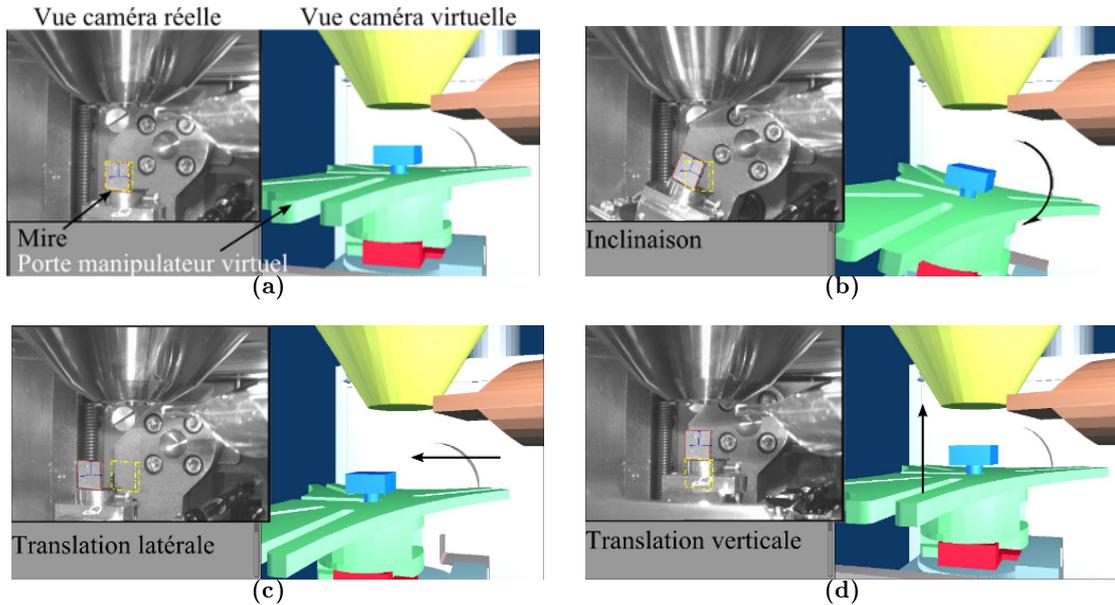
**Figure 3.14** - Schéma des repères géométriques du système. L'algorithme calcule la position de la mire dans le repère de la caméra. Le modèle géométrique de la platine est connu. Ce modèle est la correspondance entre les déplacements de l'effecteur (la mire) par rapport à la commande d'entrée des verniers. Il est donc possible, en inversant le modèle géométrique, de déduire les actions des verniers à partir des mouvements de la mire calculés par l'algorithme.

L'algorithme (voir annexe B) utilise 4 phases successives pour chaque image pour le suivi de la mire :

- suivi par superposition de la mire virtuelle sur l'image de la mire réel,
- calcul des transformées de la mire virtuelle dans le repère caméra,
- calcul des déplacements de la platine par application de la transformée inverse du modèle géométrique de la platine,
- envoi des données à l'environnement virtuel.

**Résultat et discussion** Cet algorithme est appliqué sur les cinq degrés de liberté de la platine. Quatre déplacements (translations X,Y, Z et l'inclinaison) présentent un suivi correctement réalisé (voir figure 3.15). Cependant, la rotation n'a pas été correctement évaluée par l'algorithme. En effet, lors de la rotation de la mire, le contraste entre celle-ci et les éléments de la chambre est trop faible pour que l'algorithme puisse déterminer la géométrie de la mire dans le niveau de gris et superposer la résultat avec le modèle CAO.

Le suivi de trajectoire atteint une précision de l'ordre de la centaine de micromètres. La pré-

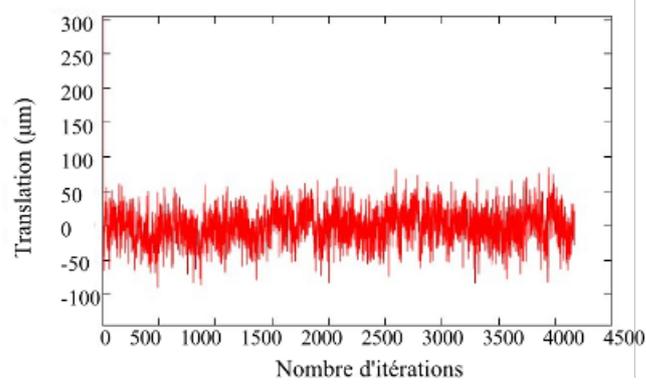


**Figure 3.15** - Déplacement manuel de la platine et résultat dans l'environnement virtuel. En pointillés jaunes, la position de référence de la mire. En rouge, le modèle CAO de la mire superposé sur la mire. (a) Position d'origine. (b) Inclinaison de 20°. (c) Translation latérale. (d) Translation verticale.

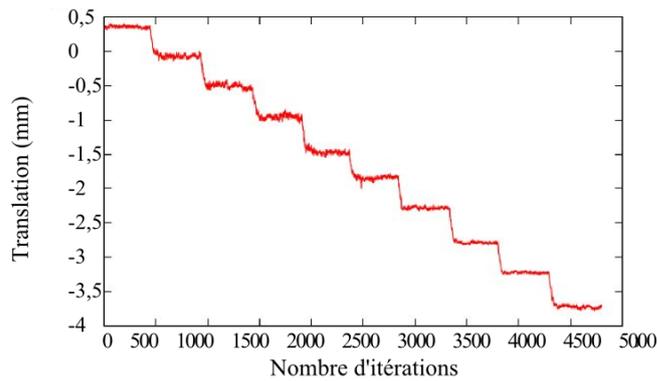
cision obtenue en statique est de  $\pm 50 \mu\text{m}$ , avec un écart type de 2.5 (voir figure 3.16). Cette précision n'est pas suffisante pour envisager une manipulation contrôlable et répétable au niveau microscopique. Cependant, elle est suffisante pour un environnement macroscopique et l'évitement des collisions. En effet, il est possible pour l'environnement virtuel de créer un espace de protection autour des différents éléments. Cette notion d'espace de protection est couramment utilisée en robotique classique où des butées virtuelles sont créées pour informer l'opérateur avant une collision ou bloquer le déplacement d'un outil. Par exemple, un volume de protection de 1 mm, soit dix fois supérieur à la précision dynamique, est suffisant pour la protection des éléments réels de la chambre. Cette précision peut simplement être améliorée par un algorithme plus robuste et une caméra plus performante.

Les calculs de positions de la platine ne comportent pas d'erreur dynamique. Les erreurs à la position N-1 ne sont pas prises en compte pour la position N. Le test de répétabilité (voir figure 3.17) montre que l'erreur de position de chaque palier reste constante. Le système est donc robuste pour un fonctionnement en dynamique.

Cet algorithme est une première étape dans l'utilisation d'un environnement virtuel avec des outils manuels. Plusieurs points sont à approfondir notamment la diminution de l'erreur statique et l'intégration d'une mire à la platine. La taille de la mire et son intégration à la platine sont liées aux caractéristiques de la caméra et plus particulièrement à sa résolution. Une taille de mire plus petite demande une plus grande résolution de caméra. De même, cette augmentation de la résolution rendra plus robuste l'algorithme et diminuera l'erreur statique. D'autres solutions pour



**Figure 3.16** - Bruit statique de l'algorithme. L'algorithme fonctionne pendant 4000 itérations en statique à la position d'origine ( $0 \mu\text{m}$ ) de la platine. La résolution du système en statique est de  $50 \mu\text{m}$ .



**Figure 3.17** - Enregistrement de la position de la platine lors d'une translation par palier de  $0.5 \text{ mm}$ .

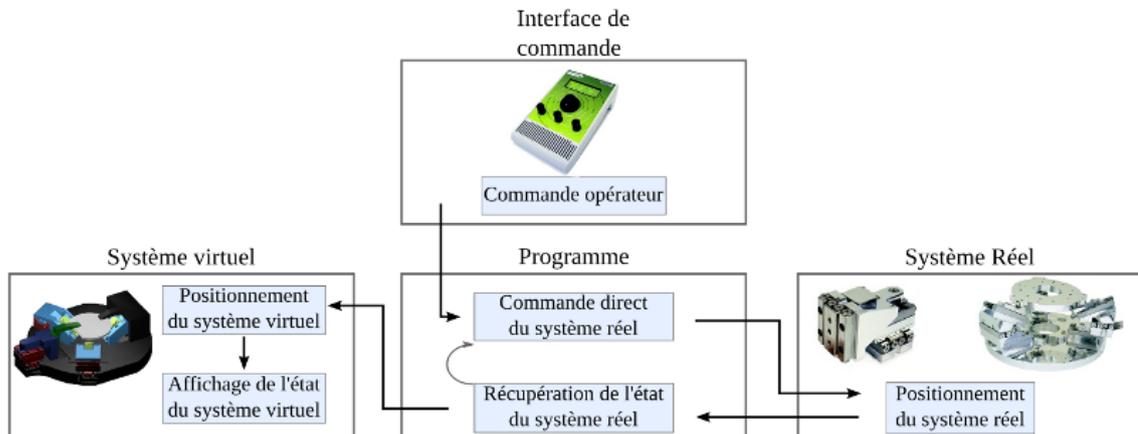
le couplage de la platine avec un environnement virtuel existant. Une première solution serait de motoriser les verniers manuels avec des actionneurs en boucle fermée. Une autre solution originale pour l'asservissement de la platine serait de lire sa position directement sur les verniers au moyen d'une caméra extérieure couplée à un traitement d'images.

Dans son implémentation actuelle, cette technique donne une précision suffisante pour décrire les déplacements de la platine dans la chambre dans un but d'évitement de collision. À l'échelle nanométrique, la reproduction des mouvements de la plateforme robotisée nécessite des mesures temps-réel numérique de sa position spatiale.

### 2.2.3 Synchronisation des portes-outils et porte-échantillon

La plateforme robotisée conçue dans le MEB dispose des manipulateurs commandés en position en boucle fermée. À partir de leur boucle de commande, une communication entre ces micromanipulateurs réels et l'environnement virtuel est possible. Les actionneurs SmarAct sont contrôlés en position à l'aide d'un boîtier de commande (contrôle *hardware*), ou encore directement à partir d'une programme s'exécutant sur un PC (contrôle *software*). Deux schémas d'intégration de l'environnement virtuel sont proposés.

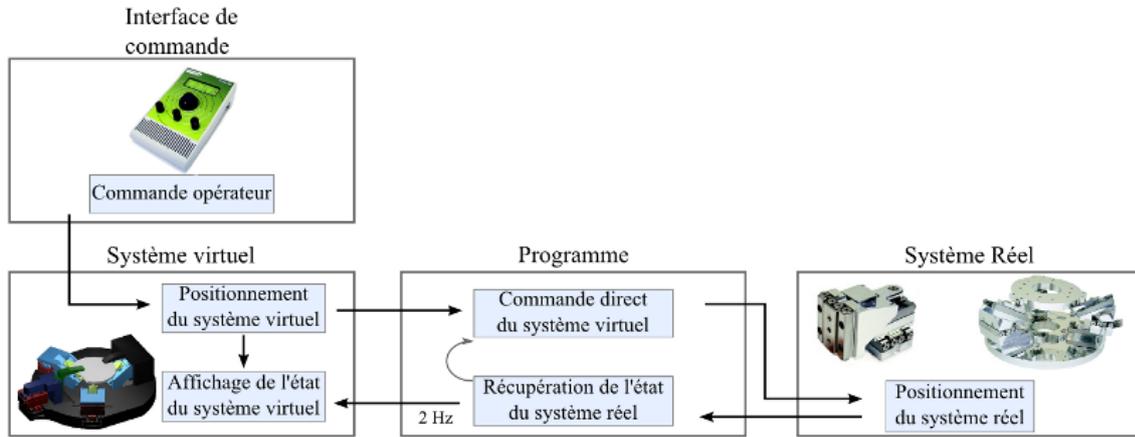
Le premier, décrit à la figure 3.18, utilise le mode *hardware*. L'opérateur commande directement les actionneurs. Leurs capteurs de positions sont intégrés à l'environnement virtuel qui reproduit la configuration. Ce mode donne accès à la visualisation immédiate de l'état du système.



**Figure 3.18** - Schéma de commande depuis le système réel. Le système virtuel est contrôlé par le retour d'état du système réel.

Le deuxième schéma de couplage utilise le mode *software*. Dans ce cas, l'opérateur agit sur le modèle virtuel. La configuration de ce dernier est utilisée comme consigne d'entrée pour la commande en position des actionneurs réels. Ce schéma souligne un des avantages de l'utilisation de la réalité virtuelle : la possibilité de rejouer une configuration par le système réel immédiatement ou

ultérieurement. L'utilisateur peut expérimenter plusieurs approches dans l'environnement virtuel pour choisir la configuration la plus adaptée à sa tâche, avant d'exploiter le couplage virtuel/réel.



**Figure 3.19** - Schéma de commande depuis le système virtuel. Le système réel est contrôlé à partir du système virtuel.

Lors d'une téléopération manuelle dans un MEB sans outil d'assistance, l'approche de l'outil vers l'échantillon est basée sur un retour d'images provenant de deux sources, la caméra intérieure et le faisceau d'électrons. Ces informations visuelles sont décorréliées de la position du micromanipulateur donnée par son contrôleur. La position des outils et du porte-échantillon n'ont pas obligatoirement les mêmes références et leur position relative est donc inconnue. Il est difficile de maîtriser cette position en se basant seulement sur le retour d'images.

L'outil d'assistance proposé dans ce paragraphe se base sur l'utilisation d'un environnement virtuel commun. Celui-ci combine toutes les informations de position en une image virtuelle de la scène, avec une référence commune. L'utilisateur dispose d'un outil où les différentes données à sa disposition sont analysées pour fournir une visualisation globale tridimensionnelle de la scène. Après calibration du système virtuel sur le système réel, la position relative des différents éléments entre eux est alors connue et accessible. L'opérateur dispose ainsi d'un environnement sans limite de points de vue, en interaction avec la platine réel, où les différentes informations nécessaires aux tâches de manipulation sont mutualisées et croisées. Une possibilité introduite par l'utilisation de l'environnement virtuel est l'exploitation du moteur physique pour améliorer la commande et l'interaction utilisateur. Notamment, la détection de collision ou les guides virtuels peuvent être facilement mise en oeuvre.

### 3 Analyse et synthèse

Ce chapitre aborde la conception d'une plateforme de micromanipulation sous microscopie électronique et propose des outils d'assistance pour l'observation. L'usage de cette microscopie est courante dans le cadre de manipulations d'une résolution inférieure au micromètre. L'axe

de recherche de ce travail est la téléopération manuelle, orientée opérateur, pour des objets bi-dimensionnels.

Dans cet objectif, une plateforme robotisée à 9 degrés de liberté est conçue et intégrée à un microscope électronique à balayage Hitachi S4500. Elle dispose des caractéristiques nécessaires aux tâches de manipulation d'objets surfaciques, notamment par la résolution nanométrique de ses micromanipulateurs, par ses degrés de liberté en rotation ainsi que son système multi-outils. Elle est mise en place sur la platine d'origine du MEB et dispose donc, pour l'observation, de degrés de liberté supplémentaires. Ces degrés appartenant à la platine donnent notamment une vue latérale de la scène échantillon/outil par une inclinaison de la plateforme sous le canon à électrons.

Des outils sont proposés pour dépasser les difficultés inhérentes à la microscopie électronique pour l'observation. Ces difficultés sont notamment l'observation en temps réel de l'échantillon et l'observation du positionnement spatiale de la plateforme robotisée. Le premier outil porte sur la qualité d'image du MEB. Un traitement d'image pour diminuer le bruit présent lors de l'observation en mode vidéo est proposé. Cette méthode en deux phases est applicable avec une fréquence proche du temps réel, condition importante pour les tâches de manipulation. Un deuxième type d'assistance concerne l'utilisation d'un environnement virtuel. Une maquette numérique du système complet est proposée. Ce modèle virtuel reproduit intégralement la configuration de la plateforme dans la chambre du MEB ainsi que certains de ses composants. Cette représentation est utile pour l'opérateur pour visualiser parfaitement la scène, la tâche ainsi que le positionnement relatif des différents éléments de la scène de manipulation.

Les différents outils proposés dans ce chapitre peuvent être exploités pour un grand nombre de systèmes. L'environnement virtuel est un outil modulable qui peut être couplé avec un grand nombre de techniques comme l'haptique, le traitement d'images ou la commande référencée vision. Il autorise de plus la pré-étude de trajectoires optimales pour les outils avant leurs applications avec la plateforme réelle. Améliorer la représentation du micromonde et des outils à cette échelle est primordial dans le cadre d'une téléopération orientée opérateur pour faciliter les tâches de micromanipulation. Le prochain chapitre montre le potentiel de la réalité virtuelle pour une tâche réelle et porte sur la caractérisation mécanique de membranes en s'appuyant notamment sur la plateforme conçue dans ce chapitre.



# Caractérisation des propriétés mécaniques des membranes

---

Les chapitres précédents ont porté sur deux éléments clefs dans l'étude des membranes, une méthode de transfert de films fins et des outils d'assistance à l'utilisateur pour l'exploitation de systèmes robotiques en boucle ouverte. Une nouvelle méthode de transfert sélective est proposée, elle est basée sur l'usage d'un micro-collage local. Des résultats sont aussi présentés pour la manipulation avec deux doigts montrant la complexité du problème du point de vue de l'utilisateur. Les outils d'assistances ont porté sur le développement d'aide pour la manipulation sous microscope électronique en particulier un environnement virtuel facilitant la vision de la scène et la mise en oeuvre de capteur virtuel pour contrôler le déplacement des systèmes intégrés sous ce microscope.

Ce chapitre porte sur l'étape de caractérisation des propriétés mécaniques de membranes suspendues et plus particulièrement sur la cartographie de leur raideur. L'idée de ce chapitre est de mettre en oeuvre une plateforme robotisée pour répondre à ce problème. Cette plateforme s'appuie sur la connaissance des membranes apprises lors des différentes expériences, sur la plateforme robotisée conçue sous le microscope électronique et sur les outils logiciels orientés utilisateurs développés dans le troisième chapitre. Du fait de la fragilité des membranes, un outil composé d'un diapason (« tuning fork ») complété d'une pointe est utilisé avec l'exploitation d'une dynamique vibratoire à faible amplitude et de la mesure du shift de fréquence pour déterminer la mesure. Pour valider cette idée, la plateforme robotisée à haute résolution avec neuf degrés de liberté est exploitée pour obtenir des mesures mécaniques de membranes.

Le but de ces caractérisations est de mieux comprendre les propriétés mécaniques de membranes suspendues (comme le lien entre leur géométrie et leur raideur). Dans le cadre de cette

thèse, la caractérisation porte sur leur raideur statique. Ces membranes ont théoriquement des propriétés de résonances très élevées. Pour améliorer leurs études théoriques, il est nécessaire de disposer de données expérimentales *in situ*. Pour cela, plusieurs échantillons sont caractérisés et pour chacun d'entre eux, une cartographie en raideur est tracée.

Dans la première partie de ce chapitre, les échantillons étudiés, le capteur utilisé, la méthode employée de mesure et la calibration du capteur sont présentés. Le capteur et la méthode sont validés sous microscopie optique et les limites de cette microscopie pour la caractérisation de membranes sont détaillées. Dans la troisième partie, la plateforme sous microscopie électronique incorporant le diapason et les résultats des caractérisations sont présentés. Ils montrent le bien fondé de ce type d'approche dans le contexte général de la nanorobotique.

## 1 Échantillons et méthode de mesure de la raideur

### 1.1 Description des membranes

Les membranes étudiées sont des nanopoutres semi-conductrices suspendues en Phosphore d'Indium (InP) réalisées au sein du LPN<sup>1</sup> (voir figure 4.1). Elles doivent être caractérisées mécaniquement pour connaître l'influence de leur géométrie sur leurs propriétés mécaniques, notamment leur raideur, mais également apporter des données permettant de les étudier théoriquement avec des outils de simulation multiphysique par exemple.

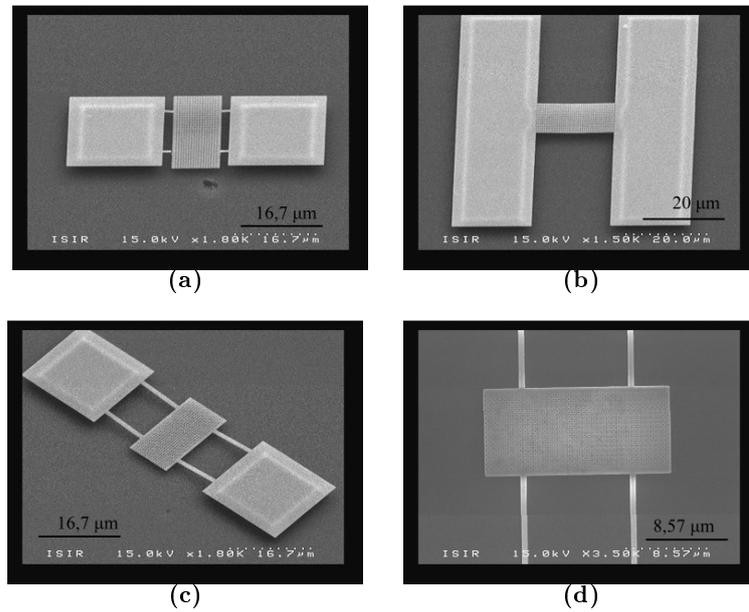
Le phosphore d'indium (InP) est un semi-conducteur composé d'indium et de phosphore. Il est utilisé dans de nombreuses applications électroniques pour les MEMS car il présente une grande mobilité électronique ( $5400 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ ). Celle-ci est par exemple nettement supérieure à celle du silicium (voir le tableau 4.1). L'InP est utilisé comme support de croissance pour les fibres optiques, pour la fabrication de transistors, comme commutateur et comme capteur de d'effort dans des MEMS [Rampal 10].

**Tableau 4.1** - Comparaison de mobilités électroniques

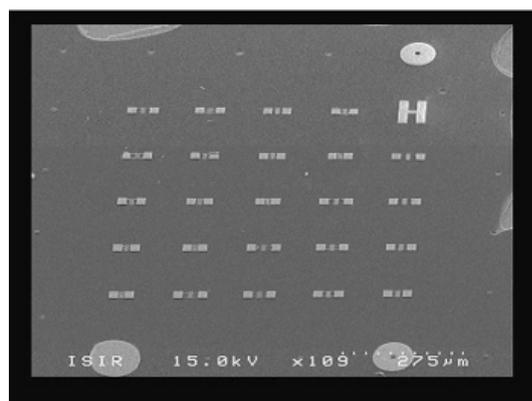
	Mobilité électronique
InP	$5400 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$
Silicium	$1450 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$
Graphène	$2000 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ à $200000 \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{s}$ [Soldano 10]

Les membranes ont une largeur de  $10 \mu\text{m}$ , une longueur de  $20 \mu\text{m}$  pour une épaisseur de  $200 \text{ nm}$ . Ces membranes peuvent être plates ou avoir subi une tension ou une compression allant de  $5 \text{ Nm}$  à  $20 \text{ Nm}$  provoquant une flexion concave ou convexe. Leur fréquence de résonance est théoriquement de l'ordre du MHz. Ces échantillons se présentent sur le substrat sous la forme de plusieurs ensembles comprenant chacun environ 25 membranes (voir figure 4.2).

1. LPN-CNRS : Laboratoire de Photonique et de Nanostructures, Site Alcatel de Marcoussis, France



**Figure 4.1** - Membranes suspendues d'InP imagées au MEB. Différentes structures géométriques sont disponibles pour les attaches aux supports. Les membranes ont une largeur de  $10\ \mu\text{m}$ , une longueur de  $20\ \mu\text{m}$  et une épaisseur de  $200\ \text{nm}$ .



**Figure 4.2** - Ensemble de membranes d'InP imagées au MEB. Cet ensemble comporte des membranes suspendues avec différentes géométries d'attaches.

## 1.2 L'outil de caractérisation

Le diapason ou « tuning fork » est un instrument avec une géométrie simple, utilisé pour ses propriétés de vibration. Il est composé de deux branches parallèles reliées par une troisième qui définissent leur géométrie ses propriétés vibratoires. C'est un outil très ancien<sup>2</sup>, qui fût utilisé à l'origine dans la musique pour accorder les instruments. Les diapasons ont été depuis miniaturisés (voir figure 4.3(a)). Ils sont utilisés depuis les années 1960 dans l'industrie horlogère, notamment dans les montres à quartz, pour leur grande stabilité de résonance dans le temps. Ce sont des résonateurs avec un facteur de qualité élevé, c'est-à-dire une caractérisation très précise en fréquence.

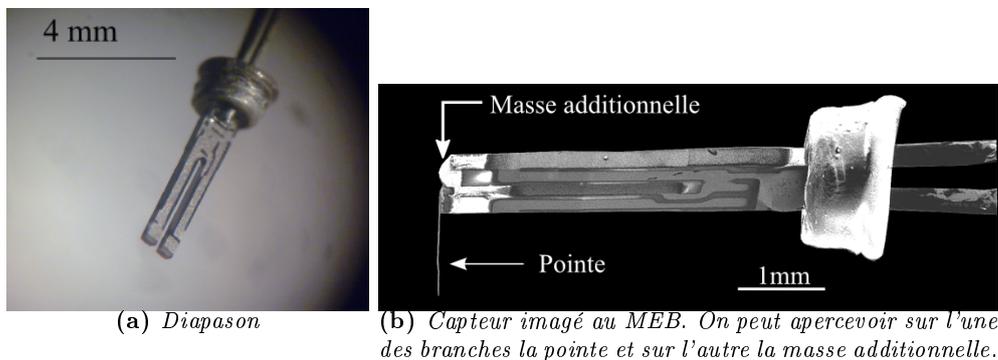


Figure 4.3 - Diapason et capteur

Dans les années 1995, leur fréquence de résonance est exploitée pour la microscopie à sonde locale (SPM<sup>3</sup>) pour la topographie des échantillons. Leur domaine d'utilisation est très vaste et va de la topographie [Giessibl 00, Karrai 95], à la mesure de grandeurs physiques comme la force électrostatique [Seo 02] ou la force mécanique de structures flexibles [Acosta 11]. Ils peuvent être utilisés comme capteur de force, soit en déterminant directement la force [Hu 08, Katan 09] soit le gradient de force [Giessibl 97, Sader 04]. Ils sont aussi utilisés comme accéléromètres de précision [Zhao 11].

Le contrôle d'un diapason s'effectue de la même manière que celui d'un AFM. Il est contrôlé soit en modulation d'amplitude (AM/PM<sup>4</sup>) soit en modulation de fréquence (FM<sup>5</sup>). Ces deux contrôles donnent accès à des informations de natures différentes, notamment pour l'analyse de forces (voir Tableau 4.2).

En FM, c'est la variation de fréquence qui est mesurée et la phase et l'amplitude des oscillations sont fixées. Lorsque le diapason est en contact avec un objet, il subit une modification de ses propriétés mécaniques. Le contrôleur modifie alors sa fréquence de résonance pour conserver sa phase et son amplitude constante. Le gradient de force est alors obtenu par la mesure du décalage

2. Son invention est attribuée au trompettiste John Shore en 1711

3. SPM pour Scanning Probe Microscopy en anglais

4. AM/PM pour Amplitude Modulation/Phase Modulation en anglais

5. FM pour Frequency Modulation en anglais

de la fréquence de résonance [Giessibl 97, Sader 04]. En AM-PM, l'amplitude d'excitation du diapason ainsi que sa fréquence d'excitation, proche de sa fréquence de résonance, sont fixées. Les forces d'interactions sont déterminées à partir de l'amplitude des oscillations et de la phase qui varie [Hu 08, Katan 09].

**Tableau 4.2** - Comparaison : Modulations en amplitude ou en fréquence

	<b>AM/PM</b>	<b>FM</b>
Variable électronique	Amplitude (V) - Phase (°)	Intervalle de fréquence ( $\Delta f$ )
Mesure physique	Force	Gradient de force
Temps de réponse	$\tau = \frac{Q}{\pi f_0}$	$\tau \simeq \frac{1}{f_0}$

Le facteur de qualité noté  $Q$  est une notion importante pour un capteur ou un filtre qu'il soit électronique ou acoustique. Ce facteur est représenté comme étant égal à la fréquence propre du capteur  $f_0$  divisée par sa largeur de bande  $\delta f$  à  $-3$  dB.

$$Q = \frac{f_0}{\delta f}$$

Plus ce facteur est élevé, plus sa largeur de bande est petite et plus la fréquence de résonance du capteur est définie. Ainsi, sur tout le spectre de fréquences possibles, le capteur est sélectif sur une petite gamme de fréquences et extrêmement sensibles aux variations.

Le facteur qualité dépend du milieu dans lequel se trouve le capteur. Dans cette thèse les capteurs sont conçus à partir de diapasons. Dans l'air, les facteurs de qualité des diapasons utilisés sont situés entre 5000 et 10000. Dans le vide, ces facteurs sont plus élevés car le diapason n'est plus amorti par l'air et sont situés entre 8000 et 30000. Ces facteurs démontrent des capteurs de très bonne qualité.

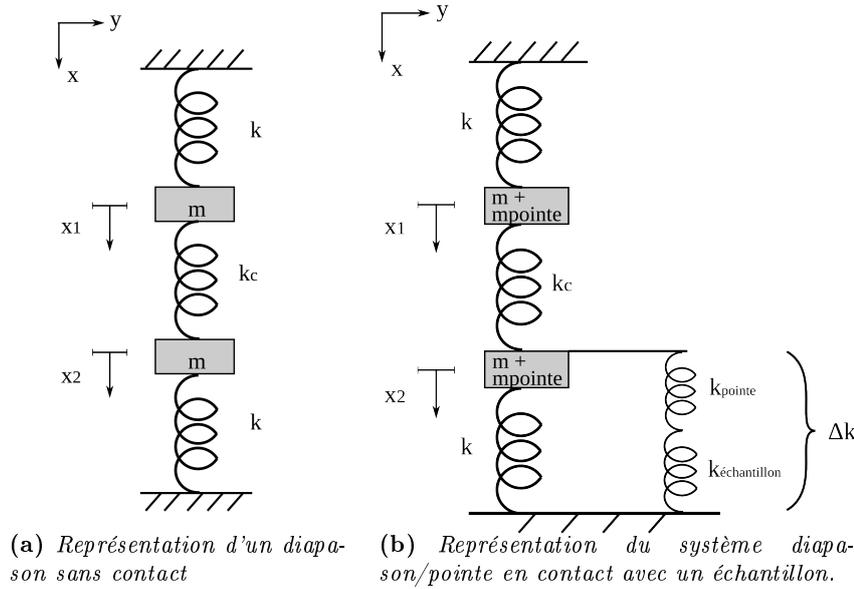
Pour effectuer des caractérisations, il est essentiel que la partie du capteur en contact avec les échantillons soit au minimum du même ordre de grandeur que les échantillons à caractériser. Dans le cadre de ces travaux, les membranes ont une surface de l'ordre du  $\mu\text{m}^2$ . Le capteur se compose donc d'un diapason pour ses qualités oscillatoires auquel est attachée une pointe sur une extrémité d'une de ses branches (voir figure 4.3(b)). Cette pointe dont le diamètre fait  $10 \mu\text{m}$  possède une extrémité inférieure à  $0.1 \mu\text{m}$ . De plus, pour conserver l'équilibre du capteur, une masse additionnelle équivalente à la masse de la pointe est fixée sur l'autre branche (voir figure 4.3(b)).

La partie suivante explore les différentes mesures du capteur (système diapason/pointe). Dans la suite le mot diapason est utilisé pour désigner indifféremment le diapason seul ou le capteur formé de l'ensemble diapason + pointe.

### 1.3 Méthode de mesure du diapason avec pointe

#### 1.3.1 Modélisation en mode non contact

Le diapason peut être modélisé par un système masse/ressort à deux degrés de liberté. Un modèle de diapason est proposé par [Castellanos-Gomez 09] et considère une force de rappel entre les deux branches principales (voir figure 4.4(a)).



**Figure 4.4** - Représentation de diapason par le modèle de [Castellanos-Gomez 09]. Les deux branches sont considérées de raideur ( $k$ ) et de masse identiques ( $m$  ou  $m+m_{\text{pointe}}$ ) avec une force de rappel ( $k_c$ ) entre les deux masses.

Ce système s'écrit en équation sous la forme suivante :

$$\begin{cases} mx_1''(t) + (k + k_c)x_1(t) - k_c x_2(t) = 0 \\ mx_2''(t) + (k + k_c)x_2(t) - k_c x_1(t) = 0 \end{cases} \quad (4.1)$$

et sous forme matricielle :

$$\underbrace{\begin{bmatrix} m & 0 \\ 0 & m \end{bmatrix}}_{[M]} \begin{Bmatrix} \ddot{x}_1 \\ \ddot{x}_2 \end{Bmatrix} + \underbrace{\begin{bmatrix} k + k_c & -k_c \\ -k_c & k + k_c \end{bmatrix}}_{[K]} \begin{Bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (4.2)$$

Avec  $x_1$ ,  $\ddot{x}_1$  et  $x_2$ ,  $\ddot{x}_2$  les positions et accélérations des masses,  $k$  la raideur des branches et  $k_c$  la raideur de couplage introduite. Les pulsations propres du système se déterminent en résolvant

$\det[K - \omega^2 M] = 0$  soit :

$$\det \begin{vmatrix} k + k_c - \omega^2 m & -k_c \\ -k_c & k + k_c - \omega^2 m \end{vmatrix} = 0 \quad (4.3)$$

Les pulsations propres du système en non-contact sont donc :

$$\begin{cases} \omega_{phase}^2 = \frac{k}{m} \\ \omega_{antiphase}^2 = \frac{k + 2k_c}{m} \end{cases} \quad (4.4)$$

Le mode antiphase de l'équation 4.4 est assimilable au mode d'une poutre de raideur  $k_{poutre} = 2(k + 2k_c)$  avec une masse  $m_{poutre} = 2m$  (avec  $m$  la masse dynamique d'une branche du diapason).

### 1.3.2 Modèle dynamique en contact

Pour être utilisé comme un capteur d'effort, le diapason est complété par une pointe fine sur l'une de ses branches. Lors d'une mesure, le diapason est mis en résonance et la pointe est mise en contact avec l'échantillon. Le modèle dynamique du système diapason/pointe est représenté figure 4.4(b). Celui-ci prend en compte la raideur longitudinale de la pointe ( $k_{pointe}$ ) et sa masse ( $m_{pointe}$ ). L'équilibre du système est conservé par ajout d'une masse additionnelle sur la branche libre. Les masses de chaque branche du diapason modifié sont donc modélisées par la somme de leur masse d'origine  $m$  avec une masse additionnelle  $m_{pointe}$  ( $m_{totale} = m + m_{pointe}$ ).

Ce système d'équations s'écrit sous la forme suivante :

$$\begin{cases} m_{totale} \ddot{x}_1(t) + (k + k_c)x_1(t) - k_c x_2(t) = 0 \\ m_{totale} \ddot{x}_2(t) + (k + k_c + \Delta k)x_2(t) - k_c x_1(t) = 0 \end{cases} \quad (4.5)$$

et sous forme matricielle :

$$\underbrace{\begin{vmatrix} m_{totale} & 0 \\ 0 & m_{totale} \end{vmatrix}}_{[M]} \begin{Bmatrix} \ddot{x}_1 \\ \ddot{x}_2 \end{Bmatrix} + \underbrace{\begin{vmatrix} k + k_c & -k_c \\ -k_c & k + k_c + \Delta k \end{vmatrix}}_{[K]} \begin{Bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (4.6)$$

avec  $\Delta k$  la raideur équivalente au système pointe/échantillon.

De la même manière que pour l'équation 4.2, les pulsations propres du système se déterminent en résolvant  $\det[K - \omega^2 M] = 0$ . Les pulsations propres du système en contact sont donc :

$$\begin{cases} \omega_{phase}^2 = \frac{2(k + k_c) + \Delta k - \sqrt{4k_c^2 + \Delta k^2}}{2m_{totale}} \\ \omega_{antiphase}^2 = \frac{2(k + k_c) + \Delta k + \sqrt{4k_c^2 + \Delta k^2}}{2m_{totale}} \end{cases} \quad (4.7)$$

Avec la modulation de fréquence, le décalage entre la fréquence de résonance sans contact puis au contact de l'échantillon est mesuré. Cette mesure est  $\Delta f = f_1^{antiphase} - f_0^{antiphase}$ , avec  $f_1^{antiphase}$  la fréquence de résonance du diapason en anti-phase en mode contact et  $f_0^{antiphase}$ , la fréquence en anti-phase en mode non contact.

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{f_1 - f_0}{f_0} = \frac{\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{2(k+k_c) + \Delta k + \sqrt{4k_c^2 + \Delta k^2}}{2m_{totale}}}}{\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k+2k_c}{m_{totale}}}} - 1 \quad (4.8)$$

A l'aide de l'équation 4.8,  $\Delta k$  peut être déterminé en fonction de  $\Delta f$  :

$$\Delta k = \gamma - \frac{k_c^2}{\gamma} \quad (4.9)$$

avec  $\gamma = (\frac{\Delta f}{f_0} + 1)^2(k + 2k_c) - k - k_c$ .  $\Delta k$  représente la raideur équivalente au système pointe/échantillon. C'est un système de ressort en série,  $\Delta k$ , il peut donc s'écrire :

$$\Delta k = \frac{1}{\frac{1}{k_{pointe}} + \frac{1}{k_{echantillon}}} \quad (4.10)$$

A partir de l'équation 4.10,  $\Delta k$  est dépendant du rapport entre  $k_{pointe}$  et  $k_{echantillon}$ . Dans le cas où la pointe est beaucoup plus raide que l'échantillon  $k_{pointe} \gg k_{echantillon}$ ,  $\Delta k$  dépend exclusivement de  $k_{echantillon}$  et n'est pas influencé par la raideur de la pointe. Cette raideur est définie lors de la conception du capteur.

$$k_{echantillon} \approx \Delta k$$

Dans le cas où  $\Delta k \ll k_c$ , les pulsations du système en contact deviennent :

$$\begin{cases} \omega_{phase}^2 = \frac{2k + \Delta k}{2m_{totale}} \\ \omega_{antiphase}^2 = \frac{2(k + 2k_c) + \Delta k}{2m_{totale}} \end{cases} \quad (4.11)$$

et  $\Delta k$  en fonction de  $\Delta f$  s'écrit :

$$\begin{aligned} \Delta k &= \left( \left( \frac{\Delta f}{f_0} + 1 \right)^2 - 1 \right) 2(k + 2k_c) \\ \Delta k &\approx \frac{2\Delta f 2(k + 2k_c)}{f_0} = \frac{2k_{total}\Delta f}{f_0} \approx k_{echantillon} \end{aligned} \quad (4.12)$$

avec la raideur totale du capteur (diapason + pointe) :  $k_{total} = 2(k + 2k_c)$

A partir de l'équation 4.12, la raideur de l'échantillon  $k_{\text{echantillon}}$  est proportionnelle au gradient de fréquence mesuré  $\Delta f$ . Ce facteur de proportionnalité ( $\frac{2k_{\text{total}}}{f_0}$ ) dépend seulement des caractéristiques physiques du diapason : sa raideur totale  $2k_{\text{total}}$  et sa fréquence de résonance  $f_0$ .

Les diapasons utilisés ont une fréquence de résonance à vide de 32.725 kHz. Par comparaison, une poutre de microscope à force atomique oscille entre 1 et 400 kHz, valeur qui dépend de sa géométrie ainsi que du matériau. Elle possède un facteur Q d'environ 1000 dans l'air et de 10000 dans le vide. Les capteurs basés sur un diapason ont un facteur Q situé entre 5000 et 10000 dans l'air et jusqu'à 30000 dans le vide. Cette sensibilité associée à une fréquence basse dans les kHz en fait des capteurs adaptés à la mesure de haute fréquence.

### 1.3.3 Calibration de la raideur du diapason

Deux méthodes sont utilisées pour déterminer la raideur totale du capteur  $k_{\text{total}}$  et assurer que l'hypothèse  $k_{\text{pointe}} \gg k_{\text{echantillon}}$  prise pour déterminer la raideur de l'échantillon soit valide.

[Cleveland 93] propose une méthode pour caractériser la raideur et la masse effective du diapason complet. Celle-ci consiste à mesurer la variation de fréquence de résonance du diapason par ajout sur le diapason de masses déterminées. Ainsi, la raideur totale du diapason se détermine par :

$$k_{\text{total}} = (2\pi)^2 \frac{m}{\left(\frac{1}{f}\right)^2 - \left(\frac{1}{f_0}\right)^2} \quad (4.13)$$

avec  $f_0$  la fréquence de résonance sans ajout de masse,  $m$  la masse ajoutée et  $f$  la fréquence de résonance avec l'ajout de masse. La masse totale s'obtient par  $m_{\text{total}} = \frac{mf^2}{f_0^2 - f^2}$

Cette méthode de caractérisation présente l'avantage d'être réversible. Elle est utilisée pour caractériser le diapason utilisé lors de la validation expérimentale de la mesure de raideur (paragraphe 2). Cependant cette méthode n'est pas une méthode optimale en raison de la difficulté supplémentaire engendrée par la dépose de micro-objet sur le diapason.

Une seconde méthode pour obtenir la valeur de la raideur totale du diapason  $k_{\text{total}}$  est de ne pas prendre en compte la raideur de couplage  $k_c$ .

$$k_{\text{total}} \approx 2 * k_{\text{branche}} \quad (4.14)$$

La raideur d'une branche  $k_{\text{branche}}$  est caractérisée à l'aide de ses dimensions géométriques par une analyse des propriétés mécaniques de vibration élastique [Karrai 95].

$$k_{\text{branche}} = 0.25 * E * w * (t/L)^3 \quad (4.15)$$

$w$  est la largeur d'une branche,  $t$  l'épaisseur et  $L$  la longueur. Ces dimensions sont déterminées à l'aide de la microscopie électronique.  $E$  représente le module de Young du matériau du diapason (les diapasons utilisés sont en quartz,  $E = 7.87 * 10^{10}$  N/m<sup>2</sup>).

Castellanos-Gomez [Castellanos-Gomez 09] montre que cette approximation nécessite une correction calculée à 1.25. Cette méthode présente l'avantage de ne reposer que sur les dimensions

géométriques du diapason. Elle ne nécessite pas de manipulation complémentaire. C'est donc cette méthode que nous retenons pour la caractérisation de la raideur totale. Cette calibration pourra être affinée lorsque les mesures seront devenues robustes.

Dans le but de valider le capteur et la méthode employée, une plateforme de caractérisation est proposée sous microscopie optique.

## 2 Validation expérimentale de la mesure de raideur par diapason

### 2.1 Description du système

La plateforme de caractérisation est composée de quatre éléments différents, un module de vision, un module de déplacement du substrat, le diapason et son module de déplacement propre. Les échantillons n'étant pas transparents, ils ne se prêtent pas à une microscopie en transmission. Le retour visuel est obtenu par une microscopie en réflexion. Celle-ci est complétée par un objectif 20x avec une distance de travail de 25 mm pour laisser un espace de travail suffisant pour le diapason sous l'objectif. Ce dernier est donc situé entre l'objectif et le substrat.

Pour avoir une vue latérale de la scène, le module de vision est incliné. Le modèle mécanique du diapason est basé sur l'hypothèse que la pointe se trouve à la verticale du substrat et forme un angle de  $90^\circ$  avec le diapason. L'inclinaison du module de vision donne ainsi une vision de la scène et de la mise en contact pointe/échantillon.

Le diapason est fixé sur un micromanipulateur à 3 degrés de liberté cartésiens, système commandé en boucle fermée de la société SmarAct. L'ensemble échantillon, diapason et porte-diapason est disposé sur une plateforme de déplacement. Celle-ci est exploitée pour conserver une distance échantillon/outil constante lors de la mise au point. Cette platine possède une résolution de 100 nm.

Une station OC4 SPECS-Nanonis est utilisée pour le contrôle des oscillations du diapason ainsi que l'acquisition des données (voir figure 4.5). Celle-ci donne accès à un ensemble de fonctionnalités évoluées comme un amplificateur lock-in<sup>6</sup>, une boucle à phase asservie (PLL<sup>7</sup>), un contrôle de gain automatique (AGC<sup>8</sup>) et un système d'acquisition de données en temps réel. L'électronique est fournie et brevetée par Jérôme Polesel Maris du CEA de SACLAY, DSM/IRAMIS/SPCSI [Polesel-Maris 11].

**Caractéristiques du diapason** Pour cette partie, le diapason est caractérisé par la méthode des masses additionnelles de Cleveland [Cleveland 93]. La fréquence de résonance à vide du diapason est mesurée avant et après l'ajout d'une masse additionnelle. La raideur totale du diapason est calculée à partir de l'équation 4.13. Une bille de verre d'environ  $30 \mu\text{m}$  de diamètre

---

6. lock-in amplifier en anglais

7. PLL pour Phase-Locked Loop en anglais

8. AGC pour Automatic gain control en anglais

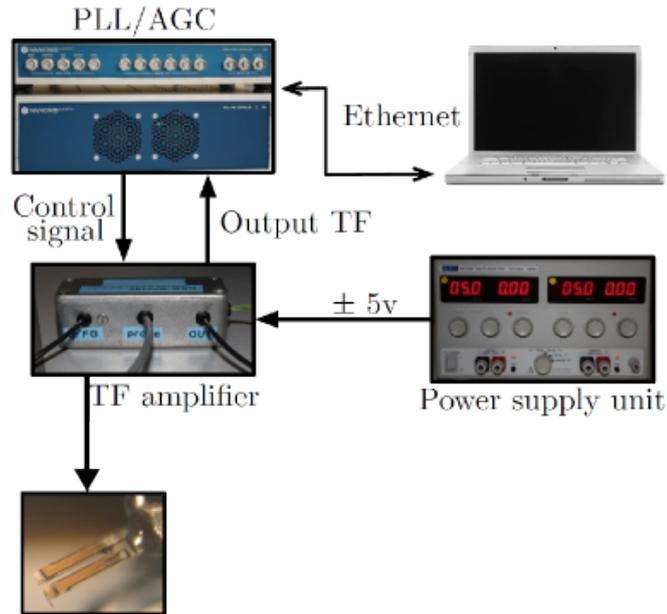


Figure 4.5 - Schéma de la station Nanonis.

est utilisée comme masse additionnelle (voir figure 4.6). Les caractéristiques du diapason sont rassemblées dans le tableau 4.3.

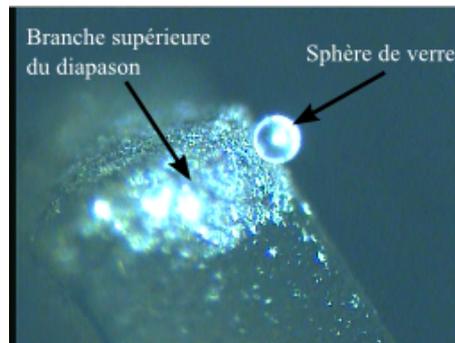


Figure 4.6 - Caractérisation d'un diapason par la méthode des masses additionnelles. Une sphère de verre d'environ  $30 \mu\text{m}$  de diamètre est déposée sur le diapason. Après caractérisation du diapason, cette sphère est enlevée.

Cette méthode est cependant complexe en raison de la dépose et du retrait d'objets microscopiques sur le diapason. De plus elle n'est pas adaptée à la microscopie électronique. Pour ces raisons, cette méthode ne sera pas utilisée dans la partie caractérisation de membranes.

Tableau 4.3 - Caractéristique du diapason n°1

	Valeurs
facteur de qualité Q	6430
fréquence de résonance du diapason : $f_0$	31338.4 Hz
masse additionnelle	$3.2 * 10^{-14}$ g
fréquence de résonance avec la masse additionnelle : $f$	31336.3 Hz
raideur du diapason $k_{total}$ calculée	$7.7 * 10^3$ Nm

## 2.2 Caractérisation de la raideur d'une poutre AFM

Une poutre AFM de la société ATEC-FM en silicium dont les caractéristiques sont données par le constructeur est caractérisée mécaniquement avec le capteur. Toutes les données, constructeur et les mesures obtenues par la caractérisation, sont synthétisées dans le tableau 4.4. La raideur mesurée de la poutre AFM est de 9.8 N/m. Cette valeur est légèrement supérieure à la valeur maximale donnée par le constructeur, 9 N/m. Elle reste cependant du même ordre de grandeur. La fréquence de résonance calculée pour la poutre est de 65 kHz et se situe dans l'intervalle de fréquence donné par le constructeur.

L'erreur sur la raideur semble due à la caractérisation du diapason n°1 effectuée par la méthode des masses additionnelles. Une seule sphère a été déposée sur le diapason et il semble que la faible différence entre les fréquences de résonance ne permette pas d'obtenir une valeur optimale de caractérisation  $k_{total}$ . Cependant même avec cette difficulté, les valeurs mesurées avec le capteur cadrent avec les données constructeur.

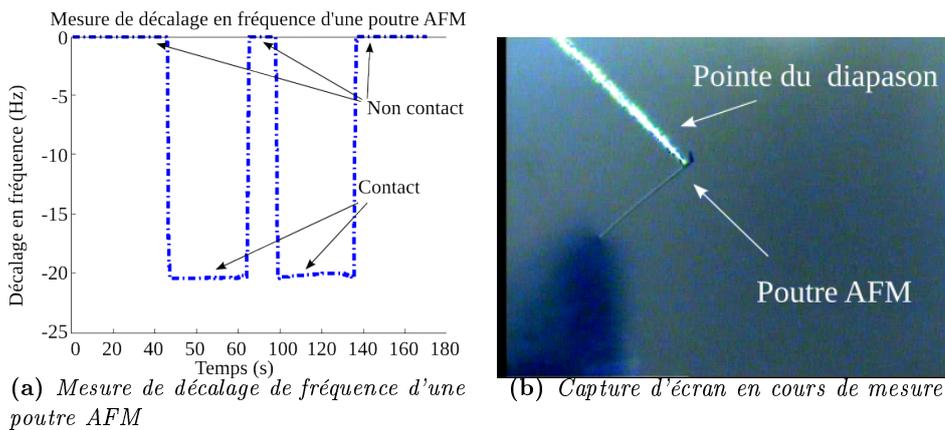


Figure 4.7 - Caractérisation d'une poutre AFM

**Tableau 4.4** - Synthèse des données constructeur de l'AFM et de sa caractérisation par le diapason

	Données constructeur AFM ATEC-FM
épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	3
largeur ( $\mu\text{m}$ )	35
longueur ( $\mu\text{m}$ )	240
raideur ( N/m )	0.7 - 9.0
fréquence de résonance ( kHz )	50 - 130
	Données diapason
fréquence de résonance $f_0$ du diapason $n^{\circ}1$ ( Hz )	32275.0
coefficient de proportionnalité entre $k_{\text{echantillon}}$ et $\Delta f$	0.48
décalage en fréquence mesuré $\Delta f$ ( Hz )	20.4
raideur mesurée de l'AFM ( N/m )	9.8
fréquence de résonance mesurée de l'AFM ( kHz )	65

### 2.3 Limites de la caractérisation sous optique de membranes

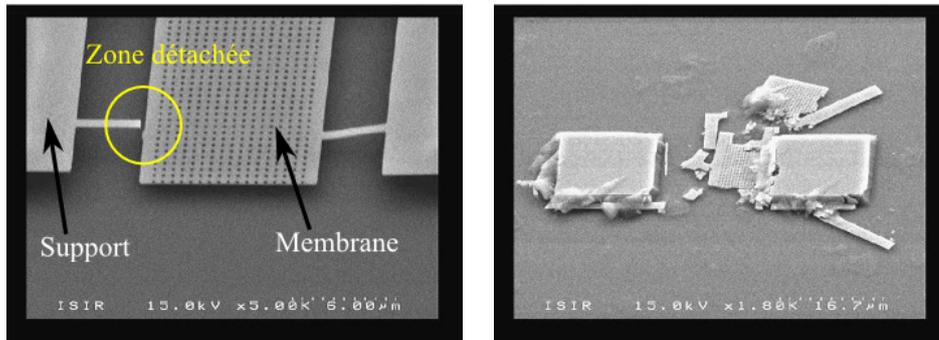
La microscopie optique rencontre certaines limites pour la caractérisation de membranes. Les échantillons n'étant pas transparents, l'emploi d'une microscopie en réflexion est nécessaire pour laisser un espace de travail pour le manipulateur muni du capteur. L'utilisation d'un objectif ayant une grande distance de travail est ainsi nécessaire mais ces objectifs sont cependant limités dans le rapport agrandissement/distance de travail. Cette limite empêche l'accès à un niveau de détails suffisant pour l'observation des membranes ainsi que le placement précis de la pointe pour effectuer les mesures (voir figures 4.8 et 4.9(a)).



**Figure 4.8** - Membrane d'InP imagée par microscopie optique inclinée avec un objectif 20x à grande distance de travail. Le contact outil/membrane est difficile à appréhender uniquement par la vision et certains détails des membranes (voir figure 4.9(a)) sont complètement invisibles.

Le module de vision étant incliné pour obtenir une vue latérale de la scène, le plan focal de l'objectif l'est aussi par conséquent. Il n'est donc plus parallèle au plan du substrat. La faible profondeur de champ du microscope optique engendre une mise au point partielle sur la totalité des membranes situées à l'écran (voir figure 4.8). Sans réelle profondeur de champ et vue latérale, la

distance pointe/échantillon est difficile à interpréter visuellement. Cette difficulté est une limite très forte pour la caractérisation de membrane sans leur destruction (voir figure 4.9(b)).



(a) La membrane n'est pas entièrement attachée à ses supports (zone encerclée). Ce détail n'est pas accessible par la microscopie optique

(b) La membrane est détruite par une approche non contrôlée outil/membrane. Sous microscopie optique, ce contact est difficile à détecter.

**Figure 4.9** - Deux limites rencontrées lors de la caractérisation sous optique. Échantillons imagés au MEB.

Les points nécessaires à intégrer pour une plateforme robotisée de caractérisation de membranes sont les suivants :

- Une grande profondeur de champ,
- La conservation de l'outil à  $90^\circ$  par rapport au substrat,
- La maîtrise de la distance outil/échantillon,
- Un positionnement précis et répétable de l'outil.

D'autre part, cette plateforme met en évidence les contraintes spécifiques associées à un système de caractérisation physique et l'intérêt de la mesure de raideur par décalage de fréquence. Elle est aussi exploitée pour le collage de la pointe sur le diapason et de la masse additionnelle.

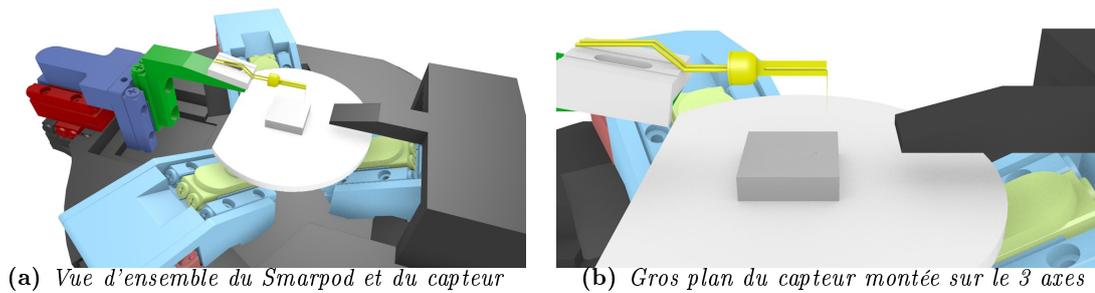
### 3 Caractérisation mécanique de membranes sous microscopie électronique

Les difficultés rencontrées au paragraphe précédent ont révélé les limites de la microscopie optique pour la caractérisation des membranes d'InP. L'utilisation de la microscopie électronique est privilégiée au détriment de la microscopie optique pour des raisons notamment de profondeur de champ plus importante et d'une meilleure résolution permettant un positionnement plus précis de la pointe sur l'échantillon.

### 3.1 Plateforme de caractérisation et capteur

#### 3.1.1 Plateforme robotisée de déplacement et environnement virtuel

Cette plateforme s'appuie sur les systèmes de déplacement explicités dans le chapitre 3. Ce système robotisé est composé d'un hexapode à 6 degrés de liberté accompagné d'un manipulateur 3 axes à 3 degrés de liberté ainsi que d'un porte outil fixe. Le capteur est monté sur le manipulateur 3 axes et les échantillons sont placés sur l'hexapode (voir figure 4.10). Le capteur est également relié à la même station OC4 SPECS-N que pour la microscopie optique pour le contrôle des oscillations du diapason. Pour l'observation et la caractérisation, une vue latérale de l'échantillon et de la pointe du capteur est obtenue en inclinant le Smarpod par le biais de la platine manuelle. L'observation est assistée d'un environnement virtuel. Celui-ci offre à l'opérateur une représentation visuelle 3D de la plateforme (voir figure 4.10).



**Figure 4.10** - Environnement virtuel de la plateforme de caractérisation de membrane équipée d'un diapason.

L'étape de calibration de l'environnement virtuel se déroule en amont de la caractérisation. Elle est effectuée seulement lors de l'installation d'un nouveau capteur. La pointe est descendue verticalement vers l'échantillon, manuellement et visuellement en évaluant la distance entre la pointe du capteur et l'échantillon par une mise au point comparée entre ces deux objets (méthode DFF<sup>9</sup>). La calibration de l'environnement virtuel est obtenue lorsque la pointe du capteur est en contact avec l'échantillon. Le système réel et l'environnement virtuel sont alors couplés et l'hexapode et le système 3 axes sont repérés suivant le même repère virtuel.

Pour la caractérisation d'un échantillon, le capteur doit être approché de façon contrôlée près de la membrane. Deux modes sont employés. Le premier s'appuie sur l'environnement virtuel pour obtenir de façon automatique ou manuelle une approche du système. L'opérateur observe virtuellement les mouvements relatifs de l'outil par rapport à l'échantillon et le capteur est amené à une distance de sûreté d'environ 50  $\mu\text{m}$  au-dessus de l'échantillon par pas décroissant depuis la position haute du capteur. Le choix des pas est effectué manuellement par l'opérateur en fonction de la distance capteur/distance de sûreté. Ce résultat est rendu possible par la haute résolution (1 nm) des systèmes de déplacement.

9. En anglais Depth From Focus

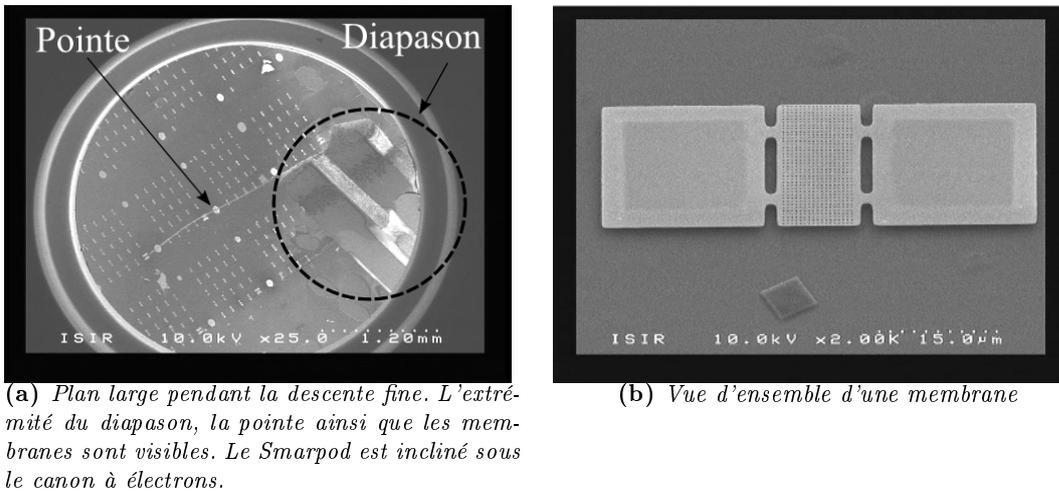


Figure 4.11 - Descente du capteur vers les échantillons

Le second mode est pour l'instant manuel : l'opérateur amène la pointe au contact de l'échantillon en observant la mesure du décalage de fréquence. Il est à noter que cette seconde phase pourra être rendue automatique. La caractérisation peut alors débuter. Une fois l'asservissement en fréquence obtenu, un autre point de contact est choisi. L'outil est remonté en position haute d'une dizaine de nanomètres et déplacé latéralement. Son déplacement est contrôlé à l'aide d'un pas fin de 2 nm pour éviter toutes perturbations qui détruiraient l'échantillon ou la pointe. L'outil est ensuite descendu vers le nouveau point de contact. Toutes ces opérations sont contrôlées par l'opérateur et les outils développés durant cette thèse (vision, environnement virtuel) sont exploités pour répondre à ces problèmes de caractérisations physiques.

### 3.1.2 Calibration du diapason

Le capteur utilisé avec la plateforme de mesure est caractérisé par la méthode théorique avec correction (voir l'équation 4.14). Ces dimensions sont déterminées à l'aide du microscope électronique et ces caractéristiques sont rassemblées dans le tableau 4.5.

La calibration du diapason est une étape essentielle pour la caractérisation en raideur de membrane. En effet, elle est une donnée dans le calcul du coefficient de proportionnalité entre le décalage en fréquence mesuré  $\Delta f$  et la raideur localisée de l'échantillon  $k_{\text{échantillon}}$  (équation 4.12). Sans cette calibration, la raideur localisée ne peut être connue.

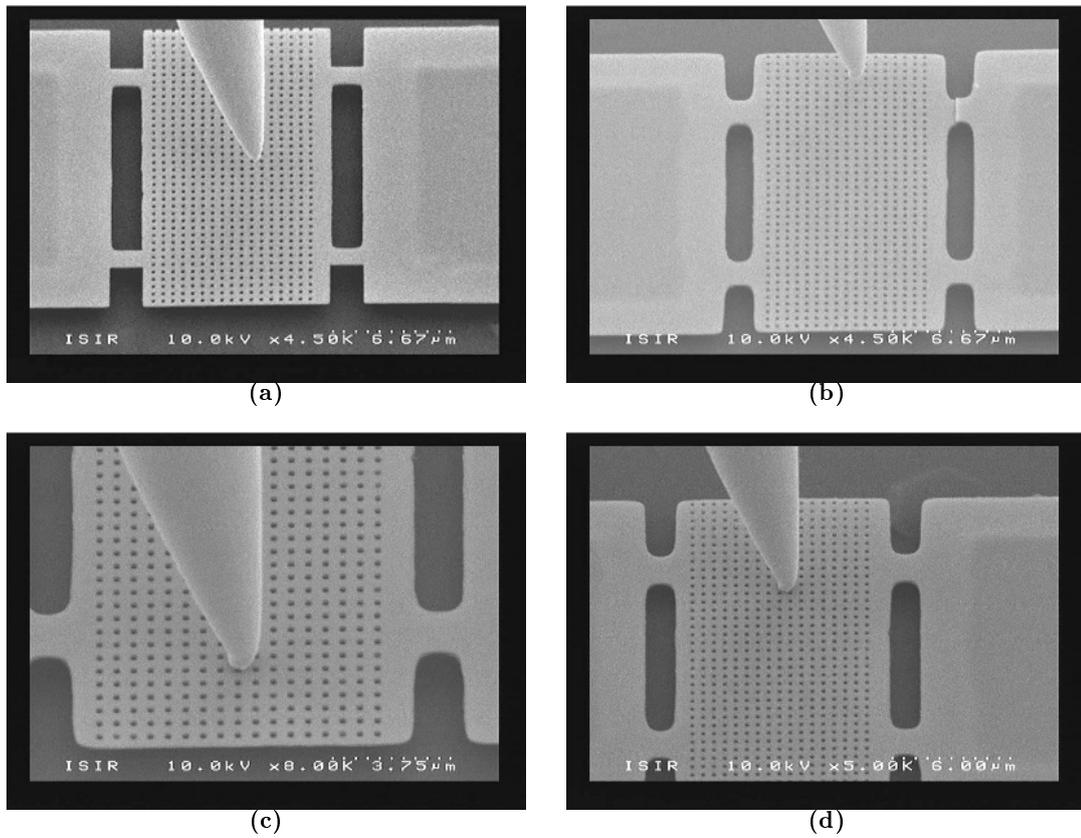


Figure 4.12 - Cartographie de membranes en cours de manipulation sous MEB. (a),(b),(c),(d) Capture écran en cours de manipulation de membranes d'InP.

Tableau 4.5 - Caractéristiques du diapason n°2

	Valeurs
facteur de qualité Q	34535
fréquence de résonance du diapason : $f_0$	31610.5 Hz
longueur branche L	3.776 mm
largeur branche w	0.2200 mm
épaisseur branche t	0.3760 mm
$k_{branche}$ ( N/m)	4275
$k_{total}$ ( N/m)	10687
coefficient de proportionnalité entre $k_{echantillon}$ et $\Delta f$	0.6762

## 3.2 Cartographie en raideur de membranes

### 3.2.1 Mesures

Quatre membranes d'InP sont caractérisées avec le système (voir figures 4.12 et 4.13). Des cartographies en raideur sont dessinées pour chacune à partir de la mesure de plusieurs points précisément. A partir du coefficient de proportionnalité entre le gradient de fréquence et la raideur calculée précédemment, la valeur de celle-ci est déterminée localement. Pour chaque membrane, la cartographie est obtenue numériquement par interpolation cubique des différentes valeurs de raideurs avec des pas de 200 nm en X et Y pour les trois premières membranes et avec des pas de 750 nm en X pour la membrane 4.

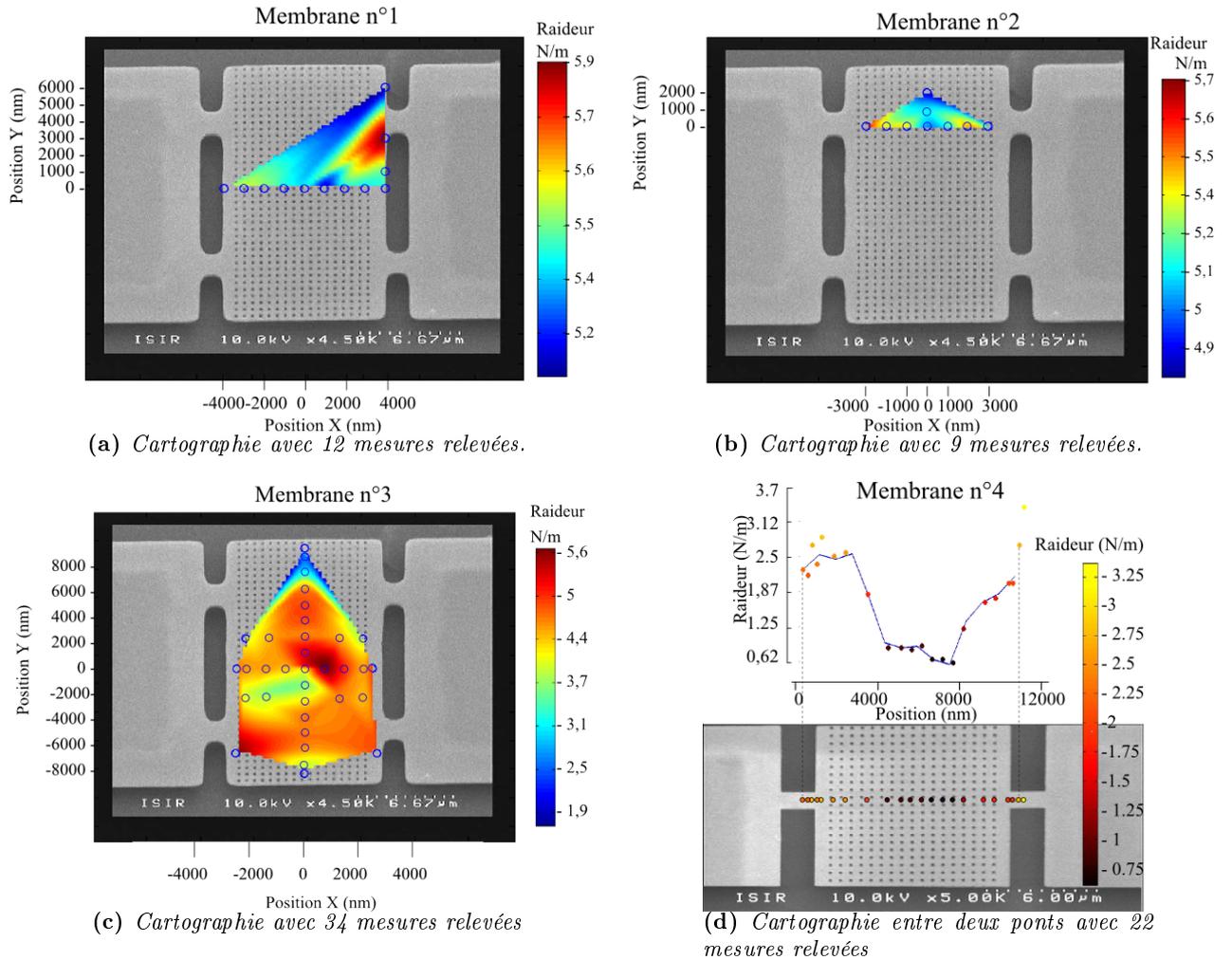
Deux types de géométrie de membranes sont utilisées. Cette différence est observable notamment au niveau des attaches ou ponts. Les membranes 1, 2 et 3 sont du même type et ont des ponts dont l'espace entre deux ponts d'un même côté est assimilable à un trou oblong<sup>10</sup> utilisé en usinage (voir figures 4.13(a), (b) et (c)). La membrane 4 d'un second type a des ponts de surface rectangulaire (voir figure 4.13(d)).

- La membrane 1 (voir figure 4.13(a)) est caractérisée latéralement et le long d'un bord avec 12 points espacés de  $1\ \mu\text{m}\pm 10\ \text{nm}$ .
- La membrane 2 (voir figure 4.13(b)) est caractérisée entre deux attaches ainsi que le long de l'axe médian vers l'extérieur avec 9 points espacés de  $1\ \mu\text{m}\pm 10\ \text{nm}$ .
- La membrane 3 (voir figure 4.13(c)) est caractérisée sur une grande partie de sa surface avec 34 points : 24 points composent une croix centrée sur la membrane dont les points sont espacés de  $1\ \mu\text{m}\pm 10\ \text{nm}$  sauf pour les extrémités de la croix qui sont situées à  $0.5\ \mu\text{m}\pm 10\ \text{nm}$  du point précédent, 8 points sont répartis sur sa surface intérieure et ils sont espacés de  $2\ \mu\text{m}\pm 10\ \text{nm}$  et 2 points sont situés sur des attaches.
- La membrane 4 est caractérisée entre deux ponts avec 22 points de mesures. Les mesures situées sur les ponts sont espacées de 220 nm, celles sur les bords de la membranes de  $1\ \mu\text{m}$  et celles du centre de 500 nm.

La raideur déterminée au centre pour la géométrie des membranes 1, 2 et 3 est de l'ordre de 5.6 N/m (voir figures 4.13(a), 4.13(b) et 4.13(c)). Cette raideur est équivalente à celles mesurées au niveau de leurs attaches ou pont (voir figures 4.13(a), 4.13(b) et 4.13(c) pour les attaches et figure 4.13(c) pour le centre). La géométrie de la membrane 4 (voir figure 4.13(d)) est différente des trois autres membranes. La raideur mesurée au niveau des ponts pour cette membrane est de l'ordre de 2.8 N/m. Elle est très nettement plus élevée que celle au centre de la membrane entre les deux ponts. La raideur au niveau des attaches est justifiée au regard de leurs liaisons avec leurs supports rigides.

---

10. forme plus longue que large dont les angles sont arrondis



**Figure 4.13** - Résultats de cartographie en raideur de membrane d'InP. Les cartographies en couleurs sont superposées sur une image de membrane qui correspond à leur type d'échantillon pour faciliter la lecture des données. Des cercles représentent la localisation des points de mesures ((a),(b),(c) des cercles bleu et (c) des cercles de couleur) . L'échelle de raideur en couleurs est représentée à droite de chaque figure. Les axes X et Y sont adaptés à chaque résultat.

### 3.2.2 Discussion

Les échantillons d'InP sont fabriqués sur un substrat non conducteur imposé par le processus de fabrication. Une conséquence directe de l'utilisation d'un substrat non conducteur est une accumulation d'électrons sur le substrat. Dans notre cas, lors de l'approche de la pointe reliée à la masse, ces électrons se déchargent. Cette décharge engendre soit un déplacement de la pointe qui peut détruire l'échantillon, soit une destruction de l'échantillon même sans contact de la pointe.

Cette destruction intervient notamment sur les petits éléments des membranes comme les attaches (voir l'attache haut à droite de la membrane figure 4.12(b)<sup>11</sup>). Ils se détachent de la membrane sous l'effet des forces électrostatiques. Il peut ainsi être difficile d'obtenir à la fois une cartographie d'attaches et de la membrane.

Un point important est à noter pour ces mesures. Lors de ces caractérisations, l'amplitude d'oscillation du diapason est de l'ordre de 700 pm. Les oscillations ne participent donc pas à la destruction des membranes car leur épaisseur est de 200 nm.

Les cartographies sont obtenues à partir d'une seule mesure pour chaque localisation. La seule exception est le centre de la membrane 3 (voir figure 4.13(c)). Ce point est mesuré 4 fois, à chaque passage au centre, avec des valeurs proches situées entre 4.4 N/m et 7 N/m. La valeur relevée est la moyenne de ces quatre valeurs. Pour tous les échantillons, la cartographie est arrêtée lors de la fracture d'un pont. Les cartographies n'ont pas pu être étendues sur toute la superficie de la membrane à l'exception de la membrane 3.

Une cartographie complète en mode automatique reste donc à accomplir. Ces premières mesures sont un pas essentiel pour la compréhension de ces membranes suspendues et peuvent être exploitées par des simulations multi-physiques par éléments finis.

## 4 Conclusion et perspectives

Quatre membranes d'InP sont caractérisées et une cartographie est dessinée pour chacune d'entre elles. Deux types de géométrie de membranes ont été mesurées. Pour la première, la raideur au centre et sur les attaches est d'environ 5.6 N/m. Cette valeur laisse présager une très grande fréquence de résonance. Ces premiers résultats dans la mesure de raideurs de membranes valident l'exploitation de la plateforme et du capteur pour la cartographie en raideur de membranes. D'autres géométries de membranes doivent encore être caractérisées et cartographiées pour comprendre l'influence de ces paramètres sur la raideur et ainsi améliorer le processus de fabrication.

L'objectif est d'obtenir l'automatisation basée sur le contrôle en réalité virtuelle et sur la me-

---

11. Lors de l'élaboration de cette cartographie la destruction de l'attache est intervenue pendant la remontée de la pointe au dernier enregistrement. Le nombre de points de mesures de la cartographie n'a donc pas pu être augmenté.

sure du décalage en fréquence. Il reste des étapes à franchir avant de passer à une caractérisation automatique. Deux voies d'améliorations sont possibles. La première porte sur la calibration fine de l'environnement virtuel avec une identification fine des propriétés de répétabilité et de précision des manipulateurs. Cette calibration est nécessaire à l'emploi de l'environnement virtuel dans une boucle précise de contrôle en boucle fermée jusqu'au contact. Cette calibration spatiale pourrait être simplifiée à partir de l'utilisation d'outils génériques.

La seconde amélioration porte sur la mesure du gradient de fréquence et donc la réalisation de la cartographie. Celle-ci peut être automatisée par un couplage entre les mesures de gradient et les différentes positions des micromanipulateurs. Le gradient correspond à la différence entre la fréquence de résonance du diapason et sa fréquence lorsqu'il est en contact de l'échantillon. Un contrôle en temps réel de ce gradient entre la pointe du diapason et l'échantillon est possible. Ce contrôle hybride gardient de force/position s'appuierait par exemple sur des points souhaités par l'utilisateur sur la membrane.

Ce travail de thèse montre que la microrobotique ouvre de nouvelles voies pour la manipulation et la caractérisation de ces nouvelles structures membranaires. Le prochain chapitre retrace les différents points forts et les perspectives proposées par ce travail.



---

---

# Conclusion et Perspectives

---

Les objets surfaciques possèdent un grand potentiel pour les futurs micro ou nanosystèmes. Par exemple, les grandes dynamiques vibratoires laissent présager des capacités uniques de résonance. Un problème majeur apparaît avec la physique du micromonde où les forces surfaciques sont prépondérantes : leur géométrie particulière favorise l'adhésion et la moindre tâche interactive devient d'une complexité extrême. Ainsi, l'étude de leurs propriétés et de leurs caractéristiques physiques nécessite à la fois de maîtriser les phases de manipulations et de transferts ainsi que de posséder les outils nécessaires à leurs observations et à leurs caractérisations.

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans cette voie de recherche et s'articulent autour d'éléments majeurs dans l'étude de ces objets surfaciques :

- Une nouvelle méthode innovante de transfert de film fin est présentée. Celle-ci est basée sur l'utilisation d'une goutte de colle pour créer un contact fort entre le film et le préhenseur. Les intérêts de cette méthode sont à la fois de sélectionner un échantillon à transférer ainsi que de minimiser les résidus chimiques sur cet échantillon une fois transféré.
- L'emploi d'un préhenseur unique montre ses limites par rapport à la géométrie de ces objets. Une plateforme multi-outils sous microscopie optique dans un environnement sous vide est conçue. L'emploi d'un tel système multi-outils et de substrats fonctionnalisés pour la manipulation d'objets surfaciques est proposé et le potentiel du couplage de l'adhésion contrôlé et ce système est démontré.
- L'utilisation de la microscopie électronique est indispensable pour les tâches de manipulation d'objets surfaciques. Une plateforme de caractérisation à haute résolution orientée opérateur est conçue pour cette microscopie. Pour la téléopération orientée opérateur, l'observation indirecte est au cœur des tâches de manipulation. Des améliorations sont proposées pour cette observation. La première porte sur l'atténuation du bruit lors de l'imagerie en mode vidéo du Microscope Électronique à Balayage (MEB). La seconde est

l'emploi d'un environnement virtuel et son couplage avec des systèmes robotisés pour obtenir une image temps réel de la scène réelle dans l'environnement virtuel.

- Enfin, des caractérisations de raideur de membranes d'*InP* sont effectuées. A partir de ces résultats, des cartographies précises en raideur sont dessinées et peuvent être exploitées dans des outils de simulation éléments finis. Ces résultats valident l'utilisation d'une plateforme robotisée couplée à un environnement virtuel et d'un outil dynamique de caractérisation mécanique.

Tout au long de cette thèse fondée sur l'expérimentation, trois plateformes sont conçues pour comprendre et appréhender les difficultés inhérentes à ces échelles. Ces plateformes de téléopération ont porté sur deux types de microscopies, la microscopie optique et électronique :

- une plateforme sous microscopie optique est conçue spécifiquement pour la méthode de collage localisé. Elle est composée d'un micromanipulateur 3 axes de résolution de 20 nm et d'un micro-système de collage qui équipent un microscope optique inversé.
- une plateforme multi-doigts sous microscopie optique dans un environnement sous vide est définie en se basant sur une platine de micromanipulation de microscopie électronique. Deux types d'approches sont disponibles, une approche grossière de résolution de 1  $\mu\text{m}$  et une fine de résolution de 0.1  $\mu\text{m}$ .
- une plateforme de caractérisation à haute résolution (1 nm) est intégrée au microscope électronique. Celle-ci dispose d'un micromanipulateur 3 axes (3 translations cartésiennes), d'un hexapode (3 translations cartésiennes et 3 rotations) et d'un porte outil fixe. Elle possède une cinématique complexe avec 9 degrés de liberté auxquels s'ajoutent 5 degrés de liberté supplémentaires pour l'observation (3 translations, 1 rotations et 1 inclinaison).

A partir de l'exploitation de ces plateformes, de nombreuses téléopérations manuelles sont effectuées sur différents types d'objets surfaciques. Quelques résultats importants peuvent être notés :

- des films fin de graphite de  $4.2 \times 4.7 \mu\text{m}^2$  à  $70 \times 12 \mu\text{m}^2$  avec une épaisseur d'environ 10 nm sont transférés sur deux types de substrats, du pyrex et une grille TEM par la méthode de collage.
- quatre membranes d'*InP* suspendues sont caractérisées en raideur sous microscope électronique. Pour trois d'entre elles, une cartographie de la surface est effectuée avec respectivement, 9 mesures, 12 mesures et 34 mesures. La quatrième membrane est caractérisée entre deux ponts de fixation par 22 mesures relevées. Ces résultats mettent en évidence les hautes fréquences de résonances de ces membranes de l'ordre du MHz.

Ces travaux de thèse ouvrent de nombreuses perspectives pour la manipulation de films fins, notamment en proposant divers outils impactant les phases d'études d'un matériaux. Les thèmes originaux développés dans ce travail comme la méthode de collage localisé « propre » et la caractérisation *in-situ* mécanique de membrane soulignent les difficultés inhérentes à cette classe d'échantillons et le potentiel de la nanorobotique pour résoudre ces problèmes.

L'objectif ultime d'une méthode propre de transfert est d'être capable de transférer un film d'une épaisseur atomique sans dégradation aucune pour sa surface ou pour ses propriétés physiques. La méthode proposée dans cette thèse est une première approche dans ce cadre. Elle montre l'intérêt d'une méthode physico-chimico-robotique pour cette problématique. Elle trouve

toute son expression sur des échantillons présentant une moindre adhérence sur le substrat. Ce type d'échantillons peut provenir d'une méthode de fabrication différente ou bien d'une fonctionnalisation du substrat. D'autres liants sont à étudier notamment des polymères avec une réversibilité dans leur pouvoir d'adhésion. L'intérêt futur est par exemple la fabrication couche par couche de systèmes complexes.

Concernant les outils et plus particulièrement les environnements virtuels, des concepts généraux peuvent être dessinés pour les tâches de manipulation dans le micromonde. Ce milieu reste difficilement accessible autant pour son observation que dans la réalisation de tâches diverses. L'amélioration de la téléopération orientée opérateur passera par une meilleure immersion de celui-ci dans le micromonde et une voie intéressante est par exemple, de réfléchir à une interaction plus naturelle avec l'environnement virtuel. Une autre alternative consiste à enrichir le système de réalité virtuelle. L'idée principale est d'identifier les propriétés réelles des systèmes robotisés en terme de résolution et de répétabilité pour exploiter l'outil comme un simulateur réel de tâche, simulateur qui trouve un intérêt majeur pour les tâches nanoscopiques, difficiles d'accès et longues à mettre en oeuvre. Un autre apport de cette classe d'outils est l'utilisation de capteurs virtuels couplés aux capteurs physiques du système pour atteindre des processus d'automatisation complets ou de téléopération à retour d'efforts. Enfin l'exploitation de la commande référencée vision avec la microscopie électronique est limitée notamment par la mauvaise qualité de l'image, la limite spatiale de la scène et la fréquence de rafraîchissement. L'environnement virtuel peut être une base pour de ce type de commande.

Avec la plateforme de caractérisation proposée dans ces travaux, les premières cartographies en raideur de membranes sont obtenues. En plus de la commande en position robuste et précise à atteindre, une commande en effort pourrait être intégrée à partir de la mesure du décalage de fréquence. Une automatisation complète du processus serait alors une étape cruciale pour la recherche en nanorobotique. Les résultats obtenus sont à ce titre encourageants pour la poursuite de ces travaux. L'exploitation de ces méthodes pour la manipulation à forte dextérité, la caractérisation et l'assemblage des nanosystèmes est un enjeu à plus long terme.



---

---

# Notations et abréviations

---

Cette section regroupe l'ensemble des notations et des abréviations. Ces dernières sont valables pour l'ensemble du manuscrit, sauf indication contraire.

## Notations :

### Modélisation du capteur :

$m$	Masse du capteur (diapason + pointe)
$k_{total}$	Raideur du capteur (diapason + pointe)
$x$	Position d'une branche du diapason
$\dot{x}$	Vitesse d'une branche du diapason
$\ddot{x}$	Accélération d'une branche du diapason
$k$	Raideur d'une branche de diapason
$k_c$	Raideur de couplage entre les branches du diapason
$k_{pointe}$	Raideur longitudinale de la pointe
$K$	Matrice de raideur
$M$	Matrice de masse
$k_{echantillon}$	Raideur de l'échantillon
$w_{phase}$	Pulsation du capteur en phase
$w_{antiphase}$	Pulsation du capteur en antiphase
$\Delta k$	Raideur équivalente du système pointe/échantillon
$\Delta f$	Décalage de fréquence
$f_{antiphase}$	Fréquence en antiphase

**Physique du micromonde :**

$A$	Constante de Hamaker
$W$	Potentiel d'interaction
$z$	Distance d'interaction ou de séparation
$\gamma$	Tension de surface
$z$	Distance de séparation des deux surfaces
$r$	Rayon de l'aire de l'interface solide-liquide
$\theta$	Angle de contact
$S$	Surface de contact
$U$	Potentiel de contact
$\epsilon_0$	Permittivité de l'air
$\sigma$	Résistance à la traction
$E$	Module de Young
$\nu$	Coefficient de Poisson

**Abréviations :****Microscopes**

AFM	<i>Atomic Force Microscope</i> (Microscope à force atomique)
SEM ou MEB	<i>Scanning Electron Microscope</i> (Microscope Electronique à Balayage)
SPM	<i>Scanning Probe Microscope</i> (Microscope à sonde locale)
STM	<i>Scanning Tunneling Microscope</i> (Microscope à effet tunnel)
TEM ou MET	<i>Transmission Electron Microscopy</i> (Microscope électronique en transmission)

**Équipements**

MEMS	<i>Micro-Electro-Mechanical Systems</i> (Microsystème électromécanique)
FET	<i>Field-Effect Transistor</i> (Nano-transistor à effet de champs)
FIB	<i>Focused Ion Beam</i> (Sonde ionique focalisée)

**Techniques**

AM	<i>Amplitude Modulation</i> (Modulation d'amplitude)
PM	<i>Phase Modulation</i> (Modulation de phase)
FM	<i>Frequency Modulation</i> (Modulation de fréquence)
DFP	<i>Depth From Focus</i> (Différence de mise au point)
BF	Boucle fermée
BO	Boucle ouverte

PSNR		<i>Peak Signal to Noise Ratio</i>
CAO		Conception Assistée par Ordinateur
ViSP		<i>VI</i> sual <i>S</i> ervoing <i>P</i> lateforme

**Objets**

CNT		<i>Carbon nano-tube</i> (Nanotube de carbone)
SiNW		<i>Silicone Nano-wire</i> (Nano fil de silicone)

**Modèle de contact mécanique**

DMT		Derjagin-Muller-Toropov
-----	--	-------------------------

**Graphène et graphite :**

CVD		<i>Chemical Vapour Deposition en anglais</i> (Dépôt chimique en phase vapeur)
IPA		<i>Iso-Propyl Alcohol</i> (Isopropanol)
MLG		<i>Multi-Layer Graphene en anglais</i> (Multi-couches de graphène)
HOPG		<i>Highly Ordered Pyrolytic Graphite</i> (Graphite pyrolytique à haute orientation)
GO		<i>Graphene Oxide</i> (Oxyde de graphène)

**Chimie**

PMMA		<i>Polymethyl-methacrylate</i> (Polyméthacrylate de méthyle)
PMGI		<i>Polymethyl Glutaramide</i>
AAO		<i>Anodized Aluminium Oxide</i> (Anodisation d'oxyde d'aluminium)
Pd		Palladium
PI		Polyimide
InP		Phosphure d'Indium



# Modèle géométrique de la platine du MEB

La cinématique de la platine a été modélisée par le modèle de Denavit Hartenberg. Le centre des repères sont les suivants :

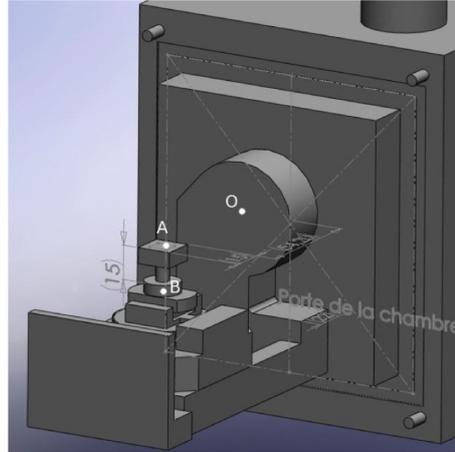
- Tz : Translation au point O suivant z
- Rx : Rotation au point O suivant x
- Tx : Translation au point B suivant x
- Ty : Translation au point B suivant y
- Rz : Rotation au point B suivant z

Avec  $d_2$ , distance OA,  $d_2=15$  mm,  $r_2$  :distance BA,  $r_2=72,7$  mm

Pour faciliter le suivi de déplacement par une mise en perspective, la mire a été placée avec un angle  $\alpha$ . Cet angle reste invariant au cours du traitement. Le modèle géométrique direct de la platine est la succession des 5 transformations homogènes suivantes :

$$T_1 = \begin{pmatrix} \cos \alpha & \sin \alpha & 0 & 0 \\ -\sin \alpha & \cos \alpha & 0 & Ty \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$T_2 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & r_2 \\ 0 & 0 & 1 & d_2 + Tz \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$



**Figure A.1** - Positions des différents centres géométriques. A représente la position de l'échantillon.

$$T3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & Tx \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$T4 = \begin{pmatrix} \cos \beta & 0 & -\sin \beta & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ \sin \beta & 0 & \cos \beta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Le modèle géométrique de la platine du MEB est :

$$\begin{pmatrix} \cos \alpha \cdot \cos \beta & \sin \alpha & 0 & Tx \cdot \cos \alpha + r2 \cdot \sin \alpha \\ \sin \alpha \cdot \cos \beta & \cos \alpha & \sin \alpha \cdot \sin \beta & -Tx \cdot \sin \alpha + r2 \cdot \cos \alpha + Ty \\ \sin \beta & 0 & \cos \beta & d2 + Tz \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

# Algorithme de suivi pour la platine

```
////////////////////////////////////Include pour QT////////////////////////////////////
#include <QMainWindow>
#include <QtNetwork/QUdpSocket>
#include <QtGui/QApplication>
#include <iostream>
////////////////////////////////////

////////////////////////////////////Include pour ViSP 2.6.1////////////////////////////////////

#include <visp/vpConfig.h>
#include <visp/vpImage.h>
#include <visp/vpImageIo.h>
#include <visp/vpColor.h>
#include <visp/vpDisplayX.h>
#include <visp/vpMbEdgeTracker.h>
#include <visp/vpV4l2Grabber.h>
#include <visp/vpImagePoint.h>
#include <visp/vpCalibration.h>

////////////////////////////////////

#define USE_GRABBER_V4L2

int affichage(vpHomogeneousMatrix M);
int sendData(vpHomogeneousMatrix T, double n);
int sendDataAbs(vpHomogeneousMatrix T);

int main()
{
```

```

int n;
// Create a grey level image
vpImage<unsigned char> I ;

//Create a Homogeneous Matrix (camera->objet)
vpHomogeneousMatrix cMo,wMo,oMc[6],wMc[6],wMe[6],sMe[6],cA1,rot;

//Image grabber initialisation
#if defined(VISP_HAVE_V4L2) && defined(USE_GRABBER_V4L2)
// Create a grabber based on v4l2 third party lib (for usb cameras under Linux)
vpV4l2Grabber g;
g.setScale(1);
g.setInput(1); //Choix de l'entrée vidéo
g.setDevice("/dev/video1"); //video0 pour webcam ou video1 pour caméra SEM
g.open(I);
#else
# error "No grabber available"
#endif
g.acquire(I);
// For this grey level image, open a X display at position 100,100
// in the screen, and with title "X display"
vpDisplayX display;
display.init(I, 100, 100, "X display V4L2 Grabber") ;

// Display the image
vpDisplay::display(I) ;

vpMbEdgeTracker tracker;

// Load tracker config file (camera parameters and moving edge settings)
tracker.loadConfigFile("mmicro.xml");

// initialise an instance of vpCameraParameters with the parameters from the tracker
vpCameraParameters cam;
tracker.getCameraParameters(cam);

// Load the 3D model (either a vrml file or a .cao file)
tracker.loadModel("mire2.cao");

//Initialize the tracking.
tracker.initClick(I, "mmicro", true);

//Post-traitement
//init Pose
//Model geometrique direct
double ty=0.015,alpha=0,tz=0.0125,tx=0.0125,beta=0,d2=0.0725,r2=0.015;
wMo[0][0] = cos(alpha)*cos(beta);
wMo[0][1] = sin(alpha);
wMo[0][2] = -cos(alpha)*sin(beta);
wMo[0][3] = cos(alpha)*tx+sin(alpha)*r2;
wMo[1][0] = -sin(alpha)*cos(beta);
wMo[1][1] = cos(alpha);

```

---

```

wMo[1][2] = sin(alpha)*sin(beta);
wMo[1][3] = -sin(alpha)*tx+r2*cos(alpha)+ty;
wMo[2][0] = sin(beta);
wMo[2][1] = 0;
wMo[2][2] = cos(beta);
wMo[2][3] = d2+tz;

//angle initial de la mire permet de recalibrer le model
alpha = (1.71*3.14159/180);
//matrice de rotation de la platine
rot[0][0] = cos(alpha); rot[0][1] = 0; rot[0][2] = sin(alpha);
rot[1][0] = 0; rot[1][1] = 1; rot[1][2] = 0;
rot[2][0] = -sin(alpha); cA1[2][1] = 0; rot[2][2] = cos(alpha);

double m=0;
while(1)
{
    m = m+1;
    //Acquire Image.
    g.acquire(I);
    vpDisplay::display(I);

    //getPose (camera->object)
    tracker.getPose(cMo);//definit la position du centre de la mire
    //(origine model cao) dans le repère camera

    //Tracking
    tracker.track(I);
    tracker.display(I, cMo, cam, vpColor::red, 1); //affiche cadre rouge
    vpDisplay::displayFrame (I, cMo, cam, 0.005, vpColor::blue);//origine des
    //points du .cao
    vpDisplay::flush(I); //rafraichissement du tracking

    //Multiplication matricielle, rotation de la mire à l'initialisation
    cMo=cMo*rot;
    affichage(cMo);
    sendData(cMo,m);//fonction d'envoi à blender
    //sendDataAbs(cMo);
}

//Camera parameter
double w = I.getWidth();
double h = I.getHeight();
double px = cam.get_px();
double py = cam.get_py();
double u0 = cam.get_u0();
double v0 = cam.get_v0();
printf("Width=%f\n Height=%f\n px=%f\n py=%f\n u0=%f\n v0=%f\n",w,h,px,py,u0,v0);

// If click is allowed, wait for a mouse click to close the display
std::cout << "\nA click to close the windows..." << std::endl;
// Wait for a blocking mouse click

```

```
vpDisplay::getClick(I) ;

// Close the display
vpDisplay::close(I);

return 0;
}

//fonction pour afficher une matrice homogène
int affichage(vpHomogeneousMatrix M)
{
    int i,j;
    printf("M=\n");
    for ( i=0; i<4; i++ )
    {
        for ( j=0; j<4; j++)
            {
                printf("%f\t",M[i][j]);
            }
        printf("\n");
    }
    return 0;
}

//Fonction d'envoi de donnée en position relative à Blender
int sendData(vpHomogeneousMatrix T,double n)
{
    QUdpSocket udpSocket;
    QByteArray datagram;
    QDataStream out(&datagram, QIODevice::WriteOnly);
    double tz = (T[2][3]-0.168577);
    double alpha = asin(T[1][1]+0.993706);
    double tx = (T[0][3])-0.0065957+0.0004812789076997941;
    double ty = (T[1][3]-0.0068068)+0.005;
    printf("%f\n",tx);
    out << tx << ty << n << alpha ;
    udpSocket.writeDatagram(datagram, QHostAddress::LocalHost, 1088);
    return 0;
}
```

---

---

# Bibliographie

---

- [Acosta 11] **J. C. Acosta, G. Hwang, J. Polesel-Maris et S. Régnier.** *A tuning fork based wide range mechanical characterization tool with nanorobotic manipulators inside a scanning electron microscope.* Review of Scientific Instruments, vol. 82, n° 3, page 035116, 2011.
- [Adamson 97] **A. W. Adamson et A. P. Gast.** Physical chemistry of surfaces. John Wiley and Sons, 6<sup>th</sup> edition, 1997.
- [Agnus 09] **J. Agnus, M. Hériban D.and Gauthier et V. Pétrini.** *Silicon end-effectors for microgripping tasks.* Precision Engineering, vol. 33, n° 4, pages 542–548, octobre 2009.
- [Ahmad 12a] **M. R. Ahmad, M. Nakajima, M. Kojima, S. Kojima, M. Homma et T. Fukuda.** *Instantaneous and Quantitative Single Cells Viability Determination Using Dual Nanoprobe Inside ESEM.* IEEE Transactions on Nanotechnology, vol. 11, n° 2, pages 298 –306, mars 2012.
- [Ahmad 12b] **M. R. Ahmad, M. Nakajima, M. Kojima, S. Kojima, M. Homma et T. Fukuda.** *Nanofork for Single Cells Adhesion Measurement via ESEM-Nanomanipulator System.* IEEE Transactions on NanoBioscience, vol. 11, n° 1, pages 70 –78, mars 2012.
- [Bae 10] **S. Bae, H. Kim, Y. Lee, X. Xu, J-S. Park, Y. Zheng, J. Balakrishnan, T. Lei, H. R. Kim, Y. I. Song, Y-J. Kim, K. S. Kim, B. Ozyilmaz, J-H Ahn, B. Hee Hong et S. Iijima.** *Roll-to-roll production of 30-inch graphene films for transparent electrodes.* Nat Nano, vol. 5, pages 574–578, 2010.
- [Bajpai 11] **R. Bajpai, S. Roy, L. Jain, N. Kulshrestha, K. S. Hazra et D. S. Misra.** *Facile one-step transfer process of graphene.* Nanotechnology, vol. 22, n° 22, page 225606, juin 2011.

- [Banerjee 08] **A. Banerjee et H. Grebel.** *Depositing graphene films on solid and perforated substrates.* Nanotechnology, vol. 19, n° 36, page 365303, 2008.
- [Bartenwerfer 12] **M. Bartenwerfer, S. Fatikow, H. Zeng, T. Li et Y. Wang.** *Individual nanowire handling for NEMS fabrication.* In 2012 IEEE/ASME International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics (AIM), pages 562–567, juillet 2012.
- [Blake 07] **P. Blake, E. W. Hill, A. H. Castro Neto, K. S. Novoselov, D. Jiang, R. Yang, T. J. Booth et A. K. Geim.** *Making graphene visible.* Applied Physics Letters, vol. 91, n° 6, pages 063124–3, 2007.
- [Boloignon 12] **A. Boloignon, C. Dahmen, C. Stolle, S. Haliyo, S. Régnier et S. Fatikow.** *Vision-based haptic feedback for remote micromanipulation in-SEM environment.* International Journal of Optomechatronics, vol. 6, n° 3, pages 236–252, 2012.
- [Booth 08] **T. J. Booth, P. Blake, R. R. Nair, D. J., E. W. Hill, U. Bangert, A. Bleloch, M. Gass, K. S. Novoselov, M. I. Katsnelson et A. K. Geim.** *Macroscopic Graphene Membranes and Their Extraordinary Stiffness.* Nano Letters, vol. 8, n° 8, pages 2442–2446, 2008.
- [Boukhvalov 09] **D. W. Boukhvalov et M. I. Katsnelson.** *Destruction of graphene by metal adatoms.* Applied Physics Letters, vol. 95, n° 2, page 023109, 2009.
- [Boukhvalov 11a] **D. W. Boukhvalov.** *First principles modeling of the interactions of iron impurities with graphene and graphite.* physica status solidi (b), vol. 248, n° 6, pages 1347–1351, juin 2011.
- [Boukhvalov 11b] **D. W. Boukhvalov, S. Moehlecke, R. R. da Silva et Y. Kopelevich.** *Oxygen adsorption effect on magnetic properties of graphite.* arXiv :1106.5565, juin 2011. Phys. Rev. B 83, 233408 (2011).
- [Bowling 86] **R. Bowling.** *A Theoretical Review of Particle Adhesion.* In Particules on surface 1 : Detection, Adhesion and Removal, pages 129–142. Edited by K.L. Mittal, Plenum Press, 1986.
- [Bunch 07] **J. S. Bunch, A. M. van der Zande, S. S. Verbridge, I. W. Frank, D. M. Tanenbaum, J. M. Parpia, H. G. Craighead et P. L. McEuen.** *Electromechanical Resonators from Graphene Sheets.* Science, vol. 315, n° 5811, pages 490–493, 2007.
- [Bunch 08] **J. Scott Bunch, S. S. Verbridge, J. S. Alden, A. M. van der Zande, J. M. Parpia, H. G. Craighead et P. L. McEuen.** *Impermeable Atomic Membranes from Graphene Sheets.* Nano Letters, vol. 8, n° 8, pages 2458–2462, 2008.
- [Caldwell 10] **J. D. Caldwell, T. J. Anderson, J. C. Culbertson, G. G. Jernigan, K. D. Hobart, F. J. Kub, M. J. Tadjer, J. L. Tedesco, J. K. Hite, M. A. Mastro, R. L. Myers-Ward, C. R. Eddy, P. M. Campbell et D. Kurt Gaskill.** *Technique for the Dry Transfer of Epitaxial Graphene onto Arbitrary Substrates.* ACS Nano, vol. 4, n° 2, pages 1108–1114, février 2010.
- [Castellanos-Gomez 09] **A. Castellanos-Gomez, N. Agraït et G. Rubio-Bollinger.** *Dynamics of quartz tuning fork force sensors used in scanning probe microscopy.* Nanotechnology, vol. 20, n° 21, page 215502, mai 2009.

- [Chang 11] **H. Chang, S. V. Kalinin, S. Yang, P. Yu, S. Bhattacharya, P. P. Wu, N. Balke, S. Jesse, L. Q. Chen, R. Ramesh, S. J. Pennycook et A. Y. Borisevich.** *Watching domains grow : In-situ studies of polarization switching by combined scanning probe and scanning transmission electron microscopy.* Journal of Applied Physics, vol. 110, n° 5, pages 052014–052014–6, septembre 2011.
- [Cleveland 93] **J. P. Cleveland, S. Manne, D. Bocek et P. K. Hansma.** *A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy.* Review of Scientific Instruments, vol. 64, n° 2, pages 403–405, février 1993.
- [Dikin 07] **D. A. Dikin, S. Stankovich, E. J. Zimney, R. D. Piner, G. H. B. Dommett, G. Evmenenko, S. T. Nguyen et R. S. Ruoff.** *Preparation and characterization of graphene oxide paper.* Nature, vol. 448, n° 7152, pages 457–460, 2007.
- [Eichhorn 12] **V. Eichhorn, M. Bartenwerfer et S. Fatikow.** *Nanorobotic Assembly and Focused Ion Beam Processing of Nanotube-Enhanced AFM Probes.* IEEE Transactions on Automation Science and Engineering, vol. 9, n° 4, pages 679–686, octobre 2012.
- [Eilers 09] **S. Eilers et J. P. Rabe.** *Manipulation of graphene within a scanning force microscope.* physica status solidi (b), vol. 246, n° 11-12, pages 2527–2529, 2009.
- [Faugeras 08] **C. Faugeras, A. Nerriere, M. Potemski, A. Mahmood, E. Dujardin, C. Berger et W. A. de Heer.** *Few-layer graphene on SiC, pyrolytic graphite, and graphene : A Raman scattering study.* Applied Physics Letters, vol. 92, n° 1, pages 011914–3, 2008.
- [Fearing 95] **R. S. Fearing.** *Survey of Sticking Effects for Micro Parts Handling.* In proc. of the IEEE/RSJ Intelligent Robots System, pages 212–217, 1995.
- [Ferreira 03] **A. Ferreira et J.-G. Fontaine.** *Dynamic modeling and control of a conveyance microrobotic system using active friction drive.* IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, vol. 8, n° 2, pages 188–202, juin 2003.
- [Ferreira 06] **A. Ferreira et C. Mavroidis.** *Virtual reality and haptics for nanorobotics.* IEEE Robotics Automation Magazine, vol. 13, n° 3, pages 78–92, 2006.
- [Frank 07] **I. W. Frank, D. M. Tanenbaum, A. M. van der Zande et P. L. McEuen.** *Mechanical properties of suspended graphene sheets.* Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures, vol. 25, n° 6, page 2558, 2007.
- [Gao 08] **L. Gao, W. Ren, F. Li et H-M Cheng.** *Total Color Difference for Rapid and Accurate Identification of Graphene.* ACS Nano, vol. 2, n° 8, pages 1625–1633, 2008.
- [Gastel 04] **S. Gastel, M. Nikeschina et R. Petit.** *Fundamentals of SMD assembly : A systematic approach analysing the relationship between SMD placement machine concepts and their performance.* RTFB Publishing Ltd, février 2004.
- [Gauthier 12] **M. Gauthier, M. Kharboutly et N. Chaillet.** *Open loop control of dielectrophoresis non contact manipulation.* In International Symposium on Optomechatronic Technologies., volume sur CD, 2012.

- [Geim 07] **A. K. Geim et K. S. Novoselov.** *The rise of graphene.* Nat Mater, vol. 6, n° 3, pages 183–191, mars 2007.
- [Geim 09] **A. K. Geim.** *Graphene : Status and Prospects.* Science, vol. 324, n° 5934, pages 1530–1534, 2009.
- [Giesbers 08] **A. J. M. Giesbers, U. Zeitler, S. Neubeck, F. Freitag, K. S. Novoselov et J. C. Maan.** *Nanolithography and manipulation of graphene using an atomic force microscope.* Solid State Communications, vol. 147, n° 9-10, pages 366–369, septembre 2008.
- [Giessibl 97] **F. J. Giessibl.** *Forces and frequency shifts in atomic-resolution dynamic-force microscopy.* Physical Review B, vol. 56, n° 24, pages 16010–16015, 1997.
- [Giessibl 00] **F. J. Giessibl.** *Atomic resolution on Si(111)-(7 × 7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork.* Applied Physics Letters, vol. 76, n° 11, page 1470, 2000.
- [Gómez-Navarro 08] **C. Gómez-Navarro, M. Burghard et K. Kern.** *Elastic Properties of Chemically Derived Single Graphene Sheets.* Nano Letters, vol. 8, n° 7, pages 2045–2049, 2008.
- [Hays 91] **D. A. Hays.** *Electrostatic adhesion of non-uniformly charged dielectric sphere.* Int. Phys. Conf. ser. No. 118 : section 4, pages 223–228, 1991.
- [Hecht 90] **L. Hecht.** *An Introductory Review of Particle Adhesion to Solid Surfaces.* Journal of the IES, vol. March/April, pages 33–37, 1990.
- [Hu 08] **S. Hu et A. Raman.** *Inverting amplitude and phase to reconstruct tip-sample interaction forces in tapping mode atomic force microscopy.* Nanotechnology, vol. 19, n° 37, page 375704, septembre 2008.
- [Hwang 09] **G. Hwang, J. C. Acosta, E. Vela, S. Haliyo et S. Régnier.** *Graphene as thin film infrared optoelectronic sensor.* In International Symposium on Optomechatronic Technologies, 2009. ISOT 2009, pages 169–174. IEEE, septembre 2009.
- [Israelachvili 91] **J. N. Israelachvili.** Intermolecular and surface forces. Academic Press, London ; San Diego, 1991.
- [Israelachvili 92] **J. N. Israelachvili.** Intermolecular and surface forces. Academic Press, 2<sup>nd</sup> edition, 1992.
- [Karrai 95] **K. Karrai et R. D. Grober.** *Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes.* Applied Physics Letters, vol. 66, n° 14, pages 1842–1844, avril 1995.
- [Katan 09] **A. J. Katan, M. H. van Es et T. H. Oosterkamp.** *Quantitative force versus distance measurements in amplitude modulation AFM : a novel force inversion technique.* Nanotechnology, vol. 20, n° 16, page 165703, avril 2009.
- [Khadraoui 11] **S. Khadraoui, M. Rakotondrabe et P. Lutz.** *Robust automated pick-and-place tasks using piezoelectric microgripper with force/position interval control.* août 2011.
- [Kim 06] **S-G. Kim et M. Sitti.** *Task-based and stable telenanomanipulation in a nanoscale virtual environment.* IEEE Transactions on Automation Science and Engineering, vol. 3, n° 3, pages 240–247, 2006.

- [Kim 07] **T-H. Kim, Z. Wang, J F. Wendelken, H H. Weitering, W. Li et A-P. Li.** *A cryogenic Quadrupole scanning tunneling microscope system with fabrication capability for nanotransport research.* Review of Scientific Instruments, vol. 78, n° 12, pages 123701–123701–7, décembre 2007.
- [Kong 09] **B-S. Kong, J. Geng et H-T. Jung.** *Layer-by-layer assembly of graphene and gold nanoparticles by vacuum filtration and spontaneous reduction of gold ions.* Chemical Communications, n° 16, page 2174, 2009.
- [Krupp 67] **H. Krupp.** *Particle adhesion : theory and experiments.* Journal of Advances in Colloid, vol. 1, pages 111–140, 1967.
- [Lahiri 10] **J. Lahiri et M. Batzill.** *Graphene destruction by metal-carbide formation : An approach for patterning of metal-supported graphene.* Applied Physics Letters, vol. 97, n° 2, pages 023102–023102–3, juillet 2010.
- [Lee 91] **L. H. Lee.** The chemistry and physics of solid adhesion, in fundamentals of adhesion, pp 1-86. Edited by Lieng-Huang Lee, Plenum Press, 1991.
- [Lee 08] **C. Lee, X. Wei, J. W. Kysar et J. Hone.** *Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene.* Science (New York, N.Y.), vol. 321, n° 5887, pages 385–388, juillet 2008. PMID : 18635798.
- [Li 09a] **X. Li, W. Cai, J. An, S. Kim, J. Nah, D. Yang, R. Piner, A. Velamakanni, I. Jung, E. Tutuc, S. K. Banerjee, L. Colombo et R. S. Ruoff.** *Large-Area Synthesis of High-Quality and Uniform Graphene Films on Copper Foils.* 0905.1712, mai 2009. Science Express.
- [Li 09b] **X. Li, Y. Zhu, W. Cai, M. Borysiak, B. Han, D. Chen, R. D. Piner, L. Colombo et R. S. Ruoff.** *Transfer of Large-Area Graphene Films for High-Performance Transparent Conductive Electrodes.* Nano Letters, pages 4359–4363, 2009.
- [Lu 10] **G. Lu, X. Zhou, H. Li, Z. Yin, B. Li, L. Huang, F. Boey et H. Zhang.** *Nanolithography of Single-Layer Graphene Oxide Films by Atomic Force Microscopy.* Langmuir, vol. 26, n° 9, pages 6164–6166, mai 2010.
- [Maragó 10] **O. M. Maragó, F. Bonaccorso, R. Saija, G. Privitera, P. G. Gucciardi, M. A. Iatì, G. Calogero, P. H. Jones, F. Borghese, P. Denti, V. Nicolosi et A. C. Ferrari.** *Brownian Motion of Graphene.* ACS Nano, vol. 4, n° 12, pages 7515–7523, 2010.
- [Marchand 05] **E. Marchand, F. Spindler et F. Chaumette.** *ViSP for visual servoing : a generic software platform with a wide class of robot control skills.* IEEE Robotics and Automation Magazine, vol. 12, n° 4, pages 40–52, December 2005.
- [Mattos 11] **L. Mattos et D. Caldwell.** *A Micro-Biomanipulation Training System based on Mixed-Reality.* International Journal On Advances in Life Sciences, vol. 2, n° 3 and 4, pages 73–81, avril 2011.
- [Mehrtash 12] **M. Mehrtash, M B. Khamesee, S. Tarao, N. Tsuda et J-Y Chang.** *Human-assisted virtual reality for a magnetic-haptic micromanipulation platform.* Microsystem Technologies, vol. 18, n° 9-10, pages 1407–1415, septembre 2012.

- [Millet 13] **G. Millet, A. Lécuyer, J-M Burkhardt, S. Haliyo et S. Régnier.** *Haptics and graphic analogies for the understanding of atomic force microscopy.* International Journal of Human-Computer Studies, n° 0, 2013.
- [Nakajima 11] **M. Nakajima, T. Hirano, M. Kojima, N. Hisamoto, M. Homma et T. Fukuda.** *Direct nano-injection method by nanoprobe insertion based on E-SEM nanorobotic manipulation under hybrid microscope.* In 2011 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA), pages 4139–4144, mai 2011.
- [Nakajima 12] **M. Nakajima, T. Kawamoto, T. Hirano, M. Kojima et T. Fukuda.** *Nanotool exchanger system based on E-SEM nanorobotic manipulation system.* In 2012 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA), pages 2773–2778, mai 2012.
- [Nobelprize.org 11] **Nobelprize.org.** *The Nobel Prize in Physics 2010.* [http://nobelprize.org/nobel\\_prizes/physics/laureates/2010/](http://nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/2010/), 25 May 2011.
- [Novoselov 04] **K. S. Novoselov, A. K. Geim, S. V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S. V. Dubonos, I. V. Grigorieva et A. A. Firsov.** *Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films.* Science, vol. 306, n° 5696, pages 666–669, octobre 2004.
- [Novoselov 05] **K. S. Novoselov, D. Jiang, F. Schedin, T. J. Booth, V. V. Khotkevich, S. V. Morozov et A. K. Geim.** *Two-dimensional atomic crystals.* Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, vol. 102, n° 30, pages 10451–10453, juillet 2005.
- [Ouarti 12] **N. Ouarti, B. Sauvet et S. Régnier.** *High Quality Real-Time Video with Scanning Electron Microscope Using Total Variation Algorithm on a Graphics Processing Unit.* International Journal of Optomechatronics, vol. 6, n° 2, pages 163–178, 2012.
- [Pacoret 10] **C. Pacoret, A. Bergander et S. Régnier.** *Haptic feedback of piconewton interactions with optical tweezers.* In Springer, éditeur, Eurohaptics 2010, pages 333–338. Lecture Notes in Computer Science, 2010.
- [Polesel-Maris 11] **J. Polesel-Maris.** *Electronic control and amplification device for a piezoelectric local probe for measuring force beneath a particle beam, patents WO2011092225, FR2955938.*, 2011.
- [Probst 07] **M. Probst, C. Hürzeler, R. Borer et B. J. Nelson.** *Virtual Reality For Microassembly.* In Proceedings of SPIE, the International Society for Optical Engineering, pages 67180D.1–67180D.10. Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, 2007.
- [Qin 12] **S. Qin, T-H. Kim, Z. Wang et A-P. Li.** *Nanomanipulation and nanofabrication with multi-probe scanning tunneling microscope : From individual atoms to nanowires.* Review of Scientific Instruments, vol. 83, n° 6, pages 063704–063704–4, juin 2012.
- [Rakotondrabe 12] **M. Rakotondrabe.** *Classical Prandtl-Ishlinskii modeling and inverse multiplicative structure to compensate hysteresis in piezoactuators.* In American Control Conference (ACC), 2012, pages 1646–1651, juin 2012.
- [Rampal 10] **A. Rampal.** *Experimental and theoretical study of quartz and InP piezoelectric MEMS resonators.* Open Access Dissertations and Theses, janvier 2010.

- [Rasuli 10] **R. Rasuli, A. Irajizad et M. M. Ahadian.** *Mechanical properties of graphene cantilever from atomic force microscopy and density functional theory.* Nanotechnology, vol. 21, n° 18, page 185503, 2010.
- [Regan 10] **W. Regan, N. Alem, B. Alemaín, B. Geng, C. Girit, L. Maserati, F. Wang, M. Crommie et A. Zettl.** *A direct transfer of layer-area graphene.* Applied Physics Letters, vol. 96, n° 11, page 113102, 2010.
- [Régnier 08] **S. Régnier et N. Chaillet.** *Microrobotics for micromanipulation.* Lavoisier, 2008.
- [Ru 10] **C. Ru, Y. Zhang, Y. Sun, Y. Zhong, X. Sun, D. Hoyle et I. Cotton.** *Automated four-point probe measurement of nanowires inside a scanning electron microscope.* In 2010 IEEE Conference on Automation Science and Engineering (CASE), pages 533–538, août 2010.
- [Sader 04] **J. E. Sader et S. P. Jarvis.** *Accurate formulas for interaction force and energy in frequency modulation force spectroscopy.* Applied Physics Letters, vol. 84, n° 10, pages 1801–1803, mars 2004.
- [Sauvet 12] **B. Sauvet, N. Ouarti et S. Régnier.** *Virtual Reality Backend for Operator Controlled Nanomanipulation.* Xi'an, China, 2012.
- [Schniepp 06] **H. C. Schniepp, J-L Li, Michael J. McAllister, H. Sai, M. Herrera-Alonso, D. H. Adamson, R. K. Prud'homme, R. Car, D. A. Saville et I. A. Aksay.** *Functionalized Single Graphene Sheets Derived from Splitting Graphite Oxide.* The Journal of Physical Chemistry B, vol. 110, n° 17, pages 8535–8539, mai 2006.
- [Schniepp 08] **H. C. Schniepp, K. N. Kudin, J-L Li, R. K. Prud'homme, R. Car, D. A. Saville et I. A. Aksay.** *Bending Properties of Single Functionalized Graphene Sheets Probed by Atomic Force Microscopy.* ACS Nano, vol. 2, n° 12, pages 2577–2584, décembre 2008.
- [Seo 02] **Y. Seo, W. Jhe et C. S. Hwang.** *Electrostatic force microscopy using a quartz tuning fork.* Applied Physics Letters, vol. 80, n° 23, pages 4324–4326, juin 2002.
- [Shen 11] **Y. Shen, M. Nakajima, Z. Najdovski, Z. Yang, M. Kojima, S. Kojima, M. Homma et T. Fukuda.** *Method to study the single cell's time-variation adhesion strength during the manipulation inside ESEM.* In 2011 International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science (MHS), pages 210–215, novembre 2011.
- [Shukla 09] **A. Shukla, R. Kumar, J. Mazher et A. Balan.** *Graphene made easy : High quality, large-area samples.* Solid State Communications, vol. 149, n° 17-18, pages 718–721, mai 2009.
- [Sidorov 07] **A. N. Sidorov, M. M. Yazdanpanah, R. Jalilian, P. J. Ouseph, R. W. Cohn et G. U. Sumanasekera.** *Electrostatic deposition of graphene.* Nanotechnology, vol. 18, n° 13, page 135301, 2007.
- [Soldano 10] **C. Soldano, A. Mahmood et E. Dujardin.** *Production, properties and potential of graphene.* Carbon, 2010.
- [Stankovich 06] **S. Stankovich, R. D. Piner, S. B. T. Nguyen et R. S. Ruoff.** *Synthesis and exfoliation of isocyanate-treated graphene oxide nanoplatelets.* Carbon, vol. 44, n° 15, pages 3342–3347, décembre 2006.

- [Stolle 12] **C. Stolle, M. Bartenwerfer, C. Celle, J-P. Simonato et S. Fatikow.** *Nanorobotic Strategies for Handling and Characterization of Metal-Assisted Etched Silicon Nanowires.* IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, vol. PP, n° 99, pages 1 –8, 2012.
- [Takahashi 11] **M. Takahashi, H. Ko, T. Ushiki et F. Iwata.** *Interactive nano manipulator based on an atomic force microscope for scanning electron microscopy.* In 2011 International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science (MHS), pages 495 –500, novembre 2011.
- [Tamadazte 10] **B. Tamadazte, E. Marchand, S. Dembélé et N. Le Fort-Piat.** *CAD model based tracking and 3D visual-based control for MEMS microassembly.* The Int. Journal of Robotics Research, IJRR, vol. 29, n° 11, pages 1416–1434, September 2010.
- [Unarunotai 10] **S. Unarunotai, J. C. Koepke, C-L. Tsai, F. Du, C. E. Chialvo, Y. Murata, R. Haasch, I. Petrov, N. Mason, M. Shim, J. Lyding et J. A. Rogers.** *Layer-by-Layer Transfer of Multiple, Large Area Sheets of Graphene Grown in Multilayer Stacks on a Single SiC Wafer.* ACS Nano, vol. 4, n° 10, pages 5591–5598, octobre 2010.
- [van den Tempel 72] **M. van den Tempel.** *cited by [Adamson97].* Adv. Colloid Interface Sci., vol. 3, n° 137, 1972.
- [Wassei 10] **J. K. Wassei et R. B. Kaner.** *Graphene, a promising transparent conductor.* Materials Today, vol. 13, n° 3, pages 52–59, mars 2010.
- [Westkämper 96] **E. Westkämper, R. D. Schraft, C. Bark, G. Vögele et T. Weisener.** *Adhesive Gripper - a new approach to handling MEMS.* 1996.
- [Xie 10] **H. Xie et S. Régnier.** *High-Efficiency Automated Nanomanipulation with Parallel Imaging/Manipulation Force Microscopy.* IEEE Transaction on Nanotechnology, 2010.
- [Xie 11] **H. Xie, P. Lambert et S. Régnier.** *Analysis of nanoscale mechanical grasping under ambient.* Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 21, page 045009 (12pp), 2011.
- [Xie 12] **H. Xie et S. Régnier.** *High-Efficiency Automated Nanomanipulation with Parallel Imaging/Manipulation Force Microscopy.* IEEE Transaction on Nanotechnology, vol. 11, n° 1, pages 21 – 33, 2012.
- [Yamaguchi 10] **H. Yamaguchi, G. Eda, C. Mattevi, HK. Kim et M Chhowalla.** *Highly Uniform 300 mm Wafer-Scale Deposition of Single and Multilayered Chemically Derived Graphene Thin Films.* ACS Nano, vol. 4, n° 1, pages 524–528, janvier 2010.
- [Yang 12] **Z. Yang, M. Nakajima, Y. Shen et T. Fukuda.** *Assembly and evaluation of MWCNTs probe thermal sensor by nanorobotic manipulation.* In 2012 12th IEEE Conference on Nanotechnology (IEEE-NANO), pages 1 –4, août 2012.
- [Yazyev 10] **O. V. Yazyev et A. Pasquarello.** *Metal adatoms on graphene and hexagonal boron nitride : Towards rational design of self-assembly templates.* Physical Review B, vol. 82, n° 4, page 045407, juillet 2010.

- [Zhang 05] **Y. Zhang, J. P. Small, W. V. Pontius et P. Kim.** *Fabrication and electric-field-dependent transport measurements of mesoscopic graphite devices.* 10.1063/1.1862334, 2005.
- [Zhang 13] **Y. L. Zhang, Y. Zhang, C. Ru, B. K. Chen et Y. Sun.** *A Load-Lock-Compatible Nanomanipulation System for Scanning Electron Microscope.* IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, vol. 18, n° 1, pages 230 –237, à paraître 2013.
- [Zhao 11] **C. Zhao, J. He, L. Huang, B. Zhou et X. Zhong.** *A Novel Double-ended Tuning Fork Quartz Accelerometer.* In Measuring Technology and Mechatronics Automation (ICMTMA), 2011 Third International Conference on, volume 1, pages 187 –190, janvier 2011.