



**HAL**  
open science

# Manipulation dans le micro/nanomonde : dispositif haptique préhensile

Antoine Nigues

► **To cite this version:**

Antoine Nigues. Manipulation dans le micro/nanomonde : dispositif haptique préhensile. Autre [cond-mat.other]. Université de Grenoble, 2012. Français. NNT : 2012GRENY041 . tel-00780206

**HAL Id: tel-00780206**

**<https://theses.hal.science/tel-00780206>**

Submitted on 23 Jan 2013

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

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

## THÈSE

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'Université De Grenoble**

Spécialité : **Nanophysique**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

présentée par

**Antoine NIGUES**

Thèse dirigée par **Fabio COMIN** et  
co-encadrée par **Florence MARCHI**

préparée au sein de l'**European Synchrotron Radiation Facility**  
et de l'**Institut Néel (UPR 2940 CNRS)**  
dans le cadre de l'**Ecole Doctorale de Physique de Grenoble**

## **Manipulation dans le micro/nanomonde : Dispositif haptique préhensile**

Soutenue publiquement le **6 septembre 2012**,  
devant le jury composé de :

**Pr., Skandar BASROUR**  
Professeur, Laboratoire TIMA/Université Joseph Fourier Grenoble  
Président

**Pr., Philippe PONCHARAL**  
Professeur, Laboratoire LPMCN/Université Claude Bernard Lyon  
Rapporteur

**Pr., Didier TONNEAU**  
Professeur, Laboratoire CINaM/Université Aix-Marseille  
Rapporteur

**Pr., Philippe LUTZ**  
Professeur, Laboratoire AS2M/FEMTO-ST/Université de Franche-Comté  
Examineur

**Pr., Antoine FERREIRA**  
Professeur, ENSI Bourges  
Examineur

**Pr., Fabio COMIN**  
Senior Scientist, ESRF Grenoble  
Directeur de thèse

**Dr., Florence MARCHI**  
Maître de conférences, Institut Néel/Université Joseph Fourier Grenoble  
Codirectrice de thèse





## Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier Messieurs Alain Fontaine, Alain Schuhl, Bill Stirling et Francesco Sette de m'avoir accueilli à l'Institut Néel pour les premiers et à l'ESRF pour les suivants.

J'exprime ma gratitude aux membres du jury pour m'avoir fait l'honneur d'accepter l'évaluation de mon travail, notamment Skandar Basrouf d'avoir accepté de présider ce jury, Messieurs Philippe Poncharal et Didier tonneau pour leur lecture attentive de ce manuscrit ainsi que Messieurs Philippe Lutz et Antoine Ferreira.

Merci à mon directeur de thèse Fabio Comin et ma codirectrice Florence Marchi pour leur disponibilité et le cadre exceptionnel de travail qu'ils m'ont apporté par leur bonne humeur, leur rigueur scientifique, leur qualité pédagogique et la liberté qu'ils m'ont laissée pour m'approprier complètement ce travail. Je remercie également Joël Chevrier pour ses conseils et ses idées pertinentes.

Je remercie le groupe Champ Proche de l'Institut Néel pour leur accueil et leur sympathie, les balades en montagne éprouvantes pour l'organisme, les agréables foras de microscopie passés avec eux et le 1er prix poster reçu grâce à leur vote massif.

De nombreux thésards, post-doctorants, stagiaires et ingénieurs ont accompagnés ces années passées au Surface Science Laboratory. Ma nature sociable et extravertie font qu'ils sont tous devenus des amis. Je remercie particulièrement Nicolas "Iverson" Venant avec qui j'ai passé de nombreux mois à travailler sur ce projet. Si grâce à moi Nicolas sait maintenant s'habiller correctement, il a su dompter le système haptique comme personne pour le rendre accessible à tous. Je suis maintenant contraint de remercier Alessandro Siria qui m'a très bien accueilli au début de ma thèse et fait découvrir tous les rouages de l'ESRF, je le remercie pour sa disponibilité sans faille et le regard toujours attentif qu'il a posé sur mon projet ainsi que pour la confiance qu'il m'accorde. Merci à Mario Silveira Rodrigues de m'avoir appris à lasser mes chaussures, à faire du vélo sans petites roulettes et la table de multiplication par 7. Au delà de sa capacité à auto-alimenter une conversation pendant de longues heures, je le remercie d'avoir accordé quelques crédits à certaines de mes idées, j'ai hate de manger de vraies sardinhas. Je remercie l'équipe nationale de football italienne de n'avoir rien gagné pendant mes années passées en compagnie de Luca Costa qui malgré sa fatigue chronique a toujours été disponible et souriant. Merci à Michal "T1000" Hrouzek d'avoir partagé sa grande expérience, son goût du risque et sa vision économique du monde. Je remercie David Rénahy pour les jolies pointes qu'il a confectionnées avec passion. Finalement merci à tous ceux qui sont passés par le laboratoire, Alain, Jean-François, Julien, Anthony, Vitor, Raul, Heidi, Svetlana, Olivier, Wilfrid, Jérémy...

Pendant toutes ces années de travail, j'ai remercié Aude Barbara et Tomas Lopez-Rios qui ont été les premiers à me penser capable de réaliser une thèse.

Un merci également à tous les amis de Grenoble : Cécile, son chat Pastèque et Benjamin pour toutes ces heures passées à jouer au Tarot en buvant de la badoit ainsi que pour leur accueil lorsque nous n'avions plus de toit et que je devais soutenir une thèse. Je remercie également Aurélie qui est la première gentille personne à qui

j'ai parlé en arrivant à Grenoble il y a 6 ans et avec qui j'ai découvert la ville. Il y aurait tellement de copains à remercier que j'espère en oublier aucun, Merci Bernard.

Je me remercie de connaître Aurélien depuis bientôt trente ans. Quel blagueur ce mec. Merci Aurélien et merci Amélie.

Merci à toute ma famille et particulièrement mes parents Jean-Marc et Laurence qui m'ont toujours bien nourri et organisé de très beaux Gymkhana. Ces deux-là c'est des crèmes. Merci à ma petite soeur Chloé qui a très tôt goûter ma passion pour la physique et notamment ce qui concerne les catapultes. Je voudrais lui dire qu'un titre de docteur c'est au moins 15000 points. Enfin merci Mathilde de m'accompagner dans toutes ces aventures.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>Introduction</b>	<b>1</b>
1.1	But poursuivi . . . . .	1
1.2	Directions choisies . . . . .	2
1.3	Réalisations . . . . .	4
<b>2</b>	<b>A la recherche du nanoprêhenseur idéal : Microscopie à sonde locale</b>	<b>7</b>
2.1	Etat de l'art en micro/nano prêhension . . . . .	8
2.2	Nos Premiers pas en micromanipulation . . . . .	13
2.3	Gamme d'objets manipulables par ces prêhenseurs . . . . .	15
2.3.1	Modélisation de la force de capillarité . . . . .	15
2.3.2	Modélisation de la prêhension . . . . .	17
2.4	Microscopie à Sonde Locale . . . . .	19
2.5	Microscopie à Force Atomique . . . . .	22
2.5.1	Les forces d'interaction . . . . .	22
2.5.2	Le capteur de force : le levier . . . . .	24
2.6	Modes de fonctionnement . . . . .	25
2.6.1	Mode contact . . . . .	25
2.6.2	Mode dynamique . . . . .	27
2.7	Le diapason à quartz . . . . .	31
2.8	Le résonateur à longueur étendue (LER) . . . . .	38
2.9	Comparaison entre le diapason à quartz, un levier AFM et le LER . . . . .	38
2.9.1	Oscillateurs à quartz/levier AFM . . . . .	38
2.9.2	Diapason à quartz/LER . . . . .	41
2.10	Conclusions . . . . .	43
<b>3</b>	<b>Montage de la station de micro/nanomanipulation</b>	<b>45</b>
3.1	Montage et configuration des prêhenseurs . . . . .	48
3.1.1	Les sondes AFM basées sur les diapasons . . . . .	48
3.1.2	Les LER . . . . .	56
3.2	Les micro et nanopositionneurs . . . . .	61
3.2.1	Moteurs inertiels : Micropositionnement et pré-alignement . . . . .	61
3.2.2	Piezoscanners : imagerie et déplacements fins . . . . .	63
3.3	L'électronique de contrôle . . . . .	64
3.4	Configurations d'imagerie et modes opératoires . . . . .	67
3.5	Le système Haptique : TGR ERGOS . . . . .	69
3.5.1	Nanomanipulation assistée haptiquement . . . . .	69
3.5.2	Interface Système haptique ↔ Station de nanomanipulation . . . . .	71
3.6	Conclusions . . . . .	72

<b>4 Résultats</b>	<b>75</b>
4.1 Micromanipulation en 3D sur un substrat . . . . .	75
4.1.1 Avec le diapason à quartz . . . . .	76
4.1.2 Avec le LER . . . . .	83
4.2 Manipulation dans l'eau : "Micro-Pêche" . . . . .	94
4.3 Couplage haptique . . . . .	99
4.3.1 Téléopération basique en 3D : préhension d'une microsphère . . . . .	99
4.3.2 Téléopération 1D : ressenti et distinction de l'élasticité. . . . .	100
4.3.3 Téléopération en 2D : manipulation d'une microsphère . . . . .	100
4.4 Processus d'exploration haptique . . . . .	102
4.4.1 Configuration 1 : Téléopération haptique totale . . . . .	102
4.4.2 Configuration 2 : Réalité augmentée → Téléopération haptique assistée . . . . .	103
4.4.3 Validation expérimentale . . . . .	104
4.5 Analyse critique . . . . .	109
<b>5 Conclusions et perspectives</b>	<b>111</b>
5.1 Vers le nanopréhenseur idéal : Microscopie à sonde locale . . . . .	111
5.2 Montage de la station de micro/nanomanipulation . . . . .	112
5.3 Micro/nanomanipulation . . . . .	114
5.4 Plus qu'un préhenseur . . . . .	116
<b>A Porte-préhenseurs</b>	<b>121</b>
<b>B Collage des leviers AFM sur les LER</b>	<b>123</b>
<b>C Schéma de l'amplificateur pour l'excitation électrique des LER</b>	<b>127</b>
<b>D Performances des piézoscanners piezojena</b>	<b>129</b>
<b>E Système TGR ERGOS</b>	<b>133</b>
<b>F Protocole de préhension</b>	<b>137</b>
<b>G Diagrammes des programmes Labview</b>	<b>151</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>153</b>

# Introduction

## Sommaire

<b>1.1</b>	<b>But poursuivi</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>1.2</b>	<b>Directions choisies</b> . . . . .	<b>2</b>
<b>1.3</b>	<b>Réalisations</b> . . . . .	<b>4</b>

## 1.1 But poursuivi

Le rayonnement synchrotron est un outil remarquable pour la caractérisation des matériaux à l'échelle nanométrique [1]. Créé il y a plus de 20 ans, le synchrotron grenoblois, ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), améliore en permanence les performances de ce formidable outil. Ces améliorations se concentrent actuellement sur la focalisation du faisceau de rayons X ouvrant la voie à la caractérisation de zones toujours plus petites. A ce jour, la ligne de lumière ID13 de l'ESRF a été capable de caractériser, par diffraction cohérente, une nano-sphère d'or d'environ  $100nm$  de diamètre fixée à un substrat avec une résolution de  $5nm$  [2]. Dans l'"upgrade program" de l'ESRF, il est d'ailleurs prévu de dédier un certain nombre de lignes de lumière aux nanosciences et aux nanotechnologies sur lesquelles la taille du faisceau devrait pouvoir atteindre  $10nm$ . La taille des objets observables devra suivre ce mouvement... La microscopie à sonde locale (SPM : Scanning Probe Microscopy) en général et la Microscopie à Force Atomique (AFM) en particulier sont non moins importantes. C'est en partie grâce à la microscopie à sonde locale que les nanosciences ont connu un développement très rapide ces trois dernières décennies après l'introduction de la Microscopie à Effet Tunnel (STM : Scanning Tunneling Microscope) par Binnig et Rohrer en 1982 [3]. Les applications des microscopes à sonde locale et la recherche fondamentale associée couvrent une grande quantité de domaines. La microscopie à sonde locale est une des techniques les plus utilisées pour caractériser les objets et les surfaces, pour mesurer des grandeurs physiques, pour fabriquer des nanostructures ainsi que pour la manipulation d'objets à l'échelle nanométrique et même atomique. Cette technique existe depuis maintenant trente ans et a connu, depuis, de nombreux développements techniques et scientifiques.

### **Pourquoi s'évertuer à aller voir toujours plus loin dans la matière ?**

La réponse est évidente pour Jean-Yves Marzin, physicien et directeur du laboratoire de photonique et nanostructures du CNRS à Marcoussis, qui nous dit que c'est "incontestablement pour la quantité de propriétés nouvelles que révèle la

matière à cette échelle et que ne possèdent pas les objets plus grands”. En d’autres termes, les propriétés des matériaux (optique, mécanique, magnétique, thermique, conductivité) dépendent beaucoup de leur dimension. Il devient donc essentiel d’étudier ces propriétés en fonction de la taille des objets mais aussi de l’intensité et de la nature des forces extérieures auxquelles ils sont soumis.

Il devient donc évident que l’étude des matériaux à l’échelle nanométrique doit tendre vers le couplage de différentes techniques d’investigations. La complexité de cette tâche impose le développement d’architectures capables de mener une expérience par des approches multimodales, où une panoplie de techniques est appliquée sur un même échantillon simultanément.

Le but de ce travail de thèse est de fournir un outil de nanomanipulation compatible avec un faisceau d’analyse et plus particulièrement avec les expériences synchrotron.

Plus généralement ce travail soulève le défi de la manipulation à l’échelle nanométrique. C’est-à-dire déplacer les nano-objets mais aussi interagir avec eux mécaniquement de manière contrôlée. Finalement et sommairement l’instrument que l’on veut construire doit

1. Etre capable d’imager des surfaces avec une résolution nanométrique ;
2. Etre capable d’attraper, de déplacer des nano-objets et les maintenir dans un faisceau d’analyse (laser, faisceau de radiation synchrotron...) et éventuellement de les redéposer ;
3. Pouvoir aisément être opérationnel sur une ligne de lumière du synchrotron.

Le temps étant un élément très important à prendre en compte lors des expériences synchrotron, une composante haptique devra prendre part à cette chaîne de mesure. En introduisant la possibilité de ressentir concrètement l’échantillon et lui appliquer des forces contrôlées, ce projet a été pensé pour apporter à la recherche synchrotron un ”coup de main”. Le ressenti humain fera alors partie entière de la boucle de mesure et en sera un acteur central (figure 1.1).

## 1.2 Directions choisies

Concevoir un instrument s’adaptant à un outil aussi puissant qu’un synchrotron est un défi exaltant. Le couplage du rayonnement synchrotron avec la technologie AFM a déjà montré la complémentarité de ces deux outils. Durant la thèse de Mario S. Rodrigues (2004-2009), dans le cadre du projet européen X-TIP, un microscope à force atomique a été couplé avec succès à une ligne de lumière synchrotron permettant l’imagerie et l’indentation d’un micro-plot de Germanium pendant son analyse sous faisceau de Rayons-X pour mesurer son module d’Young [4]. Ce couplage innovant permet à la technologie synchrotron d’ouvrir le champ des investigations possibles.

Cependant il ne faut pas passer sous silence les contraintes rencontrées lorsqu’il s’agit d’adapter un nouvel outil à ceux existant déjà. Et cela a été le cas pour le

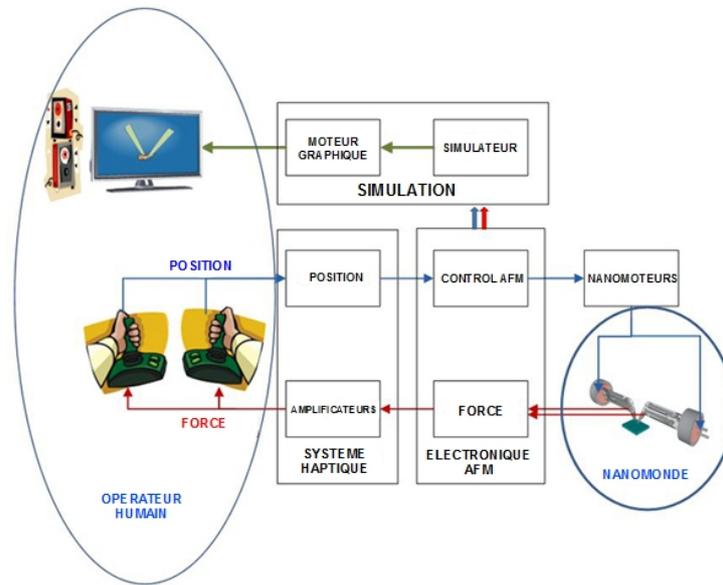


FIGURE 1.1 – Boucle de mesure faisant intervenir le ressenti humain.

nanomanipulateur. Pour adapter un outil à l'analyse sous rayonnement synchrotron, il faut prendre en compte la facilité de mise en œuvre du couplage. Le temps de faisceau disponible étant rare et cher, la mise en place du nanomanipulateur ne doit pas empiéter sur le temps d'analyse effective de l'échantillon considéré. L'espace réduit disponible sur le porte échantillon d'une ligne de lumière synchrotron impose une certaine compacité au nanomanipulateur. Aussi, le nanomanipulateur installé sur un diffractomètre doit être opérationnel dans n'importe quel orientation de l'espace. En plus, lorsque le faisceau d'analyse atteint des tailles nanométriques, le dernier élément optique se place à quelques centimètres, voir millimètres seulement de l'échantillon. Il faut donc construire notre outil en conséquence. Au delà d'un problème de compacité, tout ce qui n'a pas une structure suffisamment ouverte doit être écarté car cela masquerait les faisceaux de Rayons X en sortie de l'échantillon (diffractés ou émis par fluorescence) et le rendrait inutile sur une ligne de lumière synchrotron. En d'autres termes, le plus performant des nanomanipulateurs est-il adapté aux expériences synchrotron ?

Dans le second chapitre le choix de nos préhenseurs et leur mode de fonctionnement sont présentés et discutés. Après un examen de trois différentes méthodes de nanomanipulation : pinces optiques, préhenseurs mécaniques issus des technologies de microélectronique et un nanomanipulateur basé sur la microscopie à force atomique classique, et devant les contraintes qu'impose le couplage de la nanomanipulation avec le rayonnement synchrotron (compacité principalement) notre choix de préhenseurs s'est porté sur la microscopie à force atomique basée sur des résonateurs à quartz. Les propriétés piézoélectriques de ces oscillateurs nous permettent de détecter leur mouvement ainsi que leur interaction avec les échantillons sans sys-

tème de détection externe tel qu'un laser et un photo-détecteur, rendant le montage considérablement plus simple et plus ouvert. La microscopie à force atomique en général sera donc détaillée dans ce chapitre ainsi que le fonctionnement particulier de deux types de résonateurs à quartz (Diapason et LER : Length Extended Resonator).

Le troisième chapitre est consacré au développement instrumental de notre station de nanomanipulation. Comment mettre en place ce type de résonateurs et la pointe associée pour réaliser à la fois une image AFM de l'échantillon et la préhension de l'objet ? Comment contrôler le positionnement grossier et fin des trois éléments d'une nanomanipulation : les deux préhenseurs et l'échantillon ? Enfin le système haptique ERGOS et son couplage avec notre montage est décrit.

Pour combiner la microscopie à force atomique avec la lumière synchrotron, les oscillateurs à quartz sont clairement avantageux par la simplicité qu'ils apportent. Concernant le développement d'un nanomanipulateur, ils ont aussi l'avantage d'être plus raides qu'un levier en silicium classique nous permettant d'appliquer des forces plus grandes sur les échantillons à étudier. Quant au rendu haptique des interactions que le nanomanipulateur doit aussi fournir, le désavantage que présentent les oscillateurs à quartz est qu'ils ont un comportement dynamique, ce qui signifie qu'ils ne donnent accès qu'au gradient de l'interaction, c'est-à-dire à la raideur de l'échantillon plutôt qu'aux forces que l'échantillon applique au senseur. Haptiquement il serait peut être plus intéressant de ressentir les forces que l'échantillon applique au senseur plutôt que sa raideur. Les avantages et les désavantages des oscillateurs à quartz seront discutés tout au long de ce travail.

### 1.3 Réalisations

Au cours de ce travail deux types d'expériences ont été menées ; elles sont décrites et analysées dans le chapitre "résultats".

Le premier type d'expérience ne fait intervenir que notre montage piloté classiquement par ordinateur et montre ses capacités à réaliser la préhension et le transport d'objets micrométriques que ce soit avec les diapasons à quartz ou avec les LER. Ces expériences ont été menées à l'air et en milieu liquide, prouvant la versatilité de notre montage. Dans le but de passer très rapidement à la manipulation à l'échelle nanométrique, des réflexions sur le positionnement relatif des pointes l'une par rapport à l'autre sont également décrites.

Le second type d'expérience présenté fait intervenir le couplage entre notre montage et le système haptique. Ces expériences ont pour but de tester les capacités de ce couplage. D'abord à contrôler les déplacements des préhenseurs lors d'une manipulation basique dans les trois dimensions de l'espace. Ensuite à transmettre à l'échelle macroscopique des effets mesurés à l'échelle nanoscopique en sondant un échantillon élastique. Enfin à faire gagner un temps précieux en permettant, par exploration haptique du substrat, de retrouver un objet et d'en reconnaître la forme beaucoup plus rapidement que ne prendrait une image AFM complète contrôlée par

ordinateur.

Le dernier chapitre conclut sur le travail réalisé et propose quelques développements futurs du montage et de son couplage avec le système haptique ainsi que certaines applications concrètes de cet instrument.



# A la recherche du nanopréhenseur idéal : Microscopie à sonde locale

---

## Sommaire

---

<b>2.1</b>	<b>Etat de l'art en micro/nano préhension . . . . .</b>	<b>8</b>
<b>2.2</b>	<b>Nos Premiers pas en micromanipulation . . . . .</b>	<b>13</b>
<b>2.3</b>	<b>Gamme d'objets manipulables par ces préhenseurs . . . . .</b>	<b>15</b>
2.3.1	Modélisation de la force de capillarité . . . . .	15
2.3.2	Modélisation de la préhension . . . . .	17
<b>2.4</b>	<b>Microscopie à Sonde Locale . . . . .</b>	<b>19</b>
<b>2.5</b>	<b>Microscopie à Force Atomique . . . . .</b>	<b>22</b>
2.5.1	Les forces d'interaction . . . . .	22
2.5.2	Le capteur de force : le levier . . . . .	24
<b>2.6</b>	<b>Modes de fonctionnement . . . . .</b>	<b>25</b>
2.6.1	Mode contact . . . . .	25
2.6.2	Mode dynamique . . . . .	27
<b>2.7</b>	<b>Le diapason à quartz . . . . .</b>	<b>31</b>
<b>2.8</b>	<b>Le résonateur à longueur étendue (LER) . . . . .</b>	<b>38</b>
<b>2.9</b>	<b>Comparaison entre le diapason à quartz, un levier AFM et le LER . . . . .</b>	<b>38</b>
2.9.1	Oscillateurs à quartz/levier AFM . . . . .	38
2.9.2	Diapason à quartz/LER . . . . .	41
<b>2.10</b>	<b>Conclusions . . . . .</b>	<b>43</b>

---

La préhension, l'action de saisir un objet, pour l'être humain est une manoeuvre naturelle et simple. Grâce à la main, outil extrêmement développé et complexe, se saisir d'un objet et le transporter est confondant de facilité. La préhension est d'ailleurs un des premiers réflexes acquis chez le nouveau né (réflexe d'agrippement figure 2.1). C'est aussi ce formidable outil qui a permis à l'être humain d'évoluer et de prendre une place prépondérante sur Terre. C'est grâce à cet outil que l'homme a pu créer mille autres outils plus perfectionnés les uns que les autres. Notamment des préhenseurs mécaniques, largement inspirés de la main, capable de saisir plusieurs centaines de kilos.



FIGURE 2.1 – Réflexe d’agrippement chez le nouveau-né (Amelia Lima Silveira ©)

La préhension nous paraît donc banale dans la vie de tous les jours, à l’échelle macroscopique. Pourtant de nombreux problèmes pointent déjà. Peu de personnes sont aussi habiles des deux mains. Ce qui paraît simple pour la main prédominante, beaucoup plus exercée, peut devenir problématique pour la seconde main. D’autre part, certaines matières granuleuses comme le sable sont une vraie source de frustration lorsque l’on veut en saisir une poignée. Enfin, un problème que nous rencontrerons dans la suite et très présent à l’échelle microscopique vient des effets de surface comme pour les objets collants quasi-bidimensionnelles (sparadrap voir figure 2.2, post-it...) qui peuvent devenir très compliqués à relâcher une fois saisis.



FIGURE 2.2 – L’affaire Tournesol. © Editions Casterman, 1957

C’est ce que la nature a développé pendant plusieurs millénaires pour nous procurer la dextérité préhensile de nos mains, que la recherche souhaite depuis plusieurs décennies reproduire à l’échelle micro/nanométrique.

## 2.1 Etat de l’art en micro/nano préhension

### Pinces optiques

La caractérisation d’objets individuels est développée depuis longtemps en biologie. Des solutions efficaces existent comme les pinces et pièges optiques [5].

Le principe du piégeage optique est illustré figure 2.3. On focalise un faisceau laser à fort gradient d’intensité lumineuse sur l’objet à positionner qui doit être suffisamment petit et tel que l’indice de réfraction de l’objet,  $n_{objet}$ , soit supérieur à l’indice de réfraction du milieu  $n_{milieu}$ . Les photons transportent de la quantité de mouvement  $P$ . Ils exercent une force radiative  $F_{rad}$ , transmise par le transfert

de quantité de mouvement des rayons réfléchis, qui pousse l'objet dans la direction du rayonnement.

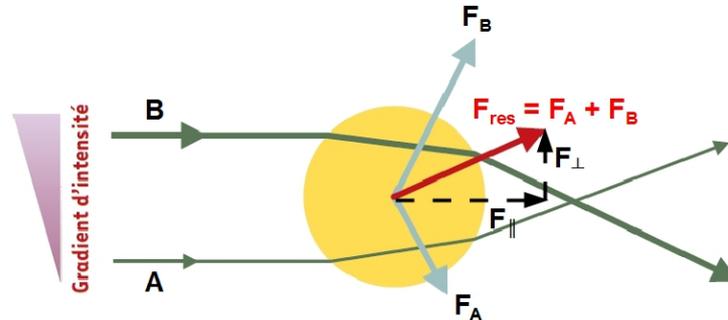


FIGURE 2.3 – Principe optique de la manipulation d'un objet microscopique.

Deux types de piégeage apparaissent alors :

- Le piégeage transverse : lorsque le faisceau est réfracté sur l'objet, la quantité de mouvement  $P$  change de direction. De la quantité de mouvement et donc de la force est transférée à l'objet. Si l'objet est excentré par rapport à l'axe du laser, il reçoit une composante  $F_{\perp}$  de la force résultante  $F_{res}$  qui le ramène vers cet axe.
- Le piégeage longitudinal : si l'objet dépasse la focalisation, la composante  $F_{\parallel}$  change de direction et le ramène vers le centre du piège, vers la gauche sur la figure 2.3.

On a ainsi un piège en trois dimensions. Le déplacement du faisceau laser modifie l'équilibre des forces exercées sur l'objet, il est alors instantanément déplacé avec le faisceau. Ce type de pince permet donc de maintenir et de déplacer des objets microscopiques sans contact matériel. Les applications de ces pinces en biologie sont multiples :

- Mesure des propriétés visco-élastiques de cellules. En piégeant deux sphères diamétralement opposées à une cellule, il est possible de l'étirer et d'analyser son extension sous l'effet de forces variables [6].
- Etude de moteurs moléculaires [7].

Les pinces et pièges optiques sont des outils extraordinaires pour la recherche biologique car ils permettent, entre autre, de manipuler dans leur environnement naturel des cellules vivantes. Par contre, en nanophysique, le besoin de manipulation en 3D d'objets inorganiques est plus récent.

### Préhenseurs mécaniques

Les premiers préhenseurs mécaniques à l'échelle submicronique sont seulement apparus ces dernières années [8] [9]. Ces préhenseurs sont de véritables micro-pinces en silicium conçues grâce aux techniques de microfabrication issues des technologies de la microélectronique. Elles ont été utilisées, par exemple, pour manipuler

des nanofils semi-conducteurs suspendus à un substrat. Ces manipulations de déformation, cassure, saisie et transport d'un nano-objet ont été menées le plus souvent à l'intérieur d'un microscope électronique (figure 2.4).

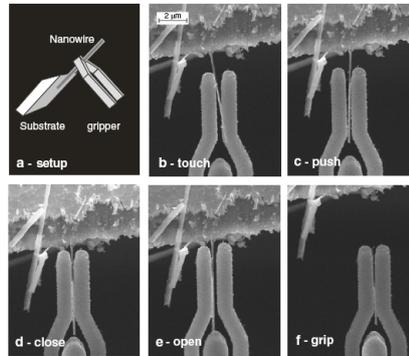


FIGURE 2.4 – Manipulation d'un fil de silicium par une micro-pince mécanique actionnée électrostatiquement à l'intérieur d'un microscope électronique à balayage [8]

### Préhenseurs basés sur la microscopie à sonde locale

Enfin, les techniques de nanomanipulation basées sur la microscopie à sonde locale sont aujourd'hui nombreuses et variées. Impossible donc de tout référencer ; mais nous pouvons présenter quelques expériences types de manipulations par AFM :

1. La technique la plus simple consiste à pousser un élément nanométrique sur une surface grâce à une pointe AFM unique en mode contact (push and pull figure 2.5 (a) [10]. Cette technique est largement développée et, par exemple, beaucoup employée que ce soit pour déformer et sectionner un nanotube de carbone, [11], faire rouler le nanotube sur la surface [12] ou encore le manipuler sur une surface nano-structurée faisant apparaître des forces d'adhésion très importantes [13]. Néanmoins ce type de manipulation est restreint à la manipulation en deux dimensions : l'objet n'est pas extrait de la surface.
2. Pour permettre la manipulation en trois dimensions à l'aide d'une seule pointe AFM l'idée est d'utiliser des forces électrostatiques pour "coller" la particule à la pointe (electric field trapping 2.5 (b)) et ainsi pouvoir la soulever afin de former des assemblages en trois dimensions. Cette technique ne permet cependant pas de contrôler et de choisir précisément les interactions pointe-objet.

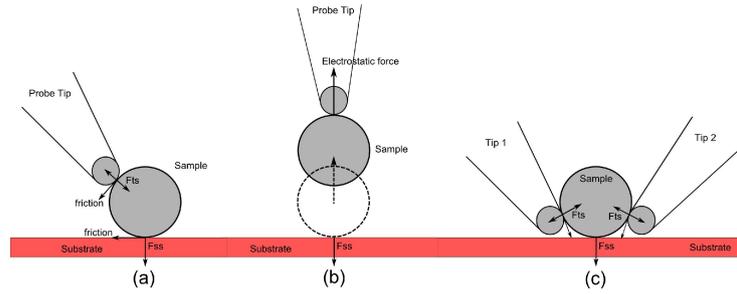


FIGURE 2.5 – Exemples de nanomanipulation : (a) push and pull manipulation ; (b) electric field trapping ; (c) pick and place nanomanipulation.

Les deux techniques précédentes ne font intervenir qu'une seule pointe. L'utilisation simultanée de deux pointes AFM crée une véritable pince "deux doigts" pour saisir les objets (figure 2.5 (c)) et contrôler la force appliquée sur ces objets.

Un nanomanipulateur faisant appel à deux sondes AFM classiques a été développé à l'Université Pierre et Marie Curie de Paris et a permis de réaliser, parmi d'autres applications, un assemblage de deux nanotubes de carbones en soulevant le premier pour le poser sur le second (figure 2.6 [14]) ou bien encore de réaliser de manière automatisée des microstructures [15].

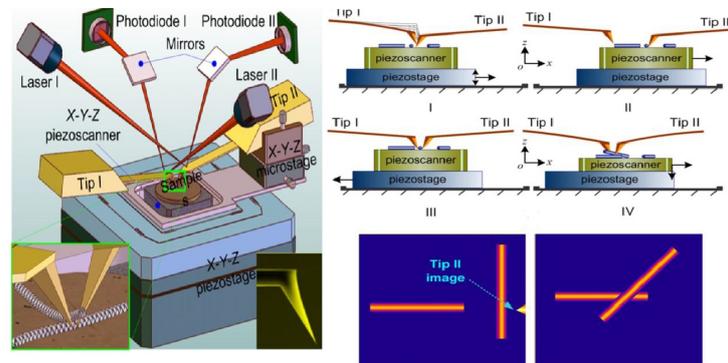


FIGURE 2.6 – (a) Nanomanipulateur composé de deux sondes AFM dont la pointe est protubérante. (b) Protocole de manipulation "pick and place" : La pointe I image la nanoscène et localise à la fois les nanotubes et la pointe II. Ensuite les deux pointes saisissent un nanotube et le déposent par-dessus un autre nanotube. (issue de [14]).

Le tableau 2.1 présente ces trois types de prêhenseurs et résume leurs avantages et leurs inconvénients.

Prêhenseur	Avantages	Limitations
Pince optique	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Positionnement très précis de l’objet à l’endroit choisi (de l’ordre du nanomètre)</li> <li>– Résolution en force très précise</li> <li>– Technique robuste et fiable</li> <li>– Large gamme de tailles d’objets manipulables (de 10nm à plusieurs dizaines de microns)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Fonctionne principalement en milieu liquide</li> <li>– Plage de l’intensité des forces réduites (1 à 100 pN) non suffisantes pour contrebalancer les forces adhésives à l’air</li> <li>– Type de force restreint (pression optique)</li> <li>– Dégradation photo-thermique possible de l’objet</li> </ul>
Pince mécanique actuelle	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Fabrication reproductible car issue des techniques de micro-fabrication de la microélectronique</li> <li>– Design ajustable</li> <li>– Fonctionnement possible dans tout type d’environnement (liquide, gaz, vide)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Actionnement électrostatique ou thermique pouvant altérer l’objet manipulé</li> <li>– Contrôle limité et peu précis de l’intensité et de la nature de la force de prêhension</li> <li>– Travail en régime contact ”dur” inadapté aux échantillons souples ou fragiles</li> </ul>
Pince basée sur les sondes AFM classiques	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Fabrication reproductible</li> <li>– Contrôle en force précis (de 10pN à plusieurs dizaines de nN)</li> <li>– Positionnement précis de l’objet (nanométrique à atomique)</li> <li>– Fonctionnement possible dans tout type de milieu (liquide, gaz, vide)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Redéposition de l’objet problématique</li> <li>– Détérioration possible de la sonde ou de l’objet</li> </ul>

Tableau 2.1 – Comparaison de différents prêhenseurs

En prenant en compte ces différentes techniques de nanomanipulation, notre choix de préhenseurs a été guidé par deux raisons principales. D'abord nous souhaitons disposer d'un système versatile capable de fonctionner dans tout type de milieu (air, gaz, liquide...) ce qui exclut les pinces optiques qui ne sont pas encore assez performantes pour une utilisation dans l'air. Ensuite le couplage futur de notre nanomanipulateur avec le rayonnement synchrotron nous impose une extrême compacité. La nécessité pour les préhenseurs mécaniques d'une vision permanente via un MEB les rend très peu compactes et les exclut de nos possibilités.

C'est donc vers des préhenseurs basés sur la microscopie à sonde locale que nous nous sommes portés. Ces sondes sont composées d'une pointe fine en tungstène, couramment utilisée en microscopie à effet tunnel. Ces pointes, montées sur un diapason à quartz, ont déjà été expérimentées pour la nano-indentation grâce à l'X-AFM. En plus de la localisation du faisceau de Rayons-X par ces pointes, des expériences ont été réalisées lors de la thèse de Mario S. Rodrigues (2004-2009) pour déterminer la variation du paramètre de maille lors de l'indentation d'un plot de SiGe par la pointe AFM et donc d'accéder à la mesure du module d'Young d'un nano-objet précis [4]. Même si on peut considérer la nano-indentation comme de la nanomanipulation, ces sondes sont-elles capables de réaliser de véritables manipulations dans les trois directions de l'espace à l'échelle micrométrique ?

## 2.2 Nos Premiers pas en micromanipulation

Pour valider les capacités des pointes en tungstène à réaliser une micromanipulation, l'expérience suivante a été réalisée (figure 2.7) : saisir puis soulever une sphère en latex de  $10\mu\text{m}$  de diamètre reposant sur un substrat de silicium puis la transporter pour la déposer à l'extrémité d'un levier AFM sans pointe, la centrer, et enfin retirer les pointes. Lors de cette expérience les pointes n'étaient pas actives : les diapasons n'étaient pas excités donc aucun retour de l'interaction n'était disponible. C'est donc seulement via le retour visuel que deux expérimentateurs, un pour chaque pointe, ont piloté les sondes pour réaliser cette manipulation.

A la suite de cette manipulation, l'état de la sphère a été observé au microscope électronique à balayage (figure 2.8). Sur ces images on constate que la microsphère présente une déformation à l'endroit où la préhension a eu lieu.

Le premier enseignement de cette expérience est que les préhenseurs composés des pointes en tungstène ont la capacité de réaliser une micromanipulation dans les trois dimensions de l'espace. Néanmoins le pilotage des deux sondes indépendantes de manière coordonnée par deux opérateurs s'avère fastidieux. Enfin sans mesure de la force appliquée à l'objet il n'est pas possible de l'adapter pour ne pas dépasser le seuil de déformation plastique. A l'inverse d'une déformation élastique, une déformation plastique est irréversible et cause donc des dommages à l'objet manipulé.

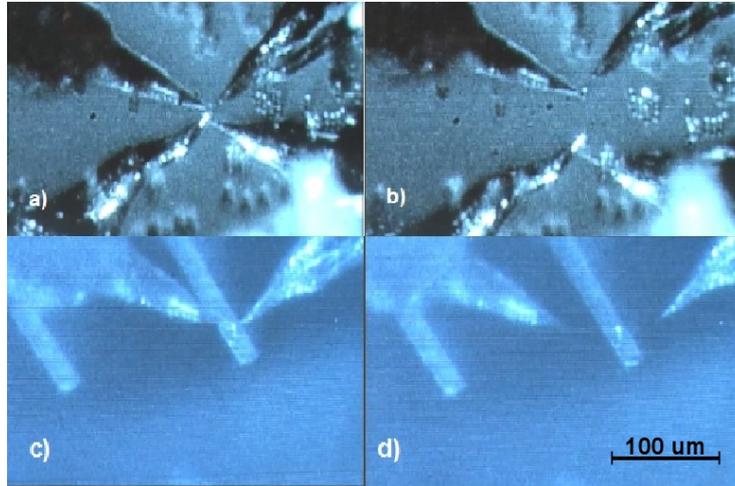


FIGURE 2.7 – Manipulation d’une sphère de  $10\mu m$  de diamètre par deux points en tungstène. (a) Saisie de la microsphère entre les deux points ; (b) Transport de la sphère pour atteindre l’extrémité du levier d’AFM distant de  $400\mu m$  ; (c) Déposition de la microsphère ; (d) Retrait des deux pointes.

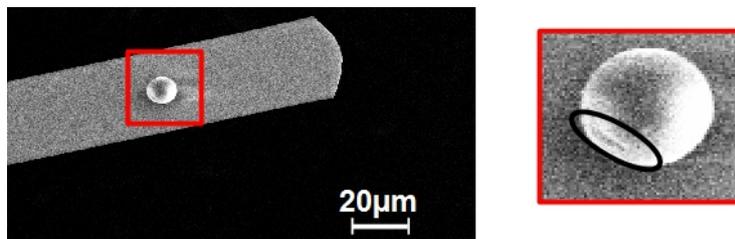


FIGURE 2.8 – Image MEB du levier et de la sphère. Zoom sur la microsphère laissant apparaître une déformation.

A la suite de cette manipulation très basique, une question centrale est alors soulevée : la déformation de la sphère est-elle due à une mauvaise manipulation ou bien la force nécessaire pour l'extraire de la surface implique inévitablement une déformation ?

## 2.3 Gamme d'objets manipulables par ces préhenseurs

Lorsque l'on travaille à l'air, à l'échelle micrométrique et nanométrique, une des forces prédominantes est la force de capillarité résultant du ménisque d'eau qui se forme entre l'objet et le substrat. Ce type de ménisque a été observé à l'intérieur d'un MEB environnemental (figure 2.9).

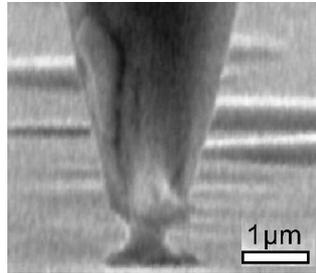


FIGURE 2.9 – Image MEB du ménisque d'eau entre une pointe de microscope en champ proche et une surface [16]

### 2.3.1 Modélisation de la force de capillarité

Des travaux récents [17] [18] ont modélisé cette force de capillarité par les équations suivantes en considérant une géométrie sphère-plan (figure 2.10) :

$$\vec{F}_{cap} = \vec{F}_p + \vec{F}_s \quad (2.1)$$

où  $F_p$  est la force de pression capillaire provenant de la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du ménisque et  $F_s$  la force de tension de surface.

L'évolution de cette force dépend :

- du taux d'humidité qui influe sur la largeur du ménisque que définit  $\psi$ .
- de la nature hydrophile/hydrophobe des matériaux de surface et de la sphère qui modifie les angles de contact  $\theta_1$  et  $\theta_2$
- du rayon  $R$  de la sphère

La force de tension de surface s'exerçant sur la sphère tangentiellement au niveau de la ligne de contact sphère-liquide a pour composante verticale :

$$F_s = 2\pi\gamma R \sin\psi \sin(\theta_1 + \psi) \quad (2.2)$$

où  $\gamma$  est le coefficient de tension superficielle du liquide formant le ménisque (dans notre cas, de l'eau  $\gamma = 73mN/m$  à  $20^\circ C$ ).

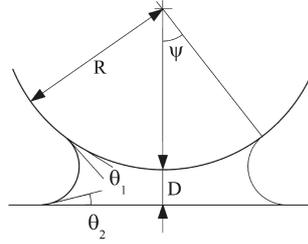


FIGURE 2.10 – Représentation de la géométrie de contact capillaire sphère-plan.  $R$  est le rayon de la sphère,  $D$  la distance sphère-plan,  $\psi$  l'angle de remplissage,  $\theta_1$  et  $\theta_2$  les angles de contact sphère-ménisque et ménisque-surface.

La force de pression capillaire du ménisque sur la sphère :

$$F_p = \pi\gamma R \left( -\sin \psi + \frac{\cos(\theta_1 + \psi) + \cos \theta_2}{\frac{D}{R} + 1 - \cos \psi} \sin^2 \psi \right) \quad (2.3)$$

Dans le cas où  $R$  est très grand devant  $D$  et si  $\theta_1 = \theta_2 = \theta$  alors  $\psi$  devient très petit et  $F_s$  tend vers zéro, alors on retrouve la formule classique d'une sphère au contact d'un plan [19] où la force de capillarité s'exprime telle que :

$$F_{cap} = F_p = 4\pi\gamma R \cos \theta \quad (2.4)$$

Cette expression est valable pour des sphères dont le rayon  $R$  est très grand devant la distance sphère plan  $D$ . Deux paramètres principaux gouvernent l'intensité de cette force : La taille de la sphère et l'angle de contact  $\theta$  déterminé par le caractère hydrophile ou hydrophobe du substrat et de la sphère. La figure 2.11 représente la variation de cette force en fonction de ces deux paramètres.

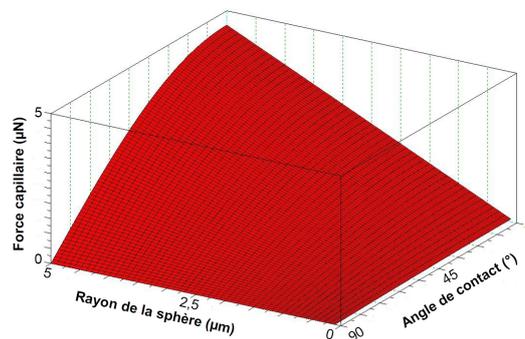


FIGURE 2.11 – Evolution de la force de capillarité en fonction du rayon de la sphère  $R$  et de l'angle de contact  $\theta$  tel que  $\theta = \theta_1 = \theta_2$ .

### 2.3.2 Modélisation de la préhension

A partir de l'équation 2.4 et d'une schématisation simple de la préhension d'une sphère micrométrique par deux pointes en tungstène (figure 2.12) on peut déterminer si la déformation apparue sur la sphère figure 2.8 était inévitable ou non. Pour modéliser la préhension, on considère que chacune des pointes exerce une force d'appui équivalente sur la microsphère. La force de préhension minimale à exercer pour extraire la sphère est donc définie par la force d'adhésion entre la sphère et la surface. L'expérience ayant eu lieu à l'air, la force d'adhésion est principalement due à la force de capillarité.

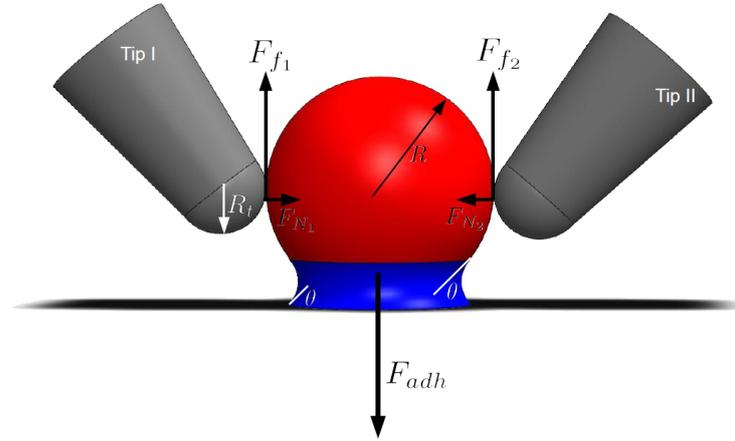


FIGURE 2.12 – Schéma de la préhension à mi-hauteur d'une microsphère par deux pointes en contact dur. A l'air la principale force d'adhésion est la force de capillarité.

Pour extraire la sphère il faut que la somme des forces exercées par les pointes  $F_{f_i}$  contrebalance la force d'adhésion tel que :

$$F_{f_1} + F_{f_2} \geq F_{adh} \quad (2.5)$$

avec  $F_{f_i} = \mu_s F_{N_i}$  où  $\mu_s$  est le coefficient de friction entre la pointe et la sphère. La compression minimale subie par la sphère est alors de :

$$\Delta L = \frac{F_N}{2\pi R_t^2 Y} L \quad (2.6)$$

où  $Y$  est le module d'Young de la sphère,  $R_t$  le rayon de l'apex de la pointe et  $L$  la distance entre les pointes au moment de la préhension. Alors il y a déformation plastique de la sphère si :

$$\frac{\Delta L}{L} > e \quad \text{où } e \text{ est l'élongation maximale (en \%)} \quad (2.7)$$

Dans le cas d'une microsphère en polystyrène ( $Y = 3GPa$ , et  $e = 1,6$ ) saisie à mi-hauteur, pour maximiser  $\Delta L$ , et pour un rayon de courbure  $R_t = 100nm$  de l'apex des pointes on obtient le graphique figure 2.13

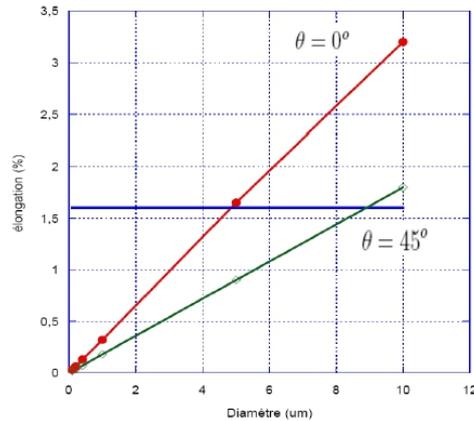


FIGURE 2.13 – Taux d'élongation subi par la sphère en fonction de son rayon pour deux angles de contact, témoignant respectivement d'un comportement très hydrophile ( $\theta = 0^\circ$  en rouge) et un comportement hydrophobe ( $\theta = 45^\circ$  en vert).

Ces calculs basiques montrent que la déformation de la microsphère de  $10\mu m$  de diamètre est une conséquence inévitable de l'action de préhension. Un des paramètres clés est la nature du substrat qui, en étant très hydrophobe, peut réduire significativement la force d'adhésion et faciliter la préhension. Si le choix du substrat est imposé alors le paramètre sur lequel on peut encore jouer est le coefficient de friction  $\mu_s$  entre la pointe et l'objet. En adaptant le matériau de la pointe ou en la fonctionnalisant il serait possible d'augmenter ce coefficient diminuant par la même occasion la force  $F_N$  minimale à appliquer. Cependant la figure 2.13 montre que pour une sphère de diamètre inférieur à  $5\mu m$  la force à exercer avec les pointes pour contrebalancer la force d'adhésion ne crée pas de déformations irréversibles. La taille des objets que notre station de manipulation doit pouvoir manipuler se situe en-dessous de cette limite. Au delà de ces considérations, la force capillaire pose un problème pour redéposer l'objet une fois saisi car la force capillaire existe également entre les préhenseurs et l'objet. Une fois extrait de la surface, l'objet va rester "collé" à un des préhenseurs. Pour espérer pouvoir redéposer l'objet sur la surface il faut que la force capillaire pointe-objet soit inférieure à la force capillaire objet-substrat. En prenant le cas de nos pointes dont le rayon de l'apex est de l'ordre de  $100nm$  et pour des sphères dont le diamètre est supérieur à  $500nm$  la force capillaire entre la pointe et la sphère sera toujours inférieure à celle entre l'objet et la surface.

Le choix des sondes en tungstène comme préhenseurs reste donc pertinent. Mais il reste toujours nécessaire de pouvoir contrôler la force appliquée à l'objet. Pour cela il faut que nos pointes soient actives. C'est le rôle que va jouer la microscopie à sonde locale.

## 2.4 Microscopie à Sonde Locale

Le principe général de la microscopie à sonde locale est l'utilisation d'une pointe très fine pour analyser les propriétés d'un échantillon donné. Pour obtenir une cartographie complète des propriétés (topographie, friction, dureté, propriétés électriques..) de cet échantillon, un balayage doit être fait de manière contrôlée, ainsi une mesure physique est reliée à chaque position  $(x,y)$  et de la pointe, voir figure 2.14

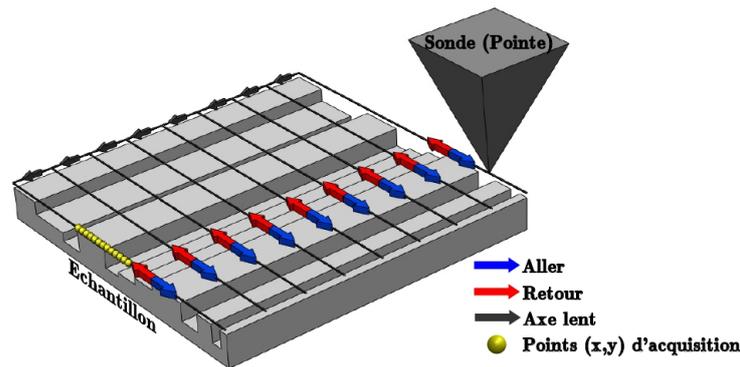


FIGURE 2.14 – Balayage de l'échantillon avec la sonde. L'image topographique finale est reconstruite ligne par ligne.

Il existe trois modes principaux de microscopie à sonde locale, la microscopie à effet tunnel, la microscopie à force atomique et la microscopie optique en champ proche. Chacun de ces modes est introduit ici.

### 1. Le microscope à effet tunnel :

Le premier microscope à sonde locale a été présenté en 1981 par Gerd Binnig à l'IBM Zurich Research Laboratory [3]. Le microscope à effet tunnel (STM : Scanning Tunneling Microscopy) permet d'obtenir des images topographiques de surfaces solides avec une résolution atomique. Le principe de l'effet tunnel a été prévu et publié par Giaever en 1960 [20]. L'effet tunnel est présent entre deux surfaces métalliques séparées par une fine couche isolante. Lorsque les surfaces sont approchées à une distance très faible, les électrons sont capables de pénétrer, par effet tunnel, la fine couche isolante séparant les deux surfaces. Comme l'intensité du courant tunnel dépend de la distance de manière exponentielle, la mesure de ce courant permet de déterminer la distance entre les deux surfaces. L'idée très originale de Binnig a été de transposer ce principe à une surface et une pointe fine se terminant idéalement par un atome unique. En combinant cette idée avec un scanner au déplacement précis, il a été possible d'allier la résolution verticale que permet le courant tunnel à la résolution latérale du scanner permettant d'observer la topographie d'une surface d'or à l'échelle atomique. Binnig et Rohrer obtiendront le Prix Nobel de physique pour leur invention [3].

Le fonctionnement d'un STM est simple. Une fine pointe est amenée proche de la

surface à étudier (0.3-1nm) et une tension constante est appliquée entre elles (10mV-1V). Le courant tunnel est alors une fonction exponentielle de la distance pointe-surface. Deux modes opératoires sont possibles : le mode dit "courant constant" et celui à "hauteur constante". En mode "courant constant" la distance entre la pointe et l'échantillon varie pour maintenir constant le courant tunnel durant le balayage. Si l'échantillon est parfaitement homogène (matériau unique, pas de défaut) la topographie de l'échantillon est alors directement donnée par la position de l'échantillon sous la pointe. En mode "hauteur constante", la position de la pointe par rapport à l'échantillon est maintenue constante pendant le balayage. La topographie obtenue est alors fonction de la variation locale du courant tunnel. La figure 2.15 présente une image obtenue par cette technique.

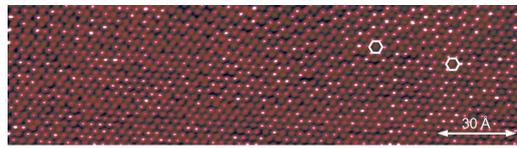


FIGURE 2.15 – Image STM d'HOPG (Highly Ordered Pyrolytic Graphite) à 77K.

La contrainte majeure du STM est l'impossibilité, par principe, d'opérer sur des échantillons isolants, ce qui restreint les applications possibles. C'est pour dépasser cette restriction que la Microscopie à Force Atomique a été élaborée.

### 2.Le microscope à force atomique :

Quatre ans après l'invention du STM, le même groupe introduit le microscope à force atomique (AFM : Atomic Force Microscopy) [21].

La Microscopie à Force Atomique a des capacités similaires au STM. L'AFM dispose néanmoins de deux grands avantages : elle est capable d'étudier n'importe quel type de matériaux, conducteur ou non et aussi de travailler aussi bien à courte qu'à "longue" distance. Dans le cas de l'AFM, la topographie est déterminée par la déformation ou la modification du mouvement d'un levier souple se terminant par une fine pointe. Le Microscope à force atomique explore les forces de surface à l'échelle nanométrique grâce aux faibles dimensions de sa sonde de mesure. La figure 2.16 est un exemple d'image AFM. Cette technique est aussi bien capable de cartographier la surface que de caractériser les propriétés des matériaux qui la constituent. La Microscopie à Force Atomique s'est largement développée durant ces vingt dernières années lui offrant une large variété de modes d'utilisation. Cette technique et ses différents modes seront détaillés plus amplement dans la section 2.5.

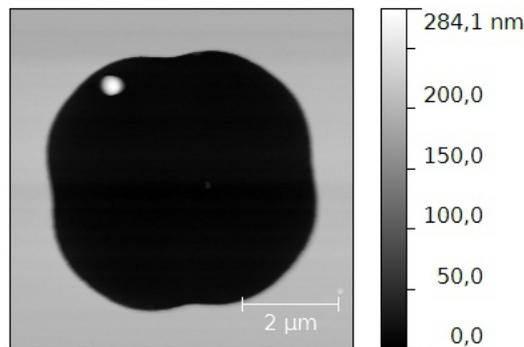


FIGURE 2.16 – Image AFM d’une sphère en silicium de  $300\text{nm}$  de diamètre dans un trou d’un réseau de calibration  $5\mu\text{m} * 5\mu\text{m}$  faite au laboratoire avec le microscope à force atomique commercial MFP-3D de la société *AsylumResearch*.

### 3. La Microscopie optique en champ proche SNOM :

Le premier microscope optique en champ proche a été réalisé par D. Pohl [22]. Le but de cette technique est de dépasser la limite optique fixée par le critère de Rayleigh. Un microscope SNOM a la même base qu’un AFM sauf qu’à une information topographique vient s’ajouter une information optique. La pointe peut être une fibre optique étirée pour conduire la lumière ou bien une pointe métallique qui vient frustrer les ondes évanescentes à la surface de l’échantillon et la lumière est ensuite détectée en champ lointain [23]. A ce jour, cette technique permet une résolution latérale inférieure à  $50\text{nm}$  (figure 2.17).

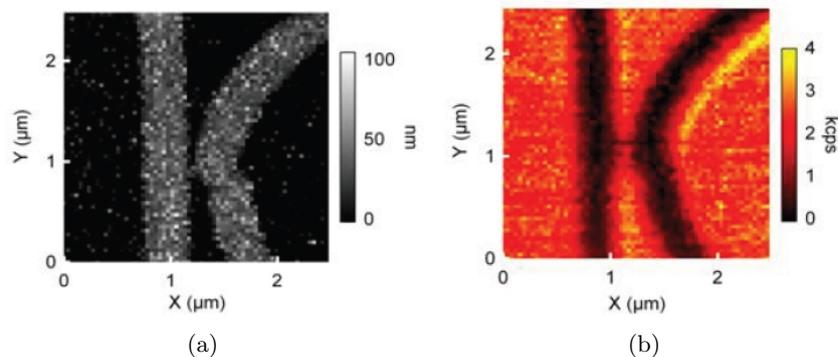


FIGURE 2.17 – (a) Image topographique Topographie d’une structure en chrome lithographiée sur une lame en silice pure (b) Image NSOM acquise simultanément.kcps signifie kilo coup par seconde [23].

## 2.5 Microscopie à Force Atomique

La Microscopie à Force Atomique étant la base de notre station de nano-manipulation, cette section développe plus en détail cette technique. Ainsi les interactions qui apparaissent entre la pointe et l'échantillon, les différents modes de travail de l'AFM ( mode contact et mode dynamique) seront introduits. De plus les capteurs nécessaires à la mesure de ces interactions seront caractérisés selon qu'ils sont utilisés dans l'un ou l'autre de ces modes de travail.

### 2.5.1 Les forces d'interaction

Le principe de la mesure topographique repose sur l'asservissement de la sonde AFM dans le champ de force présent au voisinage de la surface. Selon le mode de fonctionnement, la boucle de contre-réaction agit de telle manière que la sonde maintient la force ou le gradient de force constant.

La figure 2.18 représente les forces d'interaction en fonction de la distance pointe-échantillon.

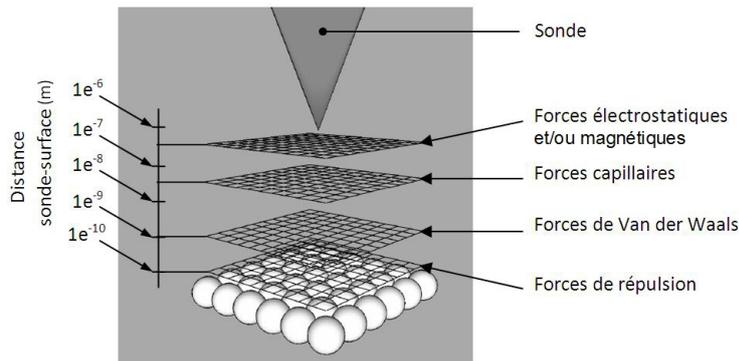


FIGURE 2.18 – Représentation des différentes forces d'interaction en fonction de la distance sonde-échantillon.

- Les **forces électrostatiques** apparaissent entre deux objets chargés. Elles sont proportionnelles à ces charges et inversement proportionnelles à la distance au carré. Elles peuvent être de nature répulsive ou attractive suivant le signe des charges en présence. Ce sont des forces à longues portées.  $F \propto q_1q_2/r^2$ .
- La **force de capillarité** résulte de la formation, par mouillage, d'un pont d'eau entre la pointe et l'échantillon en présence de vapeur d'eau. C'est une force attractive;  $F_{max} \propto R\gamma \cos(\theta)$  où  $R$  est le rayon de courbure de la pointe,  $\gamma$  la tension de surface de la phase liquide et  $\theta$  l'angle de contact dépendant à la fois de la nature de la pointe et de l'échantillon et du taux d'humidité.
- La **force de Van der Waals** est une interaction électrostatique de type dipôle-dipôle induit. C'est une force attractive;  $F \propto 1/r^n$  avec  $r$  la distance

interatomique où  $n$  dépend de la géométrie considérée ( $n = 7$  dans la configuration atome-atome). La force de Van der Waals apparaît entre n'importe quel atome ou molécule quel que soit leur nature.

- Les **forces de répulsion à courte portée** sont liées au principe d'exclusion de Pauli. Lorsque les deux plus proches atomes de la pointe et de l'échantillon sont au voisinage proche, leurs nuages électroniques commencent à s'interpénétrer. Comme chaque état électronique ne peut être occupé que par un seul électron, une force répulsive puissante repousse les atomes l'un de l'autre. Cette force est de la forme :  $F \propto 1/r^m$ , où  $m$  dépend de la géométrie et vaut 13 dans le cas atome-atome.

D'une manière générale le potentiel d'interaction regroupant toutes ces forces est du type Lennard-Jones dont la représentation mathématique est de la forme :

$$V(z_t) = 4\varepsilon \left[ \left( \frac{\sigma}{z_t} \right)^{12} - \left( \frac{\sigma}{z_t} \right)^6 \right] \quad (2.8)$$

où  $\sigma$  est la distance inter-particule à laquelle le potentiel est nul et  $4\varepsilon$  correspond à l'énergie d'une liaison atomique. Ces valeurs dépendent des matériaux. Le terme  $(1/z_t)^6$  est la partie attractive de l'interaction dominante à longue distance (force de Van der Waals), le terme  $(1/z_t)^{12}$  se rapporte à la partie répulsive des interactions dominantes à courte distance. En dérivant le potentiel de Lennard-Jones en fonction de  $z_t$  on obtient la force d'interaction :

$$F(z_t) = -\nabla V(z_t) = 4\varepsilon \left[ 12 \frac{\sigma^{12}}{z_t^{13}} - 6 \frac{\sigma^6}{z_t^7} \right] \quad (2.9)$$

Cette équation décrit la relation entre une paire d'atomes. Si on considère deux objets (la pointe et l'échantillon) contenant un grand nombre d'atomes, la somme sur toutes les paires d'atomes possibles doit être faite pour décrire quantitativement l'interaction. Vu le nombre important d'atomes, cette somme/intégrale sur les objets entiers est impossible à réaliser. Une approximation surmonte cette difficulté et a été introduite par Hamaker, [24]. Cette approximation suppose trois choses : premièrement l'interaction peut être déterminée par la sommation sur toutes les paires d'atomes ; deuxièmement, les objets sont des milieux continus où le nombre d'atomes est directement relié à la densité  $\rho_i$  ; troisièmement, le matériau est homogène et a une densité  $\rho_i$  constante et des valeurs constantes de  $\sigma$ . Dans ces conditions, la force entre deux objets 1, de volume  $V_1$ , et 2, de volume  $V_2$ , peut s'écrire :

$$F_{vdw} = \rho_1 \rho_2 \int_{v_2} \int_{v_1} F(z_t) dV_1 dV_2$$

La figure 2.19 représente les forces d'interaction  $F_{int}$  et le potentiel de Lennard-Jones en fonction de la distance pointe-échantillon.

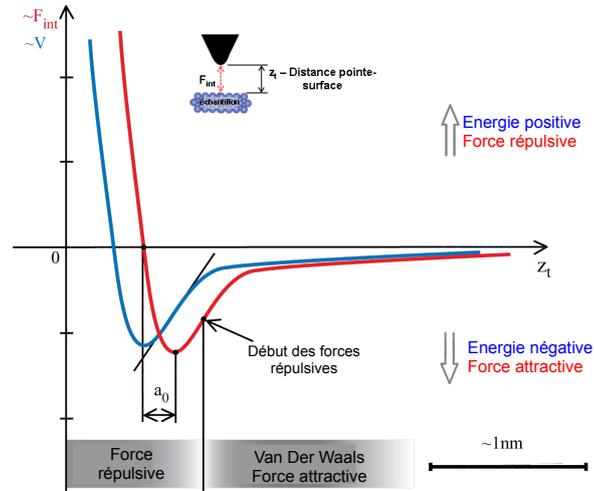


FIGURE 2.19 – Potentiel de Lennard-Jones (bleu) et la force d’interaction (rouge) en fonction de la distance pointe-échantillon.

### 2.5.2 Le capteur de force : le levier

Afin de déterminer l’intensité et la nature de la force agissant entre la pointe et l’échantillon, un capteur doit être associé à la pointe : c’est le rôle joué par le levier dans les sondes AFM (voir figure 2.20).

Les leviers micro-fabriqués actuels ont été inventés par C.F. Quate [25] and Wolter [26]. La pointe, le levier et le support sont taillés dans un monolithe de silicium. Les deux principales propriétés de ces sondes sont :

- La constante de raideur : Afin de mesurer une déflexion de quelques nanomètres due à de faibles forces (à partir de quelques pN), la constante de raideur du levier doit être de l’ordre du centième de  $N/m$ . La constante de raideur est le paramètre le plus important du levier car il détermine directement sa sensibilité et ses applications possibles. Les leviers très souples sont utilisés en mode contact pour produire une déflexion statique suffisante pour être observable par le système de détection et pour minimiser les dommages éventuels de l’échantillon durant le balayage. La constante de raideur du levier est directement liée à sa géométrie selon :

$$k = \frac{Ewt^3}{4l^3}$$

où  $E$  est le module d’Young du matériau,  $w$  la largeur,  $t$  l’épaisseur et  $l$  la longueur du levier. Dans le contexte d’une géométrie ”poutre encastrée” la fréquence de résonance  $f_0$  se calcule en tenant compte du fait que la masse du levier est répartie sur toute sa longueur, et qu’il convient donc de considérer une masse effective  $m_e$  qui vaut  $0,24m$  [27]. La fréquence de résonance est alors égale à  $f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m_e}}$

- La pointe : Le rayon de courbure de la pointe détermine la résolution latérale.

La pointe doit donc être la plus fine possible pour rendre fidèlement la topographie de l'échantillon. En effet, l'AFM ne distinguera pas deux protubérances ou trous dont la séparation est inférieure au rayon de courbure de la pointe. De plus un objet plus petit que ce rayon de courbure apparaîtra comme ayant au moins la taille latérale de l'extrémité de la pointe. On parle alors de convolution de la pointe avec la surface. En AFM on dit que **"c'est toujours l'objet le plus petit qui image"**.

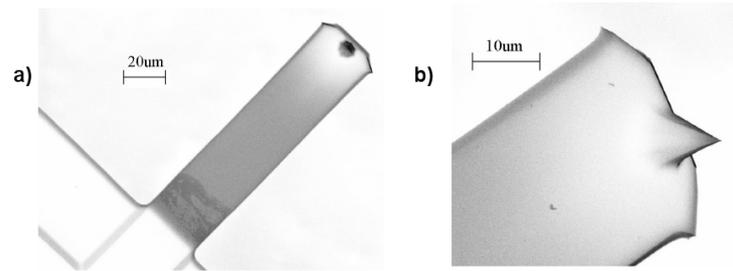


FIGURE 2.20 – Image prise au Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'un levier rectangulaire (a) et d'une pointe (b).

Quelques valeurs caractéristiques des sondes AFM standards sont listées dans le tableau suivant :

Levier	Longueur ( $\mu m$ )	50 à 600
	Largeur ( $\mu m$ )	20 à 50
	Epaisseur ( $\mu m$ )	0,5 à 5
	Constante de raideur ( $N/m$ )	0,01 à 100
Pointe	Hauteur ( $\mu m$ )	3 à 30
	Rayon de courbure ( $nm$ )	1 à 50

Tableau 2.2 – Valeurs caractéristiques des sondes AFM.

## 2.6 Modes de fonctionnement

Les deux modes d'imagerie de l'AFM sont détaillés ici : le mode contact et le mode dynamique. Le mode dynamique prend une part plus importante car c'est le mode utilisé pendant tout ce travail.

### 2.6.1 Mode contact

Dans ce mode, la pointe est approchée de la surface jusqu'à ce que la force soit suffisante pour déformer le levier, la boucle de contre-réaction maintient alors constante cette déflexion lors du balayage. Plusieurs méthodes existent pour mesurer cette déflexion : cavité de Fabry-Perrot [28], capacité d'un condensateur [29] ou

bien mesure piêzorêsistive [30]. Dans la plupart des cas, une diode quatre cadrans mesure le dêplacement d'un laser reflêchi à l'extrêmitê du levier et délivre un courant proportionnel à celui-ci. A partir de cette dêflexion, la force  $F$  peut être mesurêe. La force êtant donnêe par la relation linêaire  $F = -kz$ , où  $k$  est la constante de raideur du levier et  $z$  sa dêflexion, ce mode consiste donc à un mode d'imagerie à force constante.

Pour maintenir constante la force d'interaction une boucle de rêgulation contrôle la distance pointe-êchantillon pendant le balayage. On obtient alors une reconstruction de la topographie de surface de l'êchantillon, ou plus prêcisêment, une cartographie à force constante de la surface (voir figure 2.21).

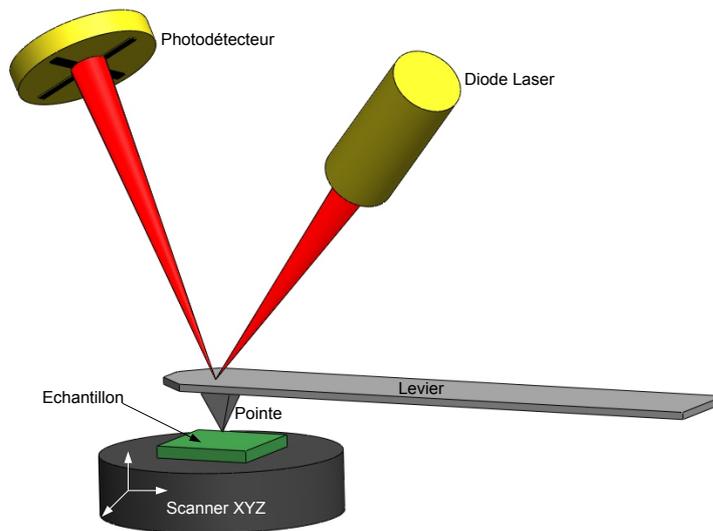


FIGURE 2.21 – Montage expérimental pour mesurer les dêplacements d'un levier en interaction avec un êchantillon à l'aide d'un laser reflêchi sur le levier et d'une photo-diode quatre cadrans.

Il est alors possible d'imager la surface en sondant soit les forces attractives soit les forces rêpulsives entre la pointe et la surface. La dêflexion du levier sera alors positive dans la partie rêpulsive du potentiel de surface et nêgative dans la partie attractive du potentiel. Les courbes de forces caractêrisent l'interaction entre la sonde AFM et la surface. Une courbe de force consiste à approcher la pointe de la surface sans aucun asservissement en mesurant simplement la dêflexion du levier en fonction de la distance pointe-êchantillon. On obtient alors une courbe de force en mode contact (figure 2.22). Cette courbe s'effectue en deux temps : d'abord l'approche, en rouge, de la sonde vers la surface puis le retrait. Loin de la surface la sonde ne ressent pas d'interaction et la dêflexion est nulle (point 1 sur le schéma). Lors de l'approche, le levier commence à se dêflêchir (1') puis il se produit une instabilitê mêcanique lorsque le gradient de force devient plus grand que la raideur du levier, c'est le "saut au contact" (point 2). L'approche se poursuit et le levier,

soumis aux force répulsives, subit une déflexion positive (point 3). C'est dans cette partie que l'imagerie en mode contact s'opère tirant partie de la relation linéaire entre la force et l'interaction. Au retour, en bleu, la sonde suit toujours la loi de déflexion  $F = kz$  même pour une déflexion négative car la pointe est retenue sur la surface par les forces d'adhésion. L'imagerie avec les forces attractives, point 5 sur le schéma, est alors possible. Elle est néanmoins délicate à réaliser à l'air car en cas de "saut au décrochage" (point 6), la boucle de contre-réaction ne pourra plus fonctionner.

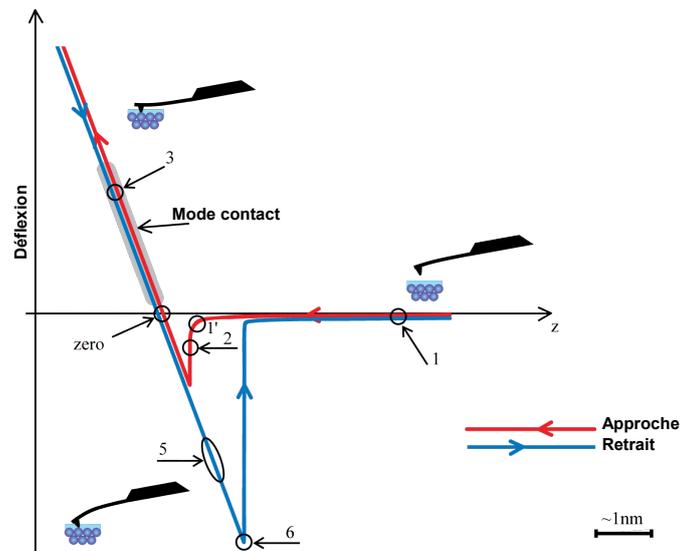


FIGURE 2.22 – Courbe d'approche-retrait : déflexion du levier en fonction de la distance pointe-échantillon.

### 2.6.2 Mode dynamique

La technique de microscopie à force atomique en mode dynamique a été introduite en 1987 par Martin et al. [31]. En mode dynamique, on applique le fait que la constante de raideur totale du système masse-ressort dépend des interactions entre la pointe et l'échantillon. Ainsi l'oscillateur entretenu formé par le levier excité est amené au voisinage d'une surface jusqu'à ce que le champ de force agisse sur la masse oscillante du levier. Dans ce mode, le levier est habituellement excité à une fréquence proche de sa fréquence de résonance à une amplitude de quelques dizaines de  $nm$ . L'excitation du levier peut se faire mécaniquement à l'aide d'un élément piézo-électrique mais il est aussi possible d'exciter le levier de manière électrostatique, magnétique ou acoustique.

## L'oscillateur harmonique forcé

Le comportement dynamique d'un levier AFM est considéré comme celui d'un oscillateur forcé soumis à une force extérieure périodique :  $F_{ext} = A_{ext} \cos(\omega_{ext}t)$ , où  $\omega_{ext}$  est la fréquence angulaire de l'excitation choisie proche de la fréquence de résonance  $\omega_0$  du levier et  $A_{ext}$  est l'amplitude d'excitation. L'oscillateur peut être décrit par l'équation du second ordre suivante :

$$m_e \frac{d^2z}{dt^2} + m_e \gamma \frac{dz}{dt} + m_e \omega_0^2 z = F_{ext}$$

où  $m_e$  est la masse effective du levier,  $\gamma$  le coefficient d'amortissement qui dépend principalement de l'environnement de travail et  $z$  le déplacement vertical du levier. Sachant que la pulsation de résonance du levier est  $\omega_0 = \sqrt{k/m_e}$ , il en découle :

$$\frac{d^2z}{dt^2} + \gamma \frac{dz}{dt} + \frac{k}{m_e} z = \frac{F_{ext}}{m_e} \quad (2.10)$$

En ne considérant que le mode fondamental du levier, on recherche une solution de la forme :

$$z(t) = A(\omega) \cos(\omega t + \varphi(\omega))$$

où  $\varphi$  est le retard de phase entre l'oscillation du levier par rapport à l'excitation. La résolution de l'équation 2.10 nous donne l'amplitude  $A(\omega)$  et la phase  $\varphi(\omega)$  de l'oscillation en fonction de la pulsation d'excitation :

$$A(\omega) = \frac{f_0}{m} \frac{1}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2 \omega^2}}$$

$$\varphi(\omega) = \arctan\left(\frac{\gamma \omega}{\omega_0^2 - \omega^2}\right)$$

L'expression de l'amplitude a l'allure d'une Lorentzienne centrée sur la fréquence de résonance de l'oscillateur (figure 2.23). Lorsque l'oscillateur est amené proche d'une surface, il est soumis à une force additionnelle  $F(z)$  qu'il faut ajouter dans le membre de droite de l'équation 2.10. En faisant l'hypothèse de petites oscillations, il est possible de faire un développement limité autour de la position moyenne  $z_0$  du levier :

$$F(z) \approx F(z_0) + z \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)$$

L'équation 2.10 devient alors :

$$\frac{d^2z}{dt^2} + \gamma \frac{dz}{dt} + \left(\omega_0^2 - \frac{1}{m} \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)\right) z = \frac{F_{ext}}{m} + \frac{F(z_0)}{m}$$

Le terme  $F(z_0)$  est un terme indépendant du temps, il crée une déflexion statique du levier. En revanche, le terme dépendant de  $z$  provoque une variation de la

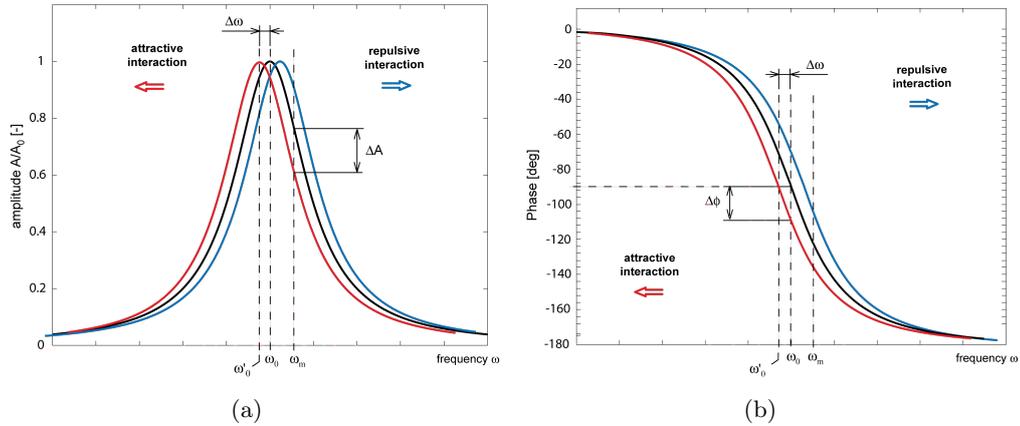


FIGURE 2.23 – (a) Amplitude et (b) décalage de phase en fonction de la fréquence d'excitation.

fréquence de résonance du système. Tout se passe comme si la constante de raideur effective de l'oscillateur devenait  $k_e = k \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)$ . La nouvelle pulsation est alors :

$$\omega_1 = \sqrt{\omega_0^2 - \frac{1}{m} \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)} \approx \omega_0 \left( 1 - \frac{1}{2k} \frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \right)$$

L'interaction a donc pour conséquence de changer la résonance du système de  $\Delta\omega = \omega_1 - \omega_0$ . Ainsi le décalage en fréquence  $\Delta f = f_1 - f_0$  sera respectivement négatif ou positif pour une interaction attractive ou répulsive. Le mode dynamique oscillant n'opère donc pas comme le mode contact, à force constante, mais à **gradient de force constant**.

Le comportement d'un oscillateur forcé une fois la force d'excitation supprimée dépend de l'amortissement  $\gamma$  et par l'écart entre la fréquence de résonance et la fréquence d'excitation. Ce comportement est parfois quantifié par le paramètre  $Q$  appelé facteur de qualité tel que :

$$Q = \frac{\omega^2 + \omega_0^2}{2\gamma\omega}$$

### Le facteur de qualité $Q$

A la résonance ( $\omega = \omega_0$ ) le facteur de qualité se définit tel que :

$$Q = \frac{\omega_0}{\gamma}$$

Le coefficient  $\gamma$  peut se déterminer graphiquement par la largeur de la lorentzienne à la valeur  $A_0/\sqrt{2}$ . Il est lié à la dissipation de l'énergie du système et peut être interne ou externe. Le frottement visqueux du levier dans l'air est l'origine principale de l'amortissement d'un régime transitoire lorsqu'une force est appliquée temporairement. Au cours du balayage, lorsque la pointe rencontre un obstacle sur

la surface, l'interaction pointe-surface augmente et le mouvement oscillatoire du levier est perturbé. Le retour à l'équilibre du système est déterminé par un temps caractéristique de mise en équilibre relié au facteur  $\gamma$  et au facteur de qualité par la relation :

$$\tau = \frac{2}{\gamma} = \frac{2Q}{\omega_0}$$

On considère qu'il faut typiquement attendre un temps  $3\tau$  avant d'atteindre l'équilibre. Pour des valeurs typiques de fréquence et de facteur de qualité à l'air d'un levier dédié aux mesures AFM dynamique,  $f = 100kHz$  et  $Q = 100$ , le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire est ainsi de  $2ms$ . Ce paramètre impactera donc la vitesse maximale à laquelle un échantillon peut être balayé. Pour une image de résolution 512 par 512 points, le temps de balayage avec le levier précédent sera de  $2 \times (512)^2ms$ , soit un peu plus de 8 minutes.

### 2.6.2.1 Modes de fonctionnement

En mode dynamique, il y a différents modes, mesurant différentes variables pour obtenir la topographie :

1. Si l'amplitude d'excitation  $A_{ext}$  et la fréquence  $\omega_{ext}$  sont maintenues constantes :

- (a) un changement de l'amplitude d'oscillation  $dA$
- (b) un changement de phase entre l'excitation et l'oscillateur  $d\phi$

Cette méthode est la plus courante. Habituellement le changement dans l'amplitude d'oscillation permet d'obtenir la topographie. Ce mode est le plus simple à mettre en oeuvre car il ne nécessite qu'une seule boucle de contre-réaction.

2. Si l'amplitude d'excitation  $A_{ext}$  et la phase entre l'excitation et l'oscillateur  $d\phi$  sont maintenues constantes :

- (a) un changement de l'amplitude d'oscillation  $dA$
- (b) un changement de la fréquence de résonance  $df$

Dans ce mode, une boucle de contre-réaction supplémentaire est nécessaire pour maintenir constante la phase entre l'excitation et l'oscillateur en adaptant la fréquence d'excitation. Cela est réalisé par une boucle à verrouillage de phase (Phase Locked Loop ou PLL dans la suite du texte).

3. Si l'amplitude d'oscillation  $A$  et la fréquence  $f_{ext}$  sont maintenues constantes :

- (a) un changement de l'excitation  $dA_{ext}$
- (b) un changement de phase entre l'excitation et l'oscillateur  $d\phi$

Dans ce mode, la boucle de contre-réaction supplémentaire maintient l'amplitude d'oscillation constante en adaptant la force d'excitation.

4. Si l'amplitude d'oscillation  $A$  et la phase entre l'excitation et l'oscillateur sont maintenues constantes  $d\phi$  :

- (a) un changement de l'excitation  $dA_{ext}$
- (b) un changement de la fréquence de résonance  $df$

Ce mode nécessite l'utilisation d'une PLL et d'une boucle maintenant l'amplitude d'oscillation constante.

## 2.7 Le diapason à quartz

Le diapason à quartz a été introduit dans le contexte de la microscopie à sonde locale par Khaled Karrai [32], plus particulièrement pour la microscopie en champ proche optique (Scanning Near Field Optical Microscopy, SNOM) permettant de manière simple et efficace de maintenir constante la distance entre la fibre et l'échantillon. Depuis le diapason à quartz a été largement utilisé dans la conception de microscopes à force atomique aussi bien non commerciaux ([33, 34, 35, 36, 37, 38], que commerciaux comme NT-MDT. De plus le diapason à quartz permet de combiner la microscopie à force atomique en mode dynamique avec la microscopie à effet tunnel [39].

### Caractéristiques du diapason à quartz

Le diapason à quartz fait partie intégrante des montres à quartz depuis les années 70, il est produit en très grande quantité et son prix est donc très faible ( $\approx 50$  centimes). Il n'y a aucune différence de principe physique entre ces diapasons et ceux utilisés pour accorder les instruments de musiques.

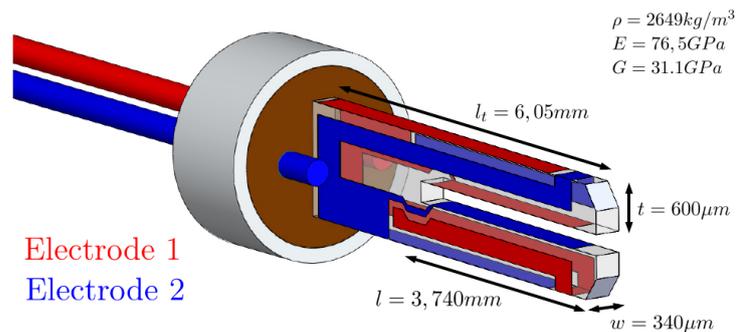


FIGURE 2.24 – Schéma et propriétés du diapason. Avec :  $\rho$ , la masse volumique ;  $E$ , le module d'Young et  $G$ , le module de cisaillement.

Les propriétés piézoélectriques du quartz permettent de remonter à la polarisation et à ses contraintes. Des contacts électriques sont déposés sur le quartz pour l'exciter et/ou lire les contraintes selon certaines directions. Cependant, seules certaines déformations dans des directions particulières vont produire un courant ( $i$ )

délectable. Ces directions sont déterminées par le tenseur de polarisabilité, lui-même dépendant de la symétrie du cristal.

Dans le cas du diapason à quartz, les contacts sont placés le long des plans opposés de chaque bras comme le montre 2.24. Le courant détecté ( $i$ ) est proportionnel à l'étendue du mouvement le long des directions opposées ( $i \propto v_1 - v_2$ ) c'est-à-dire que si les deux bras du diapason se déplacent en phase et avec la même amplitude le signal provenant d'un bras est annulé par le signal provenant de l'autre bras. Ils sont donc utilisés en mode anti-phase. Ces oscillateurs, lorsqu'ils vibrent à leur fréquence de résonance, ont un très grand facteur de qualité car leurs mouvements n'impliquent pas de déplacement du centre de masse, le rendant quasiment isolé du monde extérieur. Ces performances remarquables font du diapason à quartz un générateur de fréquences particulièrement apprécié.

### La constante de raideur

Lorsque le diapason à quartz est utilisé comme un capteur de force, il est modélisé par un système masse-ressort de la même manière que dans la partie 2.6.2. L'information clé devient alors le gradient de force  $\nabla F$ , relié au décalage de la fréquence de résonance  $df$  et à la largeur de la résonance dépendant de l'amortissement  $\gamma$ . La constante de raideur d'un levier AFM classique est considérée égale à la raideur d'une poutre encastree et peut être calculée à partir de ces dimensions et du module d'Young. Une masse effective doit alors être définie pour correspondre avec la fréquence du mode considéré. Lorsque le levier interagit avec l'échantillon, le gradient de force ajouté à la raideur du levier change sa fréquence de résonance [32]. En particulier lorsque l'amplitude de vibration est petite, comparée à la distance pointe-surface, l'approximation suivante est utilisée :

$$df = -\frac{\nabla F}{2k_{levier}} f_0 \quad (2.11)$$

avec  $f_0$  la fréquence naturelle du levier et  $\nabla F$  le gradient de force parallèle à l'oscillation.

Aussi efficace et valide pour un levier classique, cette approximation ne peut pas être directement appliquée au diapason à quartz, c'est-à-dire que la constante  $k_{levier}$  ne peut pas être la constante de raideur d'un bras du diapason, car le bras en interaction avec la surface est aussi en interaction avec l'autre bras. Une première évidence de ce couplage est le fait que même après avoir rendu les deux bras inégaux, par exemple en ajoutant une pointe, il ne subsiste qu'une seule courbe de résonance. Dans le modèle décrit ici, l'équation 2.11 est correcte seulement si les deux bras du diapason interagissent avec la surface en même temps, ce qui n'est jamais le cas. Nous allons donc définir une constante de raideur effective pour que l'équation 2.11 puisse être utilisée.

## Le système masse-ressort

Les deux bras du diapason sont attachés ensemble formant un  $U$ . Imaginons que l'on écarte les bras déformant le  $U$  : le  $U$  s'ouvre ; ainsi une force de rappel agit sur les deux bras pour refermer le  $U$  et vice versa. Cette force de rappel est en phase avec le mouvement symétrique des bras, c'est-à-dire que lorsque qu'ils s'écartent la force tend à fermer le  $U$ , lorsqu'ils s'approchent la force tend à ouvrir le  $U$ . On peut représenter le diapason tel que sur la figure 2.25 où une raideur  $k_c$  relie l'oscillateur 1 ( $k_1, m_1$ ) et l'oscillateur 2 ( $k_2, m_2$ ). Cette description est valide pour les deux modes de vibrations symétriques du diapason : le mode de fréquence plus basse où l'oscillation est orthogonale au plan du diapason à  $f_{\perp} \approx 18kHz$  et le mode de fréquence plus haute où l'oscillation est dans le plan du diapason à  $f_{\parallel} \approx 32kHz$ . La différence entre ces deux modes fondamentaux est la constante de raideur de chaque bras ( $k_{\perp} = 8553N/m$  et  $k_{\parallel} = 26634N/m$ ) et la raideur de couplage. La raideur de couplage  $k_r$  est dans les deux cas supérieure à la raideur des bras pris individuellement, c'est cette raideur que nous cherchons à déterminer.

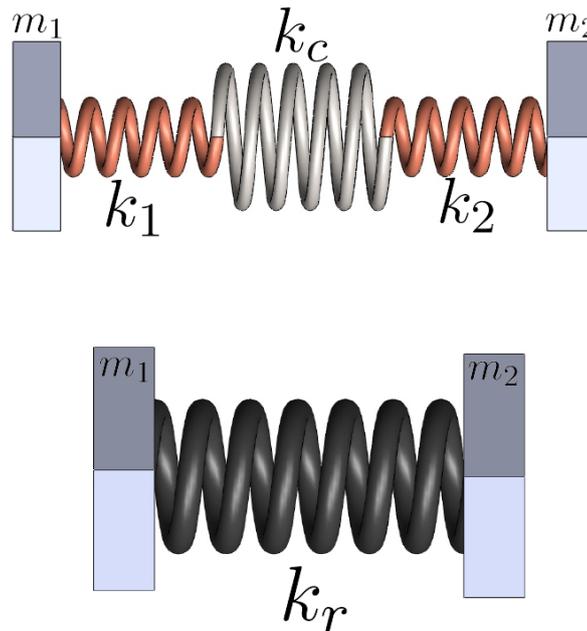


FIGURE 2.25 – Couplage des bras. Schéma de l'équivalence proposé pour un diapason

Si la constante de couplage était inférieure à celle des bras pris individuellement, nous aurions un système équivalent aux précelles que l'on trouve dans nos laboratoires qui partagent certains aspects avec le diapason. En effet, si en maintenant une précelle par sa base, qu'on referme les bras ensemble et qu'on les relâche, on observera un mouvement dominé par la raideur du  $U$  et non par celui des bras. Ce  $U$  avec les deux bras attachés est à son tour couplé avec l'extérieur. La façon dont ce

couplage s'opère change complètement le comportement du diapason et de la pince s'ils sont asymétriques. Cela peut être aisément testé en faisant osciller une pince lorsqu'elle est fortement maintenue par la base du  $U$ . Tant que la pince est symétrique, il n'y a pas d'influence de l'extérieur sur le couplage, pourtant, si on colle une masse à l'extrémité d'un bras la différence est claire. Comme il est connu que le diapason utilisé en microscopie à sonde locale se comporte de la même manière s'il est symétrique ou non, le couplage avec l'extérieur sera considéré négligeable. Cela est principalement dû à la manière dont le diapason est fixé au montage. Par exemple s'il est fixé par la bague visible figure 2.24, le diapason est simplement maintenu par les soudures qui sont beaucoup plus souples que les bras du diapason, le couplage avec le monde extérieur est alors faible. Pour le système décrit figure 2.25, l'équation du mouvement peut s'écrire en terme de constantes réduites :

$$m_r \ddot{x}_r = F_r - k_r x_r + \gamma_r \dot{x}_r \quad (2.12)$$

On extrait de cette équation la fréquence de résonance :

$$\omega^2 = \frac{k_r}{m_r} \quad (2.13)$$

et la largeur à mi-hauteur de la réponse Lorentzienne

$$\Delta\omega = \frac{\gamma_r}{m_r} \quad (2.14)$$

En posant la raideur réduite

$$k_r = \frac{k_1 k_2 k_c}{k_1 k_2 + k_2 k_c + k_1 k_2} \quad (2.15)$$

et la masse réduite

$$m_r = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2} \quad (2.16)$$

avec

$$m_j = 0.25 \rho w t l_j \quad (2.17)$$

et

$$k_j = \frac{E w t^3}{12 l_j^3} \quad (2.18)$$

la constante de couplage est obtenue en prenant  $k_r = m_r \omega^2$  où  $m_r$  est donné par les équations 2.16 et 2.17.

Le modèle décrit ici sera testé expérimentalement ensuite. Voyons dès à présent les conséquences d'un tel modèle.

### Diapason en interaction

A partir de maintenant nous considérons un bras du diapason en interaction avec l'échantillon. Pour introduire l'interaction entre le diapason et l'échantillon dans l'équation 2.10 on doit écrire les équations pour les masses individuelles.

$$m_1\ddot{x}_1 = F_1 - k_r(x_1 - x_2) + \gamma_r(\dot{x}_1 - \dot{x}_2) + k_i x_1 + \gamma_i \dot{x}_1 \quad (2.19)$$

$$m_2\ddot{x}_2 = F_2 - k_r(x_2 - x_1) + \gamma_r(\dot{x}_2 - \dot{x}_1) \quad (2.20)$$

Où  $k_i$  et  $\gamma_i$  sont les interactions entre le bras 1 et l'échantillon. On souhaite résoudre ce système d'équation comme une fonction de  $x = (x_1 - x_2)$  qui est proportionnelle au signal mesuré (le courant) provenant du diapason. En résolvant le système d'équation on obtient la solution pour  $x$ . La fréquence de résonance est alors simplement obtenue. Néanmoins, cela est plus compliqué et ne sera pas montré ici. Nous présentons plutôt le premier terme de la série de Taylor :

$$\omega^2 \approx \frac{k_r + \varepsilon k_i}{m_r} \quad (2.21)$$

la largeur à mi-hauteur de la réponse Lorentzienne de l'oscillateur est :

$$\Delta\omega \approx \frac{\gamma_r + \varepsilon \gamma_i}{m_r} \quad (2.22)$$

avec :

$$\varepsilon = \frac{m_2^2}{(m_1 + m_2)^2} \quad (2.23)$$

Seule l'approximation au premier ordre est présentée ici, elle est valable lorsque les interactions sont faibles comme elles le sont en pratique. Le calcul de  $\varepsilon$  suppose que le bras 1 est le bras qui interagit avec l'échantillon. La constante  $\varepsilon$  nous donne la sensibilité du diapason. Cette constante varie en fonction du poids de la pointe collée sur un des bras. Quand le poids de la pointe augmente, la sensibilité décroît. On peut finalement présenter le résultat tel que :

$$m_f \ddot{x}_r = F_f - (k_f + k_i)x_r + (\gamma_f + \gamma_i)\dot{x}_r \quad (2.24)$$

avec  $m_f = m_r/\varepsilon$ ,  $k_f = k_r/\varepsilon$  et  $\gamma_f = \gamma_r/\varepsilon$  correspondant aux constantes du diapason équivalentes à celles du levier classique. Les équations habituelles peuvent maintenant toutes s'appliquer. Par exemple l'équation 2.11 est valide si on choisit  $k_{levier} = k_r/\varepsilon$ . Comme en pratique, on ne mesure pas le poids de la pointe ajoutée au diapason, on présente  $\varepsilon$  en fonction de la fréquence de résonance du diapason avant et après l'ajout de la pointe :

$$\varepsilon = \frac{4f^4 - 4f_0^2 f^2 + f_0^4}{4f^4} \quad (2.25)$$

Ici,  $f_0$  est la fréquence du diapason nu et  $f$  sa fréquence après y avoir collé une pointe.

### Validation expérimentale

Pour déterminer expérimentalement la constante de raideur effective du diapason à quartz, nous avons couplé une mesure de force directe, via un levier classique standard dédié aux mesures électrostatiques (EFM Electrostatic Force Microscopy), à une mesure de gradient de force via le diapason à quartz. Le diapason à quartz est excité de manière mécanique par un élément piézo-électrique à sa fréquence de résonance pour une amplitude de  $1nm$ . La déflexion du levier est mesurée, par interférométrie, au travers d'une fibre optique placée à quelques micromètres ( $2 - 4\mu m$ ) au-dessus du levier voir figure 2.26. Un potentiel électrique  $V$  est appliqué entre la pointe EFM et une des électrodes du diapason. Ainsi une force attractive à longue portée d'origine électrostatique de la forme  $F_{el} \propto V^2/z^2$  apparaît entre eux. Il a été décidé d'appliquer une force à longue portée entre le diapason et la pointe pour s'affranchir des effets de "saut au contact" à courte portée.

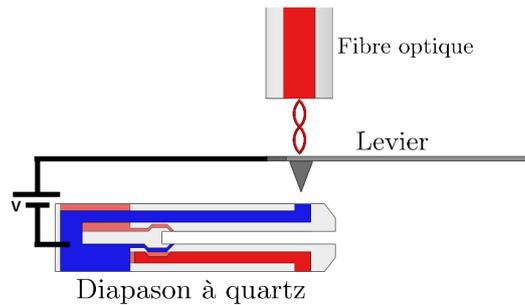


FIGURE 2.26 – Schéma de principe pour mesurer à la fois une force électrostatique et son gradient respectivement avec un levier EFM (constante de raideur  $k_{levier} = 0,12N/m$ ) et un diapason à quartz (amplitude de vibration  $1nm$ ). Le potentiel électrique est appliqué entre la pointe du levier et l'électrode bleue du diapason. Pour plus de lisibilité le schéma n'est pas à l'échelle.

On effectue alors une courbe d'approche-retrait classique en mesurant simultanément la force appliquée au levier (égale à celle appliquée au diapason) et le décalage en fréquence du diapason. La force appliquée au levier est calculée via la formule  $F = k_{levier}x$ . On obtient alors simultanément une courbe de force mesurée par le levier (figure 2.27 (a)) et une courbe du décalage en fréquence (figure 2.27 (b)) en fonction de la distance levier-diapason.

Pour obtenir la constante de raideur du diapason  $k_r$ , on dérive la courbe de force mesurée avec le levier pour obtenir une courbe de gradient de force. Finalement on utilise la formule  $\delta f \propto \nabla F$ .

Le tracé du décalage en fréquence  $\delta f$  en fonction de  $\nabla F$  donne une ligne dont la pente est la constante de proportionnalité entre le décalage en fréquence, mesuré avec le diapason, et le gradient de la force mesurée avec le levier. Si on utilise la formule donnée par la théorie  $\delta f = \nabla F \frac{f_0}{2k}$  on obtient  $k_r = 42503N/m$ . On retrouve aussi la constante d'un seul bras  $k_r = 2k_{bras}$ ,  $k_{bras} = 21000N/m$ .

La figure 2.28 montre la courbe de force dérivée et la courbe du décalage en fréquence en fonction de la distance pointe-diapason.

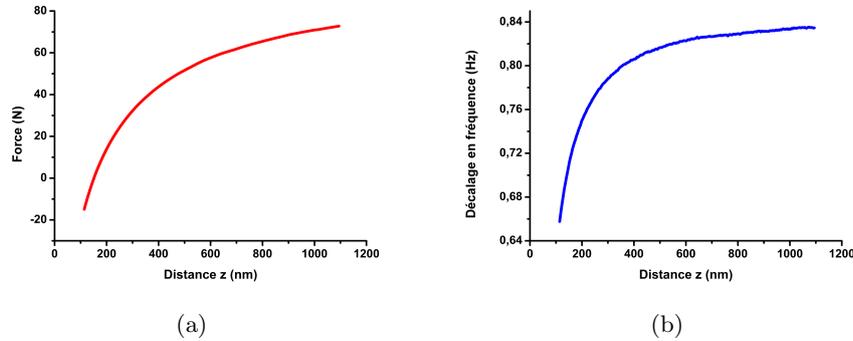


FIGURE 2.27 – (a) Force mesurée par le levier. (b) Décalage en fréquence mesuré par le diapason à quartz

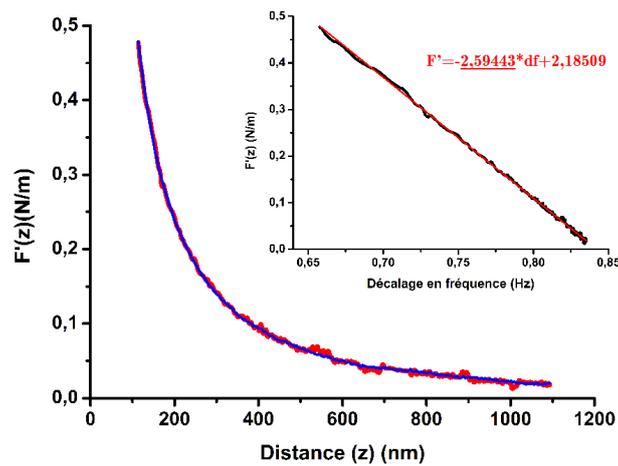


FIGURE 2.28 – En rouge : Dérivée de la force mesurée par le levier en fonction de la distance. en bleu : Gradient de force mesuré par le diapason à quartz. Insert : dérivée de la force mesurée par le levier en fonction du décalage en fréquence mesuré par le diapason à quartz. Avec la pente du fit linéaire en rouge on obtient le constante de raideur du diapason  $k_r = 42503\text{N/m}$ .

## 2.8 Le résonateur à longueur étendue (LER)

Tout comme le diapason, le LER est un oscillateur à quartz dont la fonction première est de servir de référence de fréquence. Cette structure en quartz est recouverte de deux électrodes faites par un dépôt d'or et reliées à un bras central (voir figures 2.29 et 2.30). Lorsqu'une différence de potentiel est appliquée entre les électrodes, le bras central se contracte/dilata dans le sens de sa longueur.

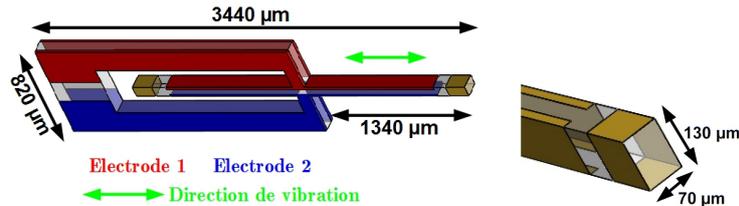


FIGURE 2.29 – Dimensions du LER. Les deux électrodes sont représentées en rouge et bleu.

La fréquence de résonance recherchée du LER pour son application en tant que référence de temps est de  $2^{20} = 1048576 Hz$ . Elle est obtenue par taille des extrémités du LER. Dans notre cas, les LER sont achetés brut, leur fréquence de résonance est par conséquent variable. Le fonctionnement du LER étant similaire à celui du diapason, il ne sera pas détaillé ici. Ce type de résonateur est de plus en plus utilisé dans le cadre de la microscopie à force atomique seule [40] ou combinée à la microscopie à effet tunnel [41].

## 2.9 Comparaison entre le diapason à quartz, un levier AFM et le LER

### 2.9.1 Oscillateurs à quartz/levier AFM

Le tableau 2.3 résume les différences essentielles entre un oscillateur à quartz (Diapason et LER) et un levier AFM standard.

Le premier avantage des oscillateurs à quartz est sa facilité d'intégration dans un montage expérimental. En effet l'utilisation d'un levier nécessite le plus souvent un système de détection optique composé d'un laser et d'un photo-détecteur. Ces éléments supplémentaires doivent être montés de manière à ce qu'ils soient alignés : le faisceau incident sur le levier et la réflexion sur le photo-détecteur. Chaque fois que le levier est changé, cet alignement doit être effectué. Au contraire le diapason et le LER se suffisent à eux-mêmes étant par leur nature piézo-électrique des détecteurs. La taille millimétrique du diapason peut rendre son utilisation plus simple par rapport au levier classique. La figure 2.30 montre clairement cette différence. Pourtant cette figure montre aussi que les dimensions du LER se rapproche de celles du levier avec son support. L'argument de la taille n'est donc plus valable pour le

## 2.9. Comparaison entre le diapason à quartz, un levier AFM et le LER

	Levier classique	Oscillateur à quartz
Fréquence de résonance	$30kHz < f < 400kHz$	$33kHz$ ou $1MHz$
Facteur de qualité	$50 < Q < 1000$	$1000 < Q < 15000$
Constante de raideur	$0.01N/m < k < 100N/m$	$5kN/m < k < 200kN/m$
Longueur	quelques centaines de $\mu m$	quelques $mm$
Temps de relaxation	$1ms < \tau < 200ms$	$0.01s < \tau < 1s$
Mouvement brownien	$\sim nm/\sqrt{Hz}$	$\sim 100fm/\sqrt{Hz}$
Détection	externe*	piézoélectrique
Pointes	oui	non

Tableau 2.3 – Comparaison entre les oscillateurs à quartz et un levier classique de Microscopie à Force Atomique. \* Optique, piézorésistive ou piézoélectrique.

LER. Il est aussi évident que le choix du type de sonde ne doit pas être seulement conditionné par un problème de simplicité.

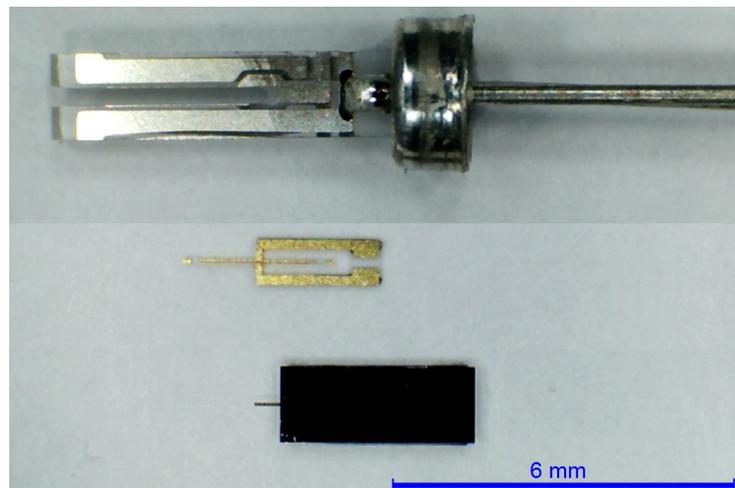


FIGURE 2.30 – Photographie d'un diapason à quartz, d'un LER et d'un levier AFM classique avec la puce sur laquelle il est monté. La différence de taille est frappante.

Néanmoins, les dimensions du diapason et du LER les rendent extrêmement raides par rapport au levier. Au premier abord, cela les rendrait moins sensibles pour la mesure de force.

Sensibilité du diapason et du LER

Pour savoir de combien de Hz la fréquence du diapason et du LER change lorsqu'ils sont en présence d'un gradient de force donné, on applique l'équation 2.11 ( $df = -\frac{\nabla F}{2k} f_0$ ). Ainsi le gradient de force mesuré par un diapason dont la fréquence de résonance augmente de 1Hz est de :

$$\nabla F_{Dia} = \frac{1 \times 44000}{31000} \approx 1,4N/m \tag{2.26}$$

pour le LER une variation de fréquence de 1Hz correspondrait à un gradient de force de :

$$\nabla F_{LER} = \frac{1 \times 1000000}{1000000} \approx 1N/m \tag{2.27}$$

La fréquence de vibration du diapason et du LER va augmenter de 1Hz en présence d'un gradient de force respectivement de 1,4N/m et de 1N/m. Leur sensibilité en gradient de force est donc à peu près équivalente. Le plus petit décalage en fréquence mesurable dépend de l'oscillateur. On peut facilement mesurer un décalage en fréquence à l'air de 10mHz, correspondant à un gradient de force minimum mesurable de 14mN/m respectivement 10mN/m. C'est là que le grand facteur de qualité du diapason intervient. Le facteur de qualité est relié à l'amortissement et à la dissipation présents dans le système. Un très grand facteur de qualité signifie une faible dissipation et par conséquent une erreur plus petite dans la mesure du décalage en fréquence. Il a été montré précédemment que le facteur de qualité influe sur la largeur de la courbe de résonance de l'oscillateur. Plus la courbe sera fine (voir figure 2.31), plus la variation en phase  $d\phi$ , pour un même décalage en fréquence  $df$ , sera grande et donc plus petit sera le décalage  $df$  mesurable.

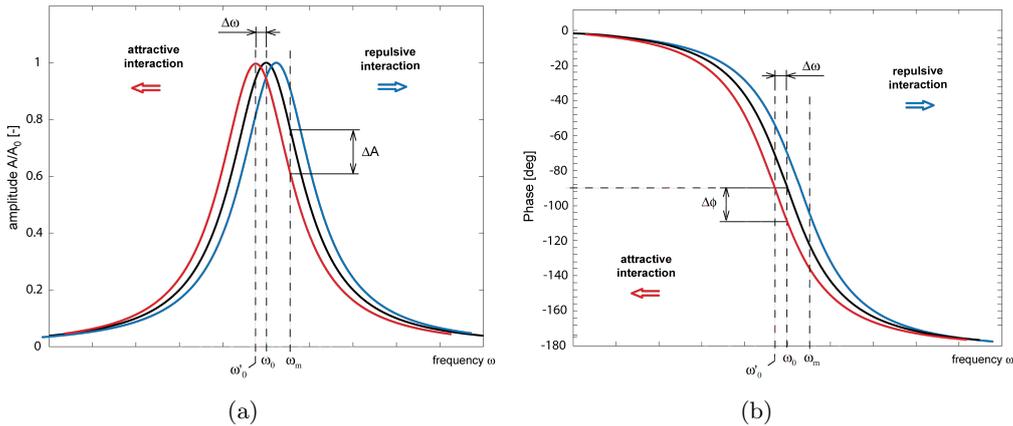


FIGURE 2.31 – (a)Amplitude et (b) décalage de phase en fonction de la fréquence d'excitation.

Le grande constante de raideur de ces résonateurs associée à leur grand facteur de qualité leur permet, malgré leur taille, d'être de bons

## **2.9. Comparaison entre le diapason à quartz, un levier AFM et le LER**

**senseurs de force.** La grande constante de raideur de ces oscillateurs à quartz par rapport au levier AFM classique permet également de s'affranchir du bien connu "saut au contact" et ainsi parcourir entièrement le potentiel d'interaction entre la pointe et la surface.

Autant le grand facteur de qualité permet une grande sensibilité, autant son rôle dans le temps de relaxation de l'oscillateur est un paramètre limitatif. Un grand facteur de qualité implique un long temps de relaxation et par conséquent la spectroscopie en force et l'imagerie AFM en seront d'autant plus longues (voir tableau 2.3). Il n'est pas possible de mesurer des décalages en fréquence plus rapidement que le temps de relaxation de l'oscillateur voir section 2.6.2 page 29.

Techniquement parlant, un avantage du levier AFM est que celui-ci est doté d'une pointe. Une opération supplémentaire sur le diapason et le LER est donc nécessaire pour y coller une pointe. La technique de collage de pointe ainsi que ces implications seront exposées dans le chapitre 3.

### **2.9.2 Diapason à quartz/LER**

Le premier avantage que procure le LER par rapport au diapason est son facteur de qualité aussi élevé que celui de diapason pour une fréquence de résonance 32 fois supérieure. C'est-à-dire un temps de relaxation,  $\tau = Q/f_0 \approx 0,01s$ , beaucoup plus court. Le LER permet donc de travailler à des vitesses d'autant plus élevées et donc permet une acquisition d'image plus rapide. En plus de cela, la conversion déformation-charge dépendante de la géométrie de l'oscillateur, de la géométrie des électrodes et du coefficient de couplage piézoélectrique transverse produite est plus grande pour le LER [42]. On peut donc mesurer des amplitudes plus petites et ainsi augmenter la sensibilité. Cela peut se comprendre au vu de la figure 2.32. Dans ce graphique, des courbes d'approches théoriques dans un potentiel de Lennard-Jones sont représentées pour différentes amplitudes d'oscillations. La courbe noire est la limite pour une amplitude d'oscillation nulle et correspond directement au gradient de force entre la pointe et l'échantillon. Les autres courbes sont obtenues en intégrant cette courbe pour différentes amplitudes d'oscillation.

Un dernier avantage est sa petite taille, elle va nous permettre comme nous le verrons dans le chapitre 3 de coupler des pointes plus fiables et plus robustes à ces capteurs. Le tableau 2.4 résume les différences essentielles entre le diapason à quartz et le LER.

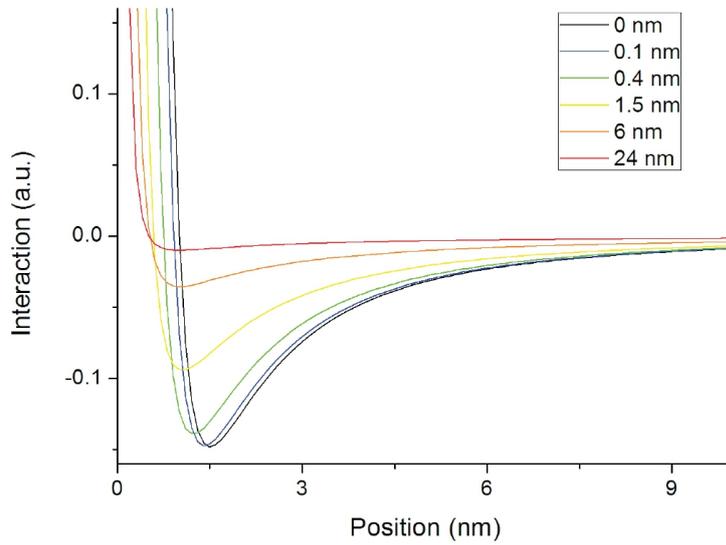


FIGURE 2.32 – Courbes d’approches théoriques pour différentes amplitudes d’oscillation.

	Diapason	LER
Fréquence de résonance	32kHz	1MHz
Facteur de qualité	1000 < $Q$ < 15000	10000 < $Q$ < 15000
Constante de raideur	5kN/m < $k$ < 100kN/m	500kN/m < $k$ < 1000kN/m
Sensibilité	1, 4N/m/Hz	1N/m/Hz
Longueur	quelques mm	centaine de $\mu m$
Temps de relaxation	0.1s < $\tau$ < 1s	0.01s < $\tau$ < 1s
Pointes	non	non

Tableau 2.4 – Comparaison entre le diapason à quartz et le LER

---

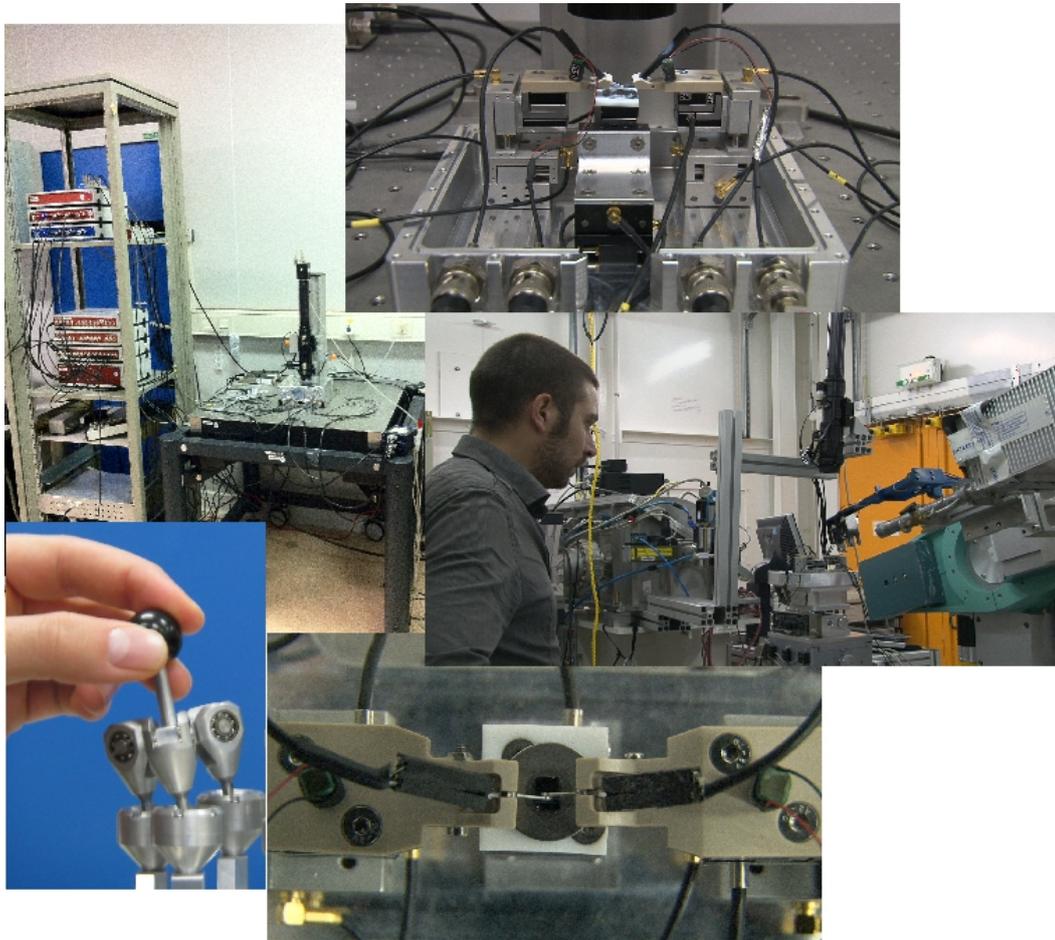
## 2.10 Conclusions

Après un aperçu de différentes techniques de nanomanipulation existantes et devant les contraintes que notre station de nanomanipulation doit surmonter : couplage avec une ligne de lumière synchrotron restreignant drastiquement l'espace disponible ; travail dans divers types d'environnement (air, liquide, gaz) ; nécessité d'un contrôle de la force de préhension, il a donc été décidé de choisir la Microscopie à Force Atomique comme base de notre système. après une description de l'AFM. Une comparaison entre les leviers classiques et deux différents résonateurs à quartz (diapason à quartz et LER) démontre qu'ils peuvent sonder des interactions similaires malgré leur grande constante de raideur. De plus leur nature piézoélectrique nous permet une bonne compacité du système car ils ne nécessitent pas de système de détection externe. Pourtant ces oscillateurs ne sont que les senseurs de l'interaction. Pour localiser les interactions à l'échelle nanométrique il faut coller une pointe sur ces résonateurs. Le chapitre suivant aborde, entre autre, le collage des pointes mais surtout la configuration à donner aux résonateurs et leur pointe associée pour mener à la fois l'imagerie AFM et la préhension.



# Montage de la station de micro/nanomanipulation

---



---

**Sommaire**


---

<b>3.1 Montage et configuration des préhenseurs</b> . . . . .	<b>48</b>
3.1.1 Les sondes AFM basées sur les diapasons . . . . .	48
3.1.2 Les LER . . . . .	56
<b>3.2 Les micro et nanopositionneurs</b> . . . . .	<b>61</b>
3.2.1 Moteurs inertiels : Micropositionnement et pré-alignement . . .	61
3.2.2 Piézoscanners : imagerie et déplacements fins . . . . .	63
<b>3.3 L'électronique de contrôle</b> . . . . .	<b>64</b>
<b>3.4 Configurations d'imagerie et modes opératoires</b> . . . . .	<b>67</b>
<b>3.5 Le système Haptique : TGR ERGOS</b> . . . . .	<b>69</b>
3.5.1 Nanomanipulation assistée haptiquement . . . . .	69
3.5.2 Interface Système haptique ↔ Station de nanomanipulation . .	71
<b>3.6 Conclusions</b> . . . . .	<b>72</b>

---

Ce chapitre est consacré à la description du développement instrumental du nano-manipulateur à "deux-doigts" ainsi que la réflexion associée à sa conception, son pilotage via l'électronique de contrôle et son couplage avec un système à retour de force. À terme ce montage doit être capable d'opérer pendant une analyse par rayons X d'un micro/nano-échantillon, en l'occurrence le montage devra être compatible avec l'environnement d'une ligne de lumière du synchrotron. Cela implique des restrictions quant au choix et à l'imbrication des différents éléments de notre montage, notamment en terme d'encombrement ainsi que dans le choix des sondes. L'électronique de contrôle et le couplage de notre station avec un système à retour de force seront également présentés. Pour faciliter la compréhension du montage lui-même et la démarche qui nous a conduits à sa version actuelle, un schéma complet est présenté figure 3.1. Ensuite chacun des éléments sera introduit et discuté plus en détails.

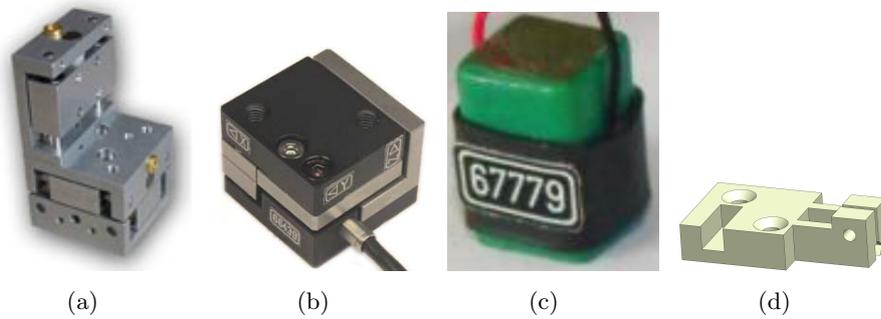
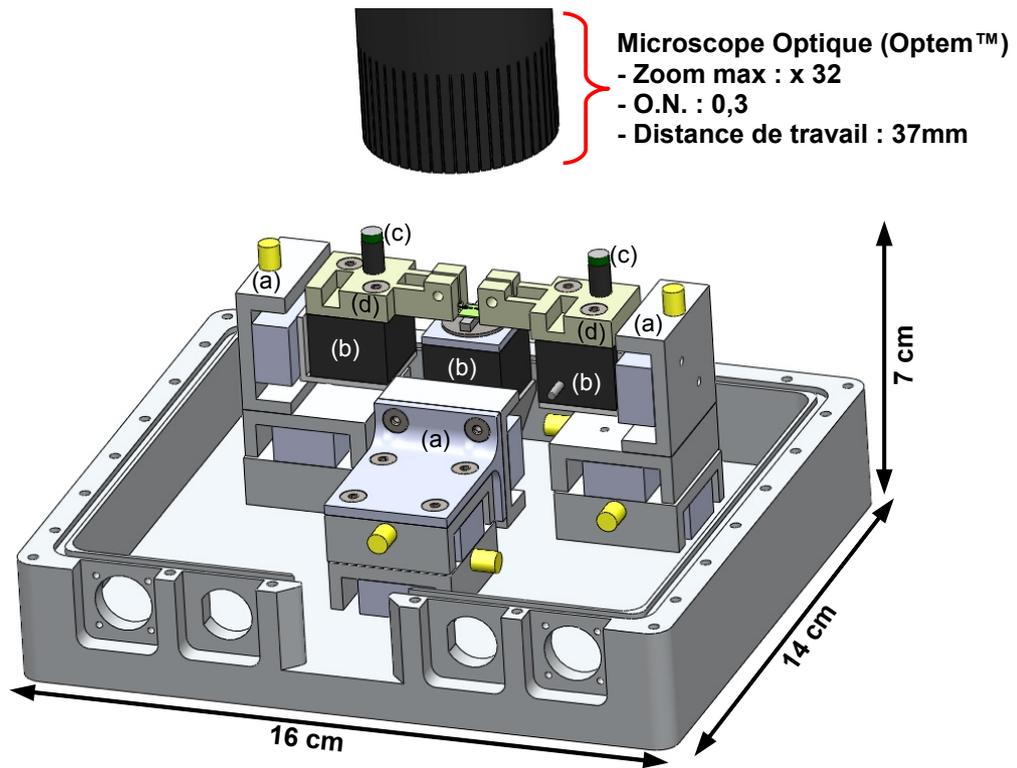


FIGURE 3.1 – Schéma du montage de la station de nanomanipulation. (a) Positionnement grossier : Mechnics®(MS 30). (b) Imagerie et déplacements fins : Piezojena®(Minitritor). (c) Piézo-excitateur. (d) Porte-préhenseurs. Un microscope optique est monté au dessus de la station

### 3.1 Montage et configuration des préhenseurs

Le cœur de notre nanomanipulateur est constitué de deux résonateurs à quartz. Ce type de sonde AFM a déjà été couplé avec succès sur une ligne de lumière synchrotron permettant l'imagerie AFM et l'indentation de micro-plot de Germanium pour mesurer son module d'Young [4]. Ce type de sonde est souvent implémentée dans des montages où s'affranchir d'une détection laser est nécessaire [39]. A ce jour, deux types de résonateurs ont été testés et sont implémentables sur notre station : les diapasons à quartz et les LER.

#### 3.1.1 Les sondes AFM basées sur les diapasons

##### Ouvrir le diapason

A l'achat, le diapason est encapsulé dans un cylindre métallique (Figure 3.2). Il est possible, comme montré dans la figure 3.3 de ne découper qu'une partie de ce cylindre, cela permet entre autre de protéger le diapason des ondes électromagnétiques.



FIGURE 3.2 – Photo du diapason à quartz dans sa capsule.



FIGURE 3.3 – Photographie du diapason. Le cylindre a simplement été coupé au dessus d'un des bras avant de collé une pointe en Tungstène [39]

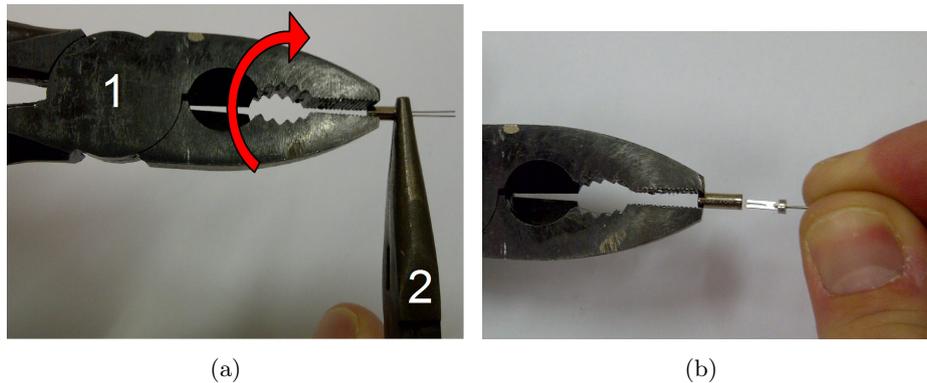


FIGURE 3.4 – Tirer le diapason par ses contacts hors de la capsule : (a) Avec la pince 1, tourner la capsule, la pince 2 restant fixe. Après une dizaine de tour la soudure maintenant la capsule à la bague se casse.(b) Tirer le diapason par ces contacts hors de la capsule.

Seulement, dans cette configuration il nous serait difficile de réaliser la préhension d'un objet, il faudrait coller sur le diapason des pointes assez longues pour qu'elles puissent se rencontrer sans que les deux cylindres entrent en contact. La première chose à faire est donc de le libérer de cette protection sans détériorer le diapason. Une façon simple de libérer le diapason est de briser la bague en céramique à la base de la capsule. Pourtant cette bague est très utile car elle permet de fixer simplement le diapason sur le montage. La méthode utilisée ici est simple, rapide et préserve à la fois le diapason et la bague en céramique. Cette méthode consiste à presser la bague avec une pince tout en effectuant des rotations du cylindre avec une autre pince pour détériorer le frettage entre ces deux éléments et libérer le diapason. Cette méthode est expliquée dans la figure 3.4.

Le diapason est le senseur de l'interaction et la pointe le localisateur de ces interactions, il est maintenant temps de coller la pointe mais laquelle et comment ?

### Quelle pointe pour le diapason ? et de quelle manière ?

Choisir les leviers classiques d'AFM en tant que pointe à coller sur les diapasons peut sembler la solution la plus simple et la plus directe. Néanmoins le montage expérimental nano-manipulateur nécessite deux sondes indépendantes qui doivent pouvoir interagir (figure 3.5).

Outre l'importante différence de taille entre le levier et le diapason (voir figure 2.30) rendant le collage de celui-ci difficile, un problème d'encombrement spatial s'est posé. En effet cela nécessiterait un positionnement très précis sur le diapason pour que les deux pointes puissent se rejoindre sans occasionner une collision entre les deux diapasons. Nous pourrions alors les coller de manière à ce que le levier dépasse largement du diapason, pour permettre la préhension, mais nous perdriions alors l'avantage de la grande constante de raideur du diapason qui évite le "saut au contact".

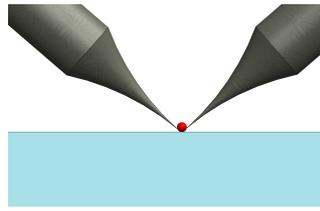


FIGURE 3.5 – Les deux pointes en tungstène doivent pouvoir se rejoindre pour permettre la préhension d’une sphère

### Collage et gravure de la pointe

Le choix de la pointe s’est donc porté sur une pointe en tungstène gravée électrochimiquement. Cette technique et l’utilisation de ces pointes sont d’ailleurs bien maîtrisées par le laboratoire depuis le projet X-TIP (2004-2007), elle comporte deux étapes : le collage et la gravure.

#### La gravure

Un ensemble de techniques de fabrication par gravure de pointe fine a été répertorié par A. Melmed [43]. Une technique simple de gravure électrochimique appelée *”lamellae dropoff technique”* consiste à utiliser une électrode circulaire, une bague, comme une cathode. Une goutte de NaOH ou de KOH dans la bague crée une cellule électrolytique dans laquelle le fil de tungstène est gravé. Le schéma de base de cette technique est représenté figure 3.6.

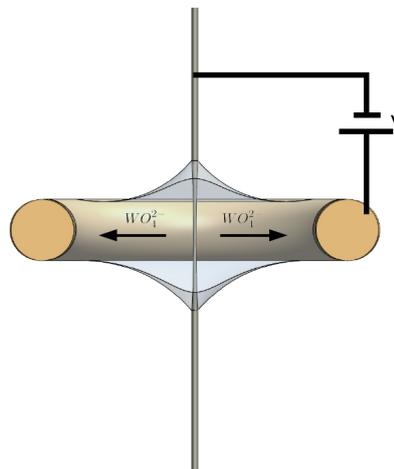
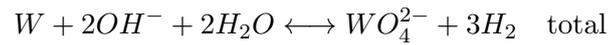
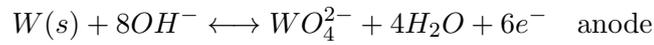
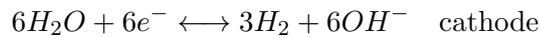


FIGURE 3.6 – Schéma de principe de la technique *”lamellae dropoff”*

Pour la gravure, une tension continue (7 à 12V) est appliquée entre les électrodes. L’électrode où la gravure s’effectue étant la cathode. Un courant de quelques  $mA$  induit alors la réaction chimique suivante :



Lorsque le fil est suffisamment fin la partie inférieure du tungstène tombe sous son propre poids. Si la gravure est effectuée avec une seule bague, la partie supérieure du fil de tungstène continue d'être gravée une fois la partie inférieure tombée tant que le courant n'est pas coupé. Ce temps supplémentaire de gravure peut être utile si on souhaite obtenir une pointe avec un rayon de courbure de l'ordre du micromètre. Sinon le rayon de courbure typique est plus petit que  $100nm$ . Pour éviter de devoir couper le courant une fois la partie inférieure tombée, le montage utilisé pour la gravure des pointes se compose de deux bagues. Le schéma expérimental est illustré figure 3.7.

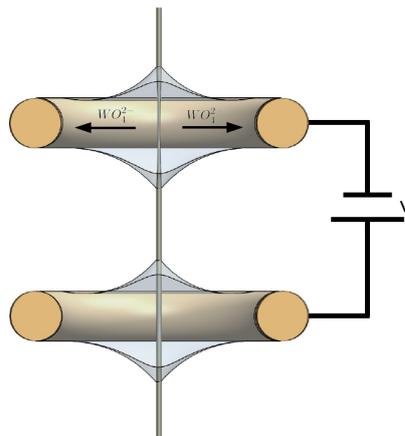


FIGURE 3.7 – Schéma de la gravure avec deux bagues

De cette manière le circuit électrique s'ouvre dès que le fil tombe et la réaction s'arrête automatiquement.

### Positionnement de la pointe sur le diapason

Dans le cadre la microscopie à force atomique classique, la pointe en tungstène est collée sur le diapason parallèlement à son mode de vibration et le diapason est positionné perpendiculairement à la surface comme sur la figure 3.8 . Dans notre cas, cela n'est pas envisageable car les pointes doivent pouvoir s'approcher à une distance proche de la dimension de l'objet à attraper soit la centaine de nanomètres (figure 3.5).

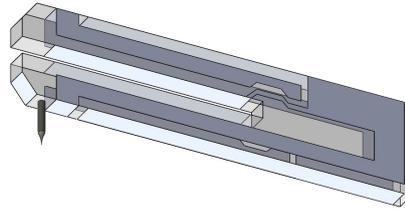


FIGURE 3.8 – Pointe collée de manière traditionnelle : parallèlement au mode de vibration du diapason.

Une solution possible aurait été de coller les pointes de façon à ce qu'elles dépassent par l'avant des diapasons. La longueur totale du fil de tungstène à coller de cette configuration devient trop importante, ajoutant trop de masse au diapason, il diminue drastiquement son facteur de qualité en désymétrisant trop ses deux bras [44]. Pour coller le plus court fil de tungstène possible, permettant aux pointes de se toucher, il faudrait que la pointe fasse avec l'échantillon un angle si faible que la convolution entre la pointe et la topographie de l'échantillon deviendrait insurmontable (figure 3.9).

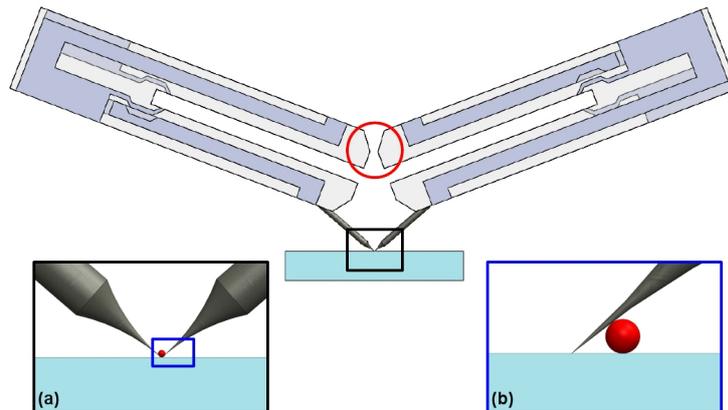


FIGURE 3.9 – Pointe collée parallèlement au diapason et permettant la préhension.

La longueur du fil de tungstène nécessaire pour que les diapasons ne se rencontrent pas (cercle rouge) avant la préhension (a) détériore la sensibilité. (b) L'angle entre l'échantillon et la pointe crée une sorte de convolution pointe-objet lors de l'imagerie.

Une première solution consiste à coller la pointe de manière classique mais d'incliner les diapasons sur le montage de telle façon que les pointes puissent se rencontrer comme sur la figure 3.10. Cette méthode est simple et directe. Pourtant le fait que les diapasons fassent un angle avec la surface nous rend moins sensible aux interactions car la mesure se fait toujours dans la direction de vibration mais la régulation de l'interaction se fait traditionnellement dans la direction verticale, une

composante de l'interaction est donc perdue dans cette configuration.

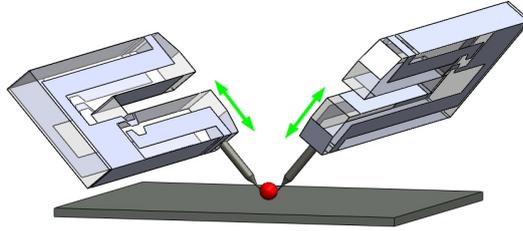


FIGURE 3.10 – Dans cette configuration la pointe est collée de manière classique sur les diapasons, ceux-ci sont inclinés pour permettre aux pointes de se rencontrer. La flèche verte représente la direction de vibration des diapasons.

Il a finalement été décidé d'incliner la pointe sur le diapason pour que la direction de vibration soit parallèle à la direction dans laquelle l'interaction est réglée ( $Z$ ) et ainsi conserver toute sa sensibilité. On peut alors choisir de faire vibrer le diapason dans son mode parallèle ou perpendiculaire avec une pointe collée avec un angle identique sur le bras du diapason voir figure 3.11.

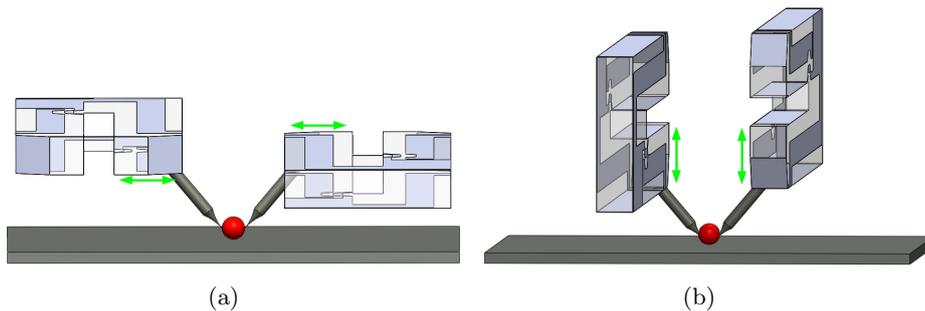


FIGURE 3.11 – Pointe collée sur le diapason de manière à ce que le mode de vibration du diapason soit a) parallèle à la préhension b) parallèle à l'interaction avec la surface.

La photo, figure 3.12, montre l'angle avec lequel est collée la pointe, habituellement de l'ordre de  $150^\circ$  afin de minimiser la taille totale du fil de tungstène collé ainsi que l'angle créé par la pointe et l'échantillon.

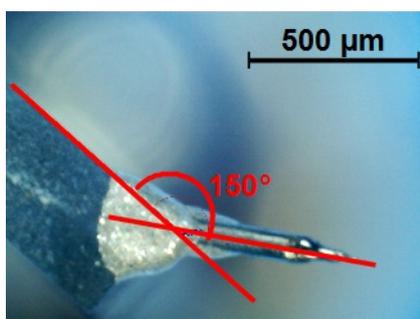


FIGURE 3.12 – Pointe en tungstène collée sur un des bras du diapason à quartz, l'angle entre la pointe et le bras du diapason est proche de  $150^\circ$ .

### 3.1.1.1 Points faibles des pointes tungstène

La figure 3.13 présente différents résultats lors de la gravure d'un fil de tungstène par la méthode détaillée précédemment. L'image MEB (a) figure 3.13 représente une gravure qui s'est faite de façon optimale, c'est-à-dire que le fil s'est rompu en une seule fois, créant une pointe dont l'apex, inférieur à  $50nm$ , est idéal pour l'imagerie AFM. La pointe (b) figure 3.13 présente une double gravure, le ménisque créé par la solution d'hydroxyde de potassium sur le fil de tungstène a cédé avant que la première gravure soit totalement achevée créant ainsi un point de fragilité. Quant à la dernière pointe présentée, elle a subi des dommages dus à un choc mécanique à la suite de la gravure la rendant inutilisable.

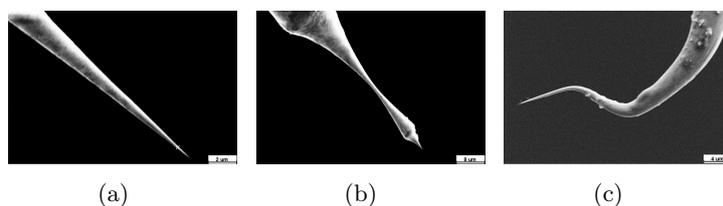


FIGURE 3.13 – Images MEB de fils de tungstène gravés électrochimiquement. a) Gravure idéale recherchée. b) double gravure. c) Pointe abîmée avant toute utilisation

Même si la gravure est idéale, la configuration inclinée de la pointe par rapport à l'échantillon, crée, de par le rapport d'aspect particulier de ces pointes, un problème lors de l'imagerie d'objet sphérique. Lorsque la pointe va entrer en contact avec la sphère, l'apex de pointe sera en réalité en dessous de l'objet (figure 3.14).

La régulation de l'interaction va donc relever la pointe pour maintenir constante l'interaction. Cela peut entraîner un déplacement incontrôlé de l'objet et donc rendre impossible son imagerie (voir figure 3.15).

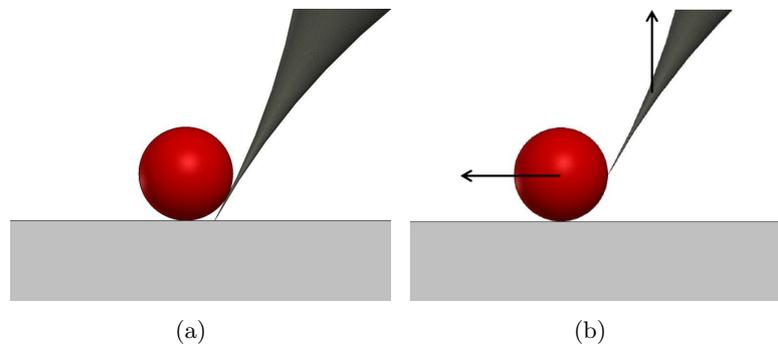


FIGURE 3.14 – (a) Le bout de la pointe en tungstène est en-dessous de la sphère lorsqu'elle entre en interaction avec celle-ci. (b) La régulation de l'interaction tendant à remonter la pointe pousse la sphère vers l'avant. voir figure 3.15)

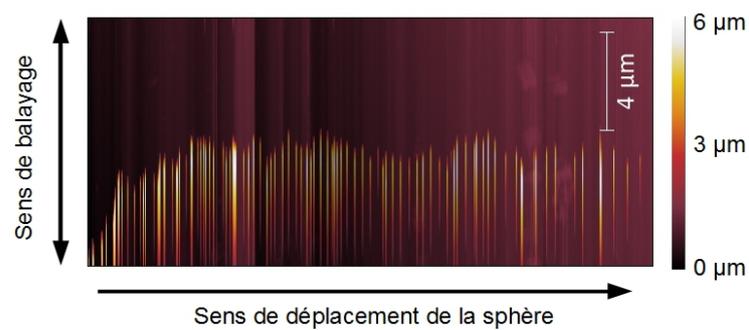


FIGURE 3.15 – Image AFM d'un substrat de Silicium. L'imagerie induit le déplacement de la microsphère ( $3\mu\text{m}$  de diamètre). Le balayage débute par la gauche de l'image, la sphère est déplacée vers la droite de l'image à chaque fois que la régulation remonte la pointe (traits horizontaux).

La raideur effective de ces pointes est également faible : Pour une pointe de  $10\mu\text{m}$  de diamètre et de  $300\mu\text{m}$  de long, la raideur est de  $22\text{N/m}$ . Cela peut entraîner des déflexions latérales qui vont perturber la mesure. La faible constante de raideur de ces pointes s'est d'ailleurs manifestée lors de retraits rapides de la pointe près de la surface. A cause de l'inertie de la pointe et de son inclinaison, lors d'un retrait rapide, son apex va venir percuter la surface, s'endommageant de manière irréversible. Ce problème apparaît seulement si le retrait s'effectue avec le scanner de la pointe et n'est bien sûr plus présent si le retrait s'effectue avec le scanner de l'échantillon ou bien plus lentement.

Malgré ces limitations, des images et des manipulations ont pu être menées avec ce type de sondes comme nous le verrons dans le chapitre 4.

### 3.1.2 Les LER

Contrairement aux diapasons, les LER (voir section 2.8) sont vendus sous forme de WAFER. Il n'y a donc pas d'étape de décapsulation pour y accéder. Néanmoins ils ne sont pas fournis avec des contacts électriques aussi simples d'accès que les fiches encastrées dans la bague avec laquelle le diapason est fourni. Pour préserver la versatilité du montage et permettre de passer de l'un à l'autre des résonateurs il a été décidé de se servir de ce qui fonctionnait déjà bien pour les diapasons : la bague en céramique et les deux fiches. Le LER est fixé sur la même bague que le diapason, le porte-préhenseur dédié à fixer le diapason (figure 3.16) sur le scanner piézoélectrique reste ainsi compatible.

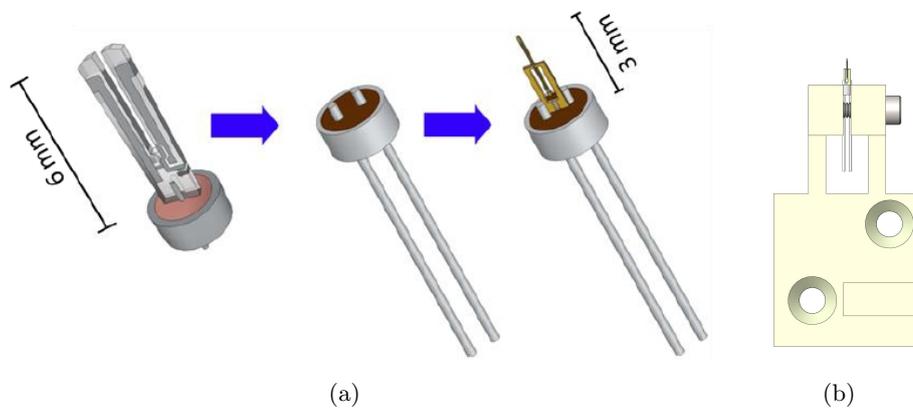


FIGURE 3.16 – (a) Après que le diapason à quartz lui-même est extrait de la bague, le LER est fixé aux fiches par de la colle à l'argent assurant un contact conducteur entre les fiches et les électrodes du diapason. (b) Porte-préhenseur compatible avec les diapasons à quartz et les LER.

Les petites dimensions du LER par rapport au diapason vont nous permettre d'y coller, non plus une pointe en tungstène, mais un levier AFM standard. Les techniques de microfabrication de ces pointes étant largement répandues, leur utilisation permet de s'affranchir du problème de reproductibilité exposé auparavant avec les

pointes en tungstène. Néanmoins, avec des leviers classiques comme ceux présentés figure 2.20(a), c'est-à-dire avec la pointe conique pointant perpendiculairement au levier, il nous serait totalement impossible de permettre à la fois une imagerie et la préhension comme le montre la figure 3.17. C'est pourquoi notre attention s'est portée sur des leviers avec des pointes protubérantes comme celles utilisées par S. Régnier [15] et présentées 2.20(b). Ce type de pointes pourrait résoudre en partie le problème de géométrie.

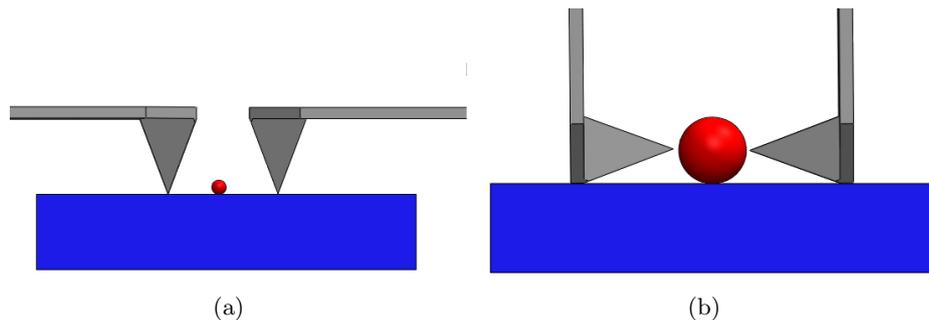


FIGURE 3.17 – (a) Deux leviers AFM classiques imagent la surface. Dans cette configuration la préhension ne peut pas se faire de manière contrôlée. (b) Deux leviers AFM attrapent une sphère. Dans cette configuration l'imagerie ne peut pas se faire de manière optimale.

Seulement en partie car comme précédemment avec le diapason, le LER ne sera pas placé de manière classique dans laquelle le mode de vibration est perpendiculaire à la surface. La bague sur laquelle le LER est collé nous obligerait à coller un levier qui dépasserait d'au moins le rayon de cette bague pour que les deux pointes se rencontrent. C'est pourquoi les LER sont positionnés parallèlement à la surface et le levier collé perpendiculairement au mode de vibration comme le montre la figure 3.18

Bien que dans cette configuration le mode de vibration du LER soit parallèle à la surface il nous est possible d'imager un échantillon. L'imagerie se fait alors dans un mode hybride "shear-force" $\leftrightarrow$ "Tapping mode" La figure 3.19 est une image AFM réalisée dans cette configuration.

On va donc être capable d'imager la surface et également de réaliser la préhension dans de bonnes conditions. Outre la reproductibilité accrue des pointes que l'on peut utiliser avec le LER, la configuration de travail choisie peut, dans certains cas, permettre d'accéder non plus seulement au gradient de la force comme avec le diapason mais également à la force appliquée à l'objet.

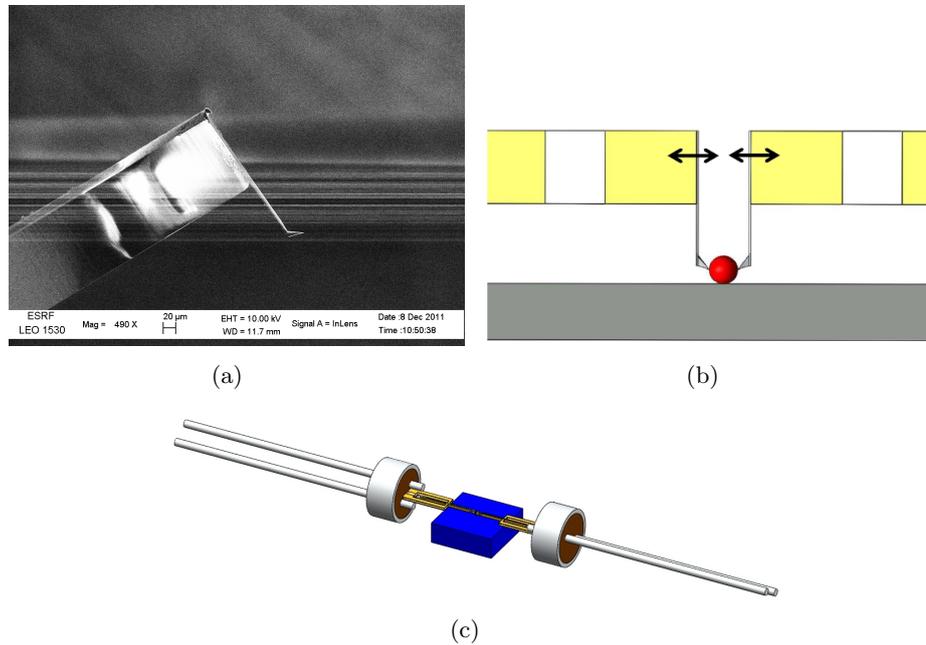


FIGURE 3.18 – (a) Image MEB du levier avec la pointe protubérante collée sur le LER. (b) La direction de vibration des LER (flèches noires) est perpendiculaire à la surface. (c) L'espace de travail en bleu est limité ( $3\text{mm} * 3\text{mm}$ ) pour éviter le contact entre le substrat et les bagues.

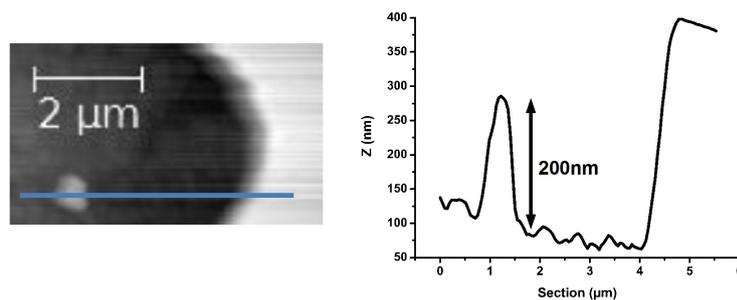


FIGURE 3.19 – Image AFM d'une sphère de  $200\text{nm}$  de diamètre déposée sur un réseau de calibration en Silicium réalisée avec un LER dont l'oscillation est parallèle à la surface.

### Comment mesurer la force avec le LER ?

Dans le cas particulier d'un **objet dur**, c'est-à-dire qu'il ne subit pas de déformation, la force appliquée par le LER s'obtient en mesurant simplement le déplacement  $x$  du scanner. Lorsque le contact entre la pointe et l'échantillon est établi et mesuré par le LER via un décalage en fréquence positif, la seule déformation qui apparaît dans le système est la déflexion du levier. Ainsi en connaissant à priori la constante de raideur effective  $k_{levier}$  du levier collé sur le LER et le déplacement  $x$  du scanner une fois le contact établi, on peut remonter à une mesure de force via la relation  $F = k_{levier} \cdot x$ . La figure 3.20 schématise le principe de cette mesure.

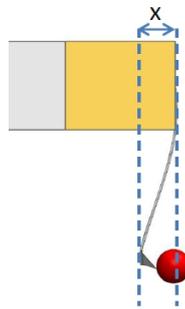


FIGURE 3.20 – Schéma de principe de la mesure de la force appliquée à l'objet.

### Le diapason à quartz face au LER dans la pratique

**Pointes** Nous verrons dans le chapitre 4, que chacun des préhenseurs réalisés avec les diapasons à quartz et le LER a donné des résultats. Néanmoins la fragilité des pointes en tungstène liée à leur souplesse et tous les problèmes sus-mentionnés (fragilité, faible constante de raideur...) font que le LER s'est avéré plus performant sur ce point. Comme nous collons des pointes AFM classiques sur les LER, on s'affranchit des problèmes de reproductibilité et de fragilité. De plus nous pouvons également avoir accès, dans certains cas, à la force appliquée à l'objet et plus seulement au gradient de la force. Néanmoins la configuration des LER sur le montage diminue la taille possible du substrat utilisable. La figure 3.18 (c) montre que les bagues sur lesquelles les LER sont attachés limitent l'espace de travail. C'est un compromis que nous avons été contraint d'accepter.

**Excitation et détection du signal** Lorsque ces oscillateurs vibrent, les contraintes créent une polarisation à l'intérieur du quartz. Cette polarisation produit un courant alternatif. La mesure de ce courant nous informe sur le mouvement du résonateur. Le courant mesuré n'est pas seulement dû aux vibrations ; en plus de ce courant il peut exister un courant proportionnel à l'excitation appliquée aux contacts du diapason dans le cas d'une excitation électrique ou même dans le cas

d'une excitation mécanique, due aux champs électromagnétiques générés par l'élément piézoélectrique utilisé pour exciter le diapason ou le LER. C'est pourquoi une attention particulière doit être accordée pour isoler le plus possible l'oscillateur à quartz des champs électromagnétiques extérieurs, en particulier ceux à des fréquences proches de la fréquence de résonance. C'est pourquoi les câbles reliant l'oscillateur à l'amplificateur doivent être les plus courts possibles.

**Diapason à quartz** Le diapason à quartz peut être excité mécaniquement en faisant vibrer le point sur lequel le diapason est attaché : concrètement un piezo-excitateur collé sur le porte-préhenseur, sur lequel est appliquée une tension sinusoïdale. Pour récupérer le signal du diapason nous avons utilisé un amplificateur commercial *femto* dont le gain d'amplification est paramétrable. Nous avons choisi un gain de  $10^7 \Omega$  qui, expérimentalement, permet le meilleur rapport signal sur bruit autour de  $30 kHz$ . Si l'excitation du diapason est mécanique, alors le montage pour la détection du signal est aussi simple que présenté dans la figure 3.21



FIGURE 3.21 – Montage pour la mesure du déplacement des bras du diapason.

**LER** De la même manière, il est possible d'exciter mécaniquement les LER avec un piézo-excitateur et de récupérer son signal avec le même amplificateur. Seulement pour rester compatible avec les porte-préhenseurs, la vibration créée par le piézo-excitateur sera perpendiculaire au mode de vibration du LER, ce qui va rendre l'excitation beaucoup moins efficace. Cette baisse d'efficacité se traduit par une plus grande contribution des excitations électro-magnétiques extérieures qui vont distordre la courbe de résonance.

Pour pallier ce problème nous avons donc décidé d'exciter les LER électriquement. Ce type d'excitation a un désavantage comparé à l'excitation mécanique car les contacts électriques du LER agissent comme une capacité. Lorsqu'une tension est appliquée entre les contacts, un courant  $i_c$  existe que le LER soit à sa résonance ou non. Quand le LER résonne, un courant  $i_{osc}$  est généré. Ces deux courants s'ajoutent pour produire un courant résultant  $i = i_c + i_{osc}$ . La phase de ce courant dépend de la phase des courants et crée une distorsion de la courbe de résonance (figure 3.22). Pour compenser cela, un circuit électrique particulier est nécessaire ; La compensation est alors faite en injectant dans le circuit un courant d'intensité égale à  $i_c$ . Alors le courant résultant est  $i_{osc}$ . La courbe de résonance est alors symétrique (figure 3.23) C'est le rôle joué par l'amplificateur (figures C.1 et C.2 dans

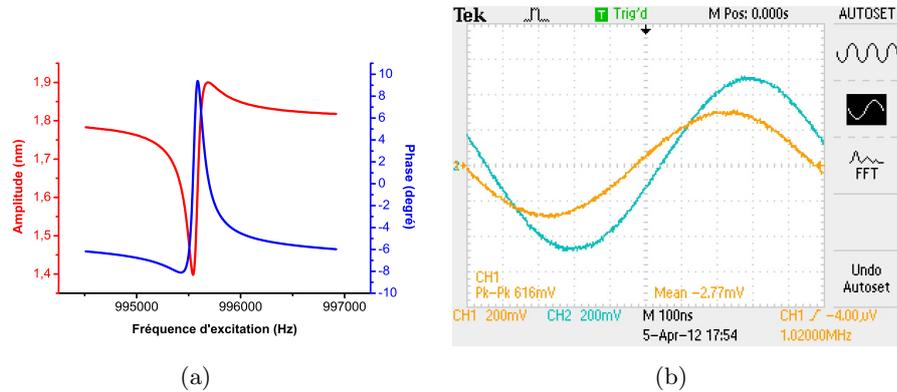


FIGURE 3.22 – (a) Courbe de résonance obtenue avant que le courant capacitif ne soit supprimé (b). Sur l’oscilloscope, la courbe jaune représente le signal brut mesuré et la courbe bleue représente le signal de compensation.

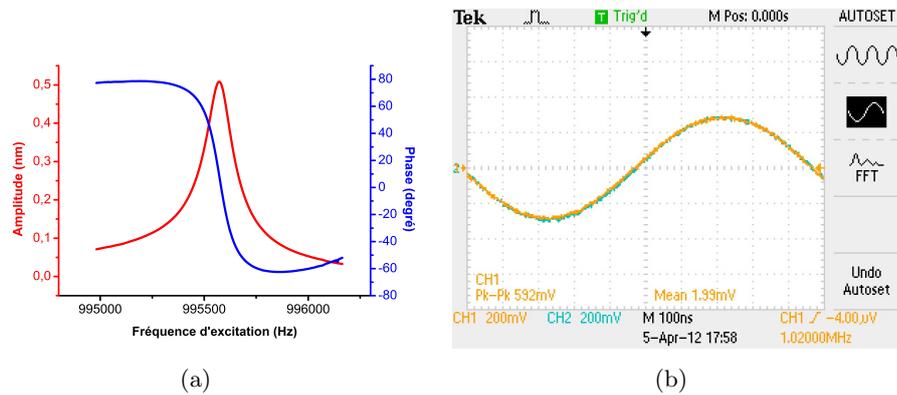


FIGURE 3.23 – (a) Courbe de résonance obtenue après que le courant capacitif a été supprimé (b). Sur l’oscilloscope, la courbe jaune représente le signal brut mesuré et la courbe bleue représente le signal de compensation.

l’annexe C) fabriqué à l’Institut Néel et dédié spécialement à l’excitation électrique des LER.

## 3.2 Les micro et nanositionneurs

Le positionnement de chacune des pointes l’une par rapport à l’autre ainsi que par rapport à l’échantillon impose deux types de micro/nanositionnement : un à l’échelle milli/micrométrique et un à l’échelle micro/nanométrique.

### 3.2.1 Moteurs inertiels : Micropositionnement et pré-alignement

Pour contrôler le positionnement grossier des deux sondes AFM et de l’échantillon nous avons choisi des moteurs inertiels. Ces moteurs se composent d’un bloc

mobile relié à un cadre fixe par une céramique piézoélectrique et un barreau avec qui il forme une liaison glissière (figure 3.24). Le fonctionnement simplifié se décompose principalement selon deux phases :

- Phase de déplacement : le frottement solide entre le plateau mobile et le barreau assure leur adhésion. Le bloc accompagne l'extension de la céramique piézoélectrique.
- Phase de glissement : La céramique piézoélectrique se rétracte brusquement. Il en résulte le glissement du bloc mobile sur le guide : la position du plateau reste alors quasiment inchangée durant cette phase.

Sur le montage ont été utilisés des moteurs inertiels de marque Mechnics®(MS 30) dont le déplacement maximal est de  $8mm$  avec des pas de  $\approx 30nm$ . Ces moteurs ont l'avantage d'être robustes, simples d'assemblage et d'utilisation. De plus le laboratoire avait déjà avant mon arrivée une bonne connaissance de ces moteurs. Néanmoins l'utilisation de ces moteurs peut poser quelques soucis pratiques tels que le bruit occasionné par le système "stick and slip" introduisant du bruit dans la détection piézoélectrique des diapasons comme le montre le graphique figure 3.25. Notons ici que les LER sont beaucoup moins sensibles à ces instabilités à cause de leur constante de raideur 20 fois plus élevée . De plus la reproductibilité des déplacements est peu fiable car une moyenne de 10% des pas souhaités ne sont pas effectifs. Maintenant, des moteurs inertiels beaucoup plus silencieux et plus précis existent tels que ceux proposés par la société SmarAct.

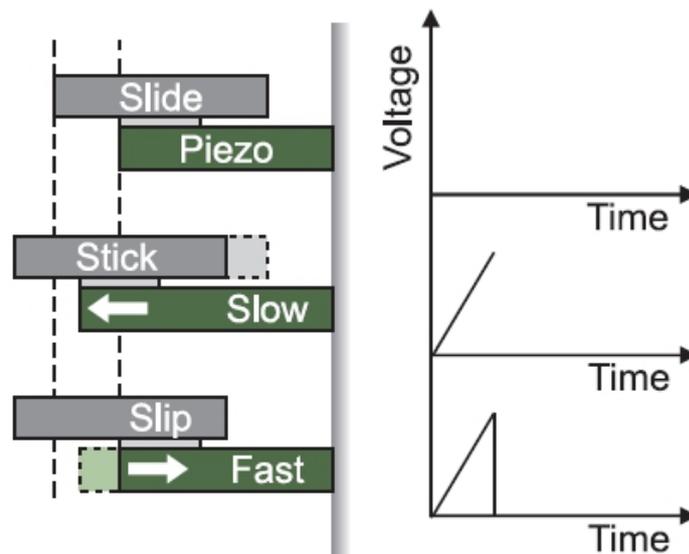


FIGURE 3.24 – Phases de fonctionnement du moteur inertiel. (image catalogue Smaract)

Les moteurs Mechnics®s'avèrent donc bien adaptés pour un pré-positionnement mais ils doivent être arrêtés lorsque les préhenseurs sont actifs.

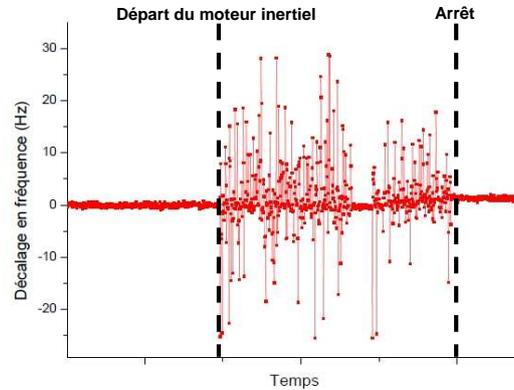


FIGURE 3.25 – Bruit de fréquence : La mesure du décalage en fréquence du diapason à quartz à travers la boucle à verrouillage de phase (PLL) est perturbée lorsque les moteurs inertiels sont activés.

### 3.2.2 Piézoscanners : imagerie et déplacements fins

Pour le nanositionnement et l'imagerie AFM, il est nécessaire d'utiliser des éléments piézoélectriques. En AFM et spécialement en STM il est communément utilisé les tubes piézoélectriques dont l'avantage est qu'un seul élément piézoélectrique effectue les trois mouvements X, Y et Z. Néanmoins les connexions et le contrôle de ces systèmes peuvent devenir compliqués et comme tous les axes sont couplés certains artefacts peuvent apparaître lors de l'imagerie, nécessitant un traitement logiciel après acquisition ou un algorithme spécial durant le balayage. Le scanner XYZ peut aussi être constitué du montage de trois éléments piézoélectriques sur une pièce mécanique intégrée. C'est ce type de scanner, de marque Piezोजना®, qui est utilisé sur notre montage. La principale raison est leur simplicité et leur plus grande course de déplacement, dans notre cas  $38\mu m$  en boucle ouverte. Le choix de scanner en boucle ouverte a été motivé par l'encombrement supplémentaire dû au système de contrôle en boucle fermée. Un des désavantages par rapport au piezo-tube est que l'interdépendance des axes amplifie le bruit. De plus un piezoscanner avec une course de  $38\mu m$  en Z est peut être un peu grand. En effet, à tension égale, on gagne en course de déplacement ce que l'on perd en précision et en stabilité. Une solution envisageable serait d'utiliser un scanner avec une course plus petite, typiquement d'une dizaine de micromètres. Pour ne pas perdre notre champ d'action pour la manipulation, il serait alors préférable de découpler les axes X et Y de l'axe Z, une petite course en Z, moins d'une dizaine de micromètres, pour permettre une meilleure résolution en imagerie et une course moyenne en X et Y,

typiquement  $20\mu m$ , pour préserver notre champ d'action. La nature piézoélectrique de ces scanners entraîne deux inconvénients majeurs : l'hystérésis peut causer une déviation supérieure à 10% par rapport à la distance réellement parcourue. Le matériau piézoélectrique peut encore se mouvoir quelques secondes après que la rampe en tension est terminée, cela s'appelle le "creep". Dans l'annexe D les performances des piézoscanner utilisés sur notre montage sont présentées.

### 3.3 L'électronique de contrôle

L'électronique de contrôle utilisée avec notre station de manipulation est l'électronique commerciale *Specs Nanonis*. Son application est dédiée à toutes les formes de microscopie à champ proche.

Elle se compose de deux modules principaux :

1. le module *Control System base* constitué d'un OS Temps-Réel et d'une carte d'acquisition FPGA de NATIONAL INSTRUMENTS. L'OS Temps-Réel est connecté via une communication TCP/IP à l'ordinateur hôte depuis lequel l'utilisateur peut lancer le logiciel de commande. Ce module réalise un grand nombre de fonctions pour le contrôle de la position de la pointe AFM comme par exemple effectuer une courbe d'approche-retrait, balayer une ligne 1D ou une image 2D, etc... C'est dans ce module que se trouvent les gains Proportionnel et Intégral de la boucle de contre-réaction qui asservit la hauteur  $Z$  des pointes ou de l'échantillon.
2. le module *Oscillation Controller (OC4)* a pour fonction l'analyse des réponses d'un oscillateur pour la mesure de phénomènes physiques. Sa tâche est donc d'exciter et d'analyser le signal retour du diapason. Ce module mesure alors la variation d'amplitude, de phase ou même de fréquence (grâce à l'utilisation d'une PLL, voir ci-après) de l'oscillateur, ces variations étant proportionnelles au gradient de force de l'interaction pointe-surface (voir chapitre 2).

#### 3.3.0.1 Le module de contrôle des résonateurs (OC4)

Il se compose d'une carte d'acquisition FPGA NATIONAL INSTRUMENTS (cf figure 3.26) et d'une interface analogique. Une des sorties analogiques (nommée *Output*) de la carte génère le signal d'excitation  $V_{exc}(t)$  de l'oscillateur et une entrée analogique (nommée *Input*) acquiert le signal retour  $V(t)$  du diapason (après amplification et conversion courant/tension). D'autres sorties analogiques permettent de lire les signaux calculés par le FPGA comme le signal d'amplitude, de phase ou encore de fréquence.

La carte FPGA réalise les fonctions suivantes :

**Le comparateur de phase** Le comparateur de phase, qui se trouve implicitement dans la fonction Lock-in du schéma (3.26), est un système très courant dans

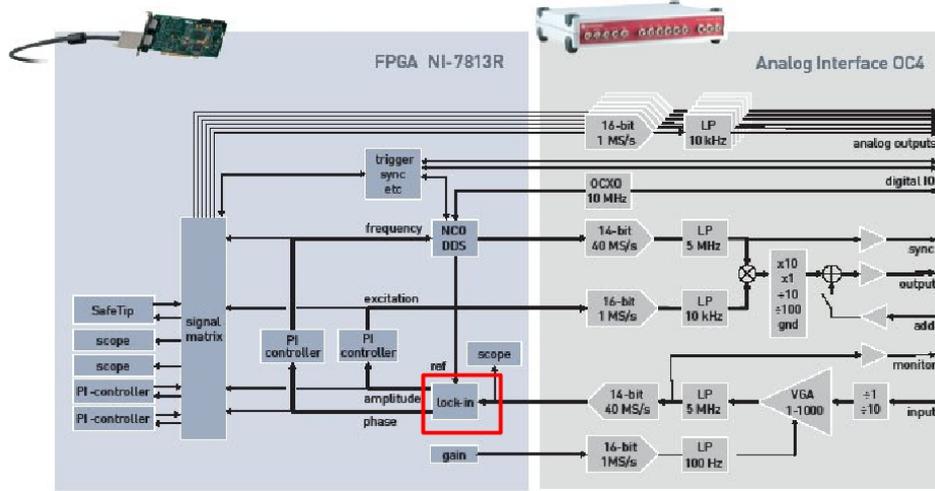


FIGURE 3.26 – Schéma du module OC4 de l'électronique Nanonis (extrait du datasheet)

de nombreuses applications telles que les télécommunications, les systèmes d'asservissement mécanique ou bien pour la démodulation.

Il est constitué d'un *mélangeur* suivi d'un filtre passe bas. Le mélangeur est le plus souvent un multiplieur calculant le produit entre un signal de mesure  $x_i(t)$  et un signal de référence  $x_r(t)$ . Si nous considérons deux signaux sinusoïdaux, le produit est de la forme suivante :

$$x_{ir} = A_i A_r \sin(\omega_i t + \phi_i) \sin(\omega_r t + \phi_r) \quad (3.1)$$

qui devient, après linéarisation :

$$x_{ir} = \frac{A_i A_r}{2} [\cos((\omega_i - \omega_r) t + \phi_i - \phi_r) - \cos((\omega_i + \omega_r) t + \phi_i + \phi_r)] \quad (3.2)$$

Le filtre passe-bas supprime la seconde composante, nous laissant le signal :

$$x_{ir} = \frac{A_i A_r}{2} \cos((\omega_i - \omega_r) t + \phi_i - \phi_r) \quad (3.3)$$

**Lock-in (Amplifier)** Un "Lock-in amplifieur" simple a la même fonction que le comparateur de phase avec pour entrées, le signal de référence et le signal à mesurer. Dans notre cas, le signal de référence est le signal d'excitation, et le signal à mesurer, le signal provenant du diapason. Le signal du diapason possédant la même fréquence que l'excitation, la sortie du comparateur de phase est de la forme :

$$x_{o1} = \frac{A_i A_r}{2} \cos(\phi_i - \phi_r) \quad (3.4)$$

Le Lock-in peut comporter une deuxième voie, effectuant le même calcul mais pour le signal de référence décalé de  $\pi/2$ , donnant la réponse suivante :

$$x_{o2} = \frac{A_i A_r}{2} \sin(\phi_i - \phi_r) \quad (3.5)$$

Il est alors possible de calculer l'amplitude et la différence de phase du signal étudié à partir des deux signaux  $x_{o1}$  et  $x_{o2}$  :

$$X_o = \sqrt{x_{o1}^2 + x_{o2}^2} = \frac{A_i A_r}{2} \quad (3.6)$$

$$\phi_o = \arctan \frac{x_{o1}}{x_{o2}} = \phi_i - \phi_r \quad (3.7)$$

**Les gains Proportionnel et Intégral** Le module OC4 possède deux contrôleurs PI pour asservir l'amplitude et le déphasage de l'excitation du diapason. Leur fonction de transfert avec la transformée de Laplace est (figure 3.27) :

$$C(s) = \frac{1 + K T_i s}{T_i s} = \frac{1 + T_n s}{T_i s} \quad (3.8)$$

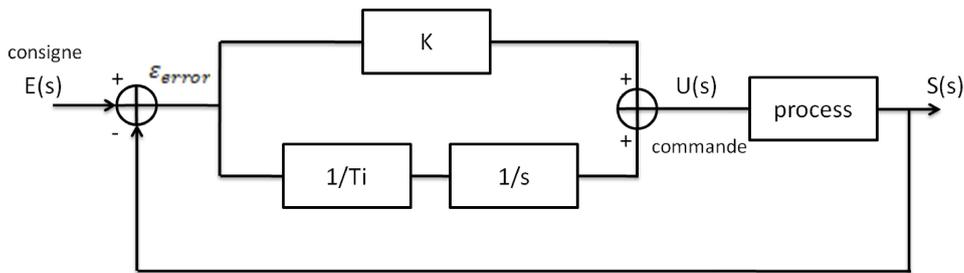


FIGURE 3.27 – Schéma bloc du contrôleur proportionnel-intégral (architecture parallèle)

**Oscillateur Contrôlé par entrée digitale - NCO DDS** L'oscillateur contrôlé (NCO) permet de générer un signal périodique dont la fréquence dépend du signal d'entrée, ici un signal numérique. Ce système est très souvent couplé avec une PLL (voir le paragraphe suivant).

**Phase Locked Loop - PLL** Une boucle à verrouillage de phase (ou phase locked loop en anglais) est un montage électronique permettant de générer un signal dont la différence de phase avec un signal de "référence" est fixe.

Ce signal de référence est pour nous le signal du diapason, le signal généré est le signal d'excitation du piézo excitateur. La PLL se compose de tous les éléments précédemment cités, comme l'illustre la figure 3.28.

Le comparateur de phase nous fournit le déphasage entre le signal provenant du NCO, utilisé pour l'excitation du diapason, et la réponse de ce dernier. Nous choisissons un déphasage de consigne à appliquer entre les signaux. Lorsque la pointe

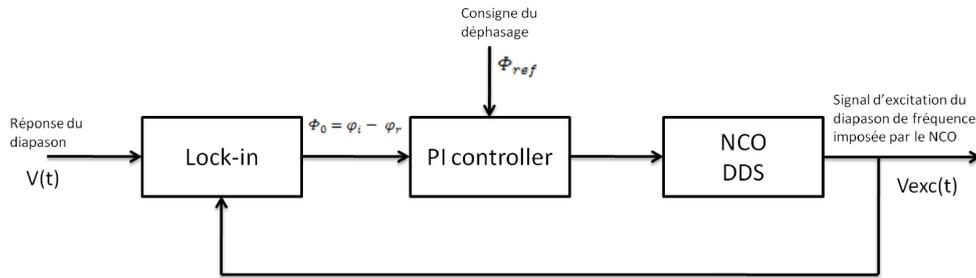


FIGURE 3.28 – Schéma bloc du montage de la PLL

interagit avec la surface, la fréquence propre du diapason est modifiée, et le déphasage avec l'excitation également. Le PI impose alors au NCO de modifier la fréquence d'excitation pour maintenir le déphasage égal à la consigne.

Le gradient de la force d'interaction n'est alors plus proportionnel à la variation de phase restée fixe mais à la variation de fréquence (pour un modèle de PLL linéaire). Ce système permet, tout particulièrement, de supprimer le domaine de saturation que l'on observe en mesurant la variation de phase seule. En effet, la phase ne possède un comportement linéaire qu'au voisinage de la fréquence de résonance. En effet sans PLL et si on se place à la résonance, la phase va diminuer ou augmenter respectivement pour des interactions attractives et répulsives. Lorsque la phase aura varié de  $90^\circ$ , il ne sera plus possible de mesurer un décalage de phase supérieur même si la fréquence de résonance totale continue d'augmenter ou de diminuer. Ce domaine est d'autant plus étroit que le facteur de qualité est grand, ce qui est le cas pour nos deux oscillateurs à quartz, diapason et LER.

### 3.4 Configurations d'imagerie et modes opératoires

Pour comprendre la suite et notamment le chapitre 4, il est important de décrire les différentes configurations possibles pour le balayage que permet ce montage. Idéalement pour contrôler de manière optimale les trois éléments du nanomanipulateur, l'échantillon et les deux pointes, il faudrait disposer d'un module de balayage ("Scan Control" dans l'électronique Nanonis) qui contrôle la taille de l'image, la vitesse de balayage et permet un positionnement latéral précis, pour chacun d'eux. De plus pour contrôler à la fois les interactions entre les pointes et l'échantillon lors de l'imagerie et lors de la préhension, il nous faudrait au total quatre modules de contrôle Proportionnel-Intégral : Pour chaque pointe, un "PI" pour l'imagerie (régulation de l'interaction classiquement suivant la direction  $Z$ ) et un "PI" pour la préhension (régulation de l'interaction suivant la direction  $X$  ou  $Y$ ). Notre équipement actuel ne nous donne accès qu'à un seul module de balayage et à deux contrôleurs Proportionnel-Intégral.

Le nombre fixé de sorties analogiques (huit) que permet l'électronique de contrôle, limite aussi les configurations de travail possibles. En effet sur les huit sorties disponibles, quatre sont assignées d'office à un signal : Deux pour le balayage (X,Y), une pour le  $Z_{Controller}$  standard et une pour un  $Z_{Controller}$  générique. Il est évident que pour contrôler trois piezoscanners 3D (neuf degrés de liberté), quelques stratégies vont devoir être développées.

La figure 3.29 illustre les différents modes opératoires possibles :

- (a) Balayer (X,Y) et réguler en Z avec le scanner de l'échantillon. Cette configuration exclut l'utilisation des deux pointes simultanément
- (b) Balayer (X,Y) et réguler en Z indépendamment avec le scanner de chaque pointe obtenant ainsi deux images AFM totalement indépendantes.
- (c) Balayer avec le scanner de l'échantillon (X,Y) et réguler indépendamment avec l'axe Z de chaque scanner des deux pointes. On obtient ainsi deux images en un seul balayage.

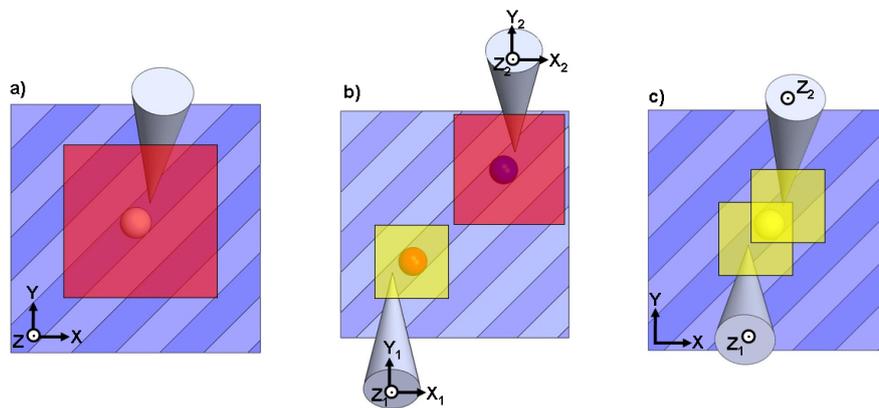


FIGURE 3.29 – (a) Une pointe image la surface de manière classique donc le balayage et/ou la régulation peuvent se faire via le piézoscanner de l'échantillon ou de la pointe. (b) Les deux pointes imagent la surface de manière totalement indépendante. La régulation et le balayage se font via le piézoscanner des deux pointes. (c) Le balayage est contrôlé par le piézoscanner de l'échantillon et la régulation se fait indépendamment par les deux pointes via leur propre piézoscanner.

## 3.5 Le système Haptique : TGR ERGOS

Nous avons vu dans le chapitre 2 que les techniques de nanomanipulation connaissent une évolution constante depuis leur début. Cependant, certaines difficultés subsistent et freinent cette avancée. La principale limitation reste l'absence de contrôle visuel durant l'étape de manipulation. Comme la pointe AFM est notre seul témoin du nano-monde, elle ne peut pas imager et manipuler en même temps. La majorité des stations de micro/nanopréhension inclut pour cela un mode de visualisation externe (optique ou MEB). Dans notre cas, cette dernière option n'est pas envisageable car elle induit un trop fort encombrement pour une intégration sur les lignes de lumière.

Pour leur venir en aide, plusieurs projets de nanomanipulateurs ont fait appel à la réalité virtuelle et aux systèmes immersifs tels que les systèmes haptiques. Faute de pouvoir « voir » le nano-monde, nous pouvons le reconstruire virtuellement grâce à des algorithmes de prédiction.

La réalité virtuelle connaît un progrès important depuis plusieurs années grâce à l'amélioration continue de la puissance de calcul des processeurs. Elle est devenue un outil essentiel à la science pour représenter et animer, de manières diverses, les données scientifiques. Les applications les plus courantes sont pour le moment : la médecine, l'éducation, l'armée et bien sûr le divertissement.

Les nanotechnologies représentent donc un nouveau champ applicatif pour la réalité virtuelle. L'objectif est alors de mêler la réalité (mesures réellement accessibles) et réalité virtuelle afin de combler les manques, et ainsi de réaliser une interface complète permettant à l'utilisateur de s'immerger simplement et intuitivement dans le nano-monde.

Les systèmes haptiques ont, dans cette interface multisensorielle (son, toucher, audition), une place tout particulièrement importante. En effet, les grandeurs mesurées par AFM, sont des forces, des raideurs, des rugosités, etc., le sens le plus à même de percevoir de tels effets est bien entendu le toucher.

### 3.5.1 Nanomanipulation assistée haptiquement

Le couplage d'un système haptique avec une sonde AFM connaît un développement continu depuis une dizaine d'années. La plupart de ces interfaces ne résident que dans la reconstruction d'une surface que l'on peut toucher, à partir des données mesurées par l'AFM. D'autres permettent une interaction en temps réel avec l'échantillon.

Quelques-uns de ces systèmes haptiques sont introduits ci-après :

#### 1. Nanomanipulateur 1D de l'Université de Carnegie Mellon

Ce nanomanipulateur est un précurseur, il associe un AFM et une interface haptique à un degré de liberté. Les manipulations envisagées sont de toucher, pousser ou tirer des nano-objets [45];

### 2. Nanomanipulateur de l'Université Libre de Bruxelles

Ce nanomanipulateur commande un AFM selon les 3 translations XYZ. Les forces applicables pour le retour de force sont de 0.5N pour X et Y et de 1N pour Z. La fréquence de boucle du système –rafraîchissement des valeurs du signal– est de 200Hz. Cette valeur, plutôt faible, a mis à jour le phénomène *d'effet d'échelle*. En effet, la dynamique du nano-monde est beaucoup plus rapide que dans le macro-monde, ce qui a engendré des instabilités du système haptique [46];

### 3. Nanomanipulateur de l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne

Ce nanomanipulateur est dédié à la manipulation de nanotubes de carbone. A la différence des deux premiers exemples qui sont des téléopérateurs directs, ce nanomanipulateur utilise une réalité dite « augmentée » par le calcul. Le rendu haptique n'est pas le résultat de mesures de forces temps réel de l'AFM mais d'une simulation d'un modèle physique précis, ici un nanotube. La simulation *prédit* le comportement du nanotube lors de la manipulation et renvoie une information de force à l'utilisateur [47];

### 4. Nanomanipulateur de l'ICA ACROE

Ce dernier exemple est tout particulièrement intéressant pour nous puisqu'il utilise le même système haptique que pour la Nano-Pince. Ce manipulateur a été développé en 2006 lors de la thèse de Sylvain Marlière [48]. Il permet le contrôle 1D d'un AFM. La multisensorialité (visuelle, sonore et tactile) renvoyée à l'utilisateur est permise par la reconstruction en temps réel d'un espace mixte (réel & virtuel).

Le Transducteur Gestuel Rétroactif (TGR) utilisé pour le montage Nano-Pince est développé au Laboratoire d'Informatique et Création Artistique (ICA) de Grenoble et commercialisé par la société ERGOS TECHNOLOGIES. Ce système haptique (cf figure 3.30) est composé de deux joysticks dotés de trois degrés de libertés chacun. Les performances et la description détaillée de ce système sont exposées en annexe E.



FIGURE 3.30 – Transducteur Gestuel Rétroactif (TGR) ERGOS

### 3.5.2 Interface Système haptique ↔ Station de nanomanipulation

#### Téléopération

Le couplage téléopérationnel entre le nanomanipulateur et le système haptique est basé sur une plateforme de calcul en "temps réel" : Une carte d'acquisition Sheldon Instruments composée d'un DSP (Digital Signal Processor, ou "processeur de signal numérique") et de 12 paires de ADC/DAC (convertisseur analogique-numérique/convertisseur numérique-analogique). Cette plateforme est programmée en langage Labview. Plusieurs interfaces ont été développées dans le cadre du projet PIANHO pour échanger les données et les signaux entre l'électronique Nanonis et le système haptique.

#### Retour d'effort

Lorsque l'on pense en terme de retour d'effort ou retour de force, on imagine ressentir via le système haptique une force allant contre ou aidant le mouvement de l'opérateur. La figure 3.31 résume la chaîne de couplage entre la nanomanipulateur et le système haptique.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2 tant que les oscillateurs utilisés sur le nanomanipulateur ne seront sensibles qu'au gradient de la force existant entre la pointe et l'échantillon (la mesure de force que peut permettre le LER n'a pas été testée avec le couplage haptique) nous ne disposons donc pas de signal proportionnel à une force que nous pourrions transmettre directement au système haptique. Il a été décidé que le retour de force créé et ressenti par l'utilisateur serait calculé via une équation linéaire à partir du décalage en fréquence telle que :

$$F_{feedback} = (C \times \delta f) + D \quad (3.9)$$

où  $C$  et  $D$  sont des paramètres ajustés pour la sensibilité requise par l'expérimentaliste et la stabilité du système. Le paramètre  $C$  est un gain tel que, par exemple, une variation du décalage en fréquence  $\delta f$  entre 0 et  $10Hz$  corresponde à un retour en force tel que  $0 < F_{feedback} < 10N$ . Le paramètre  $D$  est ajusté de telle manière qu'au départ de l'expérience  $F_{feedback} = 0$  Cette force est une force uni-dimensionnelle et peut être naturellement appliquée dans la direction  $z$ . Une expérience en une dimension à été effectuée dans cette configuration (voir sous-section 4.3.2). Néanmoins, pour des manipulations en 2D, une configuration différente a été mise en place. Le retour de force est appliqué dans les trois directions de l'espace utilisateur. La force est dirigée à l'opposé du mouvement mais ne correspond à aucune réalité physique dans le monde nano car le diapason ne peut mesurer d'interaction que dans une seule direction. De cette manière l'utilisateur ressent un contact quelque soit la direction de son mouvement.

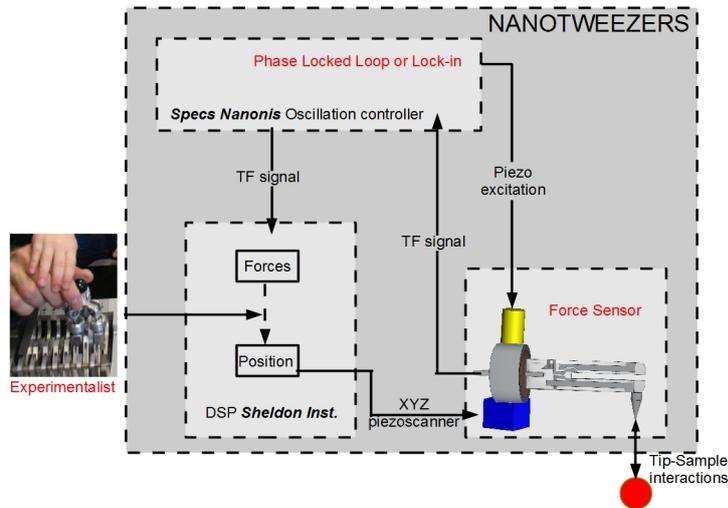


FIGURE 3.31 – Boucle de contrôle en temps réel du nanomanipulateur au travers le système à retour d’effort TGR Ergos.

### 3.6 Conclusions

La première problématique traitée est la configuration spatiale des deux préhenseurs afin que ceux-ci puissent à la fois imager l’échantillon et saisir l’objet considéré.

Au final, pour le diapason à quartz, les pointes sont inclinées par rapport au substrat créant un angle de  $60^\circ$ . Ainsi les apex des pointes peuvent se rencontrer sans que les résonateurs entrent en contact. De plus cette configuration permet de maintenir la direction de vibration du diapason perpendiculaire à la surface ce qui est plus cohérent pour la boucle de régulation. Néanmoins cette configuration crée une importante convolution en mode imagerie et peut même entraîner un déplacement de l’objet si ce dernier n’adhère pas suffisamment avec le substrat.

L’implémentation du LER sur notre montage permet de pallier certaines de ces limitations. Grâce à ses petites dimensions le collage de levier classique d’AFM est facilité. Pour que les pointes de deux leviers AFM puissent se rencontrer, le LER est positionné de telle manière que son mode de vibration est parallèle à la surface. L’imagerie AFM se fait donc par un couplage des modes ”Shear-force”-”tapping” et la préhension se fait dans la direction de vibration. De plus en laissant le levier dépasser, la mesure de la force appliquée à l’objet devient possible.

A partir de l’électronique de contrôle et de ses limitations les différentes configurations d’imagerie avec les deux sondes sont décrites.

Enfin, le système haptique ERGOS et son couplage avec notre station de nanomanipulation sont exposés. Ce système, composé de deux joysticks, nous permet de contrôler manuellement le déplacement en 3D de nos préhenseurs de manière indépendante. En plus de cela ce système permet de retranscrire à l’échelle macroscopique les interactions apparaissant à l’échelle nanométrique. Il est à noter dès à

présent que le retour en force généré par notre système se fait linéairement à partir d'une mesure du gradient de la force (mesuré par le décalage en fréquence  $\delta f$  des résonateurs). Cette conversion peu conventionnelle du point de vue haptique est un élément toujours en discussion au sein de ce projet.

Maintenant que tous les éléments de notre station de nanomanipulation sont en place, manipulons, dans le chapitre suivant, quelques objets.



---

**Sommaire**

---

<b>4.1</b>	<b>Micromanipulation en 3D sur un substrat</b>	<b>75</b>
4.1.1	Avec le diapason à quartz	76
4.1.2	Avec le LER	83
<b>4.2</b>	<b>Manipulation dans l'eau : "Micro-Pêche"</b>	<b>94</b>
<b>4.3</b>	<b>Couplage haptique</b>	<b>99</b>
4.3.1	Téléopération basique en 3D : préhension d'une microsphère	99
4.3.2	Téléopération 1D : ressenti et distinction de l'élasticité.	100
4.3.3	Téléopération en 2D : manipulation d'une microsphère	100
<b>4.4</b>	<b>Processus d'exploration haptique</b>	<b>102</b>
4.4.1	Configuration 1 : Téléopération haptique totale	102
4.4.2	Configuration 2 : Réalité augmentée → Téléopération haptique assistée	103
4.4.3	Validation expérimentale	104
<b>4.5</b>	<b>Analyse critique</b>	<b>109</b>

---

Ce chapitre présente différents types d'expériences réalisées avec notre nanomanipulateur. Ces expériences ont eu pour but de tester et valider la capacité de notre montage à manipuler dans les trois dimensions de l'espace des micro-objets, à la fois sur un substrat et en suspension dans un liquide. Des réflexions ont également été menées afin de rendre possible la manipulation d'objets nanométriques et uniquement identifiables par l'intermédiaire des capacités d'imagerie AFM de notre montage. Ces réflexions ont abouti au développement de stratégies afin de positionner précisément l'apex nanométrique de nos préhenseurs l'une par rapport à l'autre. Des expériences ont aussi été menées dans le but de mettre à l'épreuve le couplage entre le nanomanipulateur et le système haptique pour effectuer la localisation et l'identification d'un objet submicronique ainsi que de la micromanipulation.

## **4.1 Micromanipulation en 3D sur un substrat**

Des manipulations de microsphères ont été menées grâce aux deux types de sondes, l'une basée sur les diapasons à quartz sur lesquels une pointe en tungstène est collée et l'autre basée sur les LER sur lesquels une pointe AFM protubérante est collée. Toutes ces manipulations ont été faites avec les résonateurs actifs, c'est-à-dire avec une mesure en continu des interactions

### 4.1.1 Avec le diapason à quartz

Avec le diapason à quartz nous avons opéré sur un substrat de silicium sur lequel on a dispersé une petite quantité de sphères de polystyrène de  $1\mu m$  de diamètre. Ces sphères sont vendues en solution colloïdale (PolybeadsMicrospheres  $1.00\mu m$ ) qui sont très concentrées ( $4,55 \cdot 10^{10}$  particules/ml). Pour n'en disperser qu'une petite quantité, on fait sécher une goutte de cette solution sur une lame de verre que l'on vaporise ensuite au-dessus du substrat en silicium. Sur l'image optique (figure 4.1) on peut voir les pointes de chaque diapason, pointe 1 et pointe 2 au-dessus du substrat et distinguer les microsphères de polystyrène.

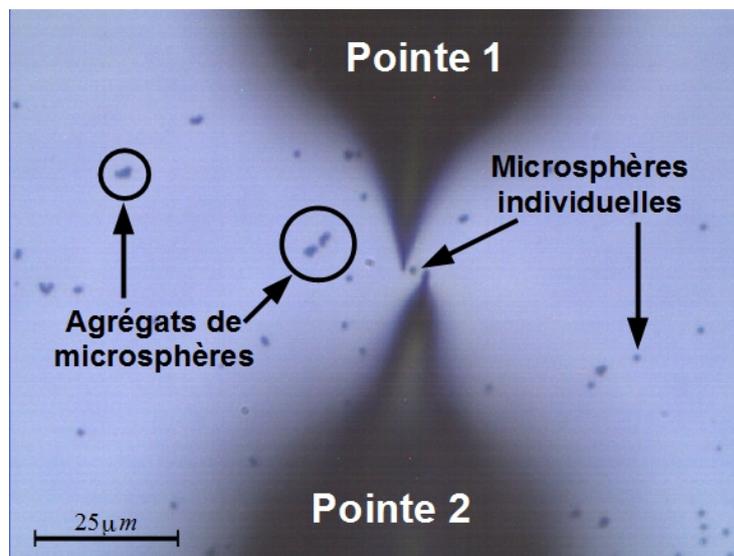


FIGURE 4.1 – Photographie prise au début de l'expérience, les deux pointes sont en régulation d'amplitude près d'une sphère isolée en polystyrène de  $1\mu m$  de diamètre sur un substrat de silicium.

Avant de décrire précisément chaque étape de la préhension, la figure 4.2 illustre les différentes phases suivies lors de la manipulation dans les trois dimensions de l'espace d'une sphère de  $1\mu m$  de diamètre.

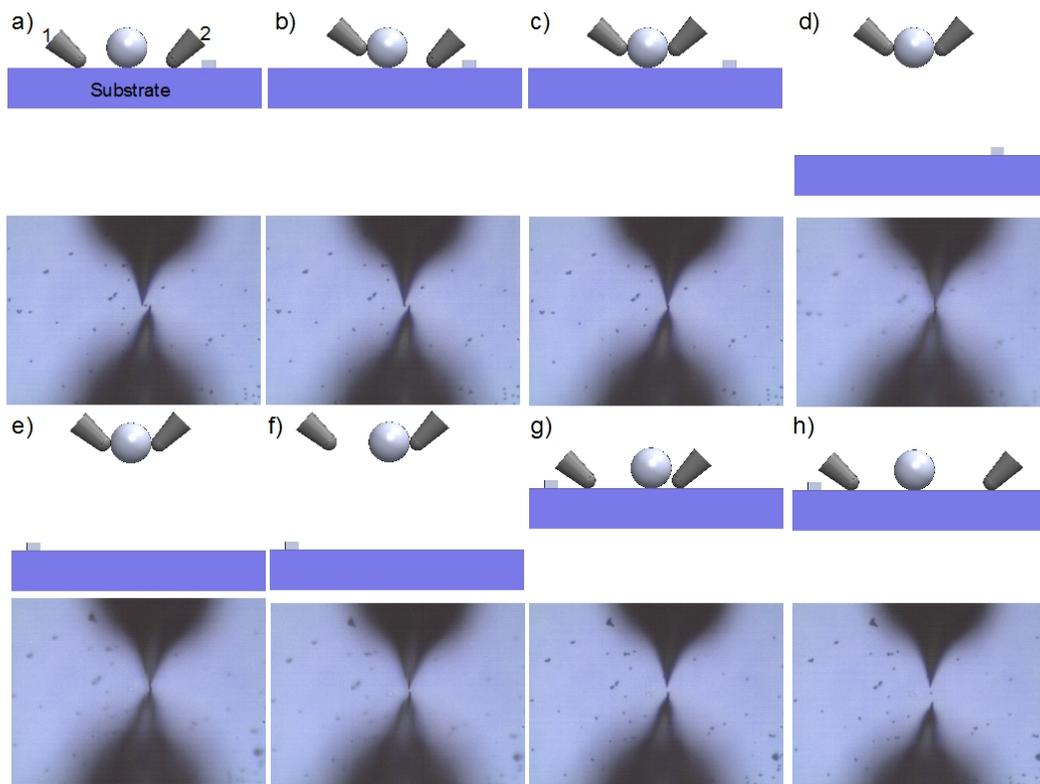


FIGURE 4.2 – Descriptif schématique associé à la visualisation optique lors des différentes étapes pour la manipulation d'une microsphère de  $1\mu\text{m}$  de diamètre. (a) Les pointes sont amenées grossièrement près de l'objet en régulation avec le substrat ; (b) et (c) les pointes saisissent l'objet ; (d) le substrat est abaissé pour extraire la sphère ; (e) le substrat est déplacé latéralement ; (f) une des pointes est écartée laissant la sphère attachée, par force d'adhésion, à l'autre pointe ; (g) et (h) la régulation est remise en route et la sphère est déposée et les pointes écartées.

### Etape 1 : Positionnement grossier

Grâce au microscope optique on localise une sphère isolée. Ensuite on approche grossièrement les deux pointes du substrat et de la sphère via les moteurs inertiels. Enfin on amène les deux pointes au contact du substrat via la régulation de l'interaction en maintenant l'amplitude d'oscillation des diapasons à  $3nm$  (leur amplitude d'oscillation libre est de  $4nm$ ) au travers leurs propres scanners (figure 4.3).

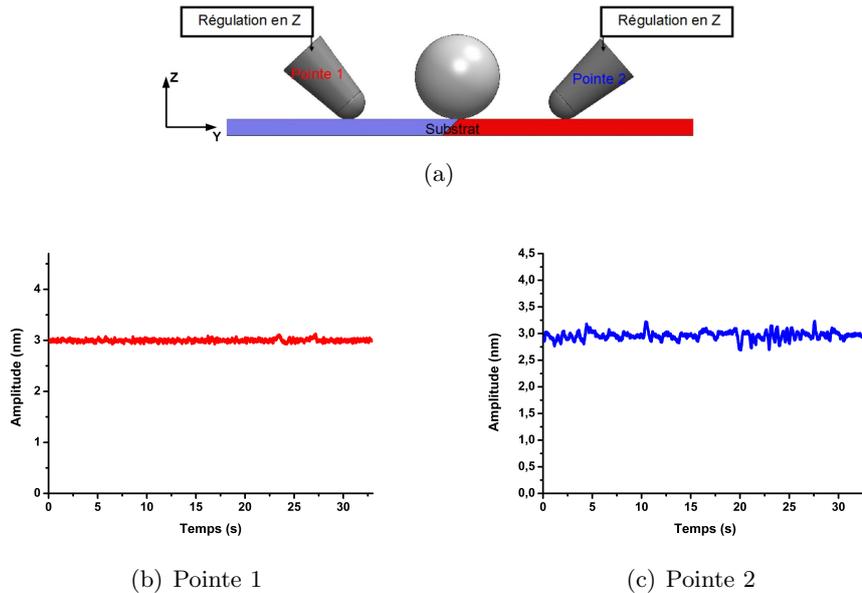


FIGURE 4.3 – (a) Les deux pointes interagissent avec le substrat de manière régulée proche de la sphère. (b) et (c) L'interaction est maintenue constante au travers de la boucle de contre-réaction qui maintient l'amplitude d'oscillation de chacun des diapasons et à  $3nm$ .

### Etape 2 : Positionnement fin

Pour saisir l'objet de manière optimale, la connaissance à priori des dimensions de la sphère est indispensable. En effet, comme l'interaction est régulée, lorsque la pointe entrera en contact avec la sphère le régulateur tendra à surpasser l'obstacle comme lors d'une imagerie normale. Nous avons vu dans la partie 2.3 que la distance entre les pointes lors de la préhension est un paramètre déterminant pour éviter la détérioration de l'objet. Nous souhaitons donc maintenir l'objet entre les deux pointes proche de sa mi-hauteur. Pour cela une hauteur maximale ( $h_p$ , hauteur de préhension) au dessus de la surface est imposée au scanner (figure 4.4). Ainsi, pour une sphère de  $1\mu m$  de diamètre, lorsque la pointe entre en interaction avec la sphère la pointe se rétracte jusqu'à une hauteur maximale de  $h_p = 300nm$  par rapport au substrat. Au moment où cette hauteur est atteinte, la régulation est coupée pour que la pointe reste fixe en contact avec la sphère. Cette procédure est mise en oeuvre

pour les deux pointes et nous sommes ainsi certains que l'objet est bien maintenu légèrement en-dessous de son diamètre (figure 4.14). On constate que lorsque la pointe 2 entre en contact avec la microsphère, la pointe 1 le détecte (voir le cercle sur les graphiques de la figure 4.6).

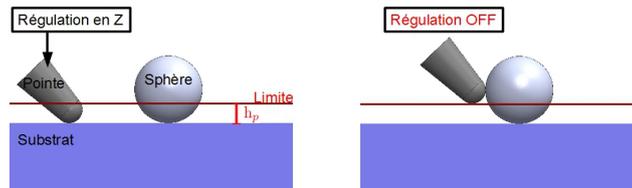
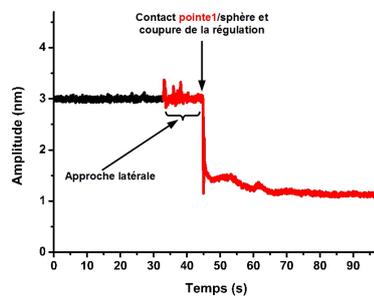
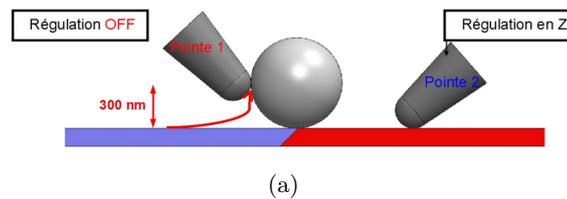
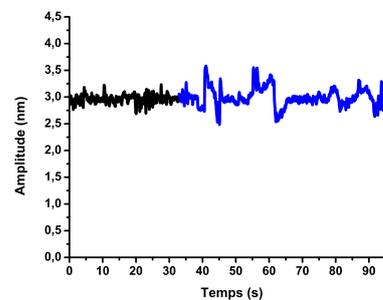


FIGURE 4.4 – Schéma de principe de la procédure imposant une limite en hauteur  $h_p$  au scanner pour maintenir la pointe en contact avec la sphère à mi-hauteur.



(b) Pointe 1



(c) Pointe 2

FIGURE 4.5 – (a) La pointe 1 est amenée au contact avec la sphère à une hauteur de  $300\text{nm}$  au-dessus de la surface. (b) La boucle de contre-réaction est alors éteinte sur la pointe 1. (c) L'amplitude d'oscillation du diapason reste constante

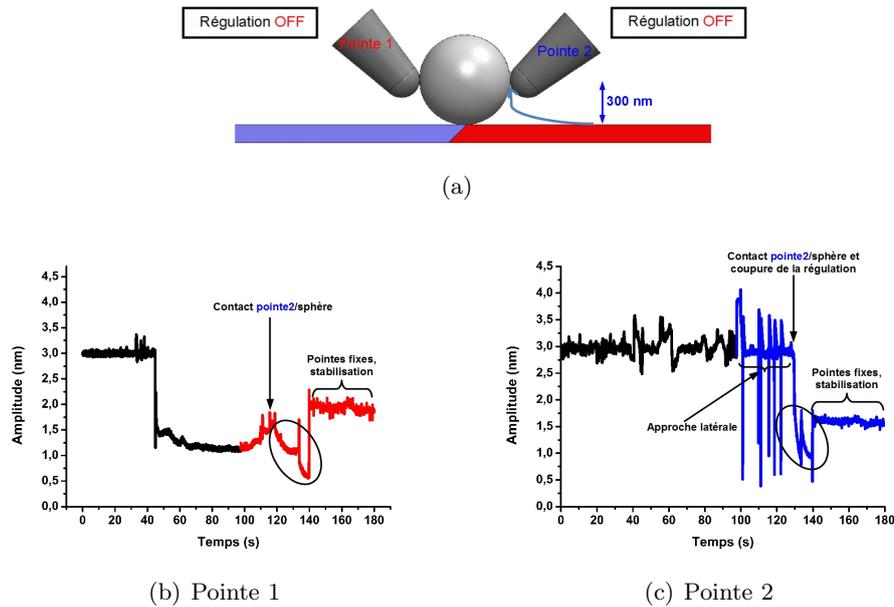


FIGURE 4.6 – (a) La pointe 2 est amenée au contact avec la sphère à une hauteur de  $300\text{nm}$  au dessus de la surface. (b) et (c) La boucle de contre-réaction est alors éteinte. Le cercle noir sur les deux graphiques montre un comportement identique de l'oscillation des deux diapasons. Les deux pointes se détectent au travers l'objet.

### Étape 3 : Préhension

Les deux pointes étant totalement indépendantes, il n'est pas souhaitable d'utiliser leurs propres scanners pour soulever la sphère. En effet les caractéristiques propres aux éléments piézo-électriques comme l'hystérésis et le creep, ne nous assurent pas d'un déplacement synchrone des deux pointes. C'est pourquoi au lieu de soulever la sphère, c'est le substrat qui est abaissé à l'aide des moteurs inertiels. Le contrôle et la détection de l'extraction de la microsphère sont assurés par deux moyens : la perte de la mise au point du microscope optique sur la surface (figure 4.2 d) et e)) et par l'enregistrement de l'amplitude de chacune des sondes en fonction du temps. On observe donc sur la figure 4.7 que l'amplitude d'oscillation de chacun des oscillateurs retrouve sa valeur libre (ici  $4\text{nm}$ ).

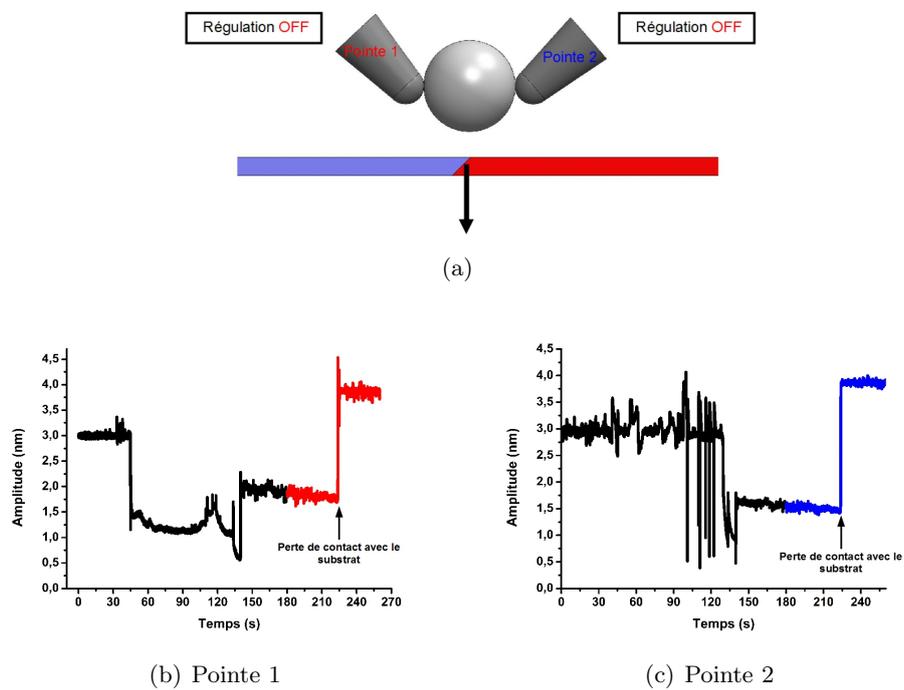


FIGURE 4.7 – (a) Pour extraire la sphère, le substrat est abaissé. (b) et (c) Lorsque le contact entre la sphère et le substrat est perdu les amplitudes d'oscillation des deux oscillateurs retrouvent leur valeur libre  $4nm$

### Étape 4 : Transport puis déposition de la microsphère

Maintenant que les pointes et la sphère sont suffisamment loin du substrat, sa déposition se fait en deux étapes : On déplace le substrat, à l'aide des moteurs inertiels, dans le plan (X,Y) afin d'atteindre une zone choisie, à plusieurs micromètres de la position initiale de la sphère. Avant de déposer l'objet sur le substrat, la pointe 1 est écartée de la pointe 2, la sphère reste alors collée, par force capillaire et/ou électrostatique à la pointe 2. C'est le contrôle indépendant de la position des deux pointes qui rend cette étape nécessaire avant la remise en route des régulateurs sur les deux pointes. Enfin, la régulation de l'interaction est remise en route et les deux pointes s'approchent de la surface jusqu'à ce que l'amplitude d'oscillation des résonateurs atteigne la valeur souhaitée, ici  $3nm$ . Les figures 4.8 et 4.9 schématisent ces deux étapes.

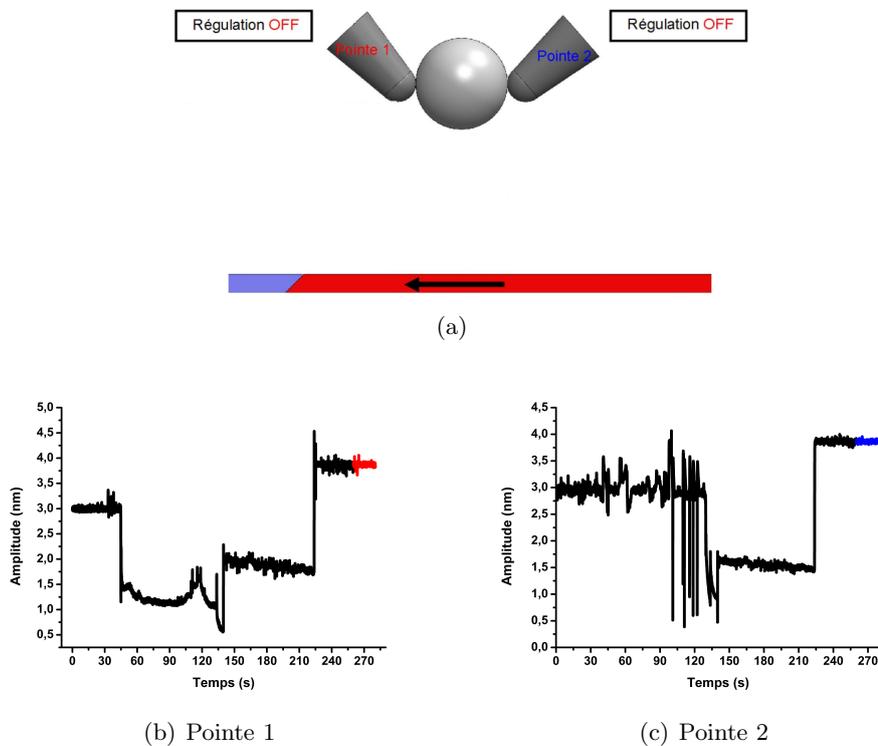


FIGURE 4.8 – (a) Mouvement latéral du substrat via les moteurs inertiels. (b) et (c) L'amplitude de vibration des deux diapasons reste constante pendant cette phase de transport.

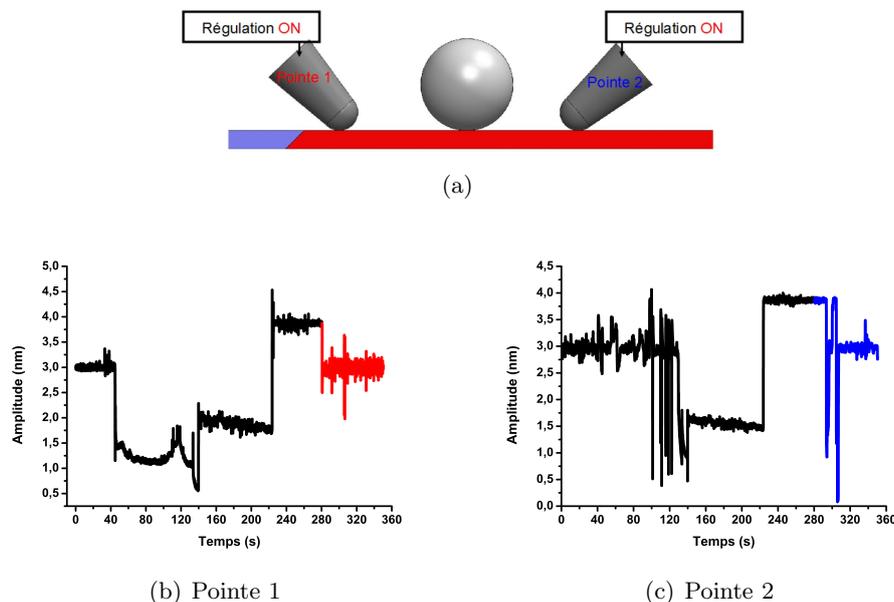


FIGURE 4.9 – (a) Les pointes se rapprochent de la surface au travers la régulation jusqu'à ce que l'amplitude, (b) et (c), atteigne  $3nm$ . Les pointes sont écartées et la sphère est alors redéposée sur la surface, isolée à un nouvel endroit.

#### 4.1.2 Avec le LER

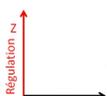
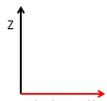
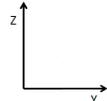
La manipulation en trois dimensions d'une microsphère ( $3,8\mu m$  de diamètre) sur un substrat a été menée à l'aide de deux LER sur lesquels un levier classique d'AFM a été collé (voir figure 3.18 dans le chapitre 3). Les réflexions stratégiques de manipulation suite à la manipulation précédente se sont traduites par l'amélioration du protocole suivi de deux façons :

1. La force de préhension a pu se faire de manière contrôlée en régulant l'interaction selon la direction latérale de préhension.
2. Pour déposer l'objet il n'a pas été nécessaire d'écartier une des pointes comme dans l'étape (f) de la manipulation précédente représentée sur la figure 4.2. En effet une procédure spécifique a été mise en place pour redéposer l'objet de façon contrôlée.

Pour cela, en plus du programme principal Nanonis, plusieurs procédures ont été développées sous environnement Labview. Ils permettent entre autre de gérer le passage d'une direction de régulation à l'autre. Le fonctionnement de ces programmes et toutes les manoeuvres logicielles pour suivre les différentes procédures sont décrits dans l'annexe F. Le protocole est mis en annexe pour ne pas alourdir le texte présent mais il retranscrit bien la difficulté de la tâche décrite ci-après.

### Positionnement au voisinage de la microsphère : Initialisation

Au cours de cette manipulation la direction dans laquelle l'interaction est régulée va changer de la direction  $Z$  vers la direction  $Y$  et inversement. Le changement de direction de régulation sera indiqué comme suit sur les figures 4.11 à 4.20 :

-  régulation selon l'axe  $Z$  comme une imagerie AFM classique.
-  régulation selon l'axe  $Y$  c'est-à-dire la direction de préhension.
-  lorsque aucune régulation de l'interaction n'est active.

Tout d'abord, un positionnement grossier des pointes proches de la surface et de la sphère est pratiqué optiquement à l'aide des moteurs inertiels (voir figure 4.10).

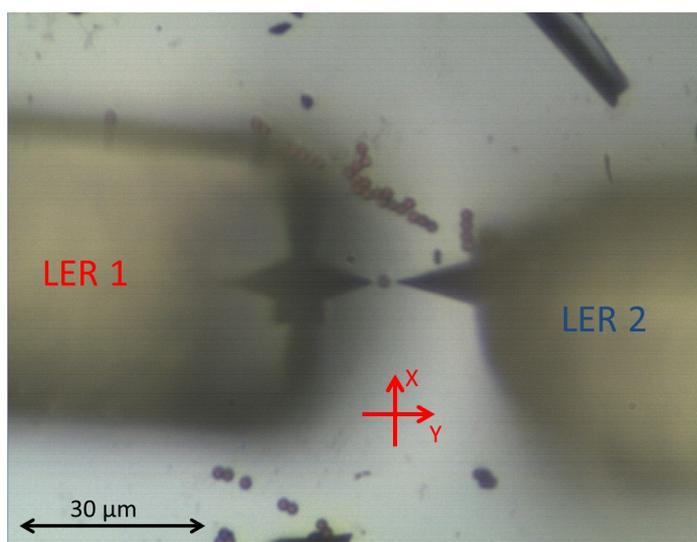


FIGURE 4.10 – Image optique des deux pointes proches du substrat de SmCo sur lequel des sphères de polystyrène de  $3,8\mu m$  de diamètre sont dispersées. L'oscillation des LER se fait selon la direction  $Y$ .

La régulation dans la direction  $Z$  est mise en route sur les piézoscanners des deux pointes pour établir le contact avec la surface (figure 4.11).

Une fois que les pointes sont aussi proches que possible avec la sphère, elles sont, comme lors de la manipulation précédente, remontées de  $1\mu m$  au-dessus de la surface : c'est-à-dire approximativement à une hauteur au-dessus de la surface correspondant à un tiers du diamètre de la sphère. Ainsi la sphère est maintenue

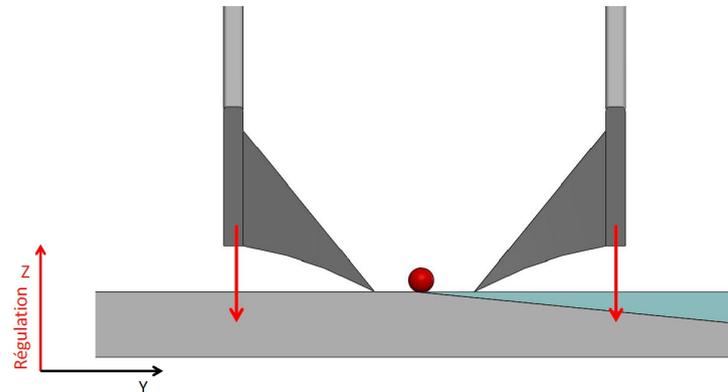


FIGURE 4.11 – Les deux pointes sont en contact avec le substrat. La boucle de régulation maintient constante l'interaction selon l'axe  $Z$ . Les flèches rouges indiquent le sens de la régulation

par-dessous (figure 4.12). Au moment où les pointes atteignent cette hauteur la régulation en  $Z$  est stoppée.

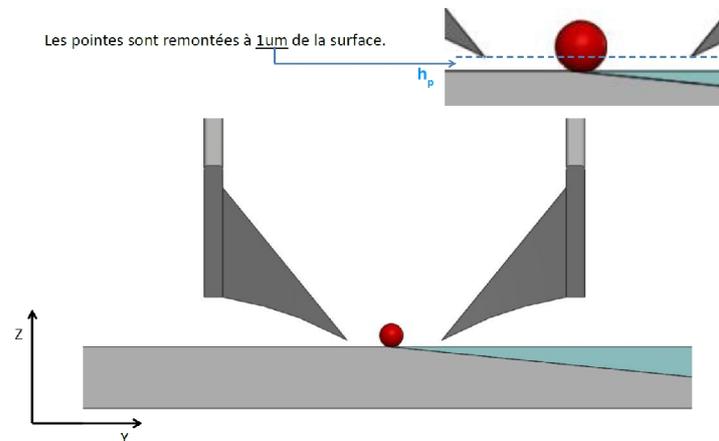


FIGURE 4.12 – Les pointes sont remontées de  $1\mu m$  au-dessus de la surface. La boucle de contre-réaction en  $Z$  est coupée.

### Préhension

Afin d'attraper la sphère de manière contrôlée, la régulation se fait maintenant **selon l'axe  $Y$**  (figure 4.13). Sur les figures 4.14(b) et 4.14(c) on voit l'amplitude d'oscillation et le décalage en fréquence des deux oscillateurs. A  $t = 0$  les pointes 1 et 2 sont déjà en interaction avec la sphère en maintenant constante leurs amplitudes d'oscillation à  $490\mu m$ . Entre les temps  $t = 10s$  et  $t = 22s$ , en diminuant l'amplitude

d'oscillation que doit maintenir la boucle de régulation, on choisit d'augmenter l'interaction entre la pointe 2 et la sphère, en baissant l'amplitude de  $490\mu\text{m}$  à  $470\mu\text{m}$ , afin d'assurer un bon contact (le choix de la pointe 2 est arbitraire). Avant d'extraire la sphère, la régulation est coupée sur les pointes à  $t = 35\text{s}$  pour éviter un comportement erratique des régulateurs en cas d'instabilité. L'intensité de l'interaction a alors tendance à augmenter. Cela se remarque sur les graphiques de la figure 4.14 par l'amplitude et la fréquence qui, respectivement, baisse et augmente sur les deux oscillateurs.

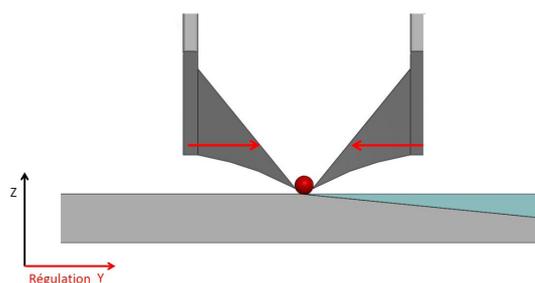


FIGURE 4.13 – Les deux pointes sont en interaction avec la sphère au travers la boucle de régulation qui maintient constante l'interaction selon l'axe  $Y$ . A  $t = 35\text{s}$  la régulation en  $Y$  est stoppée, l'intensité de l'interaction commence à augmenter.

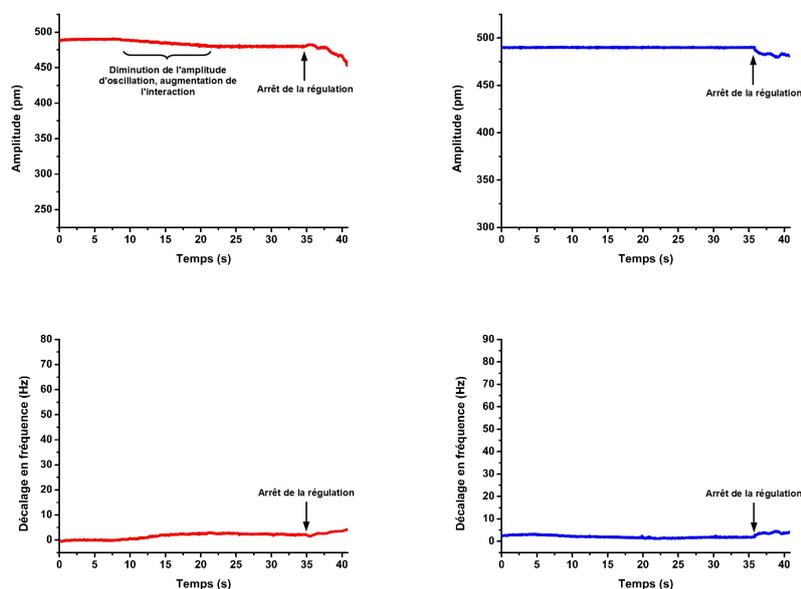


FIGURE 4.14 – Amplitude et décalage en fréquence de chacun des LER (rouge LER 1, bleu LER 2) pendant la régulation de l'interaction sur la sphère selon l'axe  $Y$  de préhension.

Comme précédemment, et pour les mêmes raisons (l'indépendance des scanners des deux pointes n'assure pas un mouvement synchrone de celles-ci), la sphère est extraite de la surface en abaissant le substrat de  $3\mu m$  via son propre piézoscanner (voir (a) 4.16).

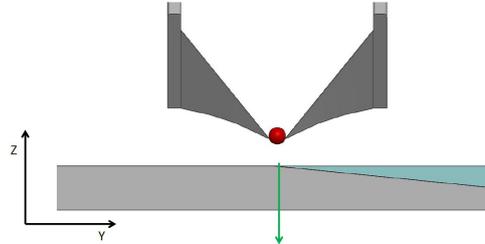


FIGURE 4.15 – Pour extraire la sphère, le substrat est abaissé.

On observe sur les graphiques (b) et (c) figure 4.16 que durant le retrait du substrat, sur une distance parcourue par le substrat de  $2\mu m$ , une importante variation de l'amplitude et du décalage en fréquence est mesurée par les deux LER. L'amplitude de vibration diminuant jusque  $325\mu m$  pour le LER 1 et  $250\mu m$  pour le LER 2; quant au décalage en fréquence il atteint  $80Hz$  sur les deux LER. Ces variations signifient que l'interaction entre la sphère et les pointes augmente.

**Comment expliquer cette augmentation ?** Cette augmentation est due à la force d'adhésion qui existe entre la sphère et l'échantillon. Lorsque le substrat est abaissé, cette force d'adhésion crée au niveau des points de contact entre la pointe et la sphère une force normale à ce contact (voir figure 4.17). Cette force normale induit une déflexion des leviers et par conséquent une augmentation du décalage en fréquence et une diminution de l'amplitude des deux résonateurs.

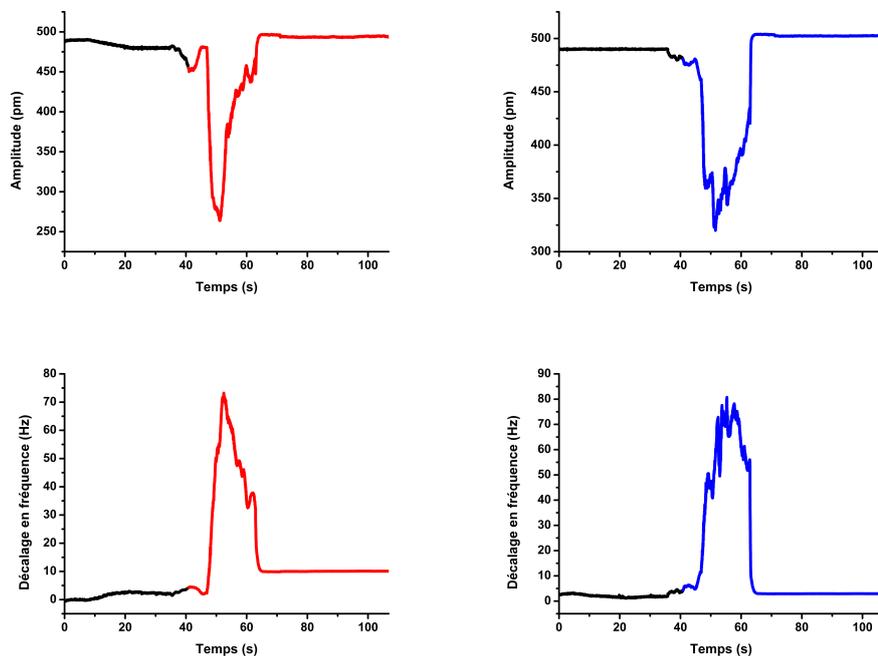


FIGURE 4.16 – Pendant le retrait du substrat, l'amplitude diminue tandis que le décalage en fréquence augmente pour chacune des deux sondes. Cette variation est le signe de la force d'adhésion qui agit entre la sphère et l'échantillon (voir figure 4.17). Lorsque cette force disparaît, l'amplitude et le décalage en fréquence des deux oscillateurs reviennent très rapidement à leur valeur libre, respectivement  $500\text{pm}$  et  $\delta f = 10\text{Hz}$  pour la pointe 1 et  $\delta f = 0\text{Hz}$  pour la pointe 2. Le décalage en fréquence de  $10\text{Hz}$  sur la pointe 1 peut s'expliquer par une dérive de la fréquence de résonance du LER 1.

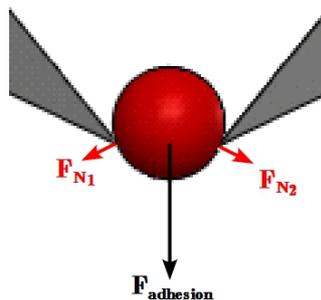


FIGURE 4.17 – Lorsque la sphère est attirée par le substrat via une force d'adhésion, une force normale apparaît entre la sphère et les pointes créant une déflexion des leviers détectable par l'augmentation du décalage en fréquence et la diminution de l'amplitude des deux oscillateurs

### Transport puis déposition de la sphère

Une fois que la force d'adhésion ne se fait plus sentir sur les oscillateurs, la sphère est assez loin de l'échantillon. On peut donc déplacer latéralement le substrat afin de la redéposer à une autre place. Les amplitudes et les décalages en fréquence restent alors constants (voir figure 4.19).

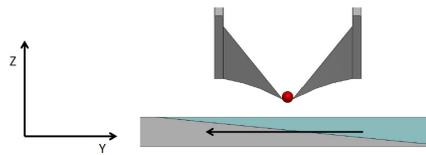


FIGURE 4.18 – Le substrat est déplacé latéralement via son piézocanner.

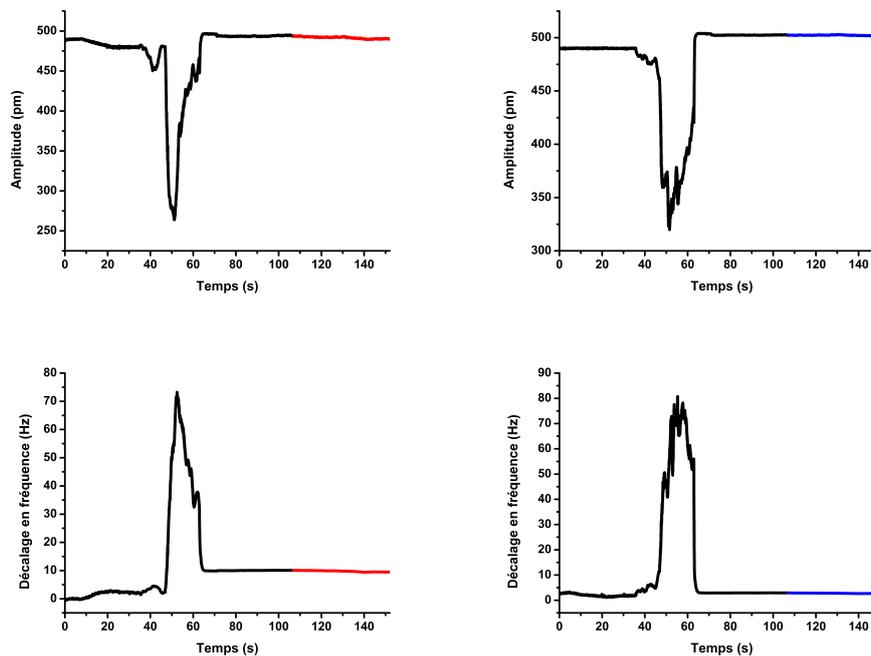


FIGURE 4.19 – Le substrat est déplacé latéralement via son piézocanner. Les amplitudes et les décalages en fréquence restent alors constants

Contrairement à la manipulation réalisée avec les diapasons à quartz, où une des pointes a été écartée avant de revenir sur la surface, nous avons redéposé la sphère tout en la maintenant entre les pointes et de manière contrôlée. Pour faire cela il ne

suffit pas de ré-activer la régulation dans la direction  $Z$  sur les deux pointes et de remonter l'échantillon car le même problème que pour extraire la sphère se poserait. En effet les scanners des pointes sont toujours indépendants et leurs mouvements ont peu de chance d'être synchronisés. C'est pourquoi une stratégie a été mise en oeuvre. Cette stratégie, développée plus longuement dans l'annexe F, consiste à activer les régulations selon l'axe  $Z$  mais à maintenir la position des pointes constante tant que celles-ci n'entrent pas effectivement en contact avec le substrat qui remonte. Ainsi la position des pointes reste fixe jusqu'à ce que la sphère soit redéposée, que les pointes entrent en contact avec la surface et suivent le mouvement de cette dernière via la boucle de régulation. Une fois la sphère déposée les pointes sont écartées, elles ne sont pas endommagées et sont prêtes pour une nouvelle manipulation.

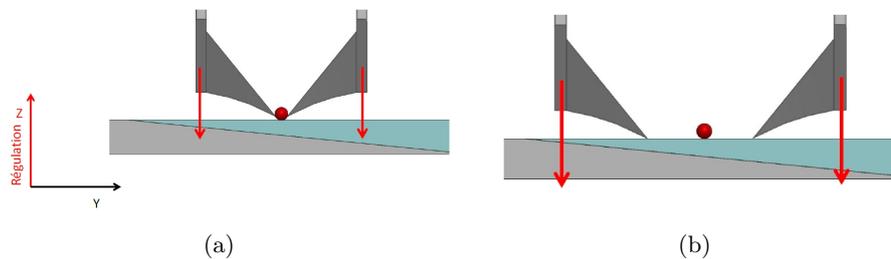


FIGURE 4.20 – (a) Redéposition de la sphère : La régulation en  $Z$  sur les piézoscanners des pointes est mise en route et le substrat remonte. (b) Une fois en contact avec la surface les pointes sont écartées de la sphère.

Les deux manipulations précédentes ont été grandement facilitées par le microscope optique donnant accès à toute la scène (Pointes+objet). Pour aller plus loin et saisir un objet invisible (diamètre  $< 500nm$ ) pour notre optique il faut mettre à profit les capacités d'imagerie AFM de nos pointes pour le localiser. De plus nos pointes étant indépendantes, contrairement au micro-grippers, il nous faut développer une stratégie pour localiser l'extrémité des pointes l'une par rapport à l'autre.

### Au-delà de la vision optique : Positionnement relatif des pointes sur un substrat

Les premières réflexions sur le positionnement des pointes l'une par rapport à l'autre et en accord avec les travaux menés par l'équipe de S. Régnier [15] nous ont amenés à vouloir simplement imaginer à la fois l'objet et une pointe par l'autre pointe. Cette idée simple à mettre en oeuvre avec des sondes AFM classiques s'est révélée délicate dans le cas de sondes basées sur les diapasons à quartz. En effet pour éviter de détériorer la pointe imagée, il faut que celle-ci régule constamment son interaction avec le substrat. La figure 4.21 montre l'image AFM d'une pointe par l'autre sans que la pointe imagée ne soit en régulation d'interaction, la grande constante de raideur du diapason et la dérive naturelle ont fait que la pointe s'est totalement aplatie contre la surface la rendant inutilisable. Ce phénomène est atténué avec une

sonde AFM classique grâce à la souplesse du levier qui permet à la pointe de suivre, dans une certaine mesure, les mouvements de l'échantillon.

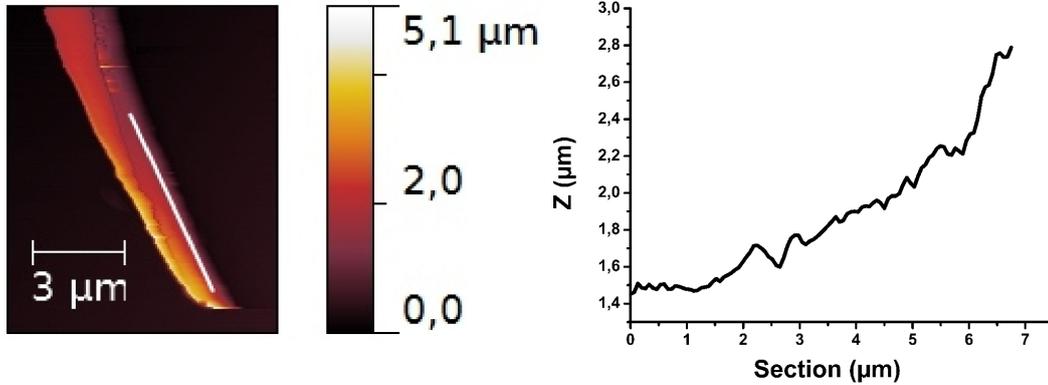


FIGURE 4.21 – A gauche : Image AFM d'une pointe, appelée A, en tungstène par l'autre pointe, appelée B, sans que l'interaction entre la pointe A et l'échantillon ne soit régulée. A droite : Section sur la pointe A qui montre que celle-ci est aplatie sur la surface.

Il est donc évident qu'il faut également une régulation sur la pointe imagée. Pourtant, il n'est pas possible de réguler les interactions des deux pointes via leurs propres scanners. **Pourquoi ?** Imaginons que chaque pointe régule l'interaction avec la surface via leur propre scanner, désignons ces interactions par  $I_1$  et  $I_2$ . Les régulateurs, pour maintenir constants  $I_1$  et  $I_2$  tendront à écarter la pointe du substrat si une interaction  $I$  supérieure est ressentie. Autrement dit si  $I > I_i$  les pointes s'écartent du substrat. Ainsi lorsque la pointe qui image entre en contact avec la pointe fixe, chacune des pointes va ressentir une augmentation de l'interaction et elles vont s'écarter du substrat en même temps. A ce moment les diapasons vont ressentir une augmentation de l'interaction continue et vont s'écarter du substrat sans aucun rapport avec la topographie réelle. Il est à noter que ce problème vient de la nature même de la grandeur mesurée par le diapason : le gradient de force qui n'a pas de direction. Le diapason ne fait donc pas la distinction entre une force provenant du haut ou du bas, contrairement à un levier classique qui permettrait de découpler l'interaction due à la seconde pointe et au substrat.

L'interaction ressentie par la pointe imagée avec le substrat et la pointe qui image est donc régulée via le piezoscanneur du substrat. La figure 4.22 schématise cette régulation. Lorsque la pointe qui image entre en contact avec la pointe imagée, le substrat s'abaisse comme pour maintenir l'interaction pointe imagée-substrat constante. La pointe imagée est donc fixe durant toute l'imagerie. La figure 4.23 présente l'image AFM obtenue de cette manière et la figure 4.24 montre le mouvement du substrat pendant l'imagerie où l'on distingue les contours de la pointe imagée.

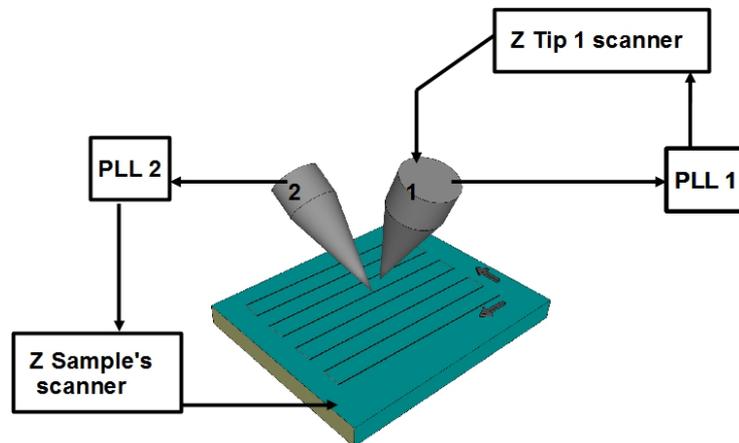


FIGURE 4.22 – Schéma de principe de l'imagerie de la pointe 2 par la pointe 1. La régulation de l'interaction entre la pointe 1 et le substrat se fait normalement par son propre piézoscanner. L'interaction entre la pointe 2 et le substrat se fait via le piézoscanner du substrat.

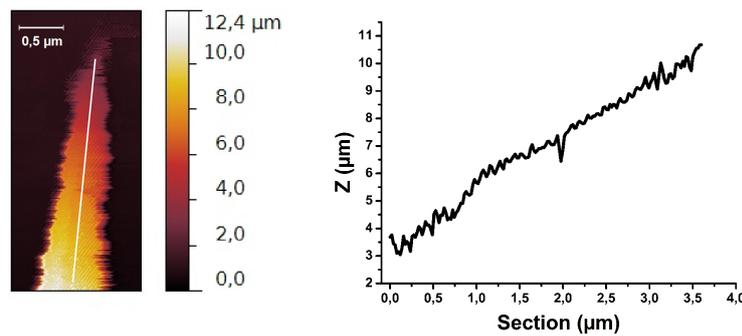


FIGURE 4.23 – A gauche : Image AFM de la pointe 2 par la pointe 1. A droite : section sur la pointe 2 montrant que celle-ci n'est pas aplatie sur la surface.

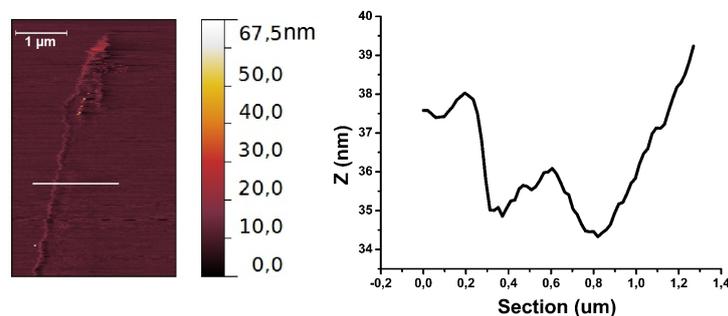


FIGURE 4.24 – A droite : Signal de régulation du piézoscanner du substrat durant l'imagerie. A gauche : Section lors du passage de la pointe 1 sur la pointe 2. Lorsque la pointe 1 entre en interaction avec la pointe 2 le substrat se rétracte.

Finalement une méthode plus simple et plus directe a été trouvée. En effet on peut localiser les pointes l'une par rapport à l'autre lorsque qu'un motif ou un objet peut servir de point de repère. Il suffit de positionner chaque pointe indépendamment par rapport à l'objet. Pour cela on réalise deux images simultanément, l'une de l'objet vu par la première pointe et l'autre de l'objet vu par la seconde. On a ainsi directement accès à la distance qui sépare les pointes. Par étapes successives, les deux pointes sont alignées puis approchées de manière précise et contrôlée jusqu'à une distance proche de la taille de l'objet sans jamais les faire interagir et donc risquer de les endommager (figure 4.25). En plus de sa simplicité de mise en oeuvre, cette méthode est automatisable via un programme de reconnaissance de formes.

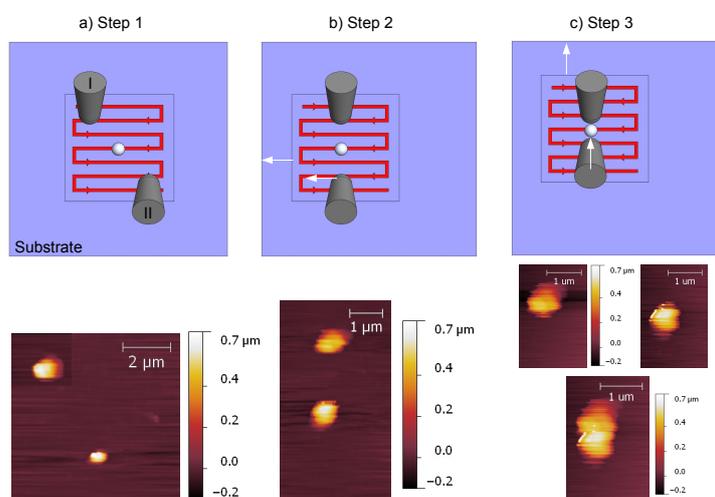


FIGURE 4.25 – a) Le balayage effectué par le piézoscanner de l'échantillon donne accès à deux images de l'objet simultanément, ici une sphère de  $600\text{nm}$  de diamètre. b) La pointe 2 est alignée avec la pointe 1 et le cadre du balayage est recentré. c) La pointe 2 est approchée de la pointe 1 à une distance proche de la taille de l'objet.

## 4.2 Manipulation dans l'eau : "Micro-Pêche"

Les propriétés de certains matériaux, notamment biologiques, s'altèrent très rapidement à l'air. Pour étudier ces matériaux il faut donc les maintenir constamment en milieu liquide.

Nous avons donc testé les capacités de préhension de notre station de nanomanipulation en milieu liquide. Plutôt que de venir attraper des objets en suspension dans une goutte d'eau sur une surface, nous avons préféré déposer directement une goutte entre les deux pointes en tungstène collées sur les diapasons (figure 4.27 (a)). Le mouvement des sphères à l'intérieur de la goutte étant dû au mouvement brownien, il n'est pas possible de choisir une sphère en particulier et de s'en saisir. C'est donc une technique de préhension "à l'aveugle" qui a été développée.

Pour cette manipulation nous disposons de sphères de polystyrène de  $5\mu\text{m}$  de diamètre en suspension dans un liquide. La gravure des pointes en tungstène s'est alors faite en conséquence. Comme il n'est pas nécessaire d'imager et que les sphères sont de dimensions micrométriques, la gravure électrochimique, expliquée dans le chapitre 3, s'est faite de sorte que les apex des pointes soient eux-aussi de l'ordre du micron et non plus nanométrique. Les diapasons sont placés de manière à ce que la direction de vibration soit horizontale. Les deux pointes sont alors approchées à une distance proche du diamètre de l'objet, ici  $5\mu\text{m}$  (figure 4.26 (a)). Une goutte de la solution contenant les sphères, simplement maintenue par capillarité à un fil de tungstène de  $100\mu\text{m}$  de diamètre est alors amenée proche des pointes (figure 4.26 (b)). Une fois que la goutte est maintenue par les deux pointes, le fil en tungstène est retiré et la goutte est en suspension dans l'air seulement maintenue entre les deux diapasons (figure 4.26 (c)).

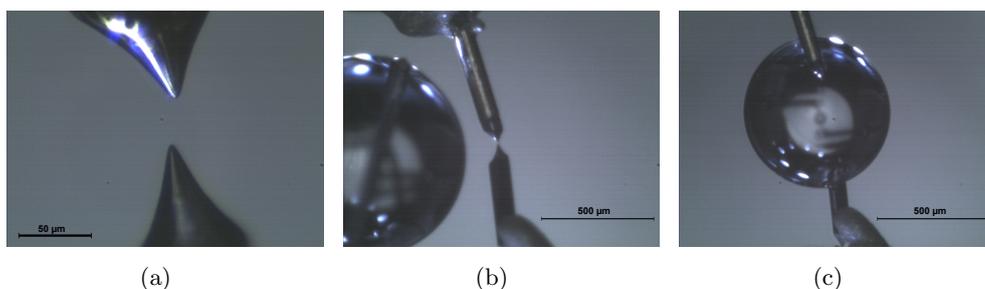


FIGURE 4.26 – (a) les pointes sont approchées préalablement à une distance proche de la taille de l'objet à attraper ; (b) Une goutte dans laquelle des sphères de polystyrène sont en suspension est approchée des deux pointes à l'aide d'un bout de fil de tungstène ; (c) La goutte est maintenant retenue par les deux pointes, L'apex des pointes est totalement immergé.

Comme la concentration en sphères est élevée, il y a une grande probabilité qu'une d'entre elles passe entre les pointes avant que la goutte ne soit totalement évaporée. C'est maintenant que la "pêche" proprement dite commence. Imaginez vouloir attraper un unique petit poisson, de la taille de la paume de la main, dans

une rivière qui en contient beaucoup, seulement avec la main et sans voir ce qui se passe dans l'eau. Une manière simple serait de plonger la main dans la rivière et de fermer puis ouvrir la main périodiquement jusqu'à ce qu'un poisson passe effectivement entre vos doigts. C'est cette technique que nous avons utilisée pour nos pointes.

Comme les pointes sont positionnées à une distance de  $5\mu m$  nous imposons à une des pointes un mouvement de va-et-vient fermant et ouvrant la pince (figure 4.27 (a)). Quand les pointes sont simplement plongées dans l'eau, la masse ajoutée et l'amortissement de l'eau produisent un décalage en fréquence négatif ( $f = \frac{k}{m}$ ) sur les deux oscillateurs (figure 4.27 (b) et (c)). Le mouvement de va-et-vient est programmé pour s'arrêter instantanément et figer les pointes, lorsque une sphère est finalement saisie par les pointes. La signature de la préhension est le décalage en fréquence des deux diapasons qui augmente soudainement et devient positif traduisant une interaction répulsive.

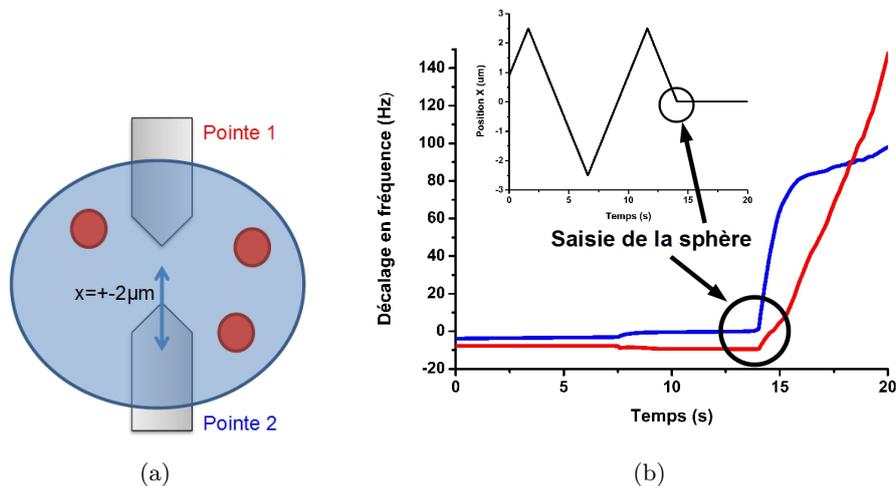


FIGURE 4.27 – (a) Lorsque les pointes sont immergées, un mouvement de va-et-vient est appliqué sur une des pointes, ouvrant et fermant la "pince". (b) Décalage en fréquence mesuré sur les deux diapasons. Comme les pointes sont immergées, un poids additionnel ainsi qu'un amortissement plus important que dans l'air créent un décalage en fréquence négatif sur les deux diapasons.

Lorsqu'une sphère passe entre les deux pointes et est saisie, le décalage en fréquence sur les deux points augmente témoignant d'un contact répulsif entre elles. Le mouvement de va-et-vient est alors automatiquement stoppé. Insert : Mouvement de va-et-vient appliqué, celui-ci s'arrête lorsque la préhension de la sphère est détectée.

Ainsi, lorsque l'eau s'est totalement évaporée, une unique sphère se trouve piégée entre les deux pointes 4.28

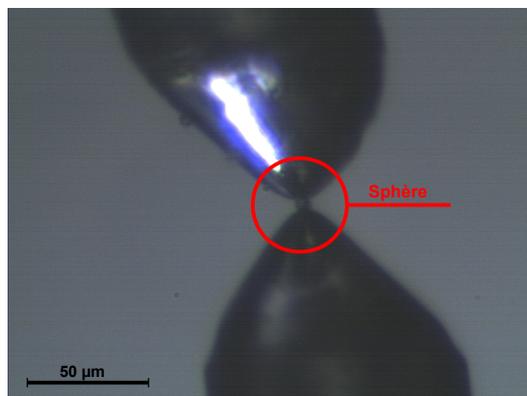


FIGURE 4.28 – Une fois l'eau totalement évaporée, une unique sphère apparaît maintenue entre les sondes.

### Positionnement relatif des pointes sans substrat, dans l'air ou dans un liquide : Vers un comportement nanopince

Si on veut passer de la "Micro-pêche" à la "Nano-pêche", il est de nouveau nécessaire d'imager l'apex d'une pointe par l'autre pointe pour positionner précisément les deux pointes, mais cette fois sans l'aide d'un substrat. Une des pointes devient ainsi l'échantillon et une imagerie AFM nous donnera le positionnement de son apex. Pourtant en l'absence de substrat, lorsque la pointe qui image ne sera plus en interaction avec la pointe imagée, la pointe va descendre cherchant une interaction que jamais elle ne trouvera. C'est pourquoi il est nécessaire de créer une surface virtuelle en fixant, à l'intérieur du module de régulation de l'interaction, une valeur  $Z$  minimum que la pointe ne peut dépasser. La figure 4.29 illustre le procédé de surface virtuelle et la figure 4.30 (a) présente l'image AFM de la pointe obtenue par cette méthode. Cet échantillon fictif ne résout pas tout. D'une part l'inclinaison de la pointe imagée impose de changer constamment la valeur de  $Z$  minimum pour suivre cette inclinaison tout le long de l'imagerie, d'autre part lorsque l'on va s'approcher du bout de la pointe, il n'est pas évident que la valeur minimum du  $Z$  choisie permette d'imager l'apex : en effet une valeur minimum trop haute peut faire penser avoir déjà parcouru l'ensemble de la pointe et une valeur trop basse va faire passer la pointe qui image en-dessous de l'apex de la pointe imagée qui finalement ne le sera pas jusqu'à son extrémité.

Ce processus n'étant pas fiable, un simple changement dans la manière classique de balayage a permis un positionnement précis des deux pointes face à face. La figure 4.31 montre le principe de cette méthode. La régulation de l'interaction ne se fait plus suivant l'axe  $Z$  mais suivant l'axe  $X$  et le balayage dans le plan  $YZ$ . Il faut

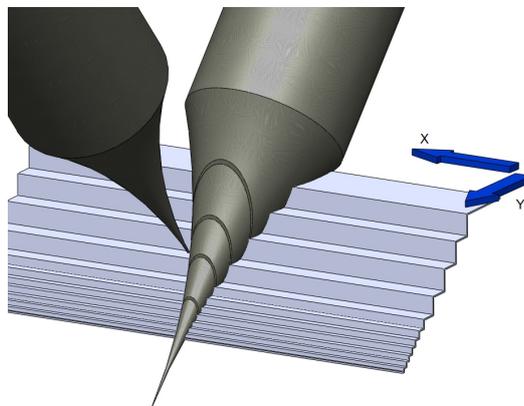


FIGURE 4.29 – Schéma de principe de l'imagerie d'une pointe sans référence ou substrat. Le balayage et la régulation de l'interaction se font de manière classique. Une surface virtuelle est créée. La hauteur de cette surface est abaissée pendant le balayage pour suivre l'inclinaison de la pointe imagée.

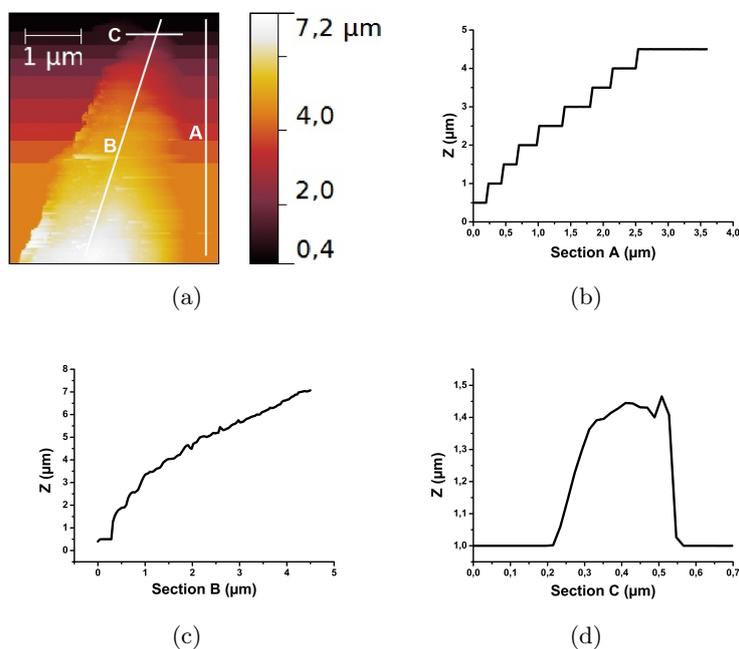


FIGURE 4.30 – (a) Image AFM d'une pointe obtenue par la méthode schématisée figure 4.29. (b) Section dessinant la surface virtuelle; (c) Section dessinant le profil de la pointe imagée; (d) Section en coupe de la pointe.

toujours créer une surface virtuelle pour la même raison qu'évoquée plus haut, en fixant une valeur de X minimum à ne pas dépasser mais cette valeur reste fixe tout le long de l'imagerie. On obtient ainsi une image de la pointe comme vue de face par l'autre pointe 4.32. Cette méthode est simple et permet un positionnement des pointes tel un micro-préhenseur, on peut ouvrir ou fermer la pince à volonté s'approchant ainsi d'un vrai comportement pince.

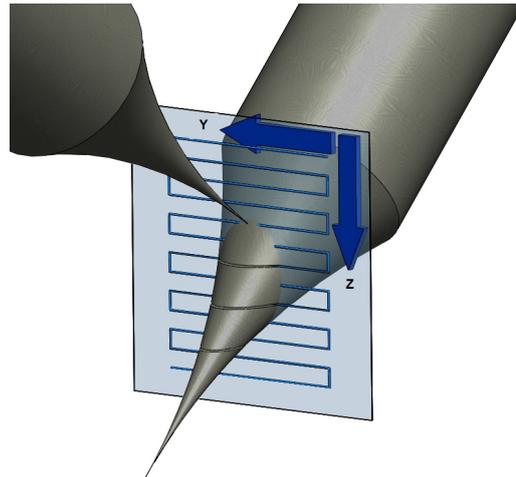


FIGURE 4.31 – Schéma de principe de la méthode utilisée pour localiser les apex des pointes l'une par rapport à l'autre. La régulation de l'interaction se fait horizontalement et une surface virtuelle verticale permet de maintenir les deux pointes proches l'une de l'autre pendant le balayage.

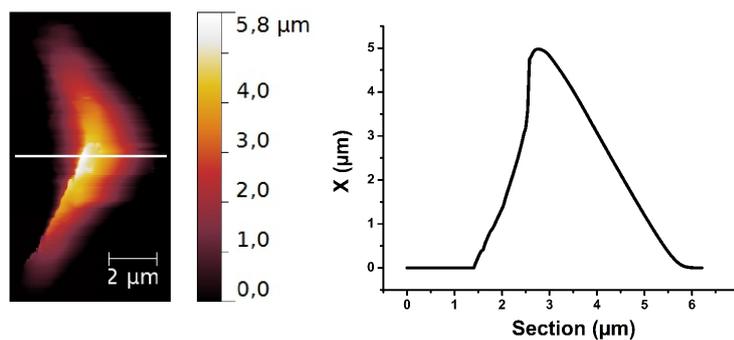


FIGURE 4.32 – Image AFM et section de l'apex d'une pointe réalisée par la méthode présentée 4.31.

## 4.3 Couplage haptique

C'est au travers du trio clavier/souris/écrans que les manipulations précédentes ont été réalisées. Par ce biais, l'expérimentation s'avère longue, fastidieuse et la lecture du protocole en annexe F en témoigne. Nous souhaiterions simplifier et accélérer ces tâches par l'intermédiaire du système haptique permettant à la fois de contrôler la position des sondes et de ressentir les interactions en temps-réel. Les expériences présentées ici ont pour but de tester si le couplage système haptique de nanomanipulation est d'abord capable de déplacer simultanément les deux sondes pour saisir un objet. Ensuite si, au travers le retour haptique, l'expérimentateur est à même de ressentir les interactions agissant à l'échelle nanométrique, de les caractériser, de les manipuler et de les localiser.

### 4.3.1 Téléopération basique en 3D : préhension d'une microsphère

Une microsphère de  $20\mu m$  de diamètre a été poussée, attrapée et maintenue au dessus de la surface avec les deux pointes via un contrôle visuel et un pilotage du déplacement des pointes par les joysticks via les moteurs pas à pas Mechnics (Fig. 4.33) mais sans retour de force ni régulation. L'utilisateur a pu maintenir l'objet au-dessus de la surface pendant plusieurs minutes.

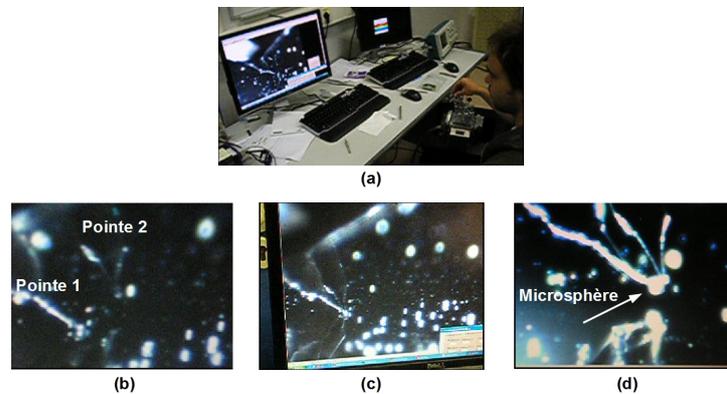


FIGURE 4.33 – (a) Contrôle des deux sondes à l'aide des joysticks par un seul utilisateur. (b) Approche de la pointe 1. (c) Approche de la pointe 2. (d) Retrait simultané des deux pointes après la saisie de l'objet.

Cette manipulation montre la simplicité et le gain de temps que procure l'utilisation des joysticks en tant que contrôleur en position des pointes comparée au couple clavier-souris. Pour réaliser la préhension d'un objet de manière contrôlée, il est nécessaire de connaître l'interaction entre les pointes et l'objet. C'est le sujet de la section suivante qui explore les capacités du système haptique à retranscrire à l'utilisateur les interactions à l'échelle nanométrique.

### 4.3.2 Téléoopération 1D : ressenti et distinction de l'élasticité.

L'interaction entre la pointe et une membrane circulaire de PDMS (polydiméthylsiloxane), un échantillon souple, a été sondée. Ces membranes ont un grand intérêt en biologie pour leur élasticité proche de celle des cellules vivantes. La force correspondante sur le système haptique a été enregistrée (Fig.4.34). Grâce à la grande constante de raideur du diapason, la variation du décalage en fréquence peut être considérée comme résultant seulement de la déformation de l'échantillon.

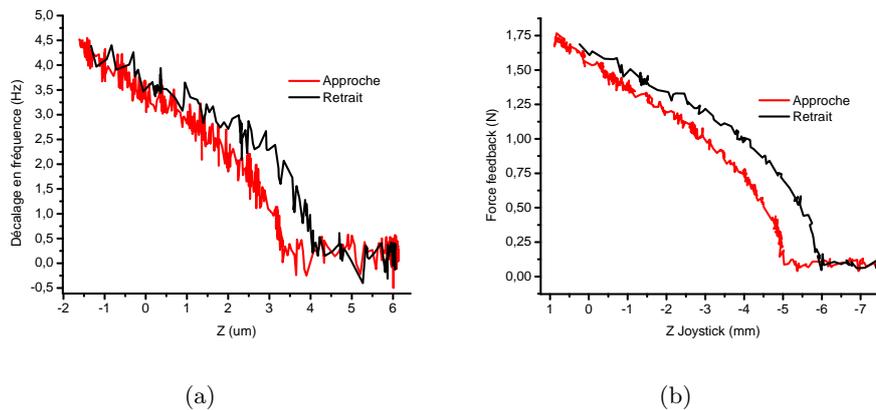


FIGURE 4.34 – Courbe d’approche-retrait (Approche de la droite vers la gauche) sur une membrane circulaire de PDMS (polydiméthylsiloxane) via l’interface haptique. Diamètre et épaisseur de la membrane :  $5\text{mm}$  ;  $10\mu\text{m}$ . (a) Mesure directe du décalage en fréquence. (b) Force feedback (Retour en force) appliquée au joystick. Le décalage entre l’approche et le retrait est dû à l’hystérésis du piézocanner.

### 4.3.3 Téléoopération en 2D : manipulation d’une microsphère

Une sphère en latex de  $2\mu\text{m}$  de diamètre sur un substrat de silicium a été déplacée par une des pointes, pendant cette manipulation l’utilisateur a pu ressentir, via le retour de force en 3D, les interactions entre la pointe et la sphère mesurées au travers le décalage en fréquence du diapason à quartz.

Après que la sphère a été localisée haptiquement (Fig. 4.35(a)), elle a été déplacée sur la surface de quelques microns sans dommage (Fig. 4.35(b)).

Malgré la facilité relative avec laquelle la sphère a été manipulée avec un retour en 3D de la force, une limitation forte subsiste : l’objet est manipulé par un déplacement en 3D de la pointe mais la mesure de l’interaction entre la pointe et l’objet n’a lieu que dans la direction  $z$  : la direction d’oscillation du diapason. Il n’est donc pas possible de distinguer une interaction horizontale d’une interaction latérale, quand on vient au contact d’un objet par exemple. Pour remédier à cela, nous avons choisi que la direction dans laquelle l’utilisateur ressent l’interaction est la direction dans laquelle il déplace la pointe via le joystick.

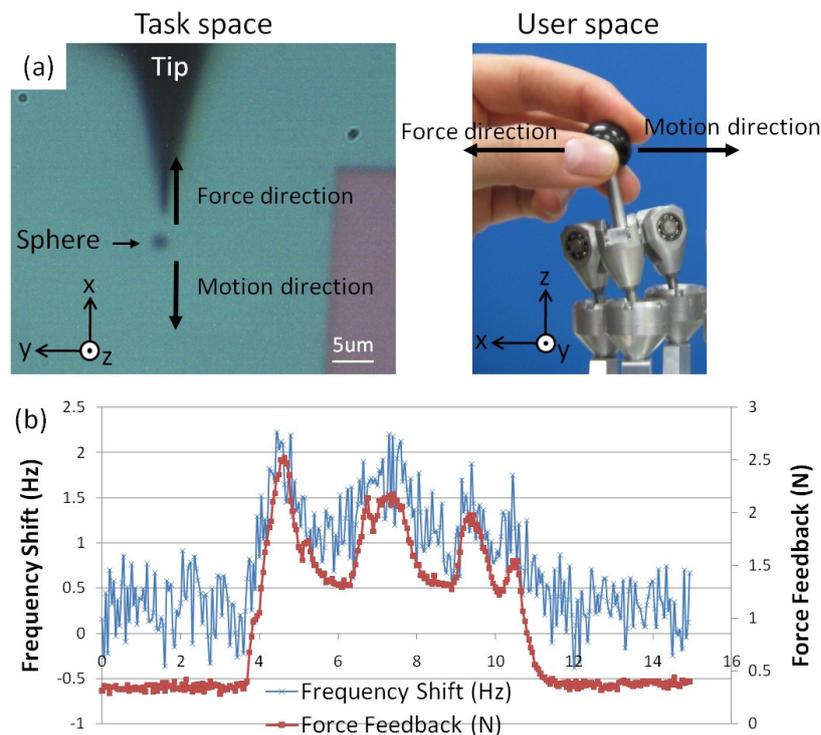


FIGURE 4.35 – Manipulation d’une sphère de  $2\mu m$  de diamètre : (a) la sphère est préalablement localisée via le retour de force en 3D et ensuite déplacée de quelques microns sur la surface ; (b) Décalage en fréquence et signal du retour de force en fonction du temps (en seconde) pendant le déplacement de la sphère. Les variations du décalage en fréquence pendant le déplacement de la sphère témoignent du comportement de la sphère sur la surface. Les pics représentent la rencontre d’un obstacle par la sphère, augmentation de l’interaction pointe-sphère, les creux un phénomène de glissement, diminution de l’interaction pointe-sphère.

## 4.4 Processus d'exploration haptique

L'exploration haptique d'un échantillon fait appel aux capacités sensorimotrices de l'humain. La lenteur de l'imagerie AFM menée par les résonateurs à quartz dont le long temps de relaxation ( $0,01 < \tau < 1s$ ) est l'élément limitant, peut être surmontée par les capacités d'apprentissage de l'utilisateur qui peut explorer de manière aléatoire l'échantillon, tandis qu'un balayage normal se fait ligne par ligne, jusqu'à trouver la zone d'intérêt et s'y attarder. Pour arriver à cela, le système haptique doit nous permettre d'explorer le substrat pour localiser et reconnaître la forme d'un objet nanométrique. Pour notre test l'utilisateur devra localiser une sphère de  $400nm$  de diamètre sur un substrat de Silicium puis, si cela est réalisable, suivre le contour de la sphère à hauteur constante. Pour tester ces capacités, nous avons implémenté deux différents couplages haptiques pour combiner le système à retour de force et notre station de nano-manipulation. La reconnaissance consiste à localiser une sphère submicronique isolée sur un substrat de silicium et d'identifier sa forme et son contour à partir d'une exploration haptique. Dans ces deux configurations, les directions X et Y du plan horizontal sont contrôlées manuellement via les déplacements du joystick. L'espace de travail du joystick dans ce plan est un cercle de  $6cm$  de diamètre correspondant à un espace de travail de  $6\mu m$  de diamètre pour la pointe, c'est-à-dire une démultiplication de  $10^4$ .

### 4.4.1 Configuration 1 : Téléopération haptique totale

Dans la première configuration, l'utilisateur contrôle manuellement les mouvements dans les trois directions de l'espace (Fig. 4.36). Le décalage en fréquence  $\Delta f$  mesuré est converti en un signal de force appliqué au système haptique selon l'axe vertical. L'utilisateur contrôle lui-même l'intensité de l'interaction avec l'échantillon :

$$F_{feedback} = K_f \cdot \Delta f \propto K_f \cdot \nabla F \quad (4.1)$$

où  $K_f$  est le coefficient de conversion en  $N/Hz$ . Une force visqueuse  $B \frac{dZ}{dt}$  est également ajoutée pour maintenir la stabilité du système.

Pour contrôler la pointe, l'utilisateur doit constamment adapter sa force sur le joystick selon la direction verticale  $Z$  pour maintenir une interaction pointe-surface suffisamment faible pour ne pas endommager la pointe. Dans cette configuration, le processus de reconnaissance haptique est grandement tributaire de la sensibilité de l'utilisateur pour ressentir les interactions et de sa dextérité pour maintenir cette interaction constante.

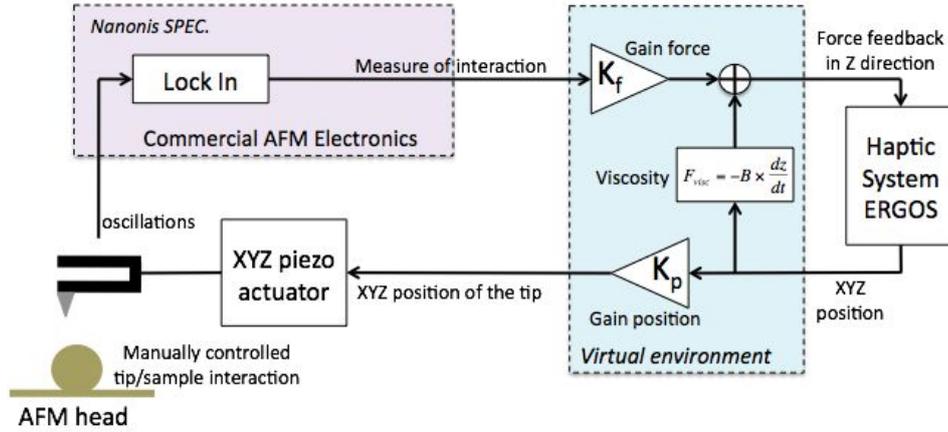


FIGURE 4.36 – Téléopération totale (configuration 1) où l'utilisateur contrôle la position de la pointe via le système à retour d'effort, le signal de force est relié au gradient de force de l'interaction et est appliqué selon l'axe  $Z$  du joystick.

#### 4.4.2 Configuration 2 : Réalité augmentée → Téléopération haptique assistée

Dans cette configuration, l'expérimentateur contrôle les mouvements de la pointe uniquement dans le plan horizontal (X,Y) tandis que la direction  $Z$  est contrôlée au travers du contrôleur Proportionnel-Intégral de l'électronique Nanonis comme il le ferait lors d'une imagerie AFM classique.

A l'échelle macro, le système haptique est connecté à :

- un système visco-élastique **virtuel** :

$$F_{el,i} = K_{el} \cdot (Z_{joystick,i} - Z_{el}) + B \frac{Z_{joystick,i} - Z_{joystick,i-1}}{dt} \quad (4.2)$$

où  $K_{el}$  est la constante de raideur virtuelle,  $B$  la viscosité et  $Z_{el}$  est la longueur d'équilibre du ressort. Cette force génère une position d'équilibre pour  $Z_{joystick} = Z_{el}$ . Une force visqueuse est ajoutée pour maintenir le système haptique stable.

- un générateur de force qui applique une force proportionnelle au signal de position de la pointe transmis par l'électronique Nanonis :

$$F_{tip,i} = K_{tip} \cdot (Z_{tip,i} - Z_0) \quad (4.3)$$

$Z_0$  est la position où la force est nulle,  $F_{tip} = 0$ , lorsque la pointe est sur une surface plane.

La combinaison de ces deux forces asservit la position en  $Z$  du joystick tandis que l'utilisateur se déplace librement dans le plan horizontal (X,Y). Ainsi le système haptique reproduit la topographie de l'échantillon pendant le balayage manuel. Lorsque la pointe passe une bosse,  $F_{tip}$  augmente et le ressort virtuel se comprime : Le joystick se soulève. Inversement, lorsque la pointe passe un trou,  $F_{tip}$  diminue et

le ressort s'allonge : le joystick s'abaisse (Fig. 4.38). Le rapport  $K_{tip}/K_{el}$  définit le facteur d'échelle entre le déplacement réel  $Z_{tip}$  de la pointe et le déplacement imposé au joystick  $Z_{joystick}$ . La raideur  $K_{el}$  du ressort définit la raideur de la surface virtuelle reliée au signal  $Z_{tip}$ . L'équivalence mécanique de cette configuration est décrite Figure 4.39 (b).

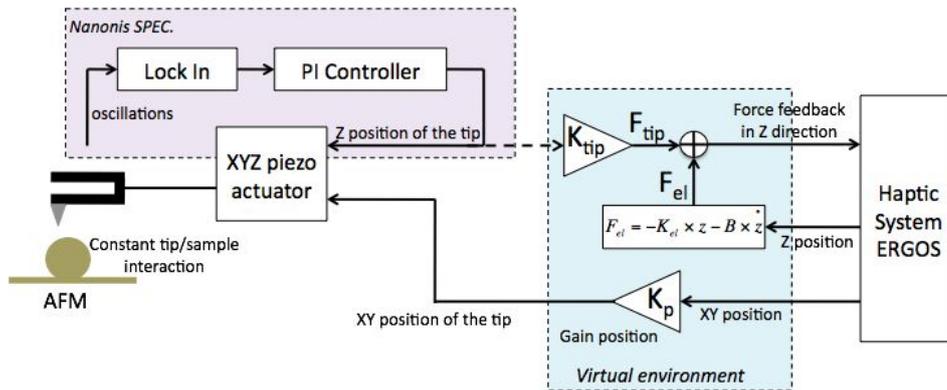


FIGURE 4.37 – Configuration de réalité augmentée (configuration 2) où la position verticale  $Z$  de la pointe est contrôlée via le contrôleur Proportionnel-Intégral de l'électronique Nanonis ; l'utilisateur balaie manuellement la surface dans le plan  $(X,Y)$  tout en ressentant la topographie de l'échantillon au travers d'une surface virtuelle. La raideur de cette surface est  $K_{el}$ .

Dans cette configuration, le mouvement vertical de la pointe est contrôlé par une boucle de régulation standard, l'humain n'a alors qu'un faible impact sur la stabilité du système. Le seul devoir de l'opérateur est de ne pas aller plus rapidement que le régulateur et d'adapter sa vitesse de déplacement latérale. Le diapason à quartz ayant une constante de temps très longue à cause de son grand facteur de qualité, de l'ordre de  $500ms$ , la constante de temps du régulateur est grande. Il est donc nécessaire dans cette configuration d'imposer une vitesse maximale de déplacement de la pointe, de l'ordre de  $0,5\mu m/s$  ce qui correspond à une vitesse de  $5mm/s$  à l'échelle du système haptique. Une force visqueuse est appliquée pour imposer à l'utilisateur cette vitesse maximale.

#### 4.4.3 Validation expérimentale

Afin d'évaluer et de comparer les deux configurations décrites, nous avons réalisé deux tâches spécifiques dans trois différents **modes** :

Mode A. Configuration 1 : Téléopération haptique non assistée.

Mode B. Configuration 2 avec le paramètre  $K_{tip}$  (Eq. 4.3) égal à 0. L'utilisateur ne ressent donc pas la topographie, il déplace simplement la pointe dans le plan horizontal.

Mode C. Configuration 2 avec le paramètre  $K_{tip}$  différent de 0 .

Les tâches accomplies sont :

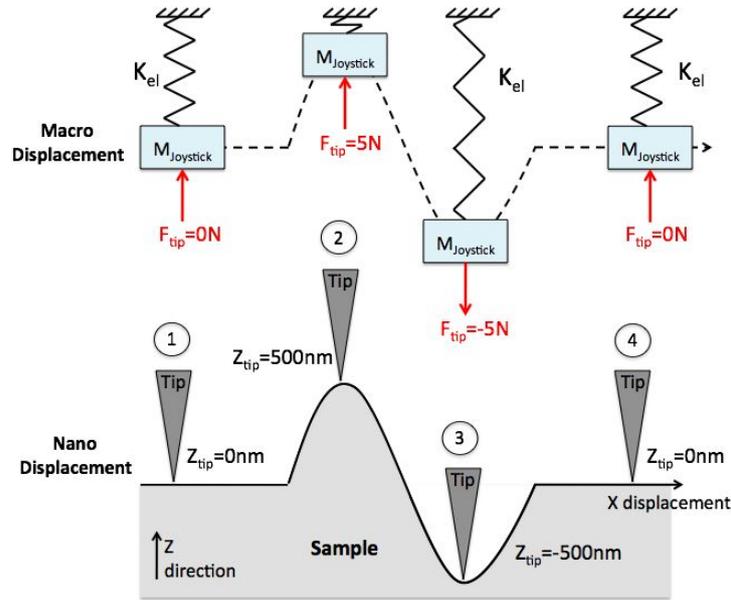


FIGURE 4.38 – Schéma du comportement de la masse associée au joystick pendant un déplacement latéral réalisé par l'opérateur. Pendant ce déplacement, la pointe AFM suit la topographie de l'échantillon via la régulation en  $Z$  classique. Ce mouvement vertical modifie la force appliquée sur le joystick (Eq. 4.3), reproduisant la même topographie à l'échelle macro.

T1. Localisation et reconnaissance d'une sphère de  $400nm$  de diamètre sur un substrat de silicium.

T2. En cas de succès de la première tâche, suivre le contour de la sphère à hauteur constante.

La sphère est préalablement imagée de manière classique, Fig. 4.40. Le temps pour réaliser cette image est de 20 minutes.

#### 4.4.3.1 Expérience 1 : Reconnaissance

Grâce à la téléopération totale, il a été possible de localiser la nanosphère puis à partir de l'enregistrement des mouvements de la sonde guidée par l'opérateur, une cartographie a pu être obtenue (figure 4.41 (a)). En bas à gauche de la figure 4.41(a), on peut identifier une partie de la sphère. Néanmoins, sa forme ne correspond pas de manière convenable avec l'image AFM précédemment obtenue.

Ce défaut de correspondance est principalement dû à la difficulté qu'éprouve l'opérateur de maintenir l'interaction pointe-surface constante (Fig. 4.41 (b)) et d'ajuster la hauteur pour décrire la réelle morphologie de l'objet. C'est pourquoi, la seconde tâche ne peut être réalisée dans cette configuration sans risquer d'endommager la pointe d'une manière quasi-certaine.

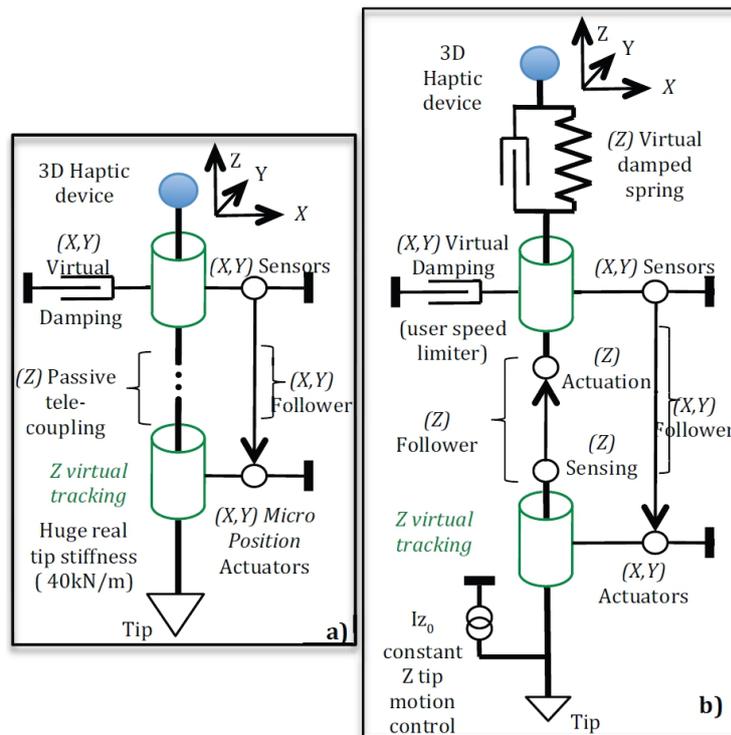


FIGURE 4.39 – Equivalents mécaniques des deux configurations de téléopération haptique. a) Couplage haptique complet selon l'axe  $Z$ . Cette configuration présente une très haute sensibilité. b) Le déplacement en  $Z$  de la pointe est contrôlé par la boucle de contre-réaction  $I_z$ . Le retour haptique selon l'axe  $Z$  provient de la hauteur  $Z$  de la pointe

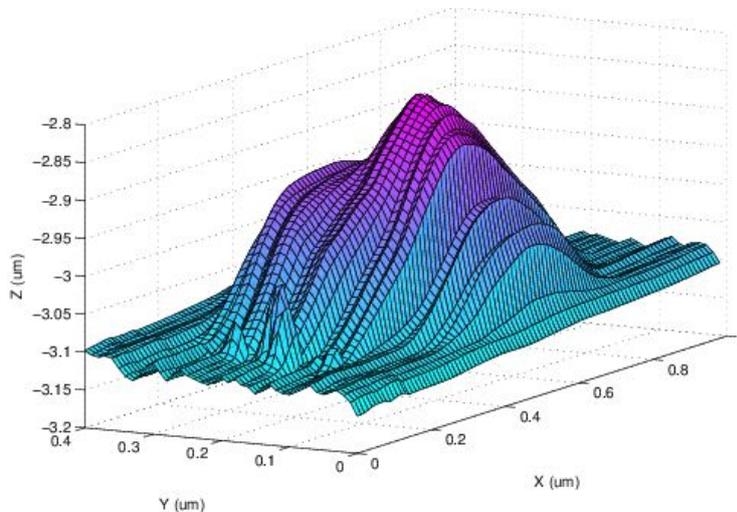


FIGURE 4.40 – Image AFM classique d'une sphère de  $400\text{nm}$  de diamètre.

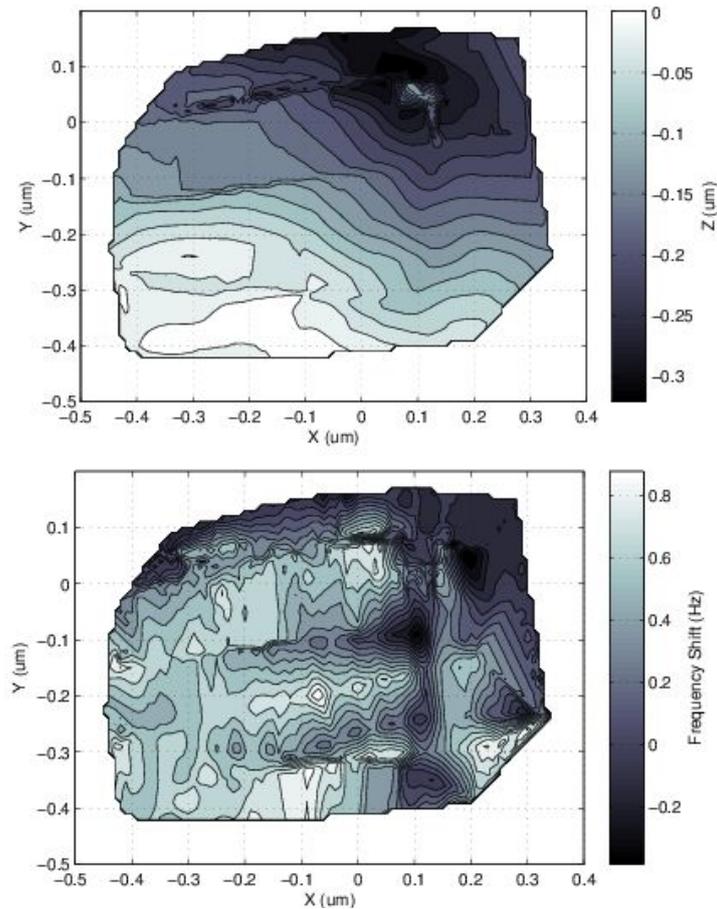


FIGURE 4.41 – Reconnaissance haptique réalisée de manière non assistée (configuration 1). (a) Topographie de l'échantillon reconstruit à partir de la trajectoire décrite par l'utilisateur. (b) Décalage en fréquence mesuré pendant le balayage. Le décalage en fréquence devrait être constant durant l'expérience, pourtant il varie entre  $-0,4$  et  $0,8Hz$ .

La figure 4.42 montre le résultat de **la même tâche** réalisée en mode (B) et (C) basée sur la configuration 2. Pour ces deux modes, l'utilisateur percevait un retour visuel du signal de position de la pointe  $Z_{tip}$  via un oscilloscope. C'est le seul feedback dont dispose l'opérateur dans le mode (B) tandis que dans le mode (C) s'ajoute à ce retour visuel un retour haptique de la topographie selon les modalités expliquées par la figure 4.38.

Le résultat de cette expérience est similaire pour les deux modes, la sphère est localisée et cartographiée grâce au balayage manuel. La surface (figure 4.42) est reconstruite à partir de la trajectoire  $XYZ$  de la pointe (ligne noire). L'interaction pointe-surface est régulée par le contrôleur Proportionnel-Intégral classique pendant que l'opérateur parcourt l'échantillon sans retour de force (Fig. 4.42(a)) ou avec retour de force (Fig. 4.42(b))

La boucle de régulation en  $Z$  agit comme un guide virtuel et aide l'opérateur dans la tâche d'exploration. L'action de l'opérateur passe d'un contrôle cognitif (mode A), c'est-à-dire qu'il doit faire totalement confiance en sa perception, à un contrôle sensori-moteur (mode B et C) du joystick.

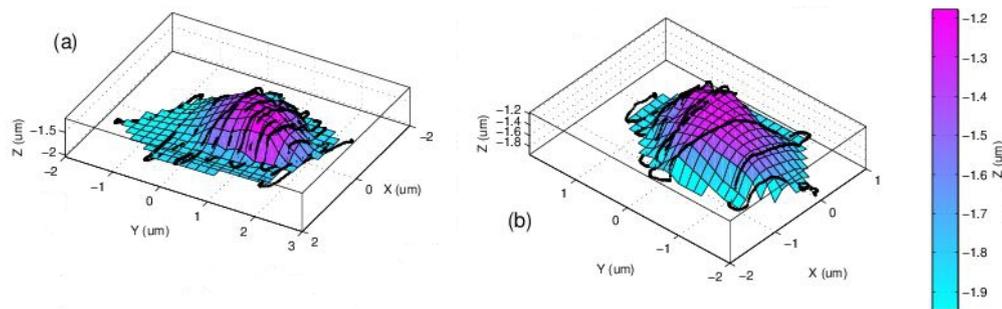


FIGURE 4.42 – Expérience 1 : exploration et reconnaissance d'une sphère de  $400nm$  de diamètre par un balayage manuel. La topographie de l'échantillon est reconstruite à partir de la trajectoire de la pointe (ligne noire). (a) Sans retour de force : l'utilisateur ne ressent pas la topographie. (b) Avec retour de force : L'utilisateur ressent la topographie pendant le balayage.

L'imagerie de la sphère, c'est-à-dire sa localisation a pris moins de temps qu'une imagerie complète classique car il n'a fallu qu'une dizaine de lignes pour reconnaître la forme de la sphère contre 128 ou 256 généralement pour une image AFM classique. Notons que les dimensions de la sphère imagée manuellement sont plus grandes que celles obtenues lors de l'imagerie classique. Cela est dû aux déplacements erratiques de l'opérateur comparés à la régularité d'un balayage automatique. Cette erreur concerne principalement les directions  $(X,Y)$ , c'est pourquoi on observe sur la figure 4.42 quelques distorsions entre les dimensions en  $X$  et  $Y$  et les dimensions en  $Z$  de la sphère.

#### 4.4.3.2 Expérience 2 : Contour de la sphère à hauteur constante

Pour aller plus loin dans la complexité, les modes (B) et (C) ont été testés dans le cadre d'une tâche spécifique : suivre le contour de la sphère à hauteur constante.

Dans chacun des modes, la tâche ne se fait pas sans difficultés mais on peut noter que l'utilisateur est plus précis dans le cas du mode (C), lorsqu'il ressent la topographie (Fig. 4.43). En effet, la déviation standard de son déplacement vertical égale  $0,11\mu m$  dans le mode (C) tandis qu'il est de  $0,25\mu m$  sans retour de force associé à la topographie, mode (B).

Cette tâche est compliquée dans les deux cas, un effort cognitif important étant demandé à l'utilisateur. Le guide virtuel l'aide à rester sur la surface mais ne matérialise pas les lignes de niveaux à suivre. Il n'a pas accès au retour de force indiquant la trajectoire correcte.

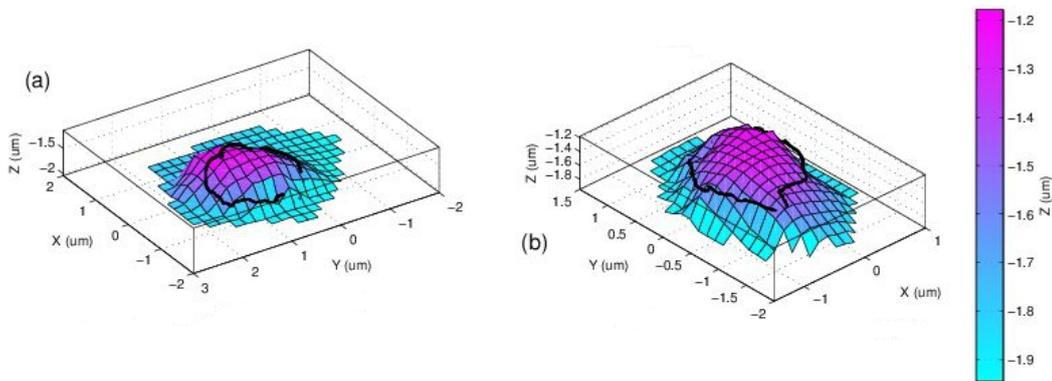


FIGURE 4.43 – Expérience 2 : Suivi du contour à hauteur constante. La trajectoire de l'utilisateur est dessinée, ligne noire, par-dessus la reconstruction de l'échantillon. Contour following at constant height. (a) Sans retour de force : l'utilisateur ne ressent pas la topographie. (b) Avec retour de force : L'utilisateur ressent la topographie pendant le balayage.

## 4.5 Analyse critique

Les tâches réalisées grâce au couplage haptique peuvent être comparées à un modèle réaliste : l'exploration d'une surface via une sonde rigide.

Néanmoins, il existe une différence entre ce modèle et notre ressenti. La force ressentie par l'opérateur via le système haptique est toujours verticale ; tandis que dans le modèle réaliste, la force doit être normale à la surface. Dans notre cas la composante horizontale de la force n'est pas accessible de par l'orientation de notre sonde. Alors le rendu haptique de l'interaction outil-objet n'est pas complet.

Malgré cette différence, il a été possible de réaliser des tâches spécifiques irréalisables sans retour de la force provenant du nano-monde.



# Conclusions et perspectives

---

Nous allons à présent résumer les enseignements et les résultats clés obtenus lors de ce travail et en dessiner les principales conclusions et les mettre en perspective pour de futures études et applications.

## 5.1 Vers le nanoprêhenseur idéal : Microscopie à sonde locale

Dans ce chapitre, nous avons cherché le prêhenseur le plus adapté à l'utilisation souhaitée de notre station de nanomanipulation. Notre station doit être capable de travailler dans divers types de milieux (air, gaz, liquide), et plus limitant encore, elle doit être compatible avec l'environnement de l'échantillon sur une ligne de lumière synchrotron, ce qui implique une nécessité de compacité. Pour cela nous avons analysé trois techniques de manipulation : les pinces optiques, les prêhenseurs mécaniques issus des technologies MEMS (microsystème électromécanique) et les pinces basées sur la microscopie à sonde locale et plus précisément la microscopie à force atomique. Entre autres inconvénients, la difficulté pour les pinces optiques de travailler à l'air et la nécessité, pour les prêhenseurs mécaniques, d'une vision via un MEB, incompatible avec le besoin de compacité de notre station, nous ont conduits à baser nos prêhenseurs sur la microscopie à sonde locale et plus particulièrement la Microscopie à Force Atomique. Néanmoins l'utilisation de leviers AFM classiques pose deux problèmes : la détection optique des mouvements du levier qui peut s'avérer compliquée à mettre en oeuvre sur une ligne de lumière synchrotron et les instabilités mécaniques engendrées par les effets "saut au contact" et "saut au décrochage", liés à la flexibilité des leviers, bien connus en microscopie à force atomique.

Nos prêhenseurs se composent donc d'oscillateurs à quartz sur lesquels une pointe fine est collée. Ces oscillateurs sont auto-sensitifs et permettent donc de s'affranchir d'une détection externe. Grâce à leur grande constante de raideur les instabilités mécaniques sus-mentionnées sont évitées. Deux types de résonateurs à quartz, le diapason et le LER, ont été implémentés sur notre station de micro/nanomanipulation ; leur mode de fonctionnement et leur mise en oeuvre sont expliqués dans ce chapitre. Leur comportement étant similaire, c'est le diapason qui fait l'objet d'une étude plus précise. Cette étude a montré que la constante de raideur effective du diapason n'est pas équivalente à celle d'un seul bras mais à celle du couplage entre les deux bras du diapason. Ce résultat a été validé expérimenta-

lement, et la raideur effective du diapason équivaut à deux fois celle d'un seul bras. A savoir pour le mode de fréquence haute  $f_{\parallel} = 32kHz$  :

$$k_r = 2k \approx 42000N/m \quad (5.1)$$

Ce couplage est important à prendre en compte lorsque l'on souhaite mesurer quantitativement les interactions entre ce type de résonateur et l'échantillon. Pour terminer, les performances de ces deux résonateurs sont comparées, et si de prime abord la sensibilité en charge plus importante pour le LER semble un avantage pour diminuer l'amplitude d'oscillation et ainsi être plus sensible aux interactions, la constante de raideur très élevée du LER ( $1.10^6 N/m$ ) annule partiellement cet avantage. Pourtant le temps de relaxation  $\tau$  du LER plus court que celui du diapason octroie une vitesse de balayage plus rapide. Enfin la possibilité de mesurer les très petites amplitudes de vibration du LER (quelques centaines de  $pm$ ) rapproche la préhension exécutée par ces sondes d'une préhension "quasi-statique".

## 5.2 Montage de la station de micro/nanomanipulation

Ce chapitre, consacré au développement instrumental du nano-manipulateur, décrit les différents éléments qui le composent. Le problème d'encombrement spatial des deux préhenseurs est posé : Comment placer les oscillateurs l'un par rapport à l'autre et leurs pointes associées de manière à ce que l'imagerie AFM et la préhension d'un objet soit possible et efficace ?

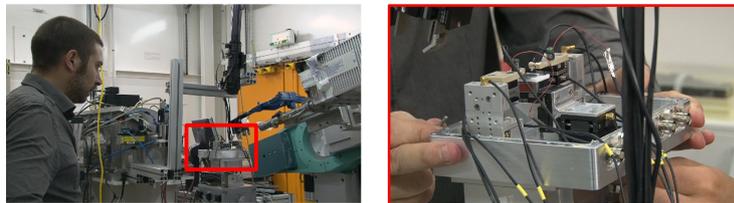


FIGURE 5.1 – Station de nanomanipulation sur le porte-échantillon de la ligne de lumière ID03 à l'ESRF

D'un point de vue pratique un avantage du LER sur le diapason est avancé. D'abord la petite taille d'un bras du LER (section  $130\mu m * 70\mu m$ ) nous permet de coller plus facilement des pointes AFM classiques plus robustes que les pointes en tungstène pour le diapason. Du point de vue de la mesure ces pointes permettent de ne plus être seulement sensible au gradient de la force appliquée à l'objet mais également à la force.

En mesurant le déplacement du scanner ( $x$ ) sur lequel le préhenseur est attaché une fois que le contact est établi entre la pointe et l'objet (dans le cas d'un **objet dur**) il va être possible de mesurer la force appliquée simplement via la relation  $F = k_{levier} \cdot x$ . On retrouve ainsi les avantages d'un levier classique sans les inconvénients d'instabilités mécaniques.

Le positionnement de chaque préhenseur et de l'échantillon est contrôlé par le même assemblage de moteurs : trois moteurs inertiels ( $X$ ,  $Y$  et  $Z$ ) pour le positionnement grossier et un piézoscanner pour le positionnement fin, l'imagerie AFM et la préhension.

La compacité du montage (figure 5.1) et sa capacité à réaliser des images AFM ont été testées sur une ligne de lumière synchrotron. La figure 5.2 présente une image AFM réalisée sur une ligne de lumière d'une couche d'or formant une marche de  $50nm$ .

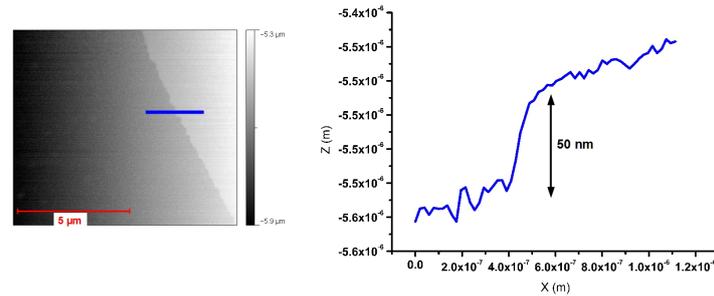


FIGURE 5.2 – Image AFM d'un substrat sur lequel une couche d'or crée une marche de  $50nm$  réalisée par le nanomanipulateur sur une ligne de lumière synchrotron.

Même si le montage actuel est compatible avec les lignes de lumière synchrotron et a donné les résultats vus dans le chapitre 4, il est possible d'améliorer la compacité et les performances du montage actuel. En effet les performances des piézoscanners utilisés actuellement ont été testés au Precision Engineering Laboratory de l'ESRF. Les résultats de ces tests, développés dans l'annexe D, montrent des performances, en terme d'hystérésis, de reproductibilité et de résolution, non adaptées à des mesures précises. De plus il n'est pas forcément nécessaire d'utiliser le même assemblage pour tous les éléments (échantillon et chaque préhenseur). La figure 5.3 illustre schématiquement une version améliorée de la station de nanomanipulation : les deux préhenseurs, montés sur un même piézoscanner ( $(X, Y, Z), 100\mu m * 100\mu m * 80\mu m$ ) pourront être contrôlés de manière synchrone en boucle fermée, aussi bien pour l'imagerie AFM que pour le transport d'un objet saisi. Tandis que le substrat pourra, en étant placé dans le trou dont est doté ce piézoscanner, être contrôlé de manière totalement indépendante. Seul un des préhenseurs est doté de moteurs inertiels (Smaract) permettant d'approcher grossièrement les deux pointes. Chaque préhenseur est doté d'un piézoscanner ( $X, Y, Z$ ) dont la course maximale est plus petite (typiquement  $20\mu m * 20\mu m * 10\mu m$ ) pour le positionnement grossier et la préhension.

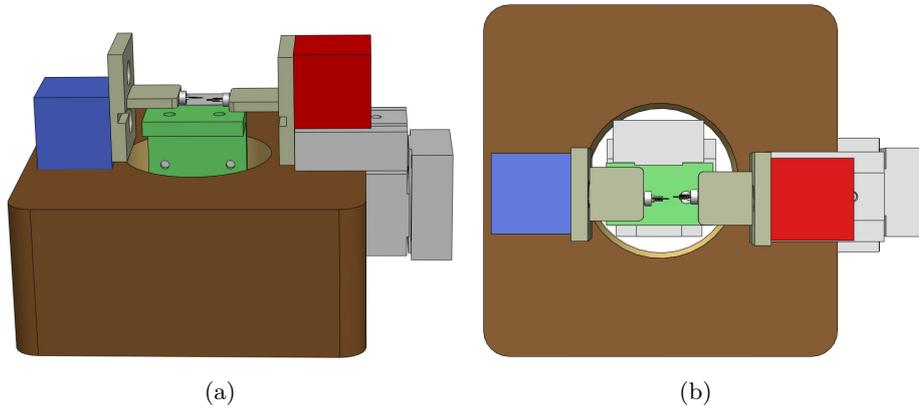


FIGURE 5.3 – Schéma d’une version envisageable pour le nanomanipulateur (a) vue en perspective et (b) vue de haut. En marron : piézoscanner ( $100\mu\text{m} * 100\mu\text{m} * 80\mu\text{m}$ ). En gris : moteurs inertiels Smaract. En bleu et en rouge : Piézoscanner indépendant pour chaque préhenseur. En vert : Porte-échantillon. Le volume totale de ce montage est ( $8\text{cm} * 8\text{cm} * 6\text{cm}$ )

### 5.3 Micro/nanomanipulation

Grâce à notre station de nanomanipulation plusieurs expérimentations ont été menées. La première consiste à la préhension de sphères de taille micrométrique (1 à  $4\ \mu\text{m}$  de diamètre) sur un substrat et à son transport. Ces manipulations ont été réalisées avec une combinaison de deux sondes AFM basées sur des résonateurs à quartz (Diapason et LER). Ces micromanipulations valident donc les capacités de notre montage à effectuer une tâche de préhension de manière contrôlée et fiable. Nous retiendrons que la configuration LER équipé de levier AFM dont la pointe est protubérante permet, en laissant le levier libre de se défléchir, de détecter la signature de la force d’adhésion agissant entre l’objet et le substrat.

Ces manipulations ouvrent la voie vers la simplification de l’analyse des forces de piégeages d’objet unique. Prenons par exemple les échantillons fabriqués par l’équipe de Nora Dempsey à l’Institut Néel sur lesquels existent des pièges magnétiques [49]. Pour le moment le moyen de sonder la force de ces pièges sur différents types d’objets est de créer autant de sondes, comme celle de la figure 5.4, que d’objets. Avec notre station de nanomanipulation, il serait possible de mesurer les forces de piégeages de différents objets à différents endroits du substrat.

Dans un second temps nous avons montré les capacités de notre préhenseur à saisir un objet micrométrique en suspension dans un liquide, ce qui ouvre la gamme de matériaux étudiables vers des matériaux biologiques.

Même si la manipulation d’objets de taille nanométrique n’a pas pu être réalisée durant ce travail à cause notamment des faibles performances des piézoscanners, nous avons développé des stratégies pour aller plus loin et passer à la nanomanipulation, des stratégies de localisation de l’apex des pointes sur un substrat et

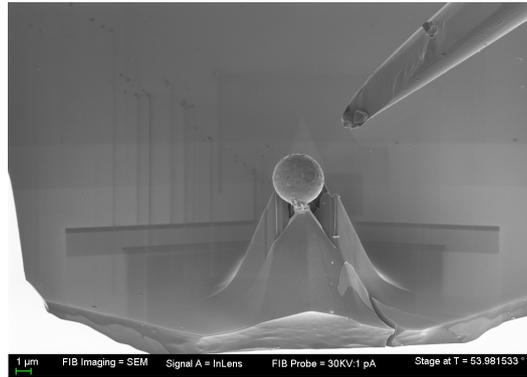


FIGURE 5.4 – Image MEB d’un levier AFM sur lequel une sphère magnétique est collée pour sonder des forces de piégeage magnétique.

sans référence extérieure ont été développées et devraient faciliter le passage de la micromanipulation à la nanomanipulation et de la micro-pêche à la nano-pêche.

Enfin nous avons exploré les capacités du couplage de notre montage avec le système à retour d’effort ERGOS. Au vu des expériences menées :

- Distinction par l’utilisateur d’une surface élastique
- Déplacement d’une sphère de  $2\mu\text{m}$  de diamètre sur un substrat
- Préhension et transport d’une sphère de  $20\mu\text{m}$  de diamètre
- Localisation haptique d’un objet nanométrique

il nous est permis de croire que ce couplage peut s’avérer d’une aide précieuse pour simplifier et accélérer le protocole de préhension. Pourtant ce couplage soulève un premier problème. Comment transmettre une force à l’utilisateur alors que la mesure ne donne principalement accès qu’au gradient de cette force ? Nous avons choisi la simplicité en convertissant directement de manière linéaire la mesure du gradient en une force appliquée au joystick du système haptique. Cette conversion n’est pas conventionnelle du point de vue de l’hapticien. Pourtant lorsque l’on se saisit d’un crayon, ressentons-nous une force ou un gradient de force ? Les physiologistes divisent le sens du toucher en deux catégories : le toucher proprioceptif, au travers les muscles, nous permet de détecter la position de notre squelette et la force appliquée par nos muscles. Le toucher cutané faisant appel aux récepteurs sensoriel de la peau répondant à toutes formes de stimuli mécaniques. Un grand nombre de processus rentre donc en compte lors de la préhension d’un simple crayon. Le gradient de l’interaction mesuré par nos résonateurs n’est peut être pas suffisant pour faire entrer l’humain dans le nanomonde.

Le second problème provient du temps de relaxation très long des résonateurs utilisés (0,001 à 1 seconde). Ce long temps de relaxation est le facteur limitant la rapidité avec laquelle l’utilisateur peut ressentir les interactions qui agissent à l’échelle nanométrique. Il n’est donc pas possible que l’utilisateur parcourt un échantillon plus rapidement que ne le ferait un programme de balayage. Pourtant les capacités d’apprentissage de l’humain peuvent surpasser cette contrainte en permettant de

parcourir le substrat de manière aléatoire jusqu'à trouver une forme familière ou recherchée. C'est ce que montrent les expériences de localisation haptique. Durant ces expériences un utilisateur a été capable de retrouver un objet sur un substrat et de reconnaître la forme d'une sphère puis d'en suivre le contour.

Une autre question posée est comment rendre compte à l'utilisateur d'un contact dans les trois dimensions de l'espace alors que le résonateur ne ressent les interactions que dans la direction de son oscillation ? La manipulation d'une sphère sur un substrat a tenté de répondre à cette question en déterminant la direction de la force ressentie par la direction du mouvement effectué par l'utilisateur. Cette solution est encore une fois celle de la simplicité. Une solution à ce problème pourrait venir d'une analogie avec l'article [50]. Dans cet article une forme spéciale de pointe, en forme de botte, est capable d'imager les cotés verticaux d'une structure nanométrique. Pour cela un mouvement oscillant est appliqué au substrat dans la direction horizontale pendant que la pointe vibre verticalement. En mesurant la modulation de l'amplitude d'oscillation du levier à la fréquence de vibration du substrat, il est possible de réguler l'interaction dans cette direction également (figure 5.5). Avec ce principe, on peut imaginer imposer au substrat un mouvement oscillant en  $X$  et en  $Y$  à deux fréquences différentes. En mesurant la modulation de l'amplitude de vibration du résonateur, il serait possible de déterminer de quelle direction provient l'interaction.

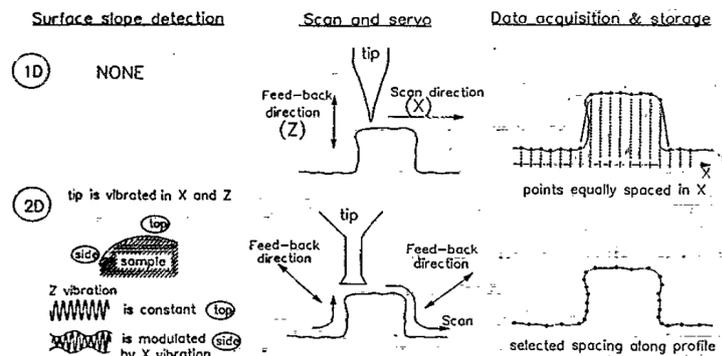


FIGURE 5.5 – Différences entre une imagerie AFM standard (en haut) et l'imagerie AFM "2D". L'imagerie AFM "2D" utilise une pointe en forme de botte pour sonder le plus fidèlement les murs verticaux. Cette forme de pointe peut s'apparenter à notre cas avec des pointes inclinées par rapport à la surface. Figure issue de [50]

## 5.4 Plus qu'un préhenseur

Le terme pince étant trop réducteur pour notre système nous nous sommes efforcés à ne pas employer ce terme pour désigner la station de nanomanipulation. En effet notre montage n'a pas seulement servi à la préhension d'objets. Il a servi à manipuler de manière contrôlée des échantillons spécifiques nécessitant l'intervention

de deux sondes simultanément.

### Formation de Memristor

Les systèmes de commutation résistive de films minces sont des candidats prometteurs pour le développement d'une nouvelle classe de mémoire non-volatile de haute densité. Certains systèmes pourraient être intégrés dans la technologie informatique existante ouvrant la voie à la construction de système de stockage de données de grande capacité nécessitant peu d'énergie. Depuis la réalisation concrète de memristor [51], le quatrième composant passif élémentaire prédit théoriquement par L. Chua [52], son implémentation industrielle est vivement recherchée. Un memristor typique est réalisé par un empilement métal/oxyde/métal (MOM). Les couches de métal sont au-dessus (Top electrode : TE) et en-dessous (Bottom electrode : BE) tandis que le film d'oxyde est le milieu actif de commutation. Pour créer un système de commutation bipolaire, une tension de formation est appliquée à la jonction. De ce fait, un canal conducteur nanométrique unique est électroformé à l'intérieur de la jonction. Ce canal est responsable du comportement memresistif (voir figure 5.6). Ces canaux font typiquement  $50nm$  de large dans le cas de système basé sur le  $TiO_2$  et sont délimités par les électrodes en métal. L'analyse non-destructive de ces systèmes est toujours un défi majeur.

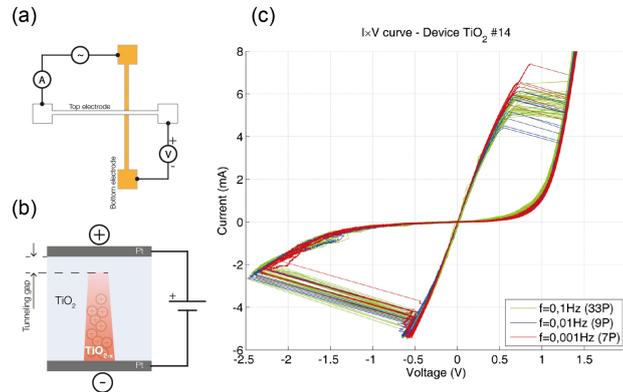


FIGURE 5.6 – (a) configuration typique des électrodes pour l'électroformation des memristors. Le memristor est formé dans la jonction entre les électrodes du haut et du bas. (b) Section de la jonction avec le canal conducteur responsable du comportement memresistif [53]. (c) Courbes courant-tension (I-V) d'un système memrésistif. L'hystérésis indique les états ON (basse résistance) et OFF (haute résistance).

C'est à la formation de tels systèmes que la station de nanomanipulation a servi. L'électroformation locale de memristors a été réalisée en utilisant une pointe comme l'électrode supérieure et en connectant l'autre pointe à l'électrode inférieure après avoir gratté la couche d'oxyde de  $50nm$  pour exposer cette couche de métal (platine). Un courant externe est appliqué entre les pointes (figure 5.7).

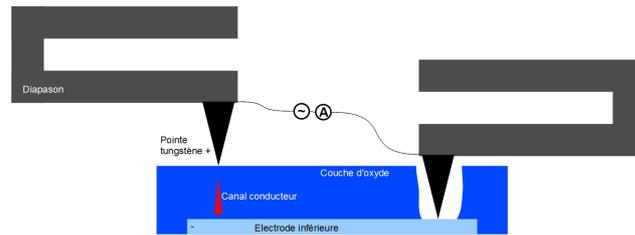


FIGURE 5.7 – Vue de coté de la procédure d'électroformation.

Pour former les memristors, nous avons appliqué des rampes de 0 à 10V entre les pointes. Une seconde rampe en tension est effectuée, en maintenant la position des pointes, pour vérifier l'efficacité du processus de formation. La figure 5.8 montre les courbes I-V pour l'étape de formation (courbes de gauche) et l'étape de vérification (courbes de droite) de trois memristors différents.

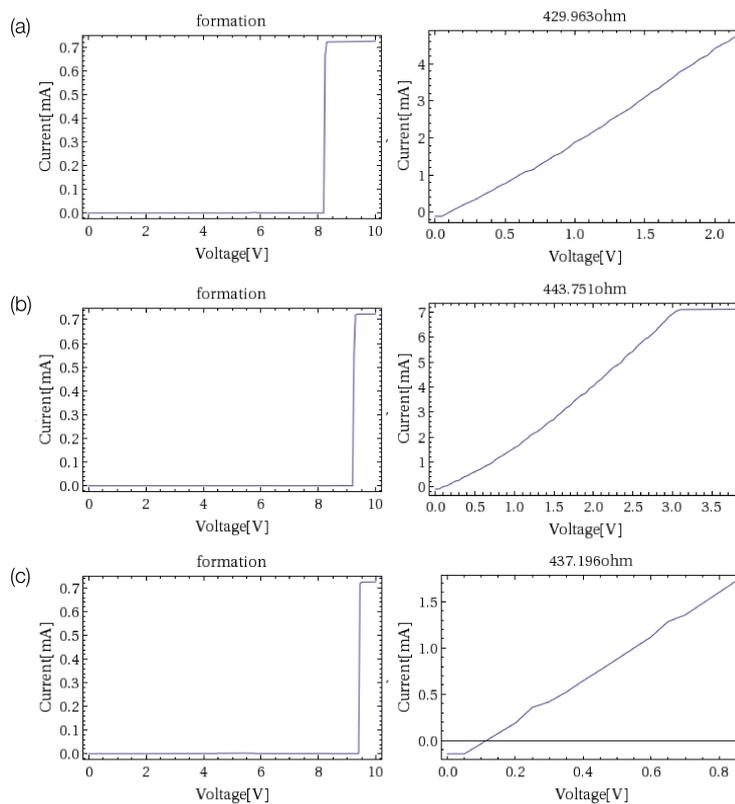


FIGURE 5.8 – Courbes courant-tension pendant la création (gauche) et la vérification (droite) de trois memristors différents.

Il existe une forte dépendance entre la force appliquée par la pointe sur l'oxyde

---

et la formation d'un memristor. C'est en cela que notre montage est intéressant pour la formation de tels systèmes. Cette électroformation locale est très reproductible et peut servir de base à la formation rapide et contrôlée d'un réseau de memristors plus facilement analysable par faisceau de Rayons-X qu'un système unique.

Par sa versatilité notre montage offre de multiples possibilités. Le protocole de préhension est maintenant bien abouti et facilement automatisable. J'ai également esquissé dans cette conclusion les développements futurs qui, pour moi, sont prioritaires quant à l'avancement de ce projet. Je souhaite que tous ces travaux et notre station de nanomanipulation puissent rapidement trouver leur place au sein d'une expérience synchrotron.



# Porte-préhenseurs

---

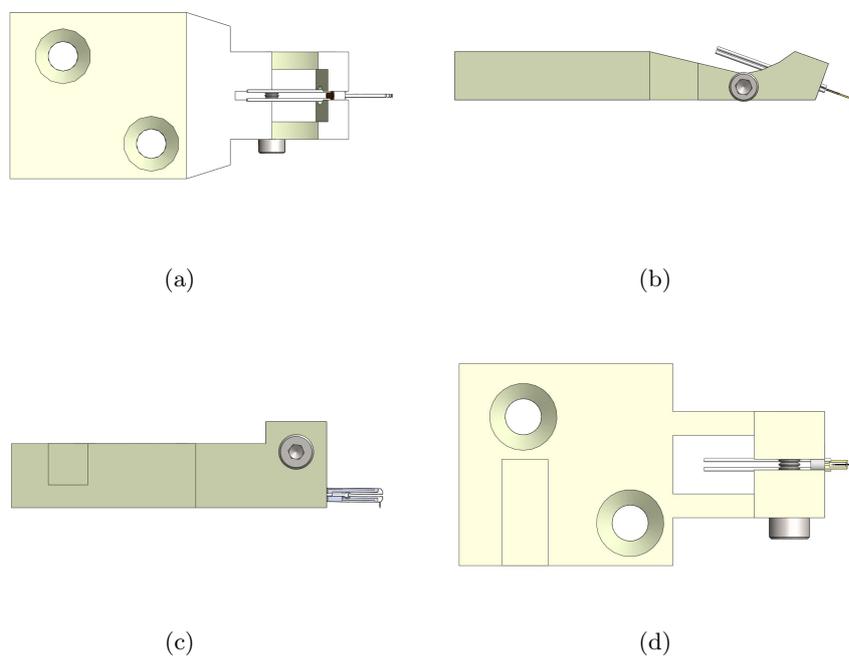


FIGURE A.1 – (a) et (b) Première version des portes-préhenseurs incompatible avec les LERS. (c) et (d) Porte-préhenseurs compatibles avec les deux types d'oscillateurs mais restreignant l'espace de travail.



# Collage des leviers AFM sur les LER

Pour coller les leviers AFM dont la pointe est protubérante sur les LER, dont les dimensions sont micrométriques, la vision et la dextérité humaines ne sont pas suffisantes. Nous avons donc développé une station totalement dédiée à ce processus. Cette annexe a pour but de présenter cette station ainsi que les différentes étapes pour obtenir ces sondes.

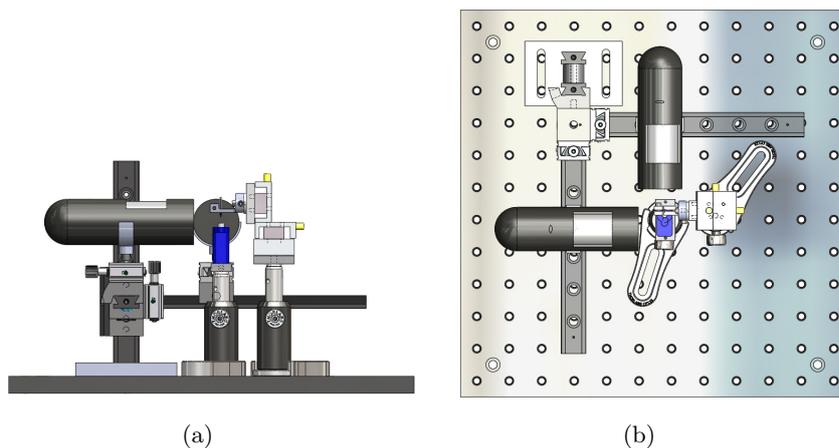


FIGURE B.1 – Station de collage de leviers d’AFM classique sur des LER. Le positionnement du LER se fait au travers trois moteurs inertiels ( $X$ ,  $Y$  et  $Z$ ) Mechonics. Le chip sur lequel le levier est attaché à la base peut être orienté par un servo-moteur (en bleu). Deux microscopes USB Veho permettent une vision de la scène selon deux directions.

## Préparation du LER sur la bague du diapason à quartz



FIGURE B.2 – (a) Le LER est déposé sur la bague initialement prévue pour le diapason à quartz. (b) Le LER est ensuite aligné pour qu'une fois sur le nanomanipulateur il soit le plus horizontal possible.

## Collage du Levier



FIGURE B.3 – Une petite quantité de colle conductrice est déposée sur le chip sur lequel le levier est attaché. Le LER est d'abord trempé dans cette colle.



FIGURE B.4 – Le LER est "essuyé" contre le chip pour enlever le trop plein de colle.



FIGURE B.5 – Le LER est amené au contact de la base du levier. Ainsi le levier se détachera plus facilement du chip.



FIGURE B.6 – Le LER descend doucement et le point d'attache entre le levier et le chip rompt.



FIGURE B.7 – Le levier est maintenant solidaire du LER. Il ne reste plus qu'à faire sécher la colle.



# Schéma de l'amplificateur pour l'excitation électrique des LER

---

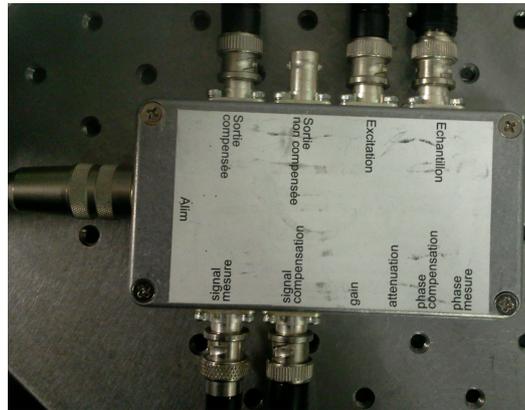


FIGURE C.1 – Amplificateur permettant d'exciter électriquement le LER et de recueillir le signal du LER dont le courant dû à la capacitance a été supprimé.

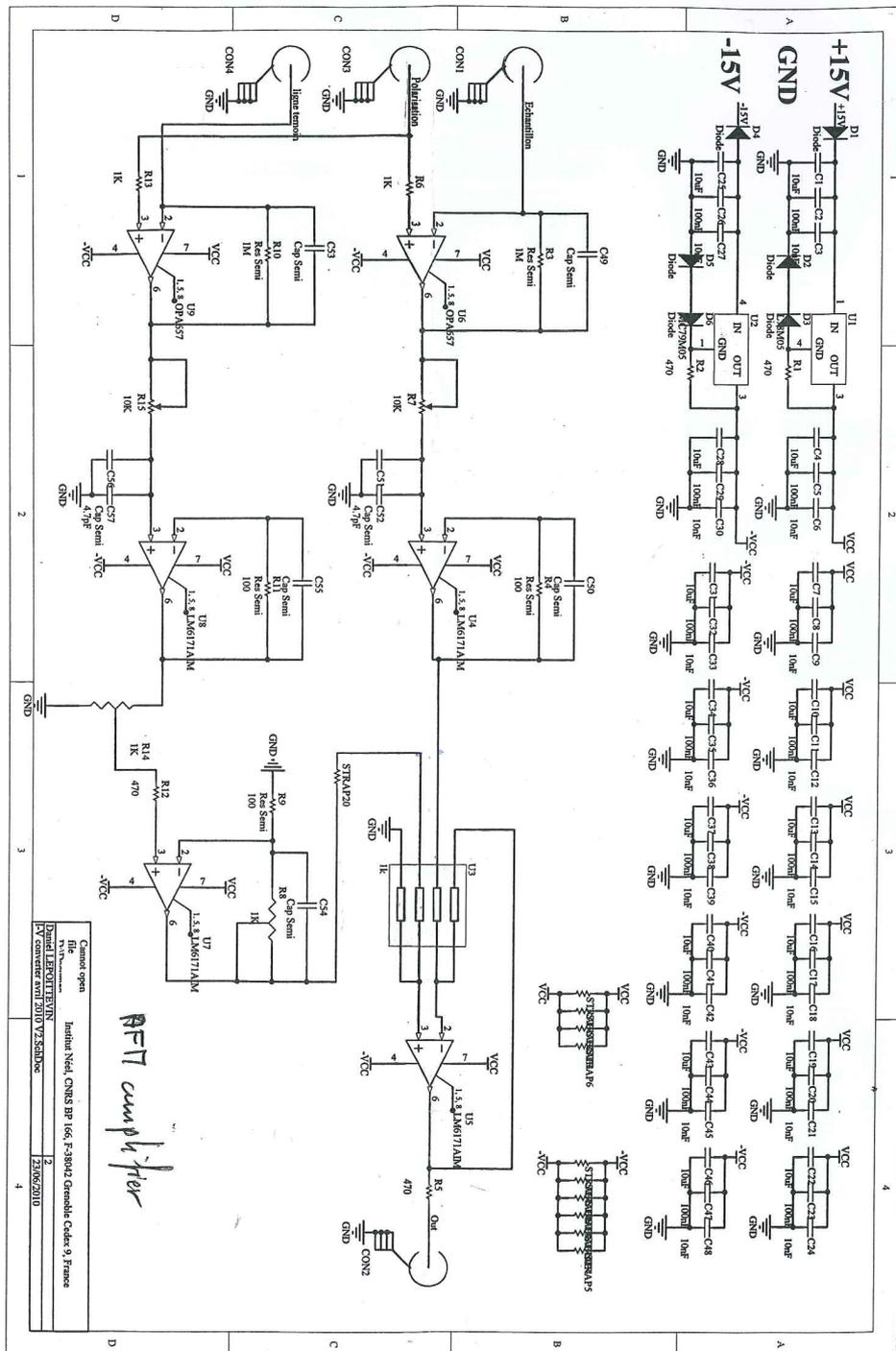


FIGURE C.2 – Schéma électronique de l'amplificateur utilisé pour exciter électriquement le LER tout en supprimant le signal capacitif créé par cette excitation.

# Performances des piézoscanners piezojenna

L'objectif de ces mesures est de caractériser les propriétés de déplacement et de positionnement (linéarité, hystérésis, répétabilité, résolution, rectitude) d'un minitritor de manière fine.

Au P.E.L (Précision engineering laboratory), nous avons effectué une première série de tests sur un des trois scanners piézo-électrique en mesurant ses déplacements par interférométrie.

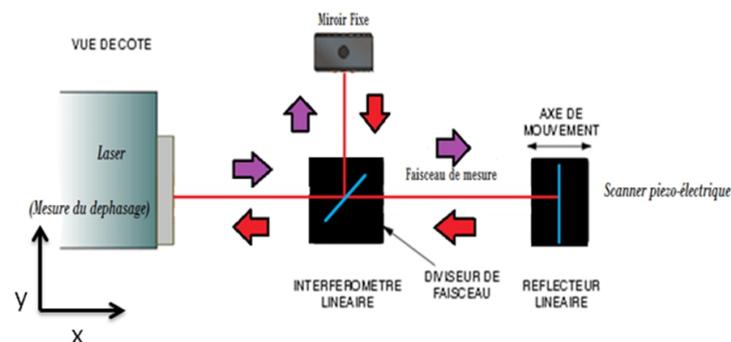


FIGURE D.1 – Schéma de principe de la mesure du comportement du scanner minitritor par interférométrie.

Les mesures ont été menées sur un minitritor dont les caractéristiques techniques sont résumées dans le tableau D.1 suivant :

	Unité	miniTritor
axes	-	$x, y$ et $z$
Déplacement	$\mu m$	38
Tension de travail	$V$	10...150
Résolution	$nm$	0,08

Tableau D.1 – Principales caractéristiques techniques d'un minitritor

## Hystérésis sur l'axe $Z$

L'hystérésis est la différence de chemin entre l'aller et le retour sur une gamme de tension égale.

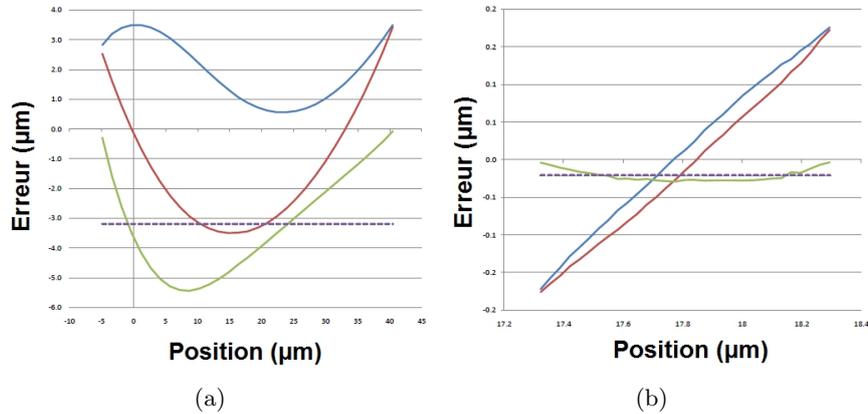


FIGURE D.2 – (a) Mesure d'hystérésis sur le déplacement maximum de l'axe  $Z$ . L'erreur moyenne entre l'aller et le retour est proche de  $3\mu m$ . (b) Mesure d'hystérésis sur une rampe en tension de  $3V$  soit un déplacement de  $3\mu m$ . L'erreur moyenne entre l'aller et le retour est proche de  $210nm$ . Bleu : aller. Rouge : retour. Vert : erreur du retour. Pointillés : erreur moyenne au retour

## Rectitude

Pour mesurer la rectitude, on effectue un déplacement de l'axe  $Z$  en regardant le déplacement de l'axe  $X$ .

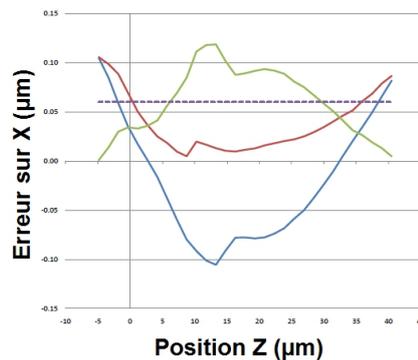


FIGURE D.3 – Mesure de rectitude sur l'axe  $X$  en fonction du déplacement total de l'axe  $Z$ . Bleu : aller. Le mouvement de l'axe  $X$  est couplé au déplacement de l'axe  $Z$ . L'axe  $X$  se déplace de plus de  $210nm$  pendant le mouvement de l'axe  $X$ . Bleu : aller. Rouge : retour. Vert : erreur du retour. Pointillés : erreur moyenne au retour

## Résolution en $Z$

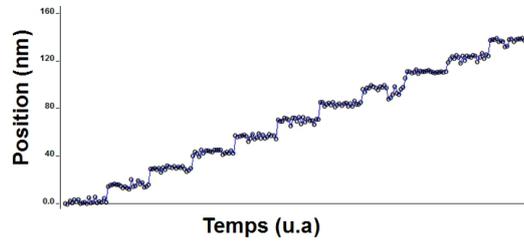


FIGURE D.4 – Incrément de  $0,06V$  soit  $19nm$  au cours du temps. Cet incrément est la valeur minimale de déplacement avec l'erreur la plus faible possible, c'est-à-dire la résolution



# Systeme TGR ERGOS

---

## Le système TGR ERGOS

### Systeme de base ERGOS et performances

A l'origine, la gamme de produits ERGOS SYSTEM a été développée pour des applications artistiques. Ils devaient être capables de reproduire le comportement d'instruments de musique (violon, piano, etc...). Son design a respecté plusieurs critères fondamentaux :

- système compact,
- possibilité de modifier le nombre de degré de liberté (DoF : Degree of Freedom),
- polyvalent,
- besoin d'une très grande Bande-Passante afin de restituer un contact dur,
- limiter les effets parasites (friction, jeu mécanique, etc.).

Pour résoudre le problème de polyvalence et de modularité, le système a été divisé en deux parties : le système bloc de base et le système cinématique transformant le mouvement de base en un mouvement propre à l'application voulue.

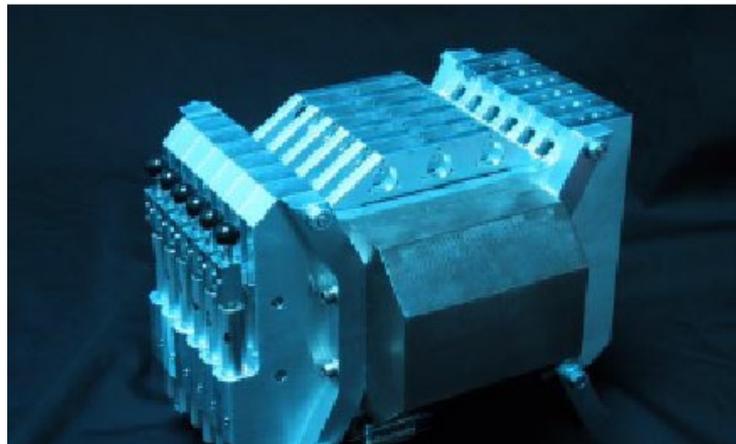


FIGURE E.1 – L'actionneur de base ERGOS

Le bloc de base ERGOS est un ensemble d'actionneurs électrodynamiques multi-axis parallèles. Il est composé d'une succession de tranches comportant chacune une bobine plate mobile et un aimant plat fixe. Chaque bobine, libre selon une translation verticale, représente un degré de liberté. En multipliant le nombre de tranches, on multiplie le nombre de DoF du système permettant ainsi la modularité.

L'empilement de bobines plates crée un flux d'excitation partagé entre les différentes tranches (cf figure E.2). Cette configuration permet un gain important sur l'épaisseur des tranches par rapport à un système à flux indépendant à chaque tranche [54]. Ainsi la taille minimale obtenue pour une tranche est de 1cm de large pour 10cm de hauteur et 15cm de profondeur (voir figure E.1). La force maximale qui peut être exercée est de 200N.

Enfin, chaque tranche est équipée d'un capteur de position LVDT d'une précision de  $2\mu\text{m}$  pour un déplacement total de 25mm.

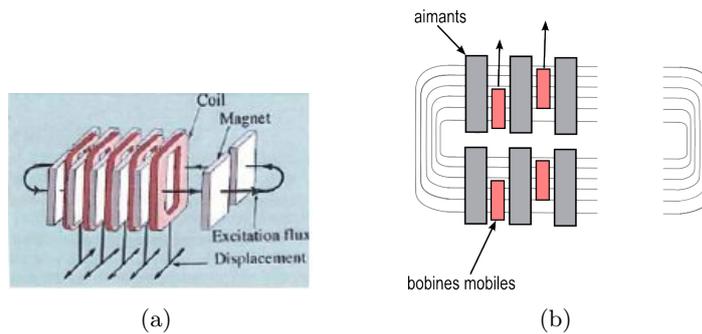


FIGURE E.2 – Configuration de l'actionneur modulaire en tranches : bobine mobile pour flux partagé

Le système ERGOS livré au SSL comporte six tranches indépendantes, d'où six degrés de liberté maximum.

### Performance du système ERGOS

Une façon traditionnelle de schématiser la chaîne haptique par diagramme bloc est la suivante (Figure E.3)

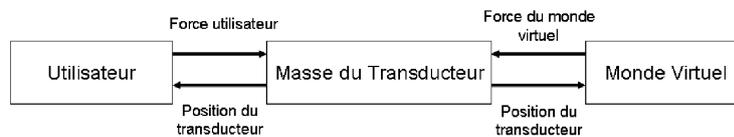


FIGURE E.3 – Schéma bloc de l'interconnexion du transducteur gestuel

Ce diagramme présente le comportement physique de base en terme de loi de Newton pour la masse réelle du transducteur. L'utilisateur et le monde virtuel exercent simultanément des forces sur le transducteur, et il se déplace en conséquence. Si le monde virtuel contient un objet très rigide tel qu'un mur, les forces de réaction sur ce mur arrêteront le transducteur, quelle que soit la force appliquée par l'utilisateur. Si le monde virtuel n'exerce aucune force, le transducteur suivra

les forces appliquées par l'utilisateur selon la loi de Newton *accélération égale force divisée par la masse*, et l'utilisateur pourra ainsi se déplacer librement.

Dans l'un de ses articles, l'équipe haptique du VRAI Group (EPFL) [47] établit des recommandations quant aux performances d'une interface haptique, résumées dans le tableau E.1. Ces recommandations sont mises en parallèle avec les performances du système ERGOS.

Le tableau E.1 montre que les performances du système ERGOS sont tout à fait satisfaisantes et font de lui l'un des meilleurs transducteur gestuel rétroactif du marché actuel. Il allie parfaitement puissance, vitesse et précision.

## Morphologie modulaire : Joystick 3D

Sur la structure de base présentée précédemment, sont installés deux joysticks 3D. Chaque joystick utilise trois tranches (cf figure E.4(a)).

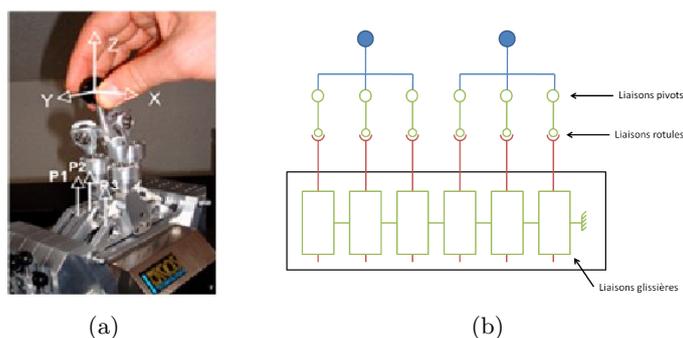


FIGURE E.4 – Le système haptique ERGOS : (a) L'actionneur multi-axes de base est équipé d'un joystick 3D. Ce dernier convertit les 3 translations parallèles des axes du bloc de base ( $p_1, p_2, p_3$ ) en un mouvement 3D naturel (XYZ) ; (b) Schéma cinématique du montage 2\*Joystick 3D

Ce dispositif comporte 3 roulements et 3 joints sphériques roulants (rotules à billes). Le schéma cinématique du montage est présenté en figure E.4(b).

La transformation cinématique apportée par le joystick transposant le mouvement vertical des 3 tranches ( $p_1, p_2, p_3$ ) en un mouvement cartésien (XYZ) est définie par l'équation suivante :

$$(X, Y, Z) = T(p_1, p_2, p_3) \quad (\text{E.1})$$

$$\text{où } T = \begin{bmatrix} a & 0 & -a \\ b & -2b & b \\ 1/3 & 1/3 & 1/3 \end{bmatrix}.$$

De même pour la transformation des forces appliquées à chaque tranche :

$$(f_1, f_2, f_3) = {}^t T(F_X, F_Y, F_Z) \quad (\text{E.2})$$

	Caractéristiques Idéales	Caractéristiques ERGOS
mécanique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- faible inertie</li> <li>- forte raideur</li> <li>- faible friction</li> <li>- jeu minimal</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 300g par tranche</li> <li>- Force de friction résiduelle &lt; 10mN</li> </ul>
actuateurs	<ul style="list-style-type: none"> <li>- rétromanoeuvrable</li> <li>- forte dynamique (<math>&gt;10^2</math>)</li> <li>- force suffisante</li> <li>- bonne résolution (&lt;0,01N et &lt; 0,003Nm)</li> <li>- bonne précision (&lt;5%)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Actionneur : Commande en courant 10A, <math>\pm 50V</math>, 8W, amplification analogique</li> <li>- Maximum de force : 50N en continu et jusqu'à 200N en transitoire</li> <li>- Bande passante en force : 10kHz pour un signal de 0 à 200N, 20kHz pour un signal de 0 à 50N</li> </ul>
capteur de position	<ul style="list-style-type: none"> <li>- bonne résolution (&lt; 25<math>\mu m</math>)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Capteurs inductifs LVDT de fréquence porteuse 30kHz, linéaires à 99.8%, alimentation 3V</li> <li>- Déplacement total 25mm</li> <li>- Résolution en position 2<math>\mu m</math></li> <li>- Bande passante en position 10kHz</li> </ul>
boucle de contrôle locale	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 10 à 20 fois la BP de la boucle globale</li> <li>- haute fréquence (<math>&gt;1kHz</math>)</li> <li>- stabilité assurée pour le contact avec les objets virtuels les plus durs</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- carte d'acquisition DSP 44kHz</li> </ul>
boucle globale d'interaction	<ul style="list-style-type: none"> <li>- généralement liée à un environnement graphique</li> <li>- idéalement <math>&gt;20 - 30Hz</math></li> </ul>	Indépendant du système ERGOS

Tableau E.1 – Performances idéales d'un transducteur gestuel (VRAI Group) et caractéristiques du TGR ERGOS

# Protocole de préhension

---

## Avant-propos : allier imagerie performante à un protocole de préhension efficace et fiable

Les problèmes inhérents à la technologie AFM peuvent rendre un simple travail d'imagerie éprouvant. Echantillons fragiles, objets mobiles sur la surface, d'éventuelles poussières, sont autant de situations délicates à maîtriser obligeant l'expérimentateur à une vigilance de chaque instant. Alors imaginez-vous devoir gérer simultanément deux sondes AFM totalement indépendantes... L'expérimentateur doit doubler de vigilance pour éviter une mauvaise décision entraînant souvent un accident irréparable. De plus, comme vous le verrez tout au long de ce protocole, il nous a fallu faire face à certaines contraintes que nous imposait l'électronique de contrôle. Aussi performante soit-elle pour le contrôle de microscope à sonde locale classique, elle n'est malheureusement pour nous pas pensée pour notre configuration à deux sondes. Il est néanmoins possible de doubler cette électronique mais le prix en serait doublé également. Pour éviter ce coût supplémentaire, des programmes Labview ont été réalisés.

### Que voulons nous faire ?

Nous devons bien distinguer chaque élément de notre montage et savoir de quelle manière nous voulons en tirer partie pour réaliser la préhension d'un objet. Les différents éléments sont :

1. Deux sondes AFM basées sur deux résonateurs dont les déplacements micrométriques et nanométriques sont contrôlés par deux scanners piézoélectriques XYZ (d'une course maximale de  $40\mu m$  dans chaque direction) totalement indépendants l'un de l'autre. Il est donc nécessaire d'avoir deux régulateurs indépendants pour chacune des sondes et qui peuvent fonctionner simultanément.
2. Un substrat, sur lequel notre échantillon est posé, contrôlé de la même manière. Il va donc falloir être capable de contrôler ( $3 \times 3$ ) 9 directions indépendantes.
3. Une électronique donnant accès à :
  - Deux modules Phase Locked Loop permettant le contrôle en amplitude et en phase chacun des deux oscillateurs.
  - Huits sorties analogiques (0-10V) permettant le contrôle de huit directions différentes.

- Deux modules "Proportionnel-Intégral" , nommés "Z-controller" et "Generic PI", pour contrôler l'interaction entre les deux pointes et l'échantillon.

Avec tous ces éléments, nous voulons réaliser la localisation, la préhension et le transport dans les trois dimensions de l'espace d'un objet sur une surface. On va donc devoir être capable d'imager la surface de manière classique pour repérer l'objet et positionner les pointes de manière précise. En plus de vouloir réguler l'interaction des deux pointes avec la surface de manière classique, nous voulons réguler l'interaction des deux pointes et de l'objet lors de la préhension, donc dans la direction de préhension (Y), différente de celle pour imager (Z).

### Comment le faire ?

Pour surmonter le nombre limité de sorties analogiques (8) pour contrôler 9 directions, on utilise une DAQ(Data acquisition systems National instrument). Deux DAQ nous fournissent les sorties additionnelles nécessaires. Le problème le plus important provient des deux modules "Proportionnel-Intégral" qui à eux deux vont devoir gérer en alternance l'interaction dans la direction (Z) et dans la direction (Y). Par défaut ces deux modules gèrent les sorties n°2 et n°7 de l'électronique. Ils vont devoir gérer quatre sorties alternativement et de manière indépendante. **Aucun axe ne va donc pouvoir être connecté physiquement à ces deux sorties !!** Nous perdons donc l'usage de deux sorties, ramenant à six le nombre réel de sorties disponibles !

### Programme de commutation Z/Y (NI Labview)

Chaque sonde possède son propre programme de commutation dont le fonctionnement est identique, seul change le module Nanonis générant les positions ("Z-controller" pour la pointe 2 et "Generic PI" pour la pointe 1). La figure G.2 représente la face avant d'un des deux programmes qui réalise cette commutation (a) et le module "Z-controller" de Nanonis.

Fonctionnement du programme :

- Lorsqu'aucun bouton n'est activé, le module Z-controller gère la sortie n°7 de l'électronique et pour l'instant n'a pas d'influence sur le mouvement de la pointe.
- Le bouton "Prepare for Z control", prépare le module Z-controller à gérer les déplacements de la pointe en Z, pour cela sa valeur devient automatiquement la valeur actuelle "Z position" indiquée sur la face avant (ici, sur la figure G.2 (a) la position Z est  $10\mu m$ ).
- Maintenant la tension délivrée par la sortie n°7 (Z-controller) est égale à la tension délivrée par la sortie sur laquelle l'axe Z de la pointe est branché. Cette sortie peut donc être commutée du mode "User" au mode "Monitor" sans instabilités ni mouvements incontrôlés de la pointe. (commutateur "Monitor-User" sur la face avant)

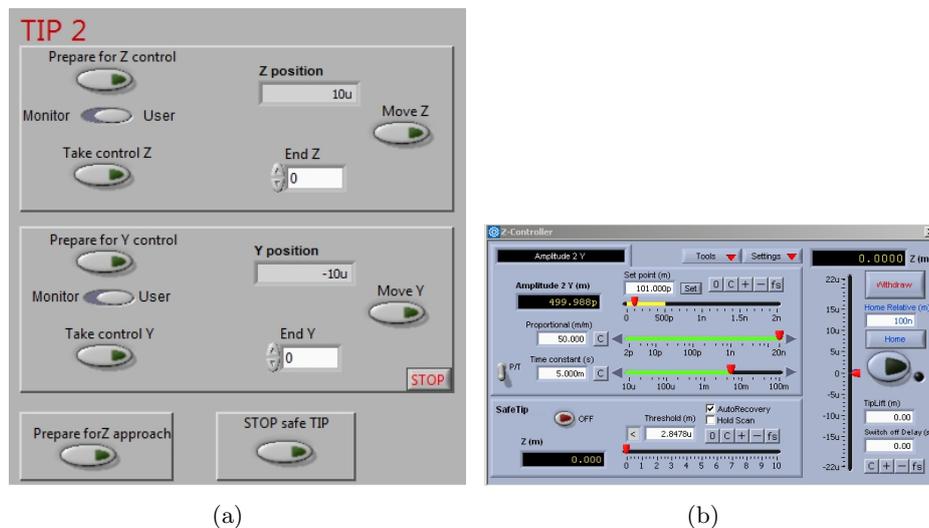


FIGURE F.1 – (a) Face avant du programme Labview permettant la commutation entre le mode imagerie et le mode préhension. (b) Module "Proportionnel-Intégral" géré par le programme.

- La position selon l'axe Z est maintenant entièrement contrôlée par le module "Z-controller" et l'imagerie AFM de la surface est maintenant possible.
- Le fonctionnement est le même pour l'axe Y, il faut cependant avant de réaliser les étapes précédentes pour cet axe repasser l'axe Z en mode "User" sous peine de déplacer les deux axes simultanément.

La figure F.2 résume le comportement de chaque sortie mise en jeu pendant l'utilisation de ce programme.

**Zone 1.** Si aucun bouton du programme n'est activé alors le module Z-controller change de position sans influence sur les axes Z et Y.

**Point 2.** Le bouton "Prepare for Z control" est enclenché, la position du "Z-controller" devient égale à celle de l'axe Z.

**Zone 3.** L'axe Z est maintenant en position "Monitor", les changements de position contrôlés par le module "Z-controller" définissent la position de l'axe Z.

**Point 4.** Le bouton "Prepare for Y control" est enclenché, la position du "Z-controller" devient égale à celle de l'axe Y.

**Zone 5.** L'axe Y est maintenant en position "Monitor", les changements de position contrôlés par le module "Z-controller" définissent la position de l'axe Y.

Les autres fonctions de ce programme ("Take control", "Move", "Prepare for Z approach" et "Stop safe TIP" seront expliquées le long du protocole proprement dit.

### Déplacements précis et contrôlés des pointes et de l'échantillon

Encore une fois vouloir contrôler précisément chaque axe des trois éléments (les 2 sondes et l'échantillon) se heurte à la conception même du programme de contrôle

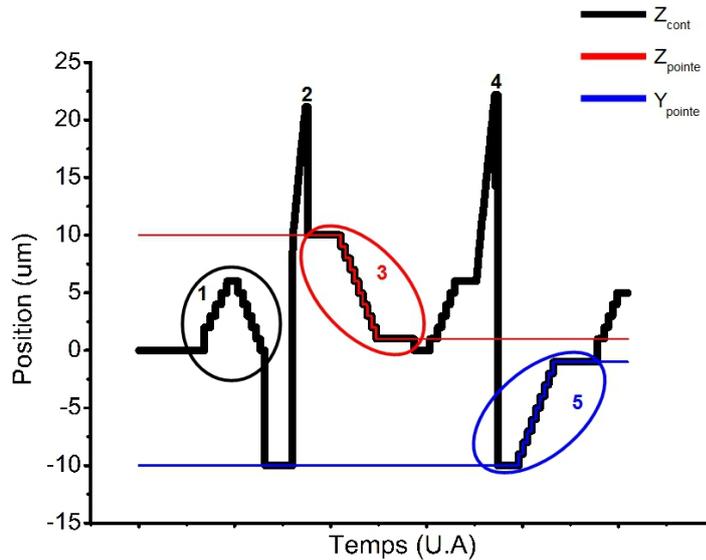


FIGURE F.2 – Ce graphique représente la sortie n°7 définie par le module "Z-controller" en noir, le déplacement Z en rouge et Y en bleu de la pointe.

Nanonis. Seul le module "Scan control" permet une maîtrise précise en position. On est donc limité aux deux axes que ce module contrôle (voir figure F.3). Ce module sera donc choisi pour déplacer latéralement l'échantillon. Pour les axes restant, l'axe X des deux sondes et l'axe Z de l'échantillon, trois sous-programmes labview ont été implémentés. La figure F.4 représente la face avant de l'un de ces programmes. Le diagramme d'un de ces programmes est introduit dans l'annexe suivante.

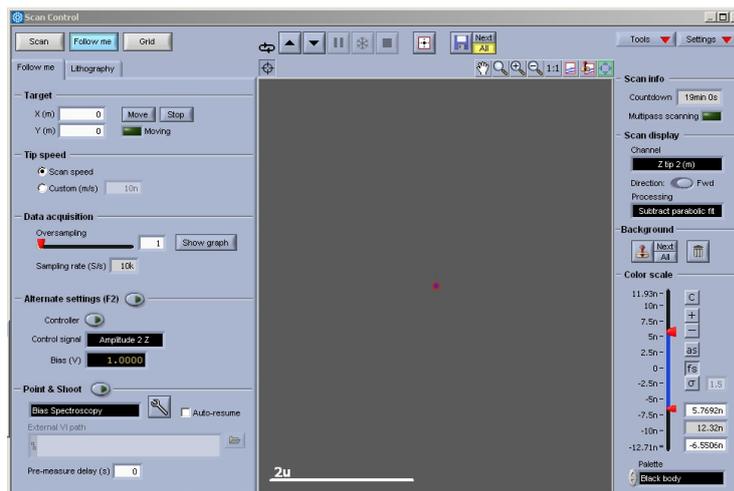


FIGURE F.3 – Module "Scan Control" permettant de déplacer latéralement l'échantillon.

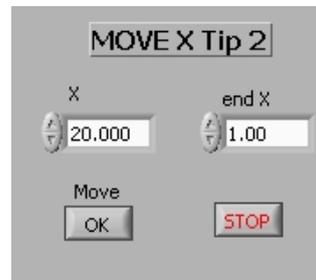
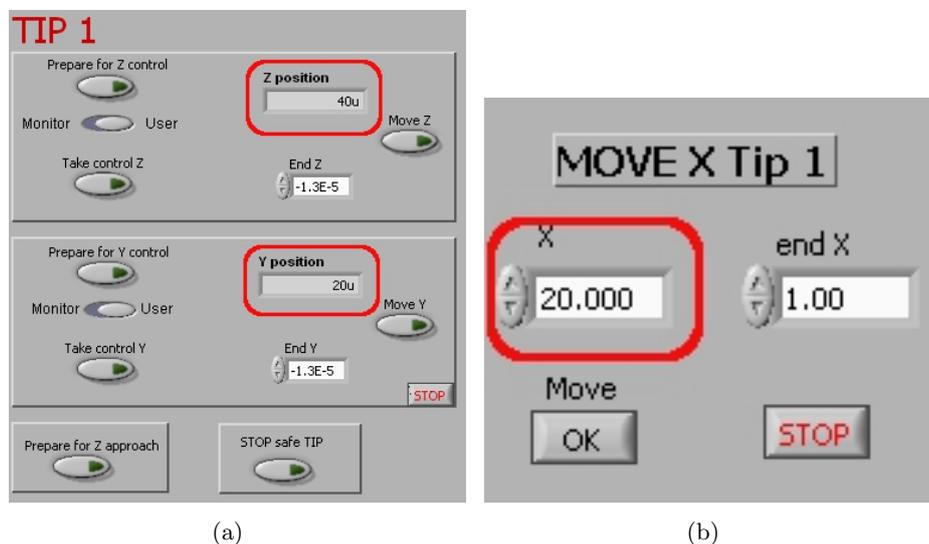


FIGURE F.4 – Face avant du programme pour le déplacement précis de l’axe X de la pointe 2. X : la position actuelle de la pointe. End X : Position à laquelle on veut que la pointe se rende. Move : Effectue le déplacement demandé.



(a)

(b)

FIGURE F.5 – Initialisation des positions de la pointe 1

Maintenant que tous les modules permettant la préhension d’un objet ont été présentés et expliqués, passons au protocole proprement dit.

## Protocole de préhension.

### Initialisation des positions

Avant chaque manipulation, la position de chaque élément doit être initialisée pour accorder le maximum de marge de manœuvre. Pour les pointes, l’axe Z doit être au plus haut de sa course pour être approximativement au milieu de sa course au contact de la surface. Tous les autres axes (Z de l’échantillon, X et Y de chaque pointe et de l’échantillon) à mi-course. Les figures F.5 F.6 et F.7 présentent les réglages à effectuer avant de commencer.

Maintenant que toutes les positions sont initialisées, nous allons pouvoir passer

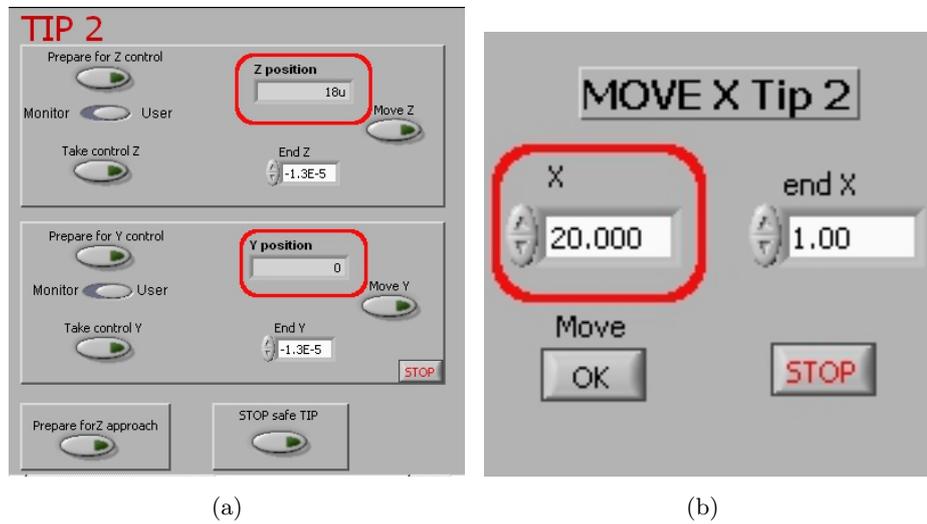


FIGURE F.6 – Initialisation des positions de la pointes 2

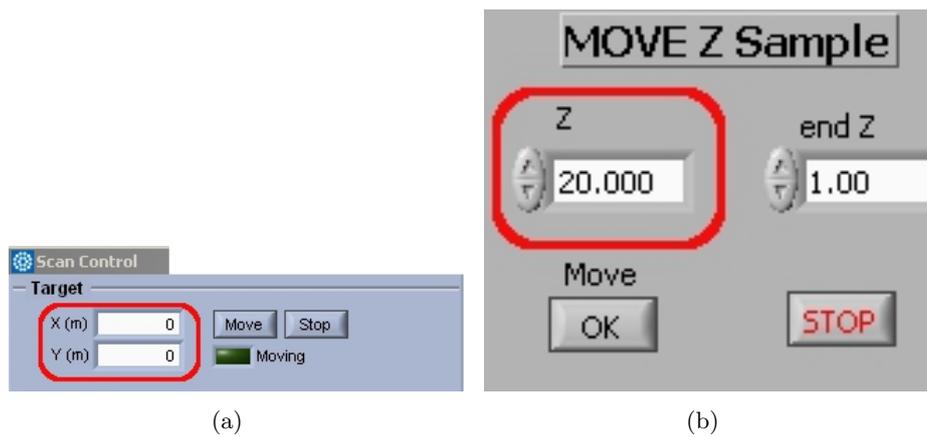


FIGURE F.7 – Initialisation des positions de l'échantillon

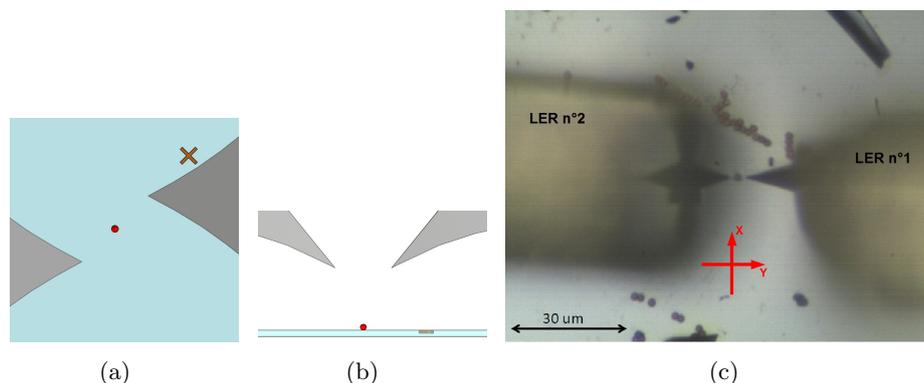


FIGURE F.8 – (a) Position schématique des deux pointes vue de haut. (b) Position schématique des deux pointes vue de profil. La croix sur le substrat est simplement un repère visuel. (c) Image optique des deux pointes proches du substrat de SmCo sur lequel des sphères de  $3,8\mu m$  de diamètre sont piégées magnétiquement.

à l'étape de positionnement grossier des pointes l'une par rapport à l'autre proches de la surface.

### Positionnement grossier

Le positionnement grossier des pointes est réalisé par les moteurs inertiels. La caméra optique nous permet de positionner les pointes à une distance de quelques microns l'une de l'autre. La figure F.8 montre le positionnement final des deux pointes proches de la surface et de l'objet à manipuler (ici une sphère de  $3\mu m$  de diamètre) avant d'entamer le protocole de préhension.

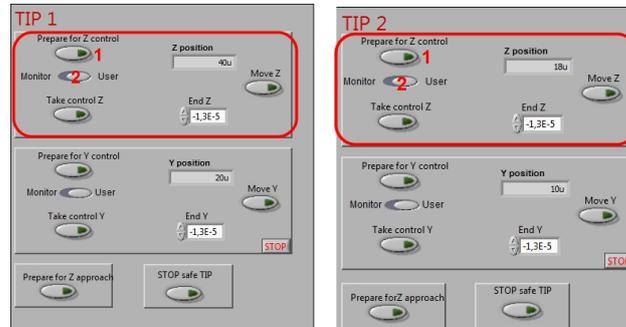
#### Mise en condition de l'expérimentateur



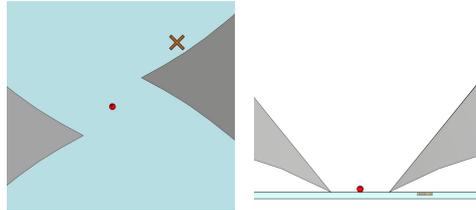
Comme on l'a vu précédemment, l'expérimentateur va devoir gérer simultanément l'interaction des deux sondes ainsi que le déplacement précis des sondes et de l'échantillon. Devant la complexité de la tâche que l'expérimentateur va devoir accomplir, il ne peut pas partir tête baissée dans ce travail! Une séance de Yoga s'impose avant toute velléité de préhension de quelque objet que ce soit. La pratique du Yoga dépassant largement le cadre de ce travail elle ne sera pas développée ici. Si malgré tout l'expérimentateur n'est pas familier avec cette pratique, il est invité à consulter cet article [55]. Durant cette séance de Yoga, l'expérimentateur devra faire, **mentalement**, chaque étape décrite par la suite. C'est pourquoi la lecture **complète** de ce protocole est impérative avant toute tentative.

### Etape 1 : Localisation de l'objet et positionnement des pointes

1. Préparer chacun des modules "Proportionnel-Intégral" à contrôler l'axe Z de chaque pointe, puis passer ces axes en mode "Monitor"

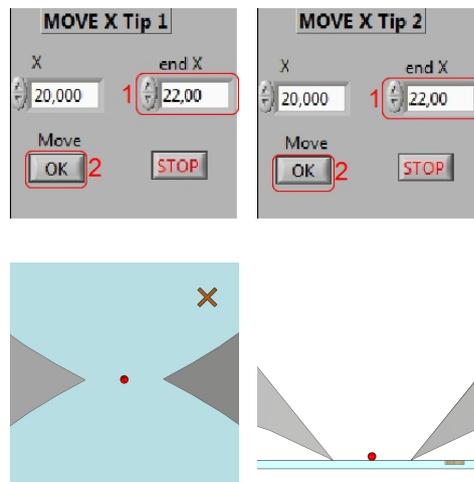


et mettre en route les régulateurs "Z-Controller" et "Generic PI" et attendre que les sondes soient en contact avec la surface. Le réglage des gains proportionnel et intégral de chacune des boucles de régulation ne peut qu'être laissé à l'appréciation de l'expérimentateur. Cette étape est indispensable pour obtenir une image AFM stable, nécessaire à toute préhension.

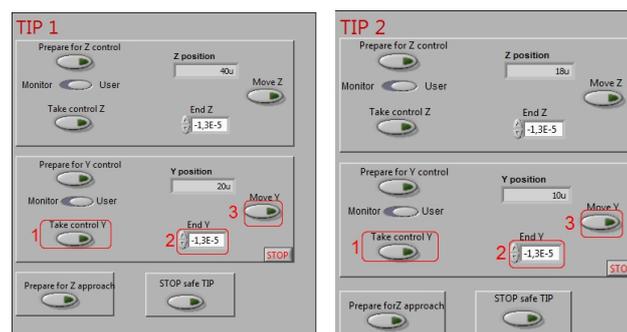


2. Dans ce protocole nous admettons que l'objet est **visible** pour le microscope optique. Si **l'objet n'est pas visible à l'optique**, une Image AFM de l'échantillon prise simultanément avec les deux pointes est nécessaire pour connaître leur position relative à l'objet. Pour cela se reporter à la partie 4.1.2 page 90. Une fois les deux images obtenues, le protocole devient identique pour les deux cas de figures, l'image AFM obtenue se substituant à l'image optique.

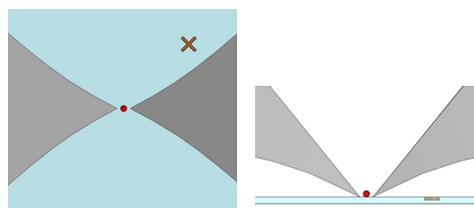
- Aligner les pointes et l'objet dans la direction de préhension. Pour cela déplacer les pointes selon l'axe X à l'aide des programmes "Move X Tip 1" et "Move X Tip 2". L'indicateur à gauche de la face de ces programmes représente la position actuelle des pointes en  $\mu m$ , le contrôleur de droite définit la position à laquelle vous souhaitez que la pointe se rende. Ainsi si la pointe est décalée de  $2\mu m$ , Mettre (Position actuelle +  $2\mu m$ ) dans la partie "End X". Ensuite appuyer sur le bouton "Move" pour effectuer ce mouvement.
- Approcher les pointes dans la direction de préhension à une distance proche du diamètre de l'objet. Pour cela il faut utiliser les programmes de com-



mutations. Appuyer sur le bouton "Take control Y" et de la même manière que précédemment, définir une destination pour les pointes et appuyer sur "Move Y".



Les pointes et l'objet sont maintenant parfaitement alignés, la partie préhension peut débuter. **Inspirer profondément.**



## Etape 2 : Préhension

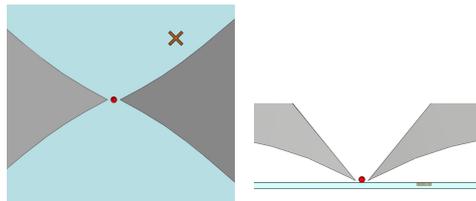
1. Nous souhaitons saisir l'objet par en-dessous pour avoir une signature de la force d'adhésion qui s'applique entre l'objet et la surface comme expliqué dans la partie 4.1.2 page 83. Avant de saisir l'objet nous allons donc

relever les pointes au-dessus de l'échantillon à une hauteur de  $1/3$  du diamètre de l'objet à attraper.

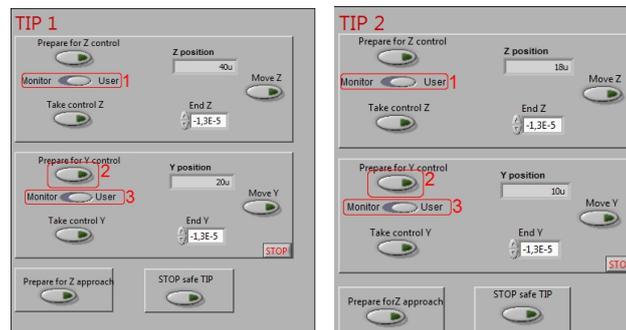
- . La pointe 1 et la pointe 2 sont relevées de manière différentes à cause des spécificités de chaque contrôleur "Proportionnel-Intégral" (Z-Controller et Generic PI).

Pointe 1 (Generic PI) : Pour relever la pointe de manière précise à l'aide du module "Generic PI", il faut modifier la valeur "Upper limit" qui définit la position maximale de la pointe. Par défaut cette valeur équivaut à l'extension maximale du piézo. Choisir donc comme valeur pour le "Upper limit", une position égale à la position actuelle de la pointe sur la surface plus la hauteur désirée ( $h/3$ ). Pour atteindre cette hauteur il faut modifier la valeur du "Setpoint" de telle manière que la pointe tende à s'éloigner de la surface. C'est-à-dire, pour une régulation en amplitude, une valeur supérieure à l'amplitude libre du diapason. La pointe va ainsi s'écarter de la surface jusqu'à atteindre la position désirée. Une fois fait, couper la régulation (Bouton "Control loop").

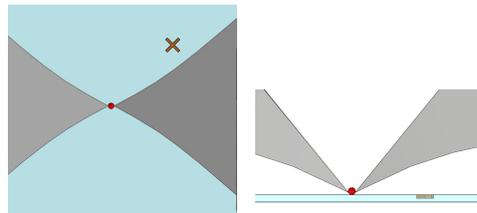
Pointe 2 (Z-Controller) : Ce module dispose d'une fonction "Home relative" qui définit une position relative à la position actuelle à laquelle nous voulons déplacer la pointe. Ainsi, en choisissant la valeur "Home relative" égale à la hauteur désirée, cliquer sur "Home" pour amener directement la pointe à cette position. La régulation se coupe automatiquement lorsque cette fonction est utilisée.



2. Maintenant que les pointes sont alignées avec l'objet passons à l'étape de saisie.
  1. Mettre les sorties des axes Z de chaque pointe en mode "User" et préparer les modules "Proportionnel-Intégral" à contrôler l'interaction pointe-objet suivant l'axe Y pour le "pincer" et passer ces axes en mode "Monitor".
  2. Mettre en route les régulateurs jusqu'à ce que le contact entre les deux pointes et l'objet soit établi. Il est alors possible de modifier le "setpoint" pour exercer plus de force sur l'objet et ainsi assurer son extraction de la surface. Pour détecter la force d'adhésion entre l'objet et le substrat grâce au décalage en fréquence lors de l'extraction,

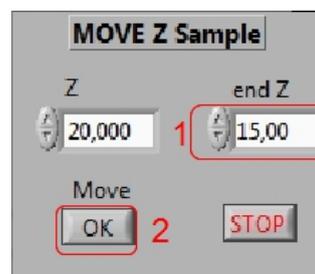


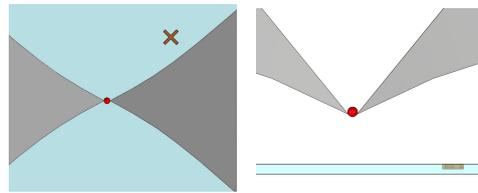
la régulation doit être coupée à ce moment. Une autre solution serait d'effectuer le transport de l'objet en maintenant les régulateurs en fonctionnement.



### Etape 3 : Extraction

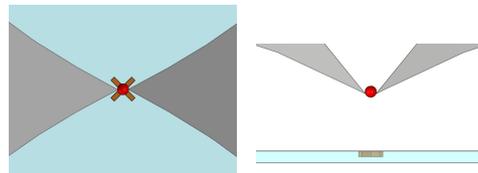
Pour extraire l'objet de la surface, nous n'allons pas soulever les pointes elles-mêmes car leurs déplacements sont indépendants et rien ne dit que leurs mouvements seront synchronisés. C'est pourquoi, c'est le substrat que nous allons abaisser. Cela se fait à l'aide du programme "Move Z sample" dont le fonctionnement est identique au programme "Move X". On choisit une position à laquelle on veut baisser le substrat dans la fenêtre "end Z" et on actionne le bouton "Move".





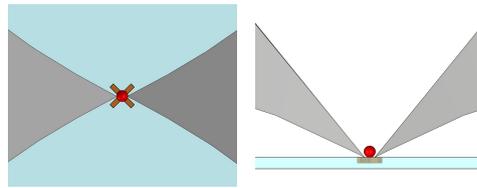
#### Etape 4 : Déplacement

Pour redéposer l'objet à l'endroit souhaité (représenté ici par une croix sur le substrat) nous allons déplacer le substrat. On utilise alors la fonction "Follow me" du module "scan control". Choisir la position dans "Target"  $\rightarrow X(m) Y(m)$  et cliquer sur "Move". Le scanner de l'échantillon va se déplacer latéralement jusqu'à la destination choisie.



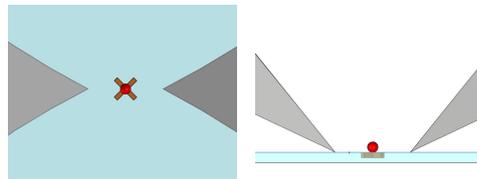
#### Etape 5 : Redéposition de l'objet

Pour déposer l'objet à l'endroit voulu, nous allons encore relever le substrat plutôt que d'approcher les pointes pour les raisons évoquées auparavant. On utilise donc à nouveau le programme "Move Z sample". Néanmoins si on se contente de cela, on risque, si on relève trop le substrat, d'endommager les pointes. En effet l'inclinaison du substrat et/ou une éventuelle dérive fait que de remonter le substrat à sa position initiale ne nous garantit ni de déposer l'objet de manière efficace, si on s'arrête trop bas, ni d'endommager les pointes si on continue de monter lorsque les pointes sont déjà en contact. Pour assurer une déposition sécurisée une troisième fonction est alors disponible dans les programmes de commutations. Cette fonction est appelée "Prepare for Z approach". Elle se substitue à la fonction "Prepare for Z control" utilisée au début de l'expérience. Cette fonction va donc non seulement préparer les modules "Proportionnel-Intégral" à contrôler l'axe Z des pointes mais aussi imposer une hauteur minimale à ne pas dépasser égale à la position actuelle. Ainsi en mettant en route la boucle de régulation les pointes vont rester fixes jusqu'à ce que le substrat entre en interaction avec elles. Au moment où le contact va s'établir, les boucles de régulation vont contraindre les pointes à se déplacer en suivant le mouvement imposé au substrat. Les pointes ne vont donc pas bouger tant que l'objet sera redéposé sur le substrat et elles ne seront pas endommagées.



### Etape 6 : Ecartement des pointes

L'objet est déposé et les pointes sont en interaction avec la surface. avant d'écarter les pointes à l'aide des programmes "Move X" et "Move Y", il est nécessaire de stopper la fonction qui imposait une limite basse au pointe par l'intermédiaire du bouton "STOP safe TIP". Ainsi on se retrouve dans la même configuration qu'au départ de l'expérience et l'on peut déplacer les pointes proches d'un autre objet, et recommencer toute l'opération.



**Remarque** Ce protocole pourrait être simplifié en achetant une seconde électronique ( $\approx 30000$  €) qui rendrait obsolète les programmes de commutations. Il est également évident que l'automatisation de ce protocole faciliterait le déroulement de la préhension. Un programme de positionnement des pointes par rapport à l'objet existe déjà. La hauteur à laquelle les pointes saisissent l'objet pourrait être aussi choisie automatiquement après l'imagerie. Cela rendrait la préhension plus rapide, donc les effets de dérive seraient moindres et la santé de l'expérimentateur serait préservée.



# Diagrammes des programmes Labview

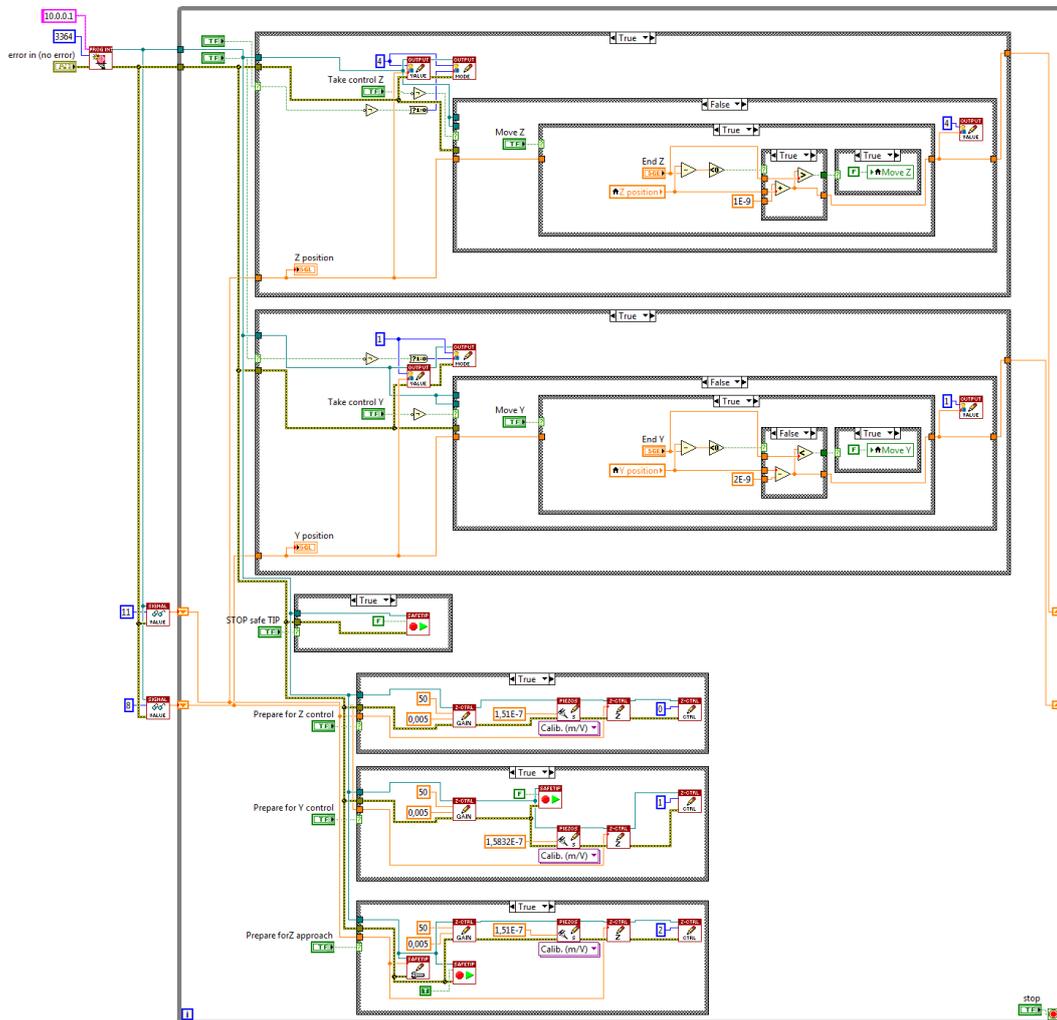


FIGURE G.1 – Diagramme du programme Labview permettant la commutation entre le mode imagerie et le mode préhension.

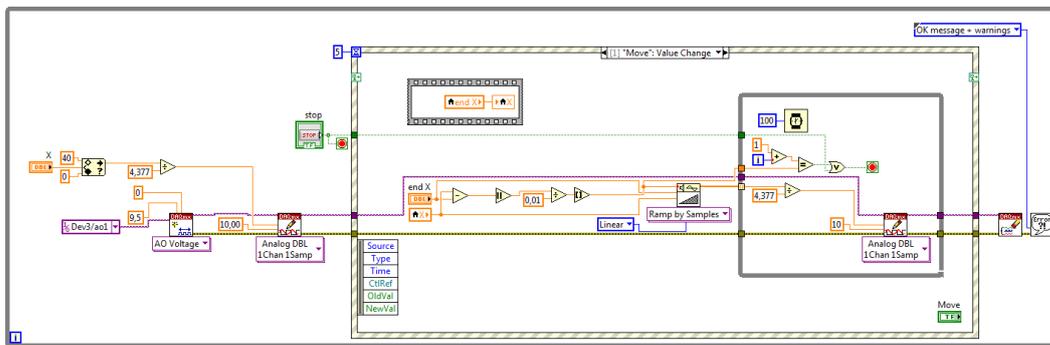


FIGURE G.2 – Diagramme du programme Labview permettant le déplacement précis de l'axe X de la sonde n°2

# Bibliographie

- [1] I Vartanyants, I Robinson, J Onken, M Pfeifer, G Williams, F Pfeiffer, H Metzger, Z Zhong, and G Bauer. Coherent x-ray diffraction from quantum dots. *Physical Review B*, 71(24) :1–9, 2005. (Cité en page 1.)
- [2] C G Schroer, P Boye, J M Feldkamp, J Patommel, A Schropp, A Schwab, S Stephan, M Burghammer, S Schöder, and C Riekel. Coherent x-ray diffraction imaging with nanofocused illumination. *Physical Review Letters*, 101(9) :090801, 2008. (Cité en page 1.)
- [3] J Binnig, H Rohrer, C Gerber, and E Weibel. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 49 :57–61, 1982. (Cité en pages 1 et 19.)
- [4] M S Rodrigues, T W Cornelius, T Scheler, C Mocuta, A Malachias, R Magalhães-Paniago, O Dhez, F Comin, T H Metzger, and J Chevrier. In situ observation of the elastic deformation of a single epitaxial SiGe crystal by combining atomic force microscopy and micro x-ray diffraction. *Journal of Applied Physics*, 106(10) :103525, 2009. (Cité en pages 2, 13 et 48.)
- [5] A Ashkin and Life Fellow. History of Optical Trapping and Manipulation of Small-Neutral Particle, Atoms, and Molecules. *IEEE JOURNAL ON SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS*, 6(6) :841–856, 2000. (Cité en page 8.)
- [6] C Lim. Large deformation of living cells using laser traps. *Acta Materialia*, 52(7) :1837–1845, 2004. (Cité en page 9.)
- [7] J A Spudich. The myosin swinging cross-bridge model. *Nature Reviews Molecular Cell Biology*, 2(5) :387–392, 2001. (Cité en page 9.)
- [8] Kristian Mølhave, Thomas Wich, Axel Kortschack, and Peter Böggild. Pick-and-place nanomanipulation using microfabricated grippers. *Nanotechnology*, 17(10) :2434–2441, 2006. (Cité en pages 9, 10 et 159.)
- [9] K Carlson, K N Andersen, V Eichorn, D H Petersen, K Mø lhave, I Y Y Bu, K B K Teo, W I Milne, S Fatikow, and P Bø ggild. A carbon nanofibre scanning probe assembled using an electrothermal microgripper. *Nanotechnology*, 18(34) :345501, 2007. (Cité en page 9.)
- [10] A Saeed. Assembly of nanostructure using AFM based nanomanipulation system. *IEEE International Conference on Robotics and Automation 2004 Proceedings ICRA 04 2004*, pages 428–433 Vol.1, 2004. (Cité en page 10.)
- [11] Tobias Hertel, Richard Martel, and Phaedon Avouris. Manipulation of Individual Carbon Nanotubes and Their Interaction with Surfaces. *The Journal of Physical Chemistry B*, 102(6) :910–915, 1998. (Cité en page 10.)
- [12] M R Falvo, R M Taylor, A Helser, V Chi, F P Brooks, S Washburn, and R Superfine. Nanometre scale rolling and sliding of carbon nanotubes. *Nature*, 397(6716) :236–238, 1999. (Cité en page 10.)

- [13] S Decossas, L Patrone, A M Bonnot, F Comin, M Derivaz, A Barski, and J Chevrier. Nanomanipulation by atomic force microscopy of carbon nanotubes on a nanostructured surface. *Surface Science*, 543(1-3) :57–62, 2003. (Cité en page 10.)
- [14] Hui Xie, Dogan Sinan Haliyo, and Stéphane Régnier. A versatile atomic force microscope for three-dimensional nanomanipulation and nanoassembly. *Nanotechnology*, 20(21) :215301, 2009. (Cité en pages 11 et 159.)
- [15] Hui Xie and Stéphane Régnier. Three-dimensional automated micromanipulation using a nanotip gripper with multi-feedback. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 19(7) :075009, July 2009. (Cité en pages 11, 57 et 90.)
- [16] Michael Schenk and Manfred Fu. Direct visualization of the dynamic behavior of a water meniscus by scanning electron microscopy. *Journal of Applied Physics*, 84(9) :4880–4884, 1998. (Cité en pages 15 et 159.)
- [17] Xudong Xiao and Linmao Qian. Investigation of Humidity-Dependent Capillary Force. *Langmuir*, 16(21) :8153–8158, 2000. (Cité en page 15.)
- [18] O H Pakarinen, A S Foster, M Paaajanen, T Kalinainen, J Katainen, I Makkonen, J Lahtinen, and R M Nieminen. Towards an accurate description of the capillary force in nanoparticle-surface interactions. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 13(7) :1175–1186, 2005. (Cité en page 15.)
- [19] J N Israelachvili. *Intermolecular and Surface Forces*, volume 3. Academic Press, 1992. (Cité en page 16.)
- [20] Ivar Giaever. *Phys. Rev. Lett.* 5(4) :147–148, 1960. (Cité en page 19.)
- [21] G Binnig, C.F. Quate, and C Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.* 56 :930–934, September 1986. (Cité en page 20.)
- [22] D W Pohl, W Denk, and M Lanz. Optical stethoscopy : Image recording with resolution  $\lambda/20$ . *Applied Physics Letters*, 44(7) :651, 1984. (Cité en page 21.)
- [23] Aurélien Cuche, Yannick Sonnefraud, Orestis Faklaris, Damien Garrot, Jean-Paul Boudou, Thierry Sauvage, Jean-François Roch, François Treussart, and Serge Huant. Diamond nanoparticles as photoluminescent nanoprobe for biology and near-field optics. *Optics Express*, 17(22) :19969–19980, December 2009. (Cité en pages 21 et 160.)
- [24] H Hamaker. The Londonâvan der Waals attraction between spherical particles. *Physica*, 4(10) :1058–1072, 1937. (Cité en page 23.)
- [25] S Akamine, R Barret, and C Quate. Improved Atomic Force Microscope Images Using Microcantilevers with Sharp Tips. *Applied Physics Letters*, 57(3) :316–318, 1990. (Cité en page 24.)
- [26] J Greschner, Th Bayer, and O Wolter. Micromachined silicon sensors for scanning force microscopy. *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, 9(2) :1353–1357, 1991. (Cité en page 24.)

- [27] D Sarid. *Scanning force microscopy*. Oxford Series on Optical Sciences. Oxford University Press, 1994. (Cit  en page 24.)
- [28] R Erlandsson, G M McClelland, C M Mate, and S Chiang. Atomic force microscopy using optical interferometry. *Journal of Vacuum Science Technology A Vacuum Surfaces and Films*, 6(2) :266–270, 1988. (Cit  en page 25.)
- [29] G Abadal, Z J Davis, B Helbo, and X Borris. Electromechanical model of a resonating nano-cantilever-based sensor for high-resolution and high-sensitivity mass detection. *Nanotechnology*, 12(2) :100–104, 2001. (Cit  en page 25.)
- [30] T Itoh, C Lee, and T Suga. Deflection detection and feedback actuation using a self-excited piezoelectric Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> microcantilever for dynamic scanning force microscopy. *Applied Physics Letters*, 69(14) :2036–2038, 1996. (Cit  en page 26.)
- [31] Y. Martin, C. C. Williams, and H. K. Wickramasinghe. Atomic force microscope force mapping and profiling on a sub 100-Å scale. *Journal of Applied Physics*, 61(10) :4723, 1987. (Cit  en page 27.)
- [32] Khaled Karrai and Robert D. Grober. Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes. *Applied Physics Letters*, 66(14) :1842, 1995. (Cit  en pages 31 et 32.)
- [33] Franz J. Giessibl. High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork. *Applied Physics Letters*, 73(26) :3956, 1998. (Cit  en page 31.)
- [34] Yongho Seo, Wonho Jhe, and Cheol Seong Hwang. Electrostatic force microscopy using a quartz tuning fork. *Applied Physics Letters*, 80(23) :4324, 2002. (Cit  en page 31.)
- [35] Yongho Yongho, Paul Paul, and Venkat Venkat. Low-Temperature Scanning Force Microscopy Using a Tuning Fork Transducer. *Journal of the Korean Physical Society*, 50(2) :378, February 2007. (Cit  en page 31.)
- [36] W. H. J. Rensen, N. F. van Hulst, a. G. T. Ruiter, and P. E. West. Atomic steps with tuning-fork-based noncontact atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 75(11) :1640, 1999. (Cit  en page 31.)
- [37] M. Labardi and M. Allegrini. Noncontact friction force microscopy based on quartz tuning fork sensors. *Applied Physics Letters*, 89(17) :174104, 2006. (Cit  en page 31.)
- [38] M. Heyde, M. Kulawik, H.-P. Rust, and H.-J. Freund. Double quartz tuning fork sensor for low temperature atomic force and scanning tunneling microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 75(7) :2446, 2004. (Cit  en page 31.)
- [39] J Senzier, P S Luo, and H Courtois. Combined scanning force microscopy and scanning tunneling spectroscopy of an electronic nano-circuit at very low temperature. *Applied Physics Letters*, 90 :30–33, 2007. (Cit  en pages 31, 48 et 161.)

- [40] R Nishi, I Houda, K Kitano, Y Sugawara, and S Morita. A noncontact atomic force microscope in air using a quartz resonator and the FM detection method. *Applied Physics A Materials Science Processing*, 72(S1) :S93–S95, 2001. (Cit  en page 38.)
- [41] Stefan Torbru gge, Oliver Schaff, and Jo rg Rychen. Application of the KollibriSensor  to combined atomic-resolution scanning tunneling microscopy and noncontact atomic-force microscopy imaging. *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, 28(3) :C4E12, 2010. (Cit  en page 38.)
- [42] Franz Giessibl, Florian Pielmeier, Toyooki Eguchi, Toshu An, and Yukio Hasegawa. Comparison of force sensors for atomic force microscopy based on quartz tuning forks and length-extensional resonators. *Physical Review B*, 84(12) :1–15, September 2011. (Cit  en page 41.)
- [43] Allan J Melmed. The art and science and other aspects of making sharp tips. *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, 9(2) :601, 1991. (Cit  en page 50.)
- [44] Andres Castellanos-Gomez, Nicolas Agra t, and Gabino Rubio-Bollinger. Force-gradient-induced mechanical dissipation of quartz tuning fork force sensors used in atomic force microscopy. *Ultramicroscopy*, 111(3) :186–190, 2011. (Cit  en page 52.)
- [45] Metin Sitti and Hideki Hashimoto. Tele-nanorobotics using atomic force microscope. In *Proc IEEE Int Conf Intelligent Robots and Systems*, number October, pages 1739–1746, 1998. (Cit  en page 69.)
- [46] P Letier, T Saive, and I Burda. Interface haptique pour nanomanipulateur AFM. In *Proceeding of the 6th National Congress on Theoretical and Applied Mechanics*,, 2003. (Cit  en page 70.)
- [47] Sebastien Grange. Delta Haptic Device as a nanomanipulator. In *Proceedings of SPIE*, volume 4568, pages 100–111. Spie, 2001. (Cit  en pages 70 et 135.)
- [48] Sylvain Marli re. *Conception et r alisation dun nouvel outil a r alit  mixte et retour deffort pour toucher et creer les nanomondes*. PhD thesis, 2006. (Cit  en page 70.)
- [49] L. F. Zanini, O. Osman, M. Frenea-Robin, N. Haddour, N. M. Dempsey, G. Reyne, and F. Dumas-Bouchiat. Micromagnet structures for magnetic positioning and alignment. *Journal of Applied Physics*, 111(7) :07B312, 2012. (Cit  en page 114.)
- [50] Yves Martin and H. Kumar Wickramasinghe. Method for imaging sidewalls by atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 64(19) :2498, 1994. (Cit  en pages 116 et 167.)
- [51] Dmitri B Strukov, Gregory S Snider, Duncan R Stewart, and R Stanley Williams. The missing memristor found. *Nature*, 453(7191) :80–83, 2008. (Cit  en page 117.)

- 
- [52] L Chua. Memristor-The missing circuit element. *Ieee Transactions On Circuit Theory*, 18(5) :507–519, 1971. (Cité en page 117.)
- [53] Deok-Hwang Kwon, Kyung Min Kim, Jae Hyuck Jang, Jong Myeong Jeon, Min Hwan Lee, Gun Hwan Kim, Xiang-Shu Li, Gyeong-Su Park, Bora Lee, Seungwu Han, Miyoung Kim, and Cheol Seong Hwang. Atomic structure of conducting nanofilaments in TiO<sub>2</sub> resistive switching memory. *Nature Nanotechnology*, 5(2) :148–153, 2010. (Cité en pages 117 et 167.)
- [54] J-L. Florens. *Technologies de la simulation Interactive de Modeles Physiques Multisensoriels*. 2008. (Cité en page 134.)
- [55] Georg Feuerstein. Yoga. *International Journal of Yoga Therapy*, (9) :71–71, 1999. (Cité en page 143.)



# Table des figures

1.1	Boucle de mesure faisant intervenir le ressenti humain. . . . .	3
2.1	Réflexe d'agrippement chez le nouveau-né (Amelia Lima Silveira ©)	8
2.2	L'affaire Tournesol. © Editions Casterman, 1957 . . . . .	8
2.3	Principe optique de la manipulation d'un objet microscopique. . . .	9
2.4	Manipulation d'un fil de silicium par une micro-pince mécanique actionnée électrostatiquement à l'intérieur d'un microscope électronique à balayage [8] . . . . .	10
2.5	Exemples de nanomanipulation : (a) push and pull manipulation; (b) electric field trapping; (c) pick and place nanomanipulation. . .	11
2.6	(a) Nanomanipulateur composé de deux sondes AFM dont la pointe est protubérante. (b) Protocole de manipulation "pick and place" : La pointe I image la nanoscène et localise à la fois les nanotubes et la pointe II. Ensuite les deux pointes saisissent un nanotube et le déposent par-dessus un autre nanotube. (issue de [14]). . . . .	11
2.7	Manipulation d'une sphère de $10\mu m$ de diamètre par deux pointes en tungstène. (a) Saisie de la microsphère entre les deux pointes; (b) Transport de la sphère pour atteindre l'extrémité du levier d'AFM distant de $400\mu m$ ; (c) Déposition de la microsphère; (d) Retrait des deux pointes. . . . .	14
2.8	Image MEB du levier et de la sphère. Zoom sur la microsphère laissant apparaître une déformation. . . . .	14
2.9	Image MEB du ménisque d'eau entre une pointe de microscope en champ proche et une surface [16] . . . . .	15
2.10	Représentation de la géométrie de contact capillaire sphère-plan. $R$ est le rayon de la sphère, $D$ la distance sphère-plan, $\psi$ l'angle de remplissage, $\theta_1$ et $\theta_2$ les angles de contact sphère-ménisque et ménisque-surface. . . . .	16
2.11	Evolution de la force de capillarité en fonction du rayon de la sphère $R$ et de l'angle de contact $\theta$ tel que $\theta = \theta_1 = \theta_2$ . . . . .	16
2.12	Schéma de la préhension à mi-hauteur d'une microsphère par deux pointes en contact dur. A l'air la principale force d'adhésion est la force de capillarité. . . . .	17
2.13	Taux d'élongation subi par la sphère en fonction de son rayon pour deux angles de contact, témoignant respectivement d'un comportement très hydrophile ( $\theta = 0^\circ$ en rouge) et un comportement hydrophobe ( $\theta = 45^\circ$ en vert). . . . .	18
2.14	Balayage de l'échantillon avec la sonde. L'image topographique finale est reconstruite ligne par ligne. . . . .	19
2.15	Image STM d'HOPG (Highly Ordered Pyrolytic Graphite) à $77K$ . . .	20

2.16	Image AFM d'une sphère en silicium de $300nm$ de diamètre dans un trou d'un réseau de calibration $5\mu m * 5\mu m$ faite au laboratoire avec le microscope à force atomique commercial MFP-3D de la société <i>AsylumResearch</i> . . . . .	21
2.17	(a) Image topographique Topographie d'une structure en chrome lithographiée sur une lame en silice pure (b) Image NSOM acquise simultanément.kcps signifie kilo coup par seconde [23]. . . . .	21
2.18	Représentation des différentes forces d'interaction en fonction de la distance sonde-échantillon. . . . .	22
2.19	Potentiel de Lennard-Jones (bleu) et la force d'interaction (rouge) en fonction de la distance pointe-échantillon. . . . .	24
2.20	Image prise au Microscope Electronique à Balayage (MEB) d'un levier rectangulaire (a) et d'une pointe (b). . . . .	25
2.21	Montage expérimental pour mesurer les déplacements d'un levier en interaction avec un échantillon à l'aide d'un laser réfléchi sur le levier et d'une photo-diode quatre cadrans. . . . .	26
2.22	Courbe d'approche-retrait : déflexion du levier en fonction de la distance pointe-échantillon. . . . .	27
2.23	(a)Amplitude et (b) décalage de phase en fonction de la fréquence d'excitation. . . . .	29
2.24	Schéma et propriétés du diapason. Avec : $\rho$ , la masse volumique; $E$ , le module d'Young et $G$ , le module de cisaillement. . . . .	31
2.25	Couplage des bras. Schéma de l'équivalence proposé pour un diapason	33
2.26	Schéma de principe pour mesurer à la fois une force électrostatique et son gradient respectivement avec un levier EFM (constante de raideur $k_{levier} = 0,12N/m$ ) et un diapason à quartz (amplitude de vibration $1nm$ ). Le potentiel électrique est appliqué entre la pointe du levier et l'électrode bleue du diapason. Pour plus de lisibilité le schéma n'est pas à l'échelle. . . . .	36
2.27	(a) Force mesurée par le levier. (b) Décalage en fréquence mesuré par le diapason à quartz . . . . .	37
2.28	En rouge : Dérivée de la force mesurée par le levier en fonction de la distance. en bleu : Gradient de force mesuré par le diapason à quartz. Insert : dérivée de la force mesurée par le levier en fonction du décalage en fréquence mesuré par le diapason à quartz. Avec la pente du fit linéaire en rouge on obtient le constante de raideur du diapason $k_r = 42503N/m$ . . . . .	37
2.29	Dimensions du LER. Les deux électrodes sont représentées en rouge et bleu. . . . .	38
2.30	Photographie d'un diapason à quartz, d'un LER et d'un levier AFM classique avec la puce sur lequel il est monté. La différence de taille est frappante. . . . .	39
2.31	(a)Amplitude et (b) décalage de phase en fonction de la fréquence d'excitation. . . . .	40

2.32	Courbes d'approches théoriques pour différentes amplitudes d'oscillation. . . . .	42
3.1	Schéma du montage de la station de nanomanipulation. (a) Positionnement grossier : Mechonics®(MS 30). (b) Imagerie et déplacements fins : Piezोजना®(Minitrator). (c) Piézo-excitateur. (d) Porte-préhenseurs. Un microscope optique est monté au dessus de la station	47
3.2	Photo du diapason à quartz dans sa capsule. . . . .	48
3.3	Photographie du diapason. Le cylindre a simplement été coupé au dessus d'un des bras avant de collé une pointe en Tungstène [39] . .	48
3.4	Tirer le diapason par ses contacts hors de la capsule : (a) Avec la pince 1, tourner la capsule, la pince 2 restant fixe. Après une dizaine de tour la soudure maintenant la capsule à la bague se casse.(b) Tirer le diapason par ces contacts hors de la capsule. . . . .	49
3.5	Les deux pointes en tungstène doivent pouvoir se rejoindre pour permettre la préhension d'une sphère . . . . .	50
3.6	Schéma de principe de la technique "lamellae dropoff" . . . . .	50
3.7	Schéma de la gravure avec deux bagues . . . . .	51
3.8	Pointe collée de manière traditionnelle : parallèlement au mode de vibration du diapason. . . . .	52
3.9	Pointe collée parallèlement au diapason et permettant la préhension. La longueur du fil de tungstène nécessaire pour que les diapasons ne se rencontrent pas (cercle rouge) avant la préhension (a) détériore la sensibilité. (b) L'angle entre l'échantillon et la pointe crée une sorte de convolution pointe-objet lors de l'imagerie. . . . .	52
3.10	Dans cette configuration la pointe est collée de manière classique sur les diapasons, ceux-ci sont inclinés pour permettre aux pointes de se rencontrer. La flèche verte représente la direction de vibration des diapasons. . . . .	53
3.11	Pointe collée sur le diapason de manière à ce que le mode de vibration du diapason soit a) parallèle à la préhension b) parallèle à l'interaction avec la surface. . . . .	53
3.12	Pointe en tungstène collée sur un des bras du diapason à quartz, l'angle entre la pointe et le bras du diapason est proche de 150°. . .	54
3.13	Images MEB de fils de tungstène gravés électrochimiquement. a) Gravure idéale recherchée. b) double gravure. c) Pointe abîmée avant toute utilisation . . . . .	54
3.14	(a) Le bout de la pointe en tungstène est en-dessous de la sphère lorsqu'elle entre en interaction avec celle-ci. (b) La régulation de l'interaction tendant à remonter la pointe pousse la sphère vers l'avant. voir figure 3.15) . . . . .	55

3.15	Image AFM d'un substrat de Silicium. L'imagerie induit le déplacement de la microsphère ( $3\mu m$ de diamètre). Le balayage débute par la gauche de l'image, la sphère est déplacée vers la droite de l'image à chaque fois que la régulation remonte la pointe (traits horizontaux).	55
3.16	(a) Après que le diapason à quartz lui-même est extrait de la bague, le LER est fixé aux fiches par de la colle à l'argent assurant un contact conducteur entre les fiches et les électrodes du diapason. (b) Porte-préhenseur compatible avec les diapasons à quartz et les LER. . . . .	56
3.17	(a) Deux leviers AFM classiques imagent la surface. Dans cette configuration la préhension ne peut pas se faire de manière contrôlée. (b) Deux leviers AFM attrapent une sphère. Dans cette configuration l'imagerie ne peut pas se faire de manière optimale. . . . .	57
3.18	(a) Image MEB du levier avec la pointe protubérante collée sur le LER. (b) La direction de vibration des LER (flèches noires) est perpendiculaire à la surface. (c) L'espace de travail en bleu est limité ( $3mm * 3mm$ ) pour éviter le contact entre le substrat et les bagues.	58
3.19	Image AFM d'une sphère de $200nm$ de diamètre déposée sur un réseau de calibration en Silicium réalisée avec un LER dont l'oscillation est parallèle à la surface. . . . .	58
3.20	Schéma de principe de la mesure de la force appliquée à l'objet. . . . .	59
3.21	Montage pour la mesure du déplacement des bras du diapason. . . . .	60
3.22	(a) Courbe de résonance obtenue avant que le courant capacitif ne soit supprimé (b). Sur l'oscilloscope, la courbe jaune représente le signal brut mesuré et la courbe bleue représente le signal de compensation.	61
3.23	(a) Courbe de résonance obtenue après que le courant capacitif a été supprimé (b). Sur l'oscilloscope, la courbe jaune représente le signal brut mesuré et la courbe bleue représente le signal de compensation.	61
3.24	Phases de fonctionnement du moteur inertiel. (image catalogue Smaract) . . . . .	62
3.25	Bruit de fréquence : La mesure du décalage en fréquence du diapason à quartz à travers la boucle à verouillage de phase (PLL) est perturbée lorsque les moteurs inertiels sont activés. . . . .	63
3.26	Schéma du module OC4 de l'électronique Nanonis (extrait du datasheet) . . . . .	65
3.27	Schéma bloc du contrôleur proportionnel-intégral (architecture parallèle) . . . . .	66
3.28	Schéma bloc du montage de la PLL . . . . .	67
3.29	(a) Une pointe image la surface de manière classique donc le balayage et/ou la régulation peuvent se faire via le piézoscanner de l'échantillon ou de la pointe. (b) Les deux pointes imagent la surface de manière totalement indépendante. La régulation et le balayage se font via le piézoscanner des deux pointes. (c) Le balayage est contrôlé par le piézoscanner de l'échantillon et la régulation se fait indépendamment par les deux pointes via leur propre piézoscanner. . . . .	68

3.30	Transducteur Gestuel Rétroactif (TGR) ERGOS . . . . .	70
3.31	Boucle de contrôle en temps réel du nanomanipulateur au travers le système à retour d'effort TGR Ergos. . . . .	72
4.1	Photographie prise au début de l'expérience, les deux pointes sont en régulation d'amplitude près d'une sphère isolée en polystyrène de $1\mu m$ de diamètre sur un substrat de silicium. . . . .	76
4.2	Descriptif schématique associé à la visualisation optique lors des différentes étapes pour la manipulation d'une microsphère de $1\mu m$ de diamètre. (a) Les pointes sont amenées grossièrement près de l'objet en régulation avec le substrat ; (b) et (c) les pointes saisissent l'objet ; (d) le substrat est abaissé pour extraire la sphère ; (e) le substrat est déplacé latéralement ; (f) une des pointes est écartée laissant la sphère attachée, par force d'adhésion, à l'autre pointe ; (g) et (h) la régulation est remise en route et la sphère est déposée et les pointes écartées. . . . .	77
4.3	(a) Les deux pointes interagissent avec le substrat de manière régulée proche de la sphère. (b) et (c) L'interaction est maintenue constante au travers de la boucle de contre-réaction qui maintient l'amplitude d'oscillation de chacun des diapasons et à $3nm$ . . . . .	78
4.4	Schéma de principe de la procédure imposant une limite en hauteur $h_p$ au scanner pour maintenir la pointe en contact avec la sphère à mi-hauteur. . . . .	79
4.5	(a) La pointe 1 est amenée au contact avec la sphère à une hauteur de $300nm$ au-dessus de la surface. (b) La boucle de contre-réaction est alors éteinte sur la pointe 1. (c) L'amplitude d'oscillation du diapason reste constante . . . . .	79
4.6	(a) La pointe 2 est amenée au contact avec la sphère à une hauteur de $300nm$ au-dessus de la surface. (b) et (c) La boucle de contre-réaction est alors éteinte. Le cercle noir sur les deux graphiques montre un comportement identique de l'oscillation des deux diapasons. Les deux pointes se détectent au travers l'objet. . . . .	80
4.7	(a) Pour extraire la sphère, le substrat est abaissé. (b) et (c) Lorsque le contact entre la sphère et le substrat est perdu les amplitudes d'oscillation des deux oscillateurs retrouvent leur valeur libre $4nm$ . . . . .	81
4.8	(a) Mouvement latéral du substrat via les moteurs inertiels. (b) et (c) L'amplitude de vibration des deux diapasons reste constante pendant cette phase de transport. . . . .	82
4.9	(a) Les pointes se rapprochent de la surface au travers la régulation jusqu'à ce que l'amplitude, (b) et (c), atteigne $3nm$ . Les pointes sont écartées et la sphère est alors redéposée sur la surface, isolée à un nouvel endroit. . . . .	83

4.10	Image optique des deux pointes proches du substrat de SmCo sur lequel des sphères de polystyrène de $3,8\mu m$ de diamètre sont dispersées. L'oscillation des LER se fait selon la direction $Y$ . . . . .	84
4.11	Les deux pointes sont en contact avec le substrat. La boucle de régulation maintient constante l'interaction selon l'axe $Z$ . Les flèches rouges indiquent le sens de la régulation . . . . .	85
4.12	Les pointes sont remontées de $1\mu m$ au-dessus de la surface. La boucle de contre-réaction en $Z$ est coupée. . . . .	85
4.13	Les deux pointes sont en interaction avec la sphère au travers la boucle de régulation qui maintient constante l'interaction selon l'axe $Y$ . A $t = 35s$ la régulation en $Y$ est stoppée, l'intensité de l'interaction commence à augmenter. . . . .	86
4.14	Amplitude et décalage en fréquence de chacun des LER (rouge LER 1, bleu LER 2) pendant la régulation de l'interaction sur la sphère selon l'axe $Y$ de préhension. . . . .	86
4.15	Pour extraire la sphère, le substrat est abaissé. . . . .	87
4.16	Pendant le retrait du substrat, l'amplitude diminue tandis que le décalage en fréquence augmente pour chacune des deux sondes. Cette variation est le signe de la force d'adhésion qui agit entre la sphère et l'échantillon (voir figure 4.17). Lorsque cette force disparaît, l'amplitude et le décalage en fréquence des deux oscillateurs reviennent très rapidement à leur valeur libre, respectivement $500pm$ et $\delta f = 10Hz$ pour la pointe 1 et $\delta f = 0Hz$ pour la pointe 2. Le décalage en fréquence de $10Hz$ sur la pointe 1 peut s'expliquer par une dérive de la fréquence de résonance du LER 1. . . . .	88
4.17	Lorsque la sphère est attirée par le substrat via une force d'adhésion, une force normale apparait entre la sphère et les pointes créant une déflexion des leviers détectable par l'augmentation du décalage en fréquence et la diminution de l'amplitude des deux oscillateurs . . .	88
4.18	Le substrat est déplacé latéralement via son piézocanner. . . . .	89
4.19	Le substrat est déplacé latéralement via son piézocanner. Les amplitudes et les décalages en fréquence restent alors constants . . . . .	89
4.20	(a)Redéposition de la sphère : La régulation en $Z$ sur les piézoscanners des pointes est mise en route et le substrat remonte. (b) Une fois en contact avec la surface les pointes sont écartées de la sphère. . . . .	90
4.21	A gauche : Image AFM d'une pointe, appelée A, en tungstène par l'autre pointe, appelée B, sans que l'interaction entre la pointe A et l'échantillon ne soit régulée. A droite : Section sur la pointe A qui montre que celle-ci est aplatie sur la surface. . . . .	91
4.22	Schéma de principe de l'imagerie de la pointe 2 par la pointe 1. La régulation de l'interaction entre la pointe 1 et le substrat se fait normalement par son propre piézoscanner. L'interaction entre la pointe 2 et le substrat se fait via le piézoscanner du substrat. . . . .	92

4.23	A gauche : Image AFM de la pointe 2 par la pointe 1. A droite : section sur la pointe 2 montrant que celle-ci n'est pas aplatie sur la surface. . . . .	92
4.24	A droite : Signal de régulation du piézoscanner du substrat durant l'imagerie. A gauche : Section lors du passage de la pointe 1 sur la pointe 2. Lorsque la pointe 1 entre en interaction avec la pointe 2 le substrat se rétracte. . . . .	92
4.25	a) Le balayage effectué par le piézoscanner de l'échantillon donne accès à deux images de l'objet simultanément, ici une sphère de 600nm de diamètre. b) La pointe 2 est alignée avec la pointe 1 et le cadre du balayage est recentré. c) La pointe 2 est approchée de la pointe 1 à une distance proche de la taille de l'objet. . . . .	93
4.26	(a) les pointes sont approchées préalablement à une distance proche de la taille de l'objet à attraper ; (b) Une goutte dans laquelle des sphères de polystyrène sont en suspension est approchée des deux pointes à l'aide d'un bout de fil de tungstène ; (c) La goutte est maintenant retenue par les deux pointes, L'apex des pointes est totalement immergé. . . . .	94
4.27	(a) Lorsque les pointes sont immergées, un mouvement de va-et-vient est appliqué sur une des pointes, ouvrant et fermant la "pince". (b) Décalage en fréquence mesuré sur les deux diapasons. Comme les pointes sont immergées, un poids additionnel ainsi qu'un amortissement plus important que dans l'air créent un décalage en fréquence négatif sur les deux diapasons. Lorsqu'une sphère passe entre les deux pointes et est saisie, le décalage en fréquence sur les deux pointes augmente témoignant d'un contact répulsif entre elles. Le mouvement de va-et-vient est alors automatiquement stoppé. Insert : Mouvement de va-et-vient appliqué, celui-ci s'arrête lorsque la préhension de la sphère est détectée. . . . .	95
4.28	Une fois l'eau totalement évaporée, une unique sphère apparaît maintenue entre les sondes. . . . .	96
4.29	Schéma de principe de l'imagerie d'une pointe sans référence ou substrat. Le balayage et la régulation de l'interaction se font de manière classique. Une surface virtuelle est créée. La hauteur de cette surface est abaissée pendant le balayage pour suivre l'inclinaison de la pointe imagée. . . . .	97
4.30	(a) Image AFM d'une pointe obtenue par la méthode schématisée figure 4.29. (b) Section dessinant la surface virtuelle ; (c) Section dessinant le profil de la pointe imagée ; (c) Section en coupe de la pointe. . . . .	97
4.31	Schéma de principe de la méthode utilisée pour localiser les apex des pointes l'une par rapport à l'autre. La régulation de l'interaction se fait horizontalement et une surface virtuelle verticale permet de maintenir les deux pointes proches l'une de l'autre pendant le balayage. . . . .	98

4.32	Image AFM et section de l'apex d'une pointe réalisée par la méthode présentée 4.31. . . . .	98
4.33	(a) Contrôle des deux sondes à l'aide des joysticks par un seul utilisateur. (b) Approche de la pointe 1. (c) Approche de la pointe 2. (d) Retrait simultané des deux pointes après la saisie de l'objet. . . . .	99
4.34	Courbe d'approche-retrait (Approche de la droite vers la gauche) sur une membrane circulaire de PDMS (polydimethylsiloxane) via l'interface haptique. Diamètre et épaisseur de la membrane : $5mm$ ; $10\mu m$ .(a) Mesure directe du décalage en fréquence. (b) Force feedback (Retour en force) appliquée au joystick. Le décalage entre l'approche et le retrait est dû à l'hystérésis du piézocanner. . . . .	100
4.35	Manipulation d'une sphère de $2\mu m$ de diamètre : (a) la sphère est préalablement localisée via le retour de force en 3D et ensuite déplacée de quelques microns sur la surface; (b) Décalage en fréquence et signal du retour de force en fonction du temps (en seconde) pendant le déplacement de la sphère. Les variations du décalage en fréquence pendant le déplacement de la sphère témoignent du comportement de la sphère sur la surface. Les pics représentent la rencontre d'un obstacle par la sphère, augmentation de l'interaction pointe-sphère, les creux un phénomène de glissement, diminution de l'interaction pointe-sphère. . . . .	101
4.36	Téléopération totale (configuration 1) où l'utilisateur contrôle la position de la pointe via le système à retour d'effort, le signal de force est relié au gradient de force de l'interaction et est appliqué selon l'axe $Z$ du joystick. . . . .	103
4.37	Configuration de réalité augmentée (configuration 2) où la position verticale $Z$ de la pointe est contrôlée via le contrôleur Proportionnel-Intégral de l'électronique Nanonis; l'utilisateur balaie manuellement la surface dans le plan $(X,Y)$ tout en ressentant la topographie de l'échantillon au travers d'une surface virtuelle. La raideur de cette surface est $K_{el}$ . . . . .	104
4.38	Schéma du comportement de la masse associée au joystick pendant un déplacement latéral réalisé par l'opérateur. Pendant ce déplacement, la pointe AFM suit la topographie de l'échantillon via la régulation en $Z$ classique. Ce mouvement vertical modifie la force appliquée sur le joystick (Eq. 4.3), reproduisant la même topographie à l'échelle macro. . . . .	105
4.39	Equivalents mécaniques des deux configurations de téléopération haptique.a) Couplage haptique complet selon l'axe $Z$ . Cette configuration présente une très haute sensibilité. b) Le déplacement en $Z$ de la pointe est contrôlé par la boucle de contre-réaction $I_z$ . Le retour haptique selon l'axe $Z$ provient de la hauteur $Z$ de la pointe .	106
4.40	Image AFM classique d'une sphère de $400nm$ de diamètre. . . . .	106

4.41	Reconnaissance haptique réalisée de manière non assistée (configuration 1). (a) Topographie de l'échantillon reconstruit à partir de la trajectoire décrite par l'utilisateur. (b) Décalage en fréquence mesuré pendant le balayage. Le décalage en fréquence devrait être constant durant l'expérience, pourtant il varie entre $-0,4$ et $0,8Hz$ . . . . .	107
4.42	Expérience 1 : exploration et reconnaissance d'une sphère de $400nm$ de diamètre par un balayage manuel. La topographie de l'échantillon est reconstruite à partir de la trajectoire de la pointe (ligne noire). (a) Sans retour de force : l'utilisateur ne ressent pas la topographie. (b) Avec retour de force : L'utilisateur ressent la topographie pendant le balayage. . . . .	108
4.43	Expérience 2 : Suivi du contour à hauteur constante. La trajectoire de l'utilisateur est dessinée, ligne noire, par-dessus la reconstruction de l'échantillon. Contour following at constant height. (a) Sans retour de force : l'utilisateur ne ressent pas la topographie. (b) Avec retour de force : L'utilisateur ressent la topographie pendant le balayage. . . . .	109
5.1	Station de nanomanipulation sur le porte-échantillon de la ligne de lumière ID03 à l'ESRF . . . . .	112
5.2	Image AFM d'un substrat sur lequel une couche d'or crée une marche de $50nm$ réalisée par le nanomanipulateur sur une ligne de lumière synchrotron. . . . .	113
5.3	Schéma d'une version envisageable pour le nanomanipulateur (a) vue en perspective et (b) vue de haut. En marron : piézoscanner ( $100\mu m * 100\mu m * 80\mu m$ ). En gris : moteurs inertiels Smaract. En bleu et en rouge : Piézoscanner indépendant pour chaque préhenseur. En vert : Porte-échantillon. Le volume totale de ce montage est ( $8cm * 8cm * 6cm$ )	114
5.4	Image MEB d'un levier AFM sur lequel une sphère magnétique est collée pour sonder des forces de piégeage magnétique. . . . .	115
5.5	Différences entre une imagerie AFM standard (en haut) et l'imagerie AFM "2D". L'imagerie AFM "2D" utilise une pointe en forme de botte pour sonder le plus fidèlement les murs verticaux. Cette forme de pointe peut s'apparenter à notre cas avec des pointes inclinées par rapport à la surface. Figure issue de [50] . . . . .	116
5.6	(a) configuration typique des électrodes pour l'électroformation des memristors. Le memristor est formé dans la jonction entre les électrodes du haut et du bas. (b) Section de la jonction avec le canal conducteur responsable du comportement memrésistif [53]. (c) Courbes courant-tension (I-V) d'un système memrésistif. L'hystérésis indique les états ON (basse résistance) et OFF (haute résistance).	117
5.7	Vue de coté de la procédure d'électroformation. . . . .	118
5.8	Courbes courant-tension pendant la création (gauche) et la vérification (droite) de trois memristors différents. . . . .	118

A.1	(a) et (b) Première version des portes-préhenseurs incompatible avec les LERS. (c) et (d) Porte-préhenseurs compatibles avec les deux types d'oscillateurs mais restreignant l'espace de travail. . . . .	121
B.1	Station de collage de leviers d'AFM classique sur des LER. Le positionnement du LER se fait au travers trois moteurs inertiels ( $X$ , $Y$ et $Z$ ) Mechanics. Le chip sur lequel le levier est attaché à la base peut être orienté par un servo-moteur (en bleu). Deux microscopes USB Veho permettent une vision de la scène selon deux directions. . . . .	123
B.2	(a) Le LER est déposé sur la bague initialement prévue pour le diapason à quartz. (b) Le LER est ensuite aligné pour qu'une fois sur le nanomanipulateur il soit le plus horizontal possible. . . . .	124
B.3	Une petite quantité de colle conductrice est déposée sur le chip sur lequel le levier est attaché. Le LER est d'abord trempé dans cette colle.	124
B.4	Le LER est "essuyé" contre le chip pour enlever le trop plein de colle.	124
B.5	Le LER est amené au contact de la base du levier. Ainsi le levier se détachera plus facilement du chip. . . . .	125
B.6	Le LER descend doucement et le point d'attache entre le levier et le chip rompt. . . . .	125
B.7	Le levier est maintenant solidaire du LER. Il ne reste plus qu'à faire sécher la colle. . . . .	125
C.1	Amplificateur permettant d'exciter électriquement le LER et de recueillir le signal du LER dont le courant dû à la capacitance a été supprimé. . . . .	127
C.2	Schéma électronique de l'amplificateur utilisé pour exciter électriquement le LER tout en supprimant le signal capacitif créé par cette excitation. . . . .	128
D.1	Schéma de principe de la mesure du comportement du scanner minitritor par interférométrie. . . . .	129
D.2	(a) Mesure d'hystérésis sur le déplacement maximum de l'axe $Z$ . L'erreur moyenne entre l'aller et le retour est proche de $3\mu m$ . (b) Mesure d'hystérésis sur une rampe en tension de $3V$ soit un déplacement de $3\mu m$ . L'erreur moyenne entre l'aller et le retour est proche de $210nm$ . Bleu : aller. Rouge : retour. Vert : erreur du retour. Pointillés : erreur moyenne au retour . . . . .	130
D.3	Mesure de rectitude sur l'axe $X$ en fonction du déplacement total de l'axe $Z$ . Bleu : aller. Le mouvement de l'axe $X$ est couplé au déplacement de l'axe $Z$ . L'axe $X$ se déplace de plus de $210nm$ pendant le mouvement de l'axe $X$ . Bleu : aller. Rouge : retour. Vert : erreur du retour. Pointillés : erreur moyenne au retour . . . . .	130

D.4	Incrément de $0,06V$ soit $19nm$ au cours du temps. Cet incrément est la valeur minimale de déplacement avec l'erreur la plus faible possible, c'est-à-dire la résolution . . . . .	131
E.1	L'actionneur de base ERGOS . . . . .	133
E.2	Configuration de l'actionneur modulaire en tranches : bobine mobile pour flux partagé . . . . .	134
E.3	Schéma bloc de l'interconnexion du transducteur gestuel . . . . .	134
E.4	Le système haptique ERGOS . . . . .	135
F.1	(a) Face avant du programme Labview permettant la commutation entre le mode imagerie et le mode préhension. (b) Module "Proportionnel-Intégral" géré par le programme. . . . .	139
F.2	Ce graphique représente la sortie n°7 définie par le module "Z-controller" en noir, le déplacement Z en rouge et Y en bleu de la pointe. . . . .	140
F.3	Module "Scan Control" permettant de déplacer latéralement l'échantillon. . . . .	140
F.4	Face avant du programme pour le déplacement précis de l'axe X de la pointe 2. X : la position actuelle de la pointe. End X : Position à laquelle on veut que la pointe se rende. Move : Effectue le déplacement demandé. . . . .	141
F.5	Initialisation des positions de la pointe 1 . . . . .	141
F.6	Initialisation des positions de la pointes 2 . . . . .	142
F.7	Initialisation des positions de l'échantillon . . . . .	142
F.8	(a) Position schématique des deux pointes vue de haut. (b) Position schématique des deux pointes vue de profil. La croix sur le substrat est simplement un repère visuel.(c) Image optique des deux pointes proches du substrat de SmCo sur lequel des sphères de $3,8\mu m$ de diamètre sont piégées magnétiquement. . . . .	143
G.1	Diagramme du programme Labview permettant la commutation entre le mode imagerie et le mode préhension. . . . .	151
G.2	Diagramme du programme Labview permettant le déplacement précis de l'axe X de la sonde n°2 . . . . .	152



# Résumé

---

Le rayonnement synchrotron et la microscopie à sondes locales (SPM) sont deux des techniques les plus utilisées pour étudier les propriétés physiques et chimiques de nanostructures. Le couplage de ces deux techniques est prometteur pour les nanosciences et ouvre, à ces deux outils, de nouveaux horizons. D'un point de vue expérimental ce couplage est un défi exaltant qui a déjà prouvé ses capacités par la combinaison de la Microscopie à force Atomique (AFM) et de la diffraction de Rayons-X pendant le projet X-tip. Le développement d'un microscope à force atomique embarqué sur une ligne de lumière synchrotron a permis l'étude du module de Young de microplots de germanium en procédant simultanément à son indentation et à son analyse par diffraction. Le but ultime, pour notre nanomanipulateur est de manipuler en 3D avec un contrôle permanent des nanoforces exercées sur l'objet sous un faisceau de rayons X. Le premier chapitre s'attarde donc sur les senseurs qui devront rendre compte des interactions à l'échelle nanométrique et permettre la saisie d'un objet individuel. Après une brève introduction de différentes techniques de micro/nanomanipulation (micro-préhenseurs mécaniques basés sur la technologie MEMS, pinces optiques, préhenseurs basés sur la microscopie à force atomique) et devant les contraintes qu'implique le couplage d'un tel système avec les expériences synchrotron, le choix des oscillateurs à quartz (Diapason et LER) en tant que senseurs est expliqué. La microscopie à force atomique en générale et le fonctionnement particulier de ces oscillateurs sont décrits. Dans le second chapitre le développement instrumental de notre station de nanomanipulation est décrit, et notamment, comment mettre en place ce type de résonateurs et la pointe associée pour réaliser à la fois l'imagerie AFM de l'échantillon et la préhension de l'objet. Enfin le système haptique ERGOS et son couplage avec notre montage est décrit. Dans le dernier chapitre deux types d'expériences sont décrits, le premier ne fait intervenir que notre montage piloté classiquement par ordinateur et montre ses capacités à réaliser la préhension d'objets micrométriques de manière contrôlée. Le second type d'expérience fait intervenir le couplage entre notre montage et le système haptique. Ces expériences rendent compte des capacités de ce couplage à transmettre directement à un utilisateur les interactions à l'échelle nanométrique ainsi que la possibilité par l'intermédiaire de cette interface de réaliser des tâches complexes (reconnaissance de forme, suivi de contour à hauteur constante).

---



# Abstract

---

Synchrotron Radiation and Scanning Probe Microscopy (SPM) are among the most used techniques to study the physical and chemical properties of nanostructures. Coupling these two techniques is a promising path for opening new horizons in the study of nanoscience. The merge has already proved its potentialities in the frame of the X-tip project where Atomic Force Microscopy (AFM) has been associated with synchrotron radiation X-Ray diffraction to determine the Young's modulus of germanium microplots by dynamically indenting the sample while performing diffraction analysis. The configuration used there, however, does not permit three dimension (3D) manipulations of samples. The aim of our nano-manipulator is 3D management of samples with permanent control of the nano-forces exerted on the object while immersed in a scanning beam (X-Ray, e-beams). The first chapter focuses on the sensors with which measure the interactions at a nanometer scale and permit the selection of individual objects. After an overview of the different techniques of micro/nano-manipulation available today (mechanical micro-grippers based on MEMS technology, optic tweezers or grippers based on conventional atomic force microscopy), and considering the constraints imposed by synchrotron experiments, the choice of quartz oscillators (Tuning Forks or Length Extended Resonators (LER)) as sensors is explained. It follows an introduction to Atomic Force Microscopy in general and the description of its association to these oscillators. In the second chapter, the instrumental development of our nano-manipulation station is detailed with particular care on the definition of the geometry of the resonators and related tips for achieving both AFM imaging and gripping of the sample and on the way to control the coarse and fine positioning of the three elements of the nano-manipulator. Finally, the haptic system ERGOS and its coupling with our assembly is described. In the last chapter, two types of experiments are presented : in a first our assembly is piloted directly by the computer and shows its performances in achieving the gripping of micrometric objects in controlled way. The second experiment involves the coupling between our assembly and the haptic system to explore a surface and achieve fast recognition of shapes of sub-micron samples. This experiment shows the capability of haptic coupling in directly transmitting to the user the interactions registered at nanometer scale and the possibility of performing complex tasks on the recognition of shapes and tracking of contours.

---

