

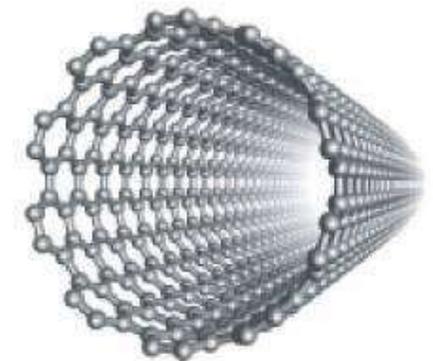
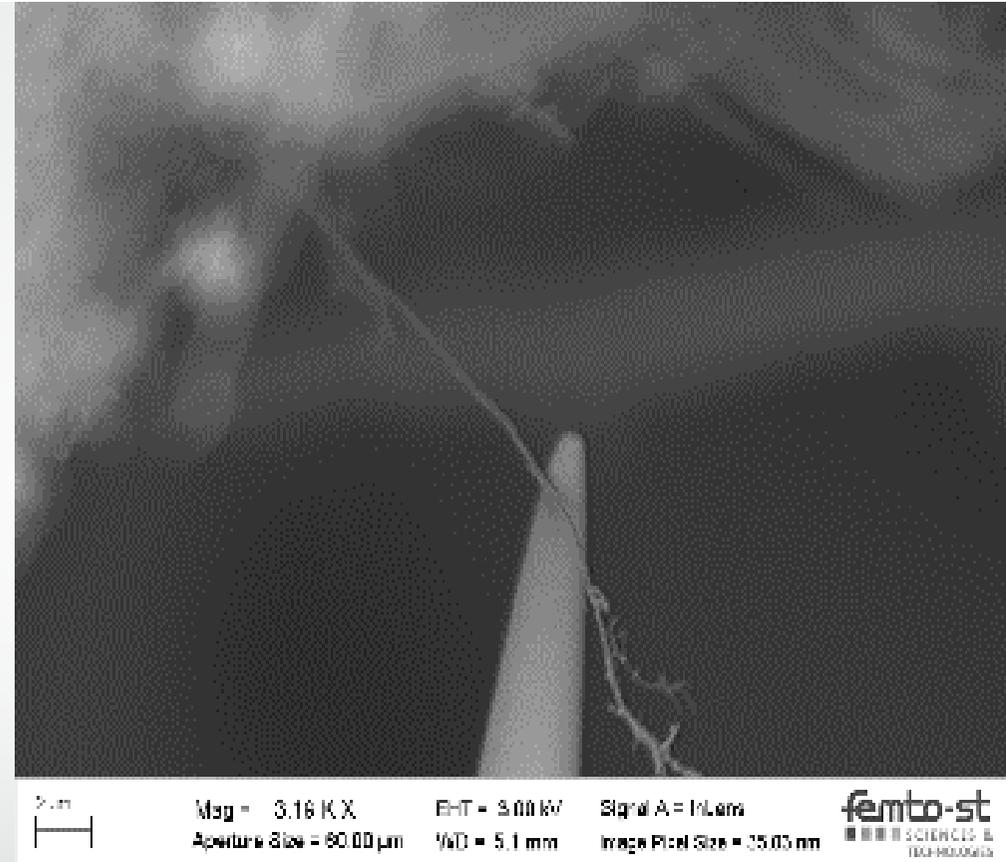
# Techdays 2017

## $\mu$ Robotex

### manipulation de CNT et $\mu$ fibrilles de cellulose

21 -22 juin 2017

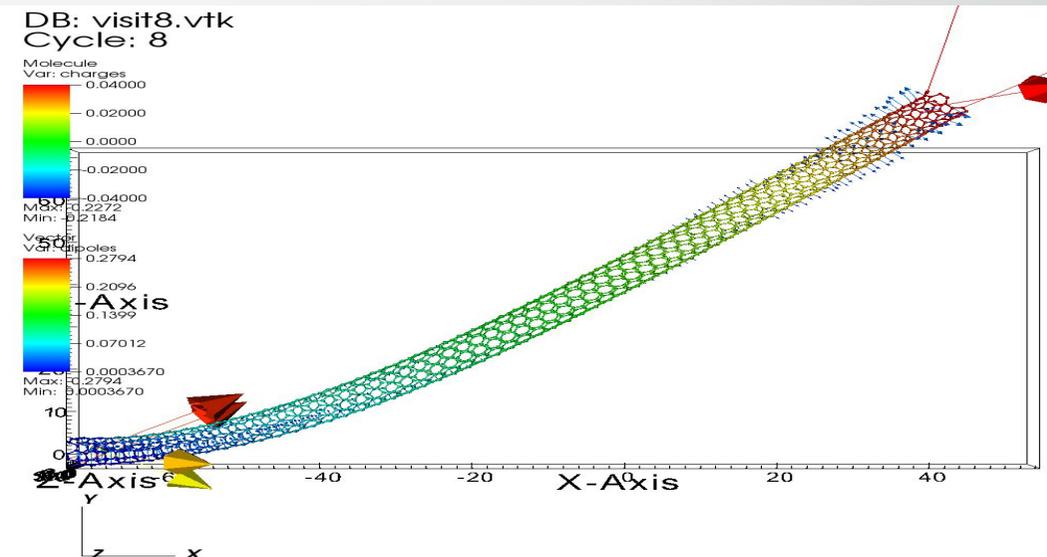
Clermont Ferrand



# Plan

- I-Présentation des équipements de la station  $\mu$ Robotex, manipulations multi-échelles.
  - Platine Zeiss commandée par pilotage interne selon les 3 repères, MEB, FIB, robot
  - Robot commandée par pilotage interne selon les 3 repères, MEB, FIB, robot
  - Kleindiek, pince femto-tools, moteur auxiliaire de rotation planaire
- II-projet de mesures flexoélectriques, BQR ENSMM,
  - simulations par calcul ab-initiaux
  - Description générale, fabrication des nanotubes, des outils, de la pointe robotique,
  - Approche, manipulation, découpage, assemblage des nanotubes.
  - Mesures électriques en perspectives
- III- Autres applications
  - Séparation et traction de  $\mu$ fibrilles de cellulose

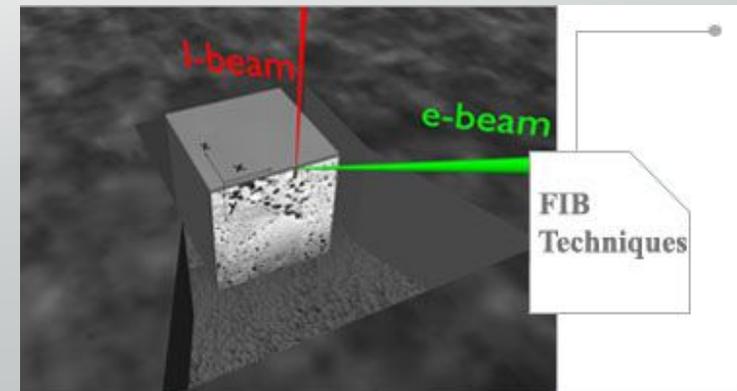
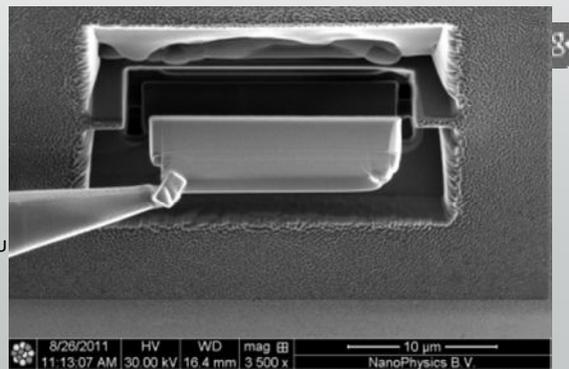
Techdays2017 Clermont Ferrand 21-22 juin 2017



# Objectif de la station: μrobotex Femto-ST, dept AS2M, Auriga 60 MEB-FIB-GIS-Bras Micro Positionnement

- -positionnement relatif d'un support et d'un objet sous MEB dans les domaines mesométrique et micrométrique, lift out,
- -usinage/rectification du support et ou de l'objet, micro et nanométrique, FIB+XeF<sub>2</sub>
- -assemblage définitif, par dépôt CVD – IBAD, EBAD-, réalisation de soudure, FIB+ C (naphtalène) et Pt (cyclopentadiényl Pt)

Techdays2017 Clermont Ferrand 21-22 ju



TEM sample lift-out using an extraction needle

# Configuration de la station $\mu$ Robotex

## General info:

chamber vacuum:  $<5 \times 10^{-4}$  Pa  
 stage range: 130 mm x 130 mm x 100 mm,  
 planar rotation 360°,  
 tilt -30° to 90°,  
 concentric  
 sample size: up to 6" wafer size  
 plasma and cryo decontaminators  
 active antivibrating system

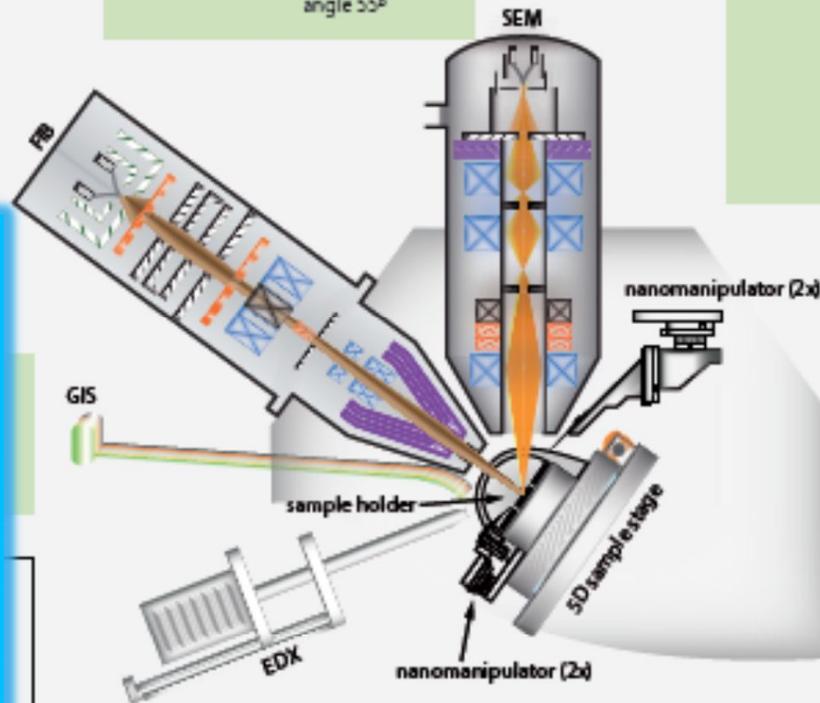
## Focused Ion Beam (FIB):

Orsay Physics - Canion Gallium LMIS  
 Accelerating voltage: 500V to 30 kV  
 Probe current: 1 pA - 40 nA  
 View field:  $> 1 \times 1$  mm<sup>2</sup> at WD 9 mm  
 Magnification: 150 x - 1,000,000 x  
 Resolution: 5 nm at 30 kV  
 coincidence point: SEM WD 9 mm,  
 FIB WD 12 mm,  
 angle 55°

## Scanning Electron Microscope (SEM):

Tescan Lyra3 - FEG  
 Accelerating voltage: 200V to 30 kV (50 V in BD mode)  
 Probe current: 2 pA - 200 nA  
 View field:  $> 6 \times 6$  mm<sup>2</sup> at WD 9 mm  
 Magnification: 1x - 1,000,000 x  
 Detectors (Resolution):

Secondary Electron detector (Everhart-Thornley  
 YAG crystal, 1.2 nm at 30 kV)  
 + Beam Deceleration mode (1.8 nm at 3 kV),  
 Backscattered SE detector (Everhart-Thornley  
 YAG crystal, 2.0 nm at 30 kV),  
 In-Beam BSE detector (Everhart-Thornley  
 YAG crystal, 2.0 nm at 15 kV),  
 Transmitted Electron detector (0.9 nm at 30 kV)  
 Electron Beam Induced Current detector (pA meter)

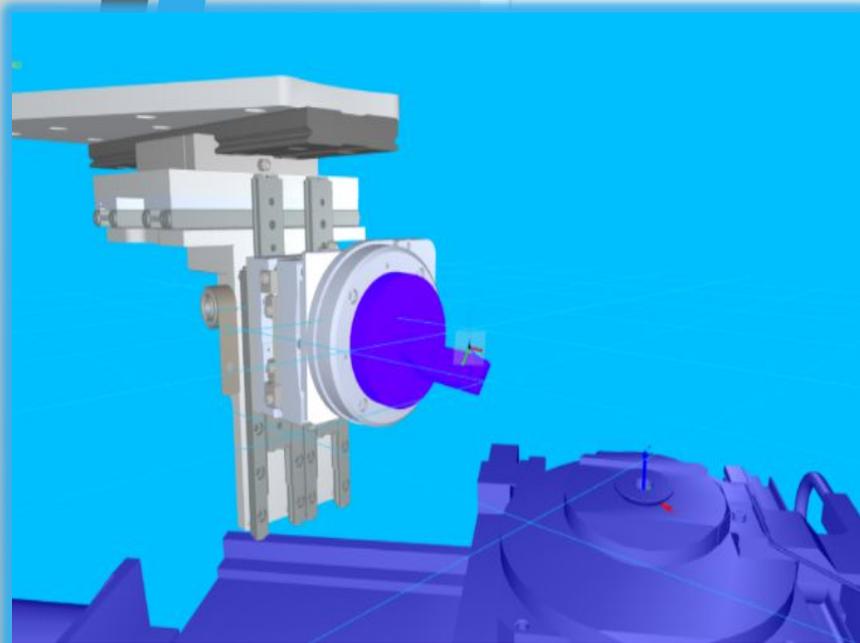


## Nanomanipulators:

SmartAct SLC-1730-S/SA 7D12  
 chamber mounted:  
 range: 21 mm x 21 mm x 21 mm  
 3D, closed loop  
 resolution 5 nm, repeatability  $\pm 25$  nm  
 stage mounted:  
 range: 12 mm x 12 mm x 12 mm  
 2x3D + rotation,  
 resolution 1 nm, repeatability  $\pm 25$  nm

## Electron Dispersive X-ray spectroscopy (EDX):

Bruker Quantax 200  
 elements detection: from B (5) to Am (95)  
 energy resolution:  $\leq 129$  eV  
 active area: 10 mm<sup>2</sup>



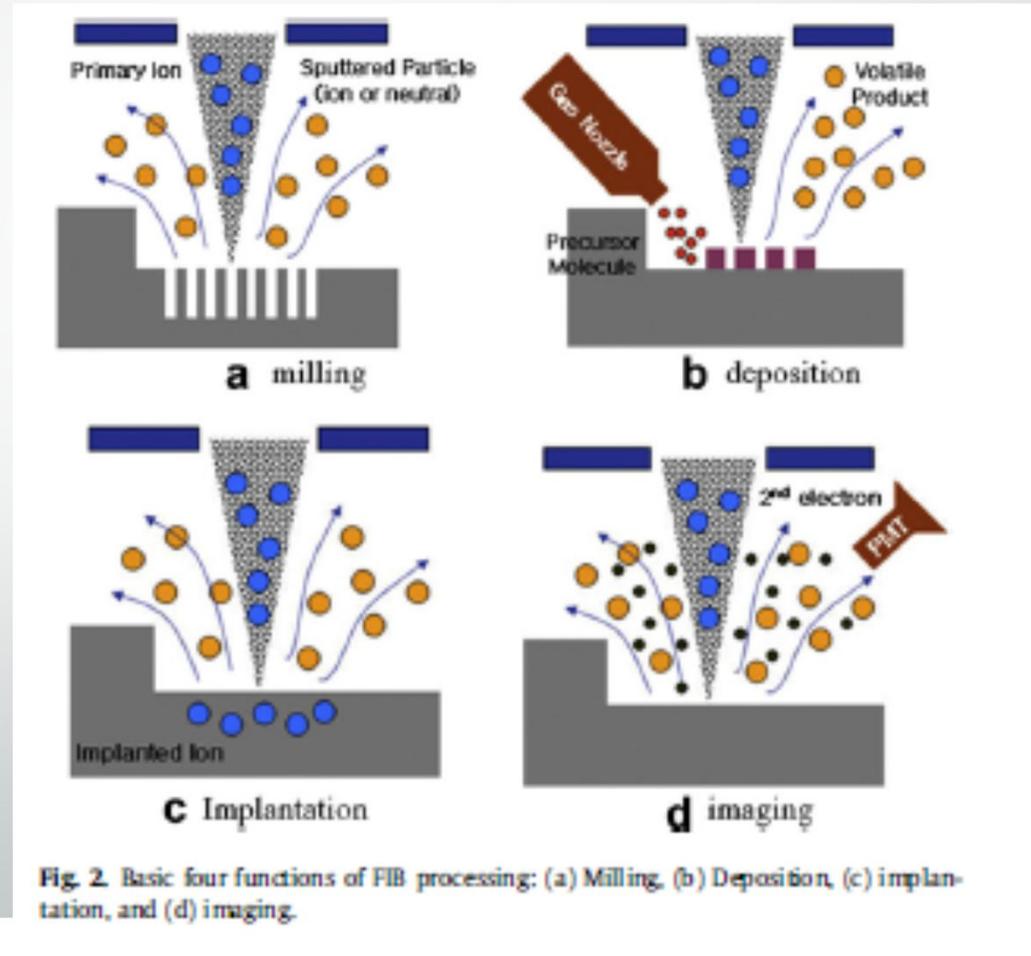
équivalente de la plateforme en 3D temps réel

# Possibilités du FIB/GIS

## Omniprobe I, 3 gaz, 2 actions: gravure ou dépôt

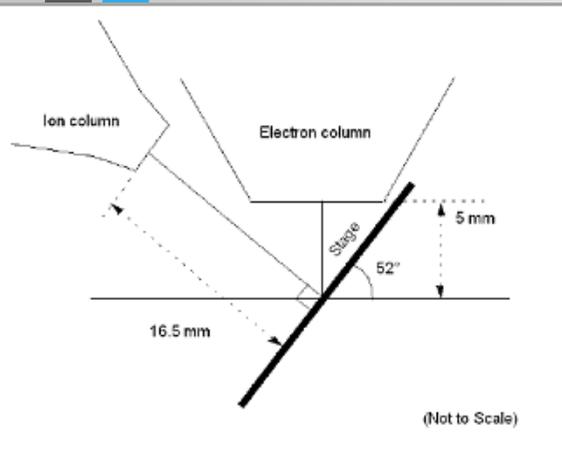
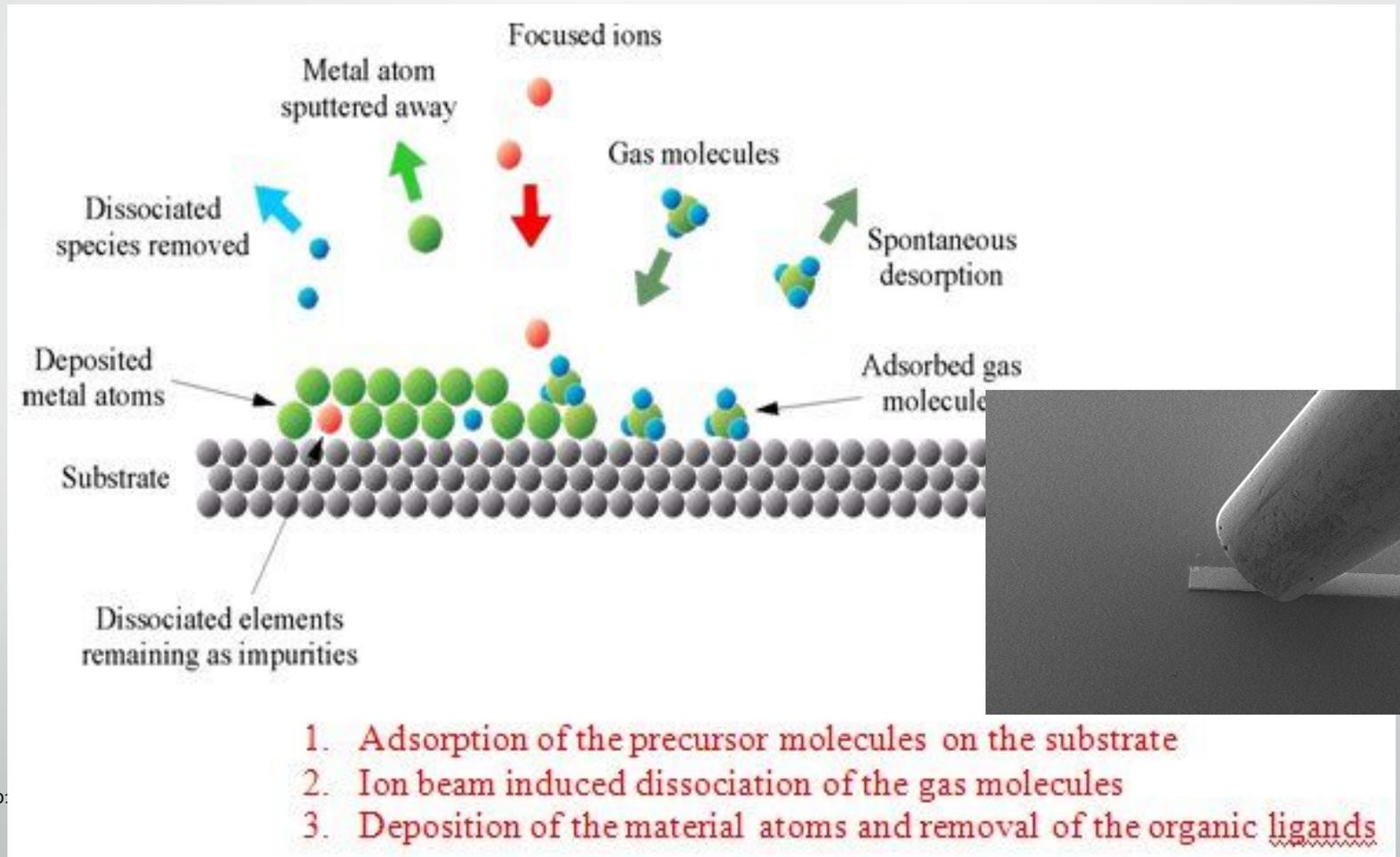
- XeF<sub>2</sub> pour Graver
- Styrene (courte durée de vie), remplacée par naphthalène: dépôt de carbone
- W(CO)<sub>6</sub>, Pt (triméthyl cyclopentadienyl Platinium),
- H<sub>2</sub>O
- TMCTS (dépôt de Si)
- Projet organo-hétéro-bi-métallique

Techdays2017 Clermont Ferrand 21-22 juin 2017

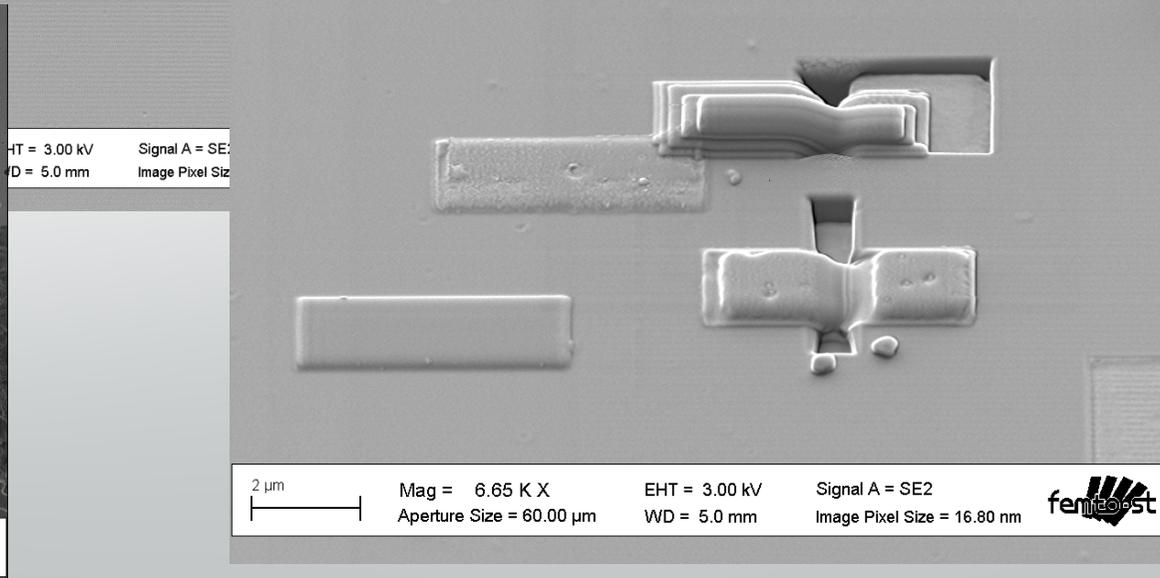
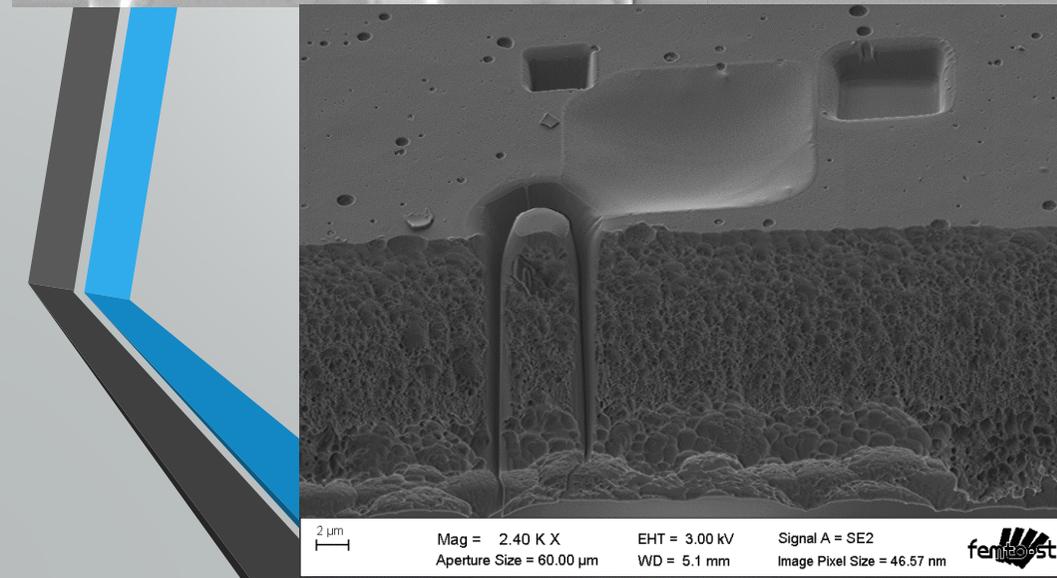
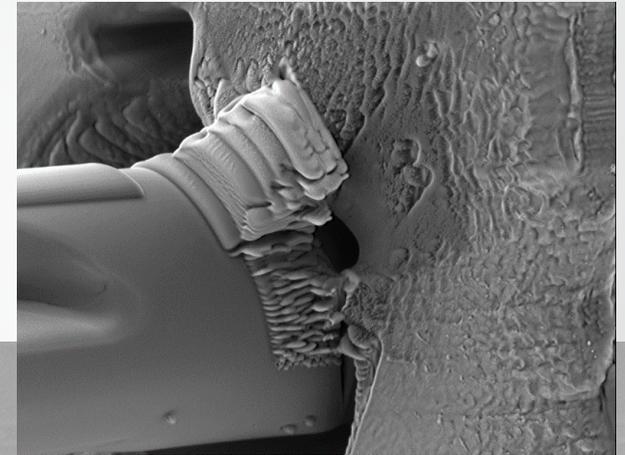
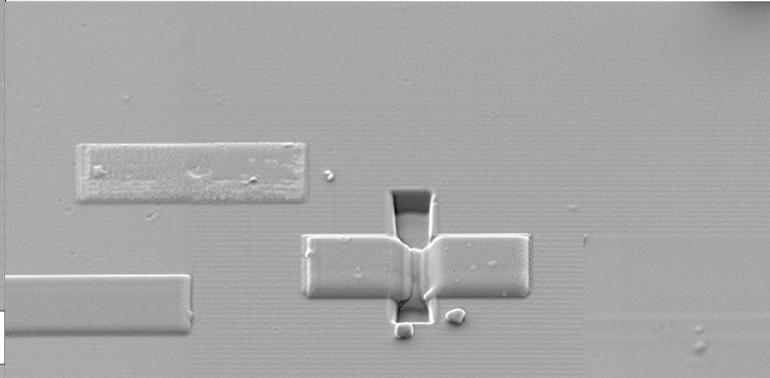
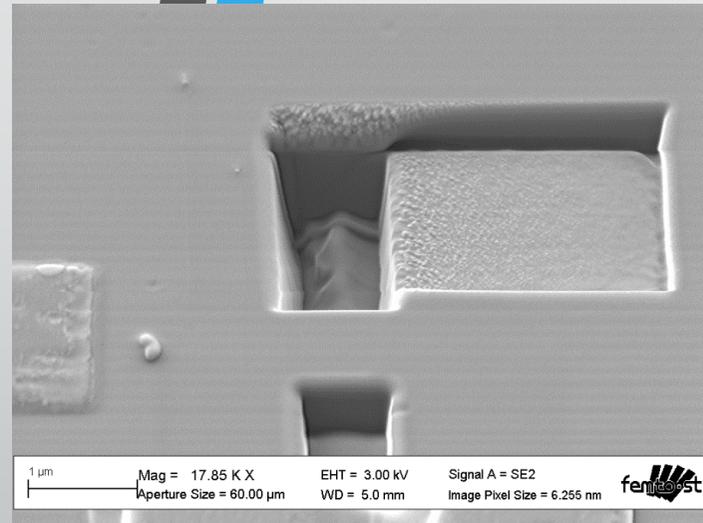


# Description du principe théorique atomique

- Position
- Du nozzle à
- 100 $\mu$ m de la
- surface

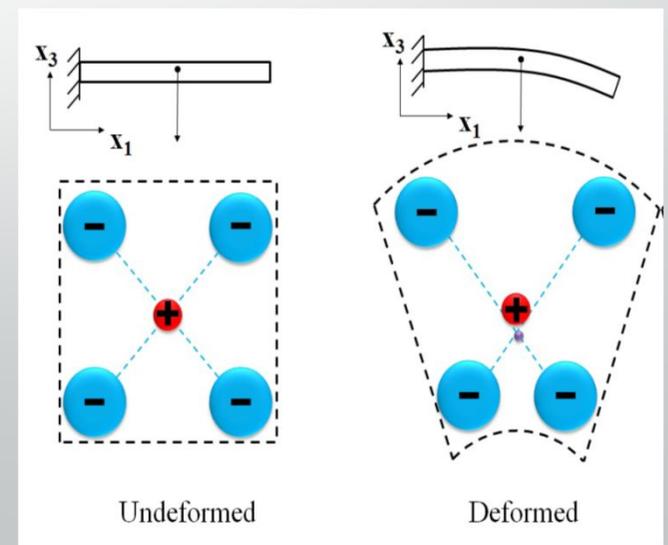
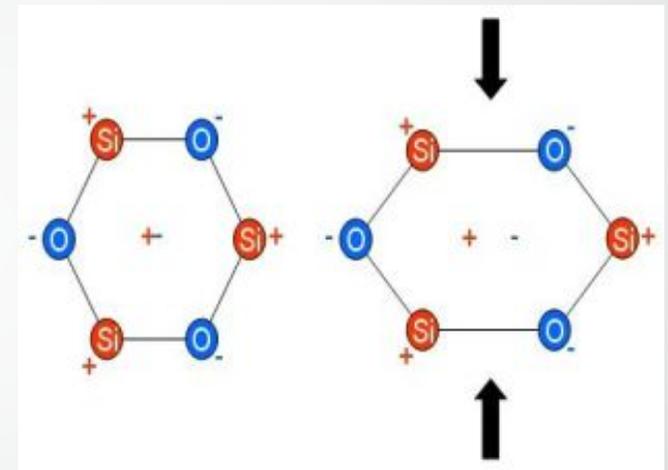


# Gravure FIB seule, et dépôt de Pt ou C



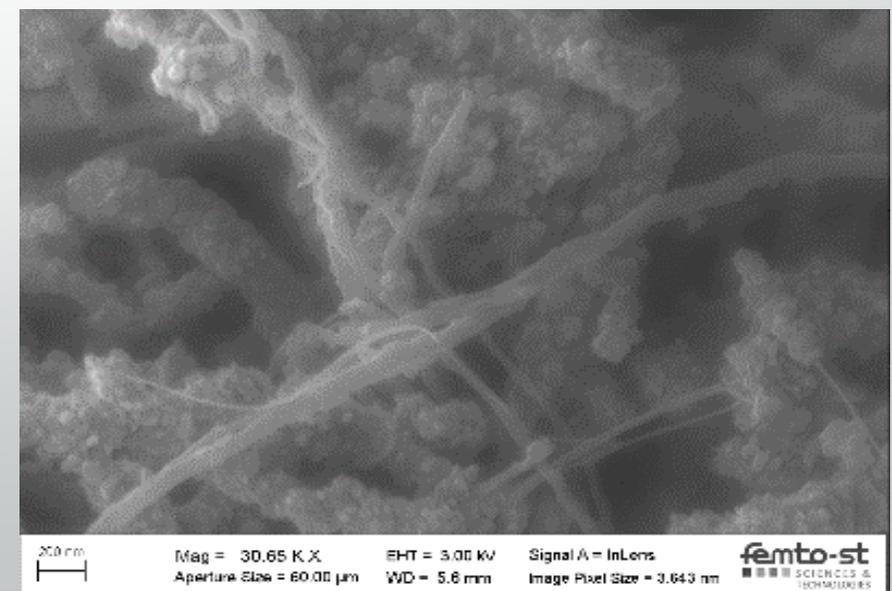
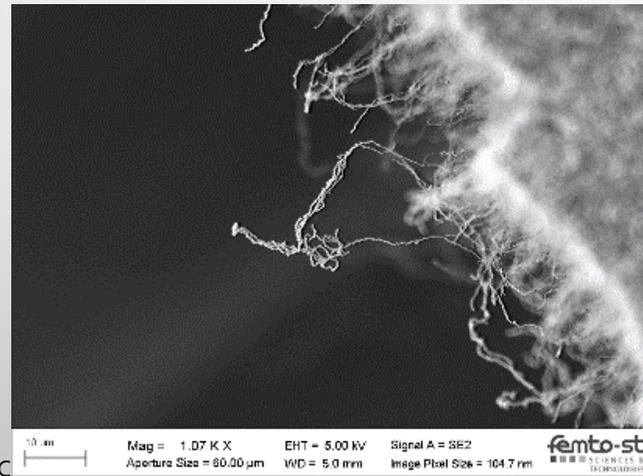
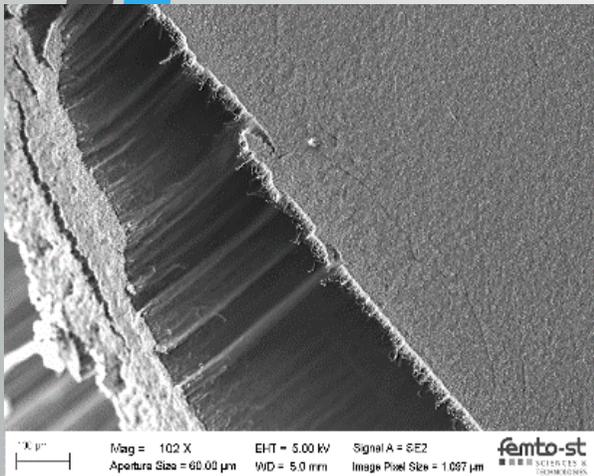
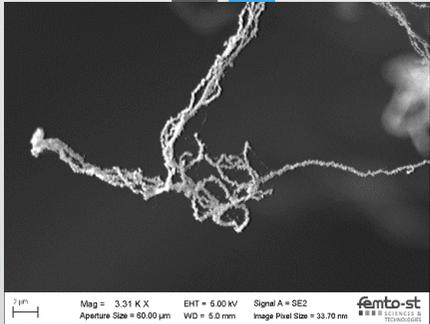
# La flexoélectricité: description, principe

- When a non-centrosymmetric material is subject to a uniform mechanical strain  $\varepsilon$ , the material becomes electrically polarized. This phenomenon is determined empirically by:
- However, a non-uniform strain field or the presence of strain gradient can locally break inversion symmetry and induce polarization even in centrosymmetric crystals. Eq. (1) can be completed with a term proportional to the strain gradient.
- $f$  is the fourth order flexoelectric tensor. Unlike the components of the third order piezoelectric tensor  $d$ , the flexoelectric coefficients are non-zero for all dielectrics.



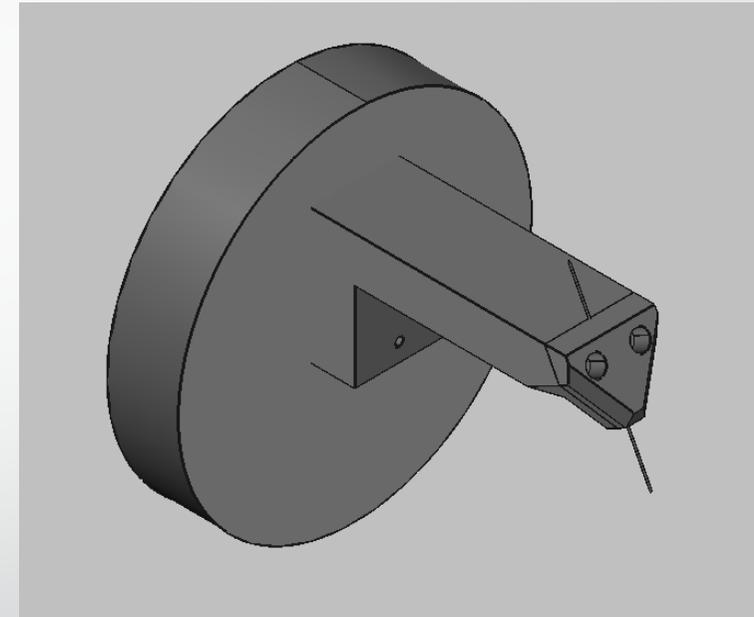
# Projet Flexo-électricité: mesure de l'énergie produite par flexion d'un nano-tube unique dans $\mu$ Robotex

- Obtention de nanotubes 'en forêt' sur substrat silicium afin d'en isoler qq's uns, double parois ?
- Synthèse par CVD à base d'heptane + catalyseur acétylène, = différents type de CNT
- Observation, mesure et caractérisation de la surface, de la longueur et du diamètre des nanotubes
- Imagerie correcte des nanotubes de diamètre entre 50 et 150 nm, d'une longueur de plusieurs microns : 6 à 10  $\mu$ m.



# Conception des outils

- La pointe et son support
  - Les supports sont réalisés en impression 3D avec un polymère acrylate
  - Elles sont métallisées en PVD avec du Cr avec la pointe installée sur le support
  - Les pointes sont dégainées, puis étirées avec de faibles masses et un faisceau laser pour chauffer la silice,
  - Étirage d'une fibre optique SMF 128 jusqu'à un diamètre de pointe inférieur à 100nm
  - Étirage lent= pointe fine == fragile
  - Pendule diélectrique impossible à observer sans métallisation

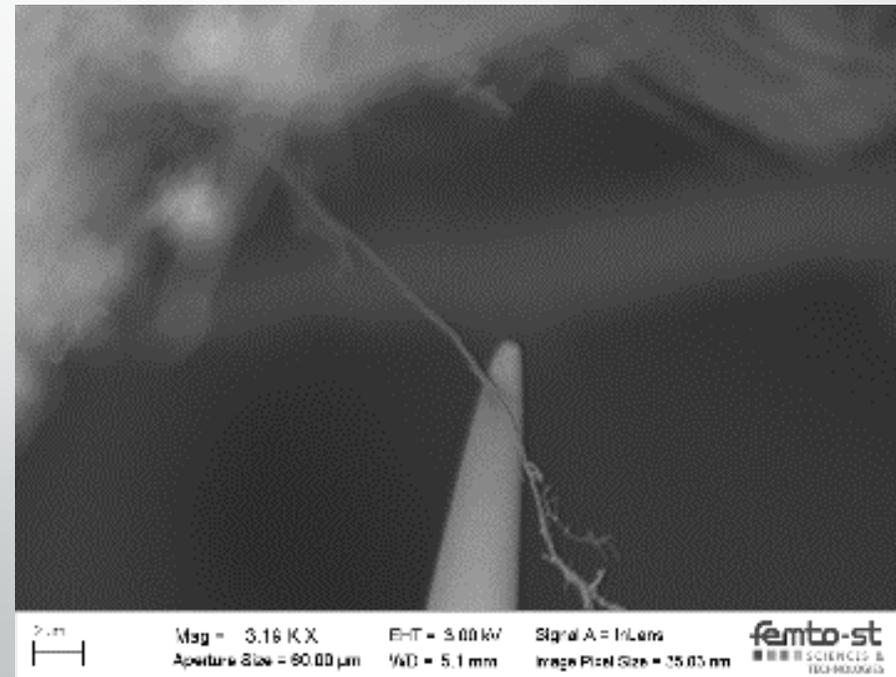
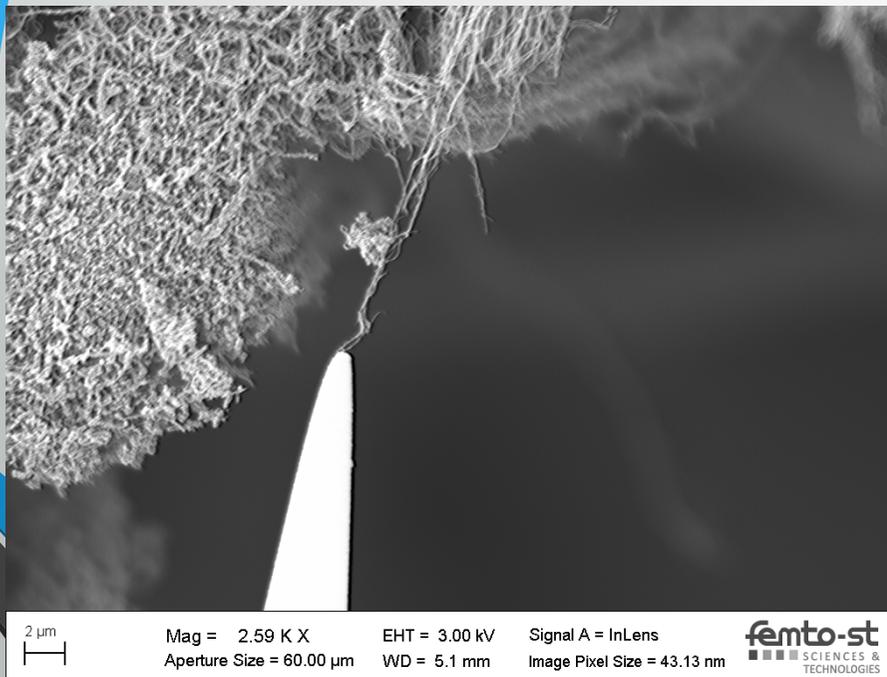


# Usinage de la pointe robotique

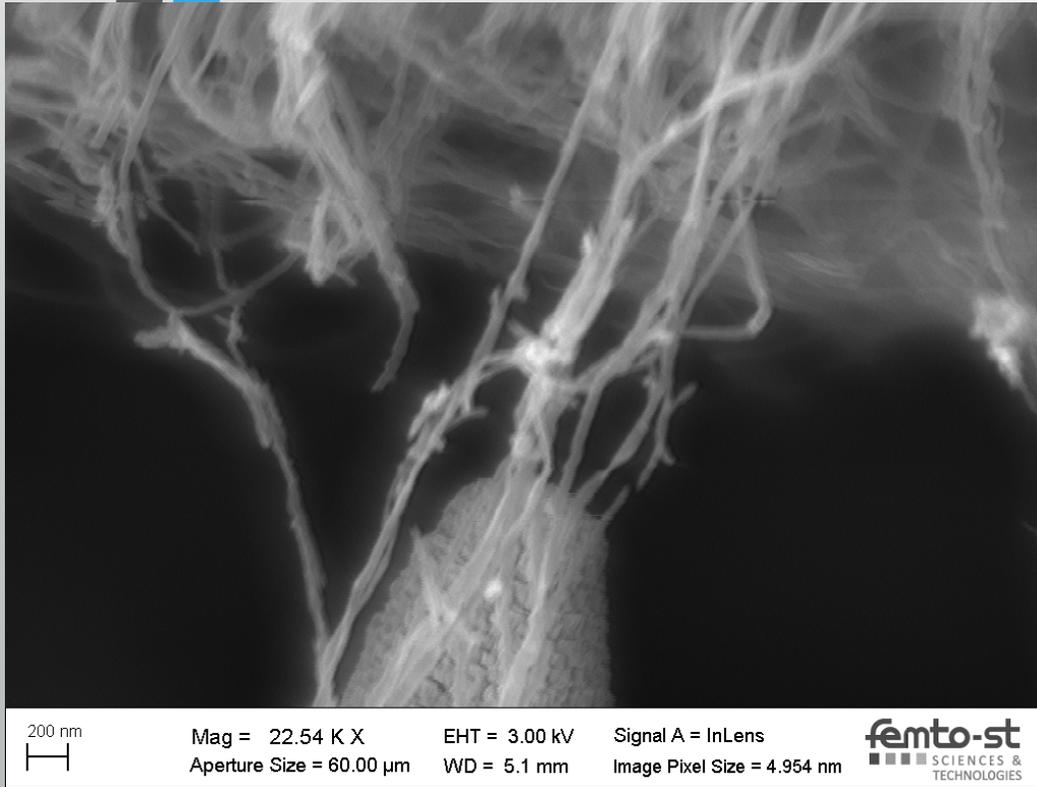
- Métallisation très compliquée: suffisamment épaisse pour imager sous MEB, suffisamment fine pour ne pas déformer la pointe...
- Usinage de la partie terminale en U pour la préhension d'un nanotube
- Pb du zoom sous FIB= usinage ,
- pb de liaison pointe NTC, liaison mécanique sans conduction électrique

# Approche de la pointe robotique

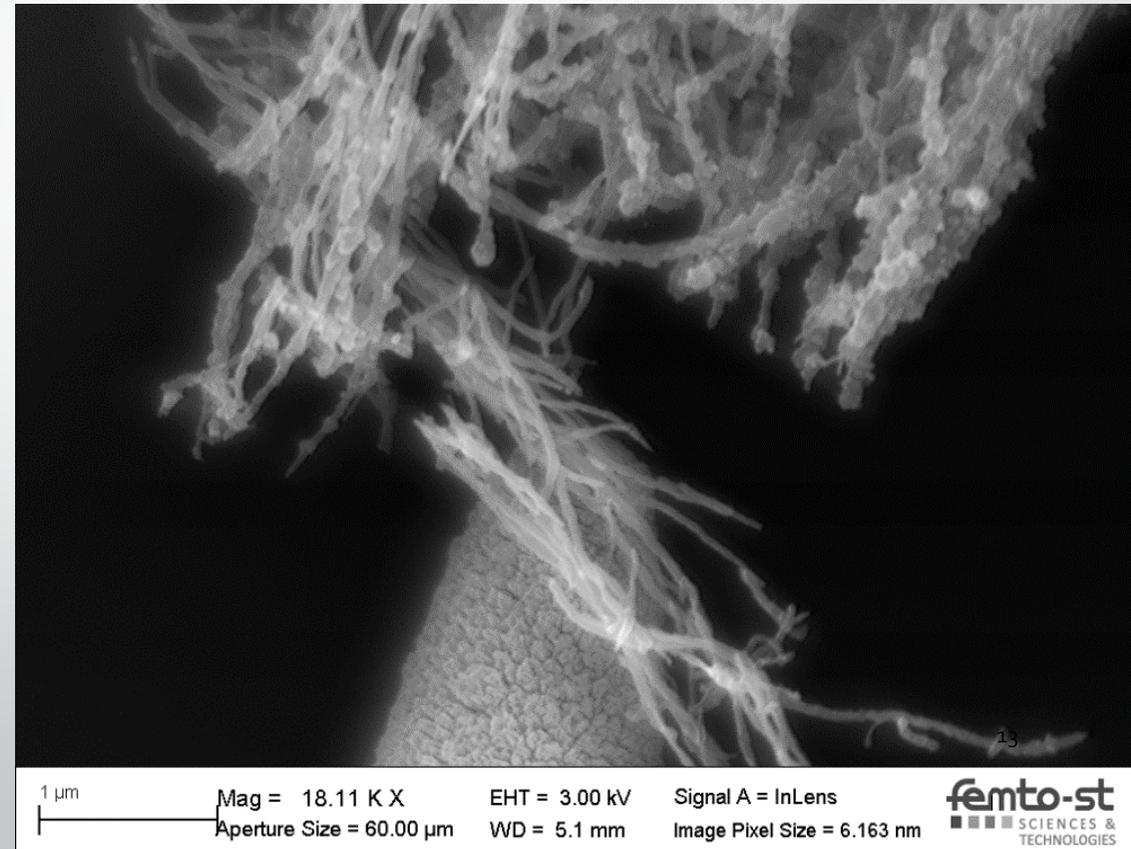
- Fracture des plaques de CNT pour commencer la séparation
- Effilage des CNT pour isoler les plus fins
- Soudure éventuelle entre la pointe et un nanotube, puis découpe



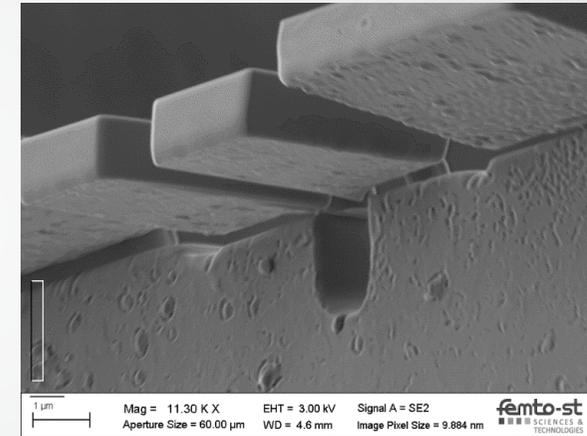
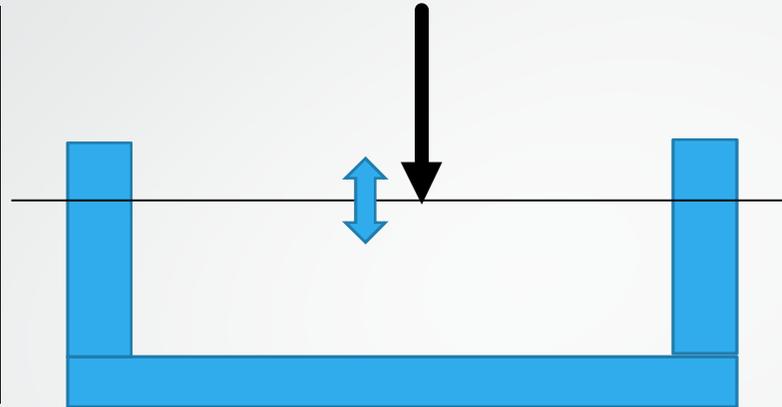
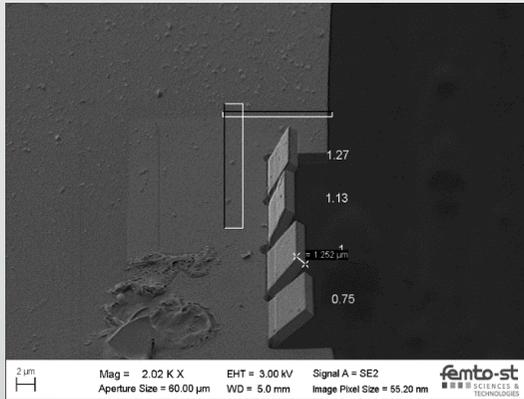
# Découpe d'un ou plusieurs nanotubes: précision de positionnement pointe de 4 à 10nm.



Techdays2017 Clermont Ferrand 21-22 juin 2017

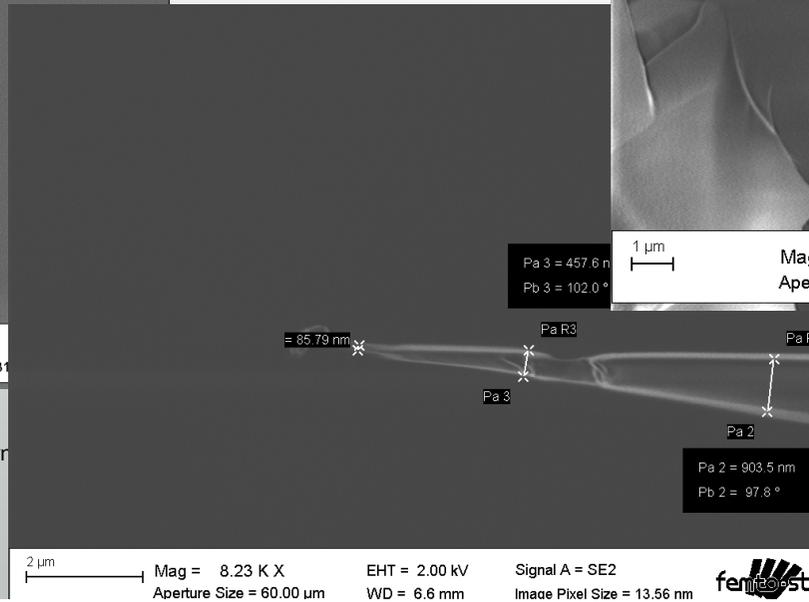
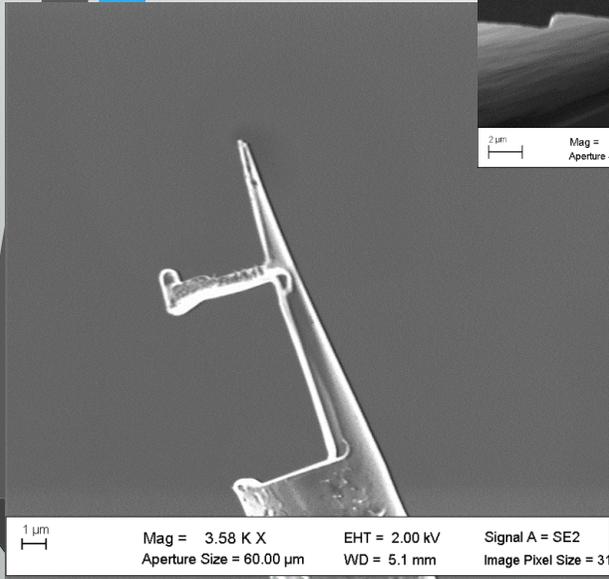
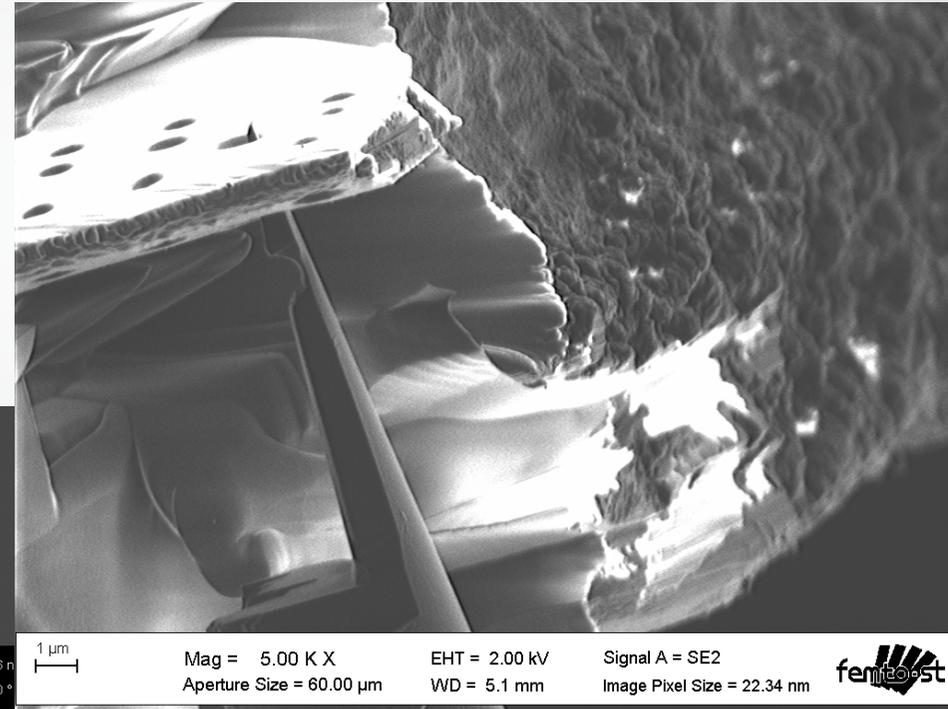
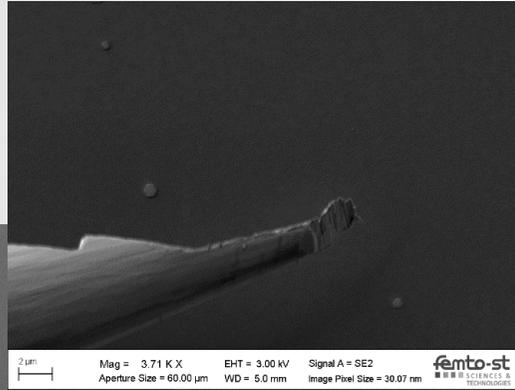


# Installation d'un support en U obtenu par origami

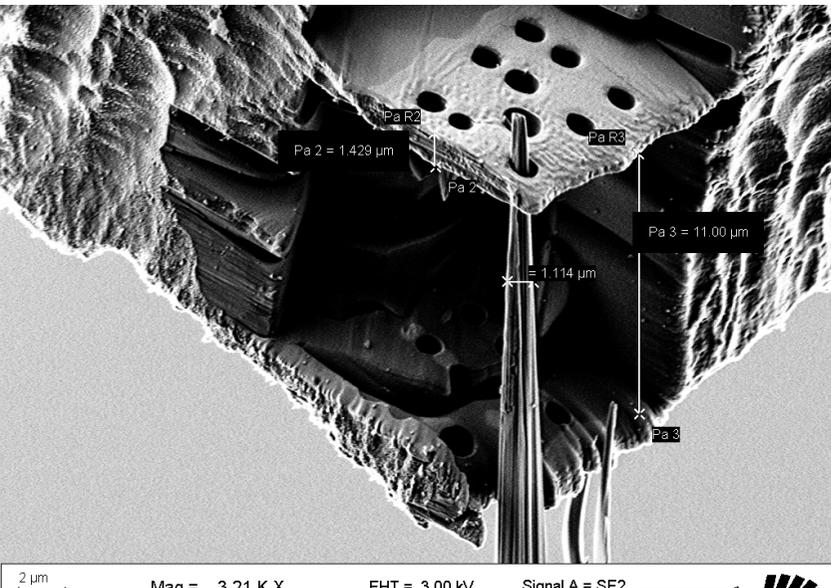


- Usinage d'une membrane silicium de moins de  $1\mu\text{m}$  d'épais, revêtue de Ti+Pt
- Découpe de 2 rectangles de  $6*6\mu\text{m}$  troués au centre par un trou de diamètre 200nm, espacés de  $5\mu\text{m}$  de distance
- Pliage de l'un des rectangle, installation du nanotube dans le trou de 200nm
- Pliage du second rectangle et actionnement du nanotube après connexion.
- Liaison électrique et mécanique, mesure du courant produit...en nA

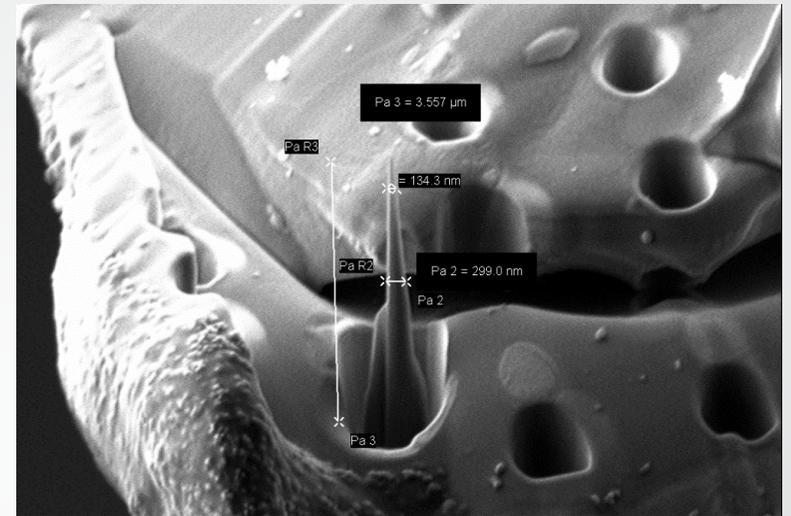
# Usinage de fibres optiques étirées: autres exemples et précision de positionnement



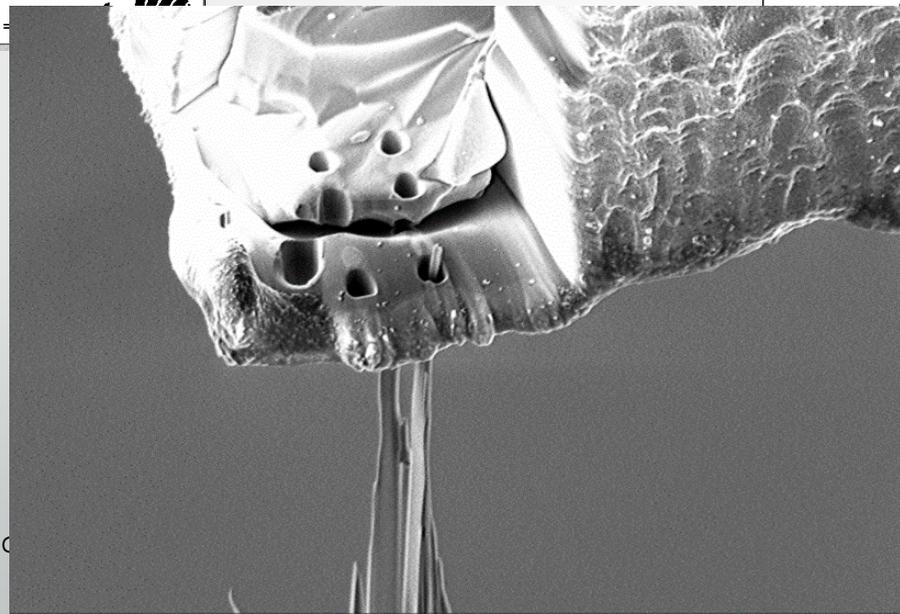
Techdays2017Clerr



2 μm  
 Mag = 3.21 K X    EHT = 3.00 kV    Signal A = SE2  
 Aperture Size = 60.00 μm    WD = 5.0 mm    Image Pixel Size =



1 μm  
 Mag = 10.84 K X    EHT = 3.00 kV    Signal A = SE2  
 Aperture Size = 60.00 μm    WD = 5.0 mm    Image Pixel Size = 10.30 nm



2 μm  
 Mag = 3.38 K X    EHT = 3.00 kV    Signal A = SE2  
 Aperture Size = 60.00 μm    WD = 5.0 mm    Image Pixel Size = 33.02 nm

phénomènes de charge, casse des fibres émincées, déformation de la pointe lors de la métallisation PVD  
 effet de pendule (charge / décharge)

Techdays2017C

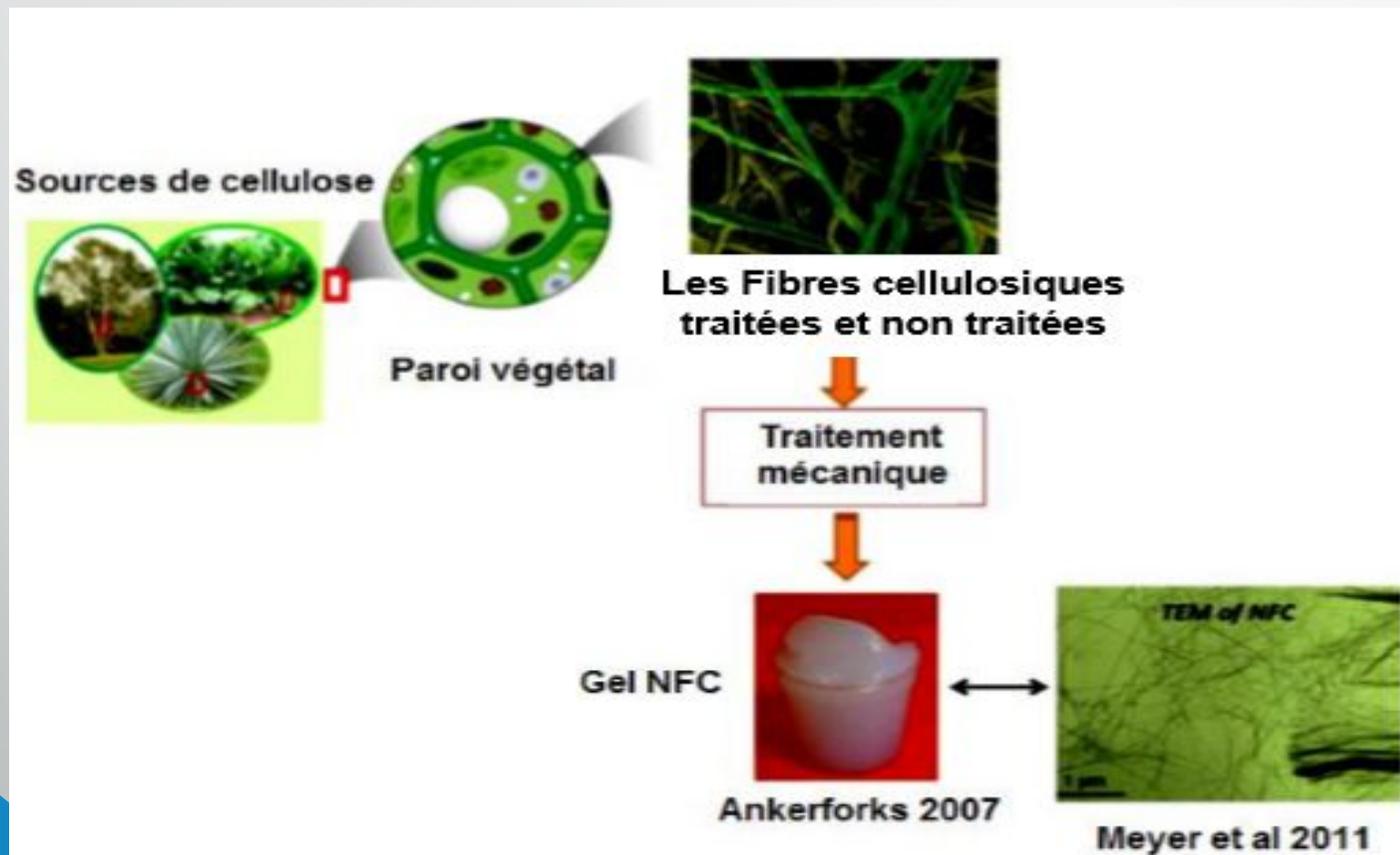
# Perspectives pour CNT

- Une couche conductrice pour établir le contact nanotube/parois de platine
- Un système de mesure de l'énergie produite en fonction de l'amplitude d'excitation
- Un mode de mise en mouvement de la pointe pour l'excitation

# Projet CARAMFC

Stagiaire: Gabin Nanfack

Encadreurs: Sounkalo Dembélé, Patrick Rougeot, Jean Yves Rauch, Olivier Lehmann



- Extraction :  
Bouleau  
=>Test de traction
- Séparation
- Isolement
- Dépôt/attache
- traction

# Test de dépôt à très basse énergie

- 2 modes
- IBAD avec FIB = Gallium + gaz naphthalène ( C ) ou Cyclo penta Pt
- EBAD avec MEB = électron et même gaz => pas de zone de préférence (taille d'écran)

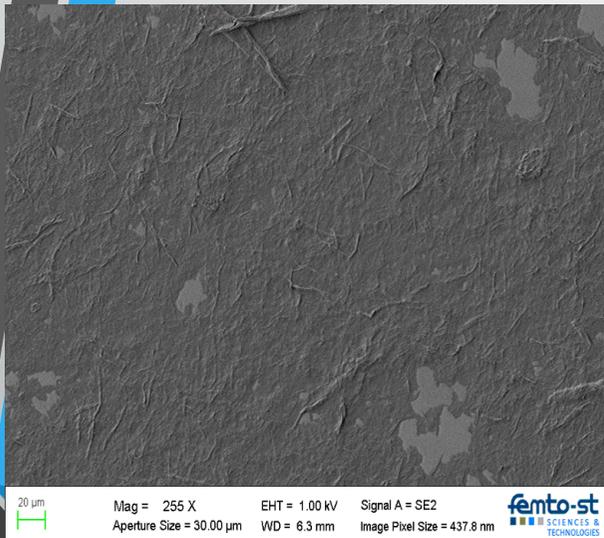
Composé	Surface (µm)	Température (°C)	Courant (pA)	Densité (pA/m <sup>2</sup> )	Effet	Épaisseur (nm)	Temps (s)
C	5*2	30	50	5	dépôt	450	300
C	5*2	30	20	2	dépôt	200	300
C	5*2	30	10	1	dépôt	150	300
C	5*2	30	5	0,5	dépôt	120	600
C	5*2	30	2	0,2	dépôt	50	900
C	5*2	35	50	5	dépôt	430	300
C	5*2	35	20	2	dépôt	195	300
C	5*2	35	10	1	dépôt	105	300
C	5*2	35	5	0,5	dépôt	91	600
C	5*2	35	2	0,2	dépôt	inférieur à 50	900

Composé	Surface (µm)	Température (°C)	Courant (pA)	Densité (pA/m <sup>2</sup> )	Effet	Épaisseur (nm)	Temps (s)
Pt	5*2	30	50	5	gravure		300
Pt	5*2	30	20	2	dépôt	300	300
Pt	5*2	35	20	2	dépôt	moyen+	300
Pt	5*2	35	10	1	dépôt	moyen-	300
Pt	5*2	35	5	0,5	dépôt	fin	300
Pt	5*2	33	20	2	gravure		300
Pt	5*2	30	20	2	gravure		300
Pt	3*2	30	20	3,6	gravure		300
Pt	1*1	35	1	1	dépôt		300
Pt	0,75*0,5	35	1	2,66	dépôt		300
Pt	0,75*0,5	35	1	2,66	dépôt		300

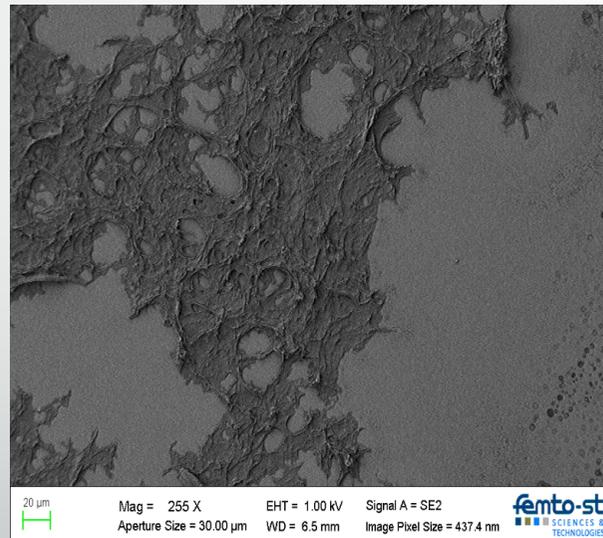
# Première phase: protocole d'extraction

## US, Dilution, centrifugation à plat tournette

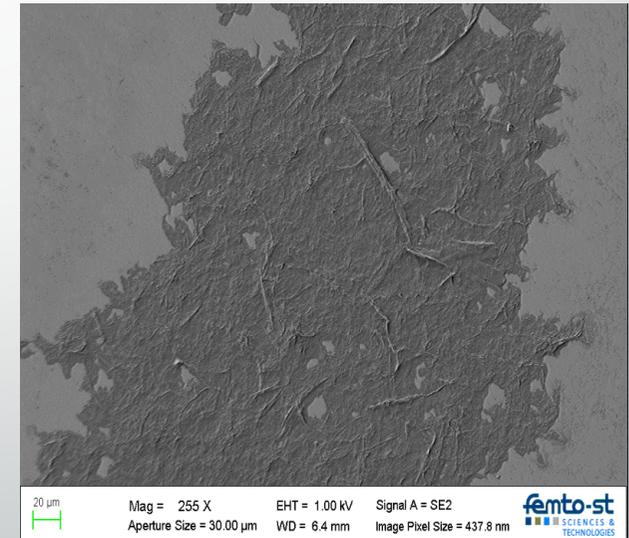
- MFC + eau,



MFC +Ethanol

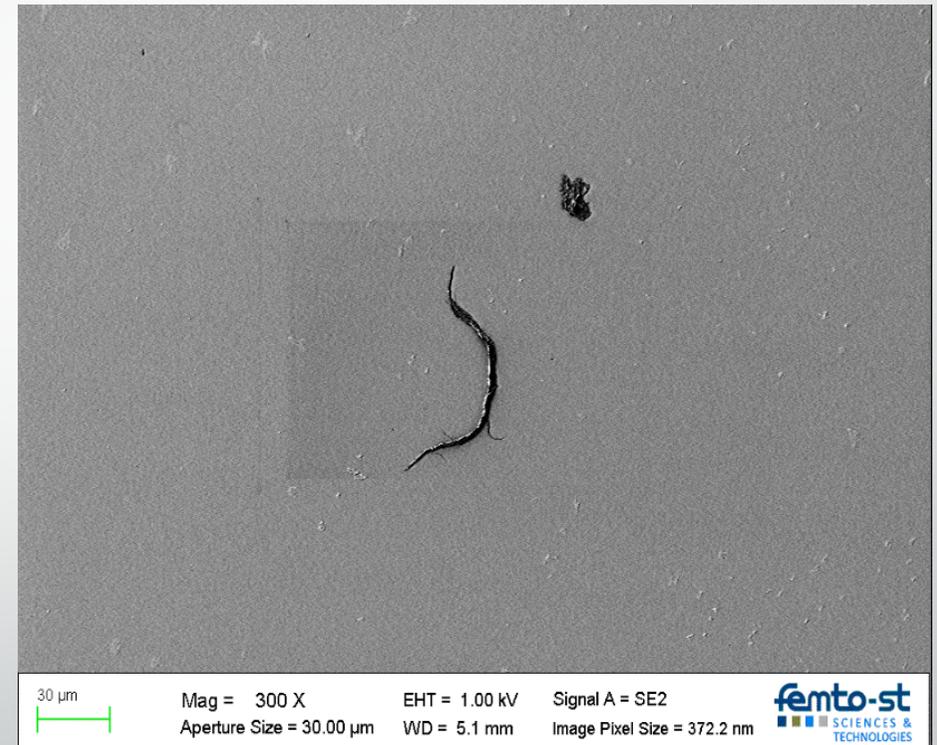
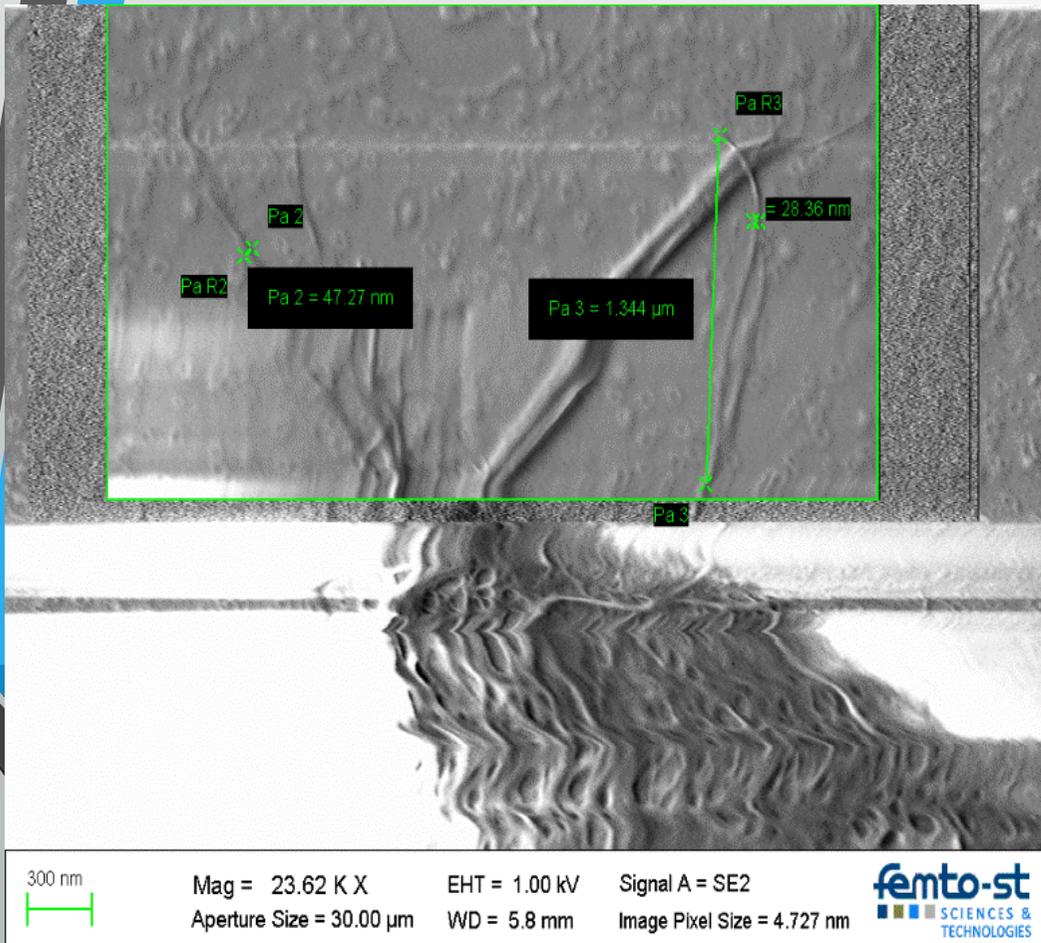


MFC +Ethanol diluée 200x



# Isolement et préhension $\mu$ robotique

Dilution + tournette+ promoteur d'adhérence,



# Conclusion et Perspective

- CNT ou  $\mu$ fibrile = Att, le zoom favorise l'usinage ...
- Difficulté d'isolement et de préhension
- Décollement difficile pour  $\mu$ fibrile, soudure et traction encore plus délicate
- Test de la tenue de la soudure ou de la traction

- 
- Merci pour votre attention