

CAZAC 2017

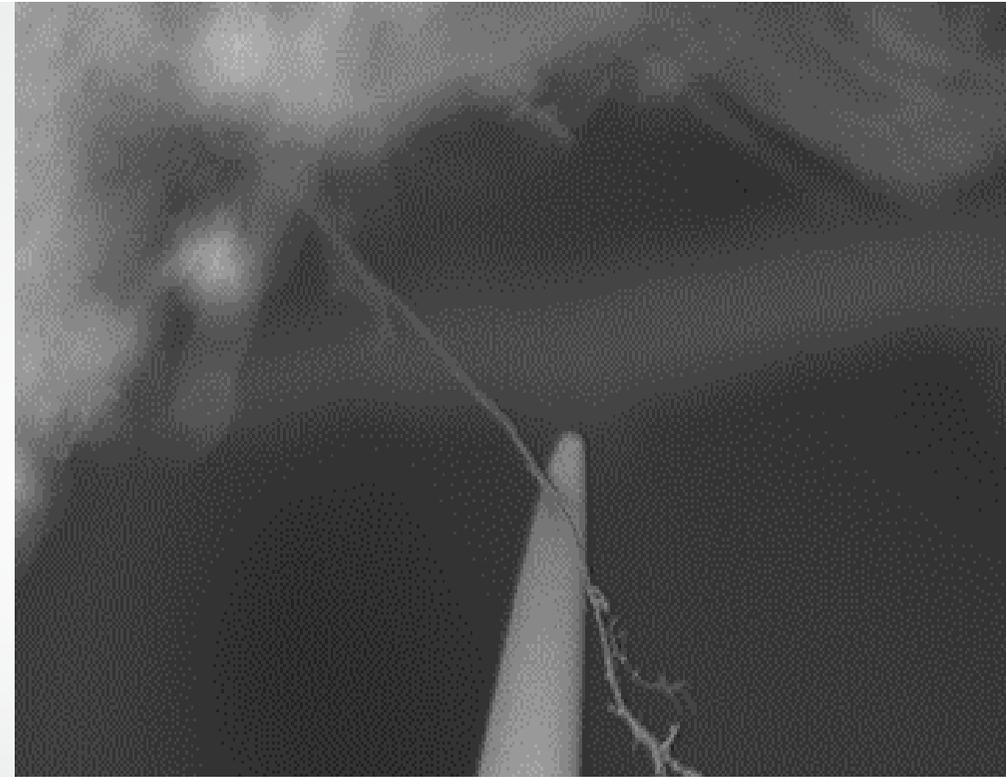
μ Robotex

manipulations de CNT / mesure de
flexoélectricité

et μ fibrilles de cellulose

04-06 octobre 2017

Besançon Femto-ST



Mag = 3.16 K X

EHT = 3.00 kV

Signal A = InLens

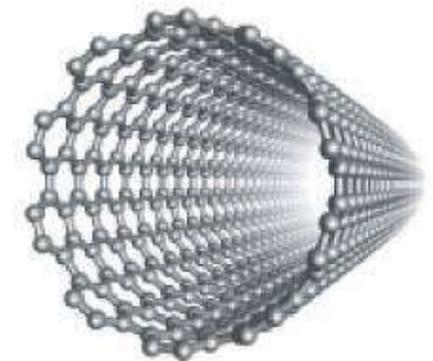
Aperture Size = 80.00 μ m

WD = 5.1 mm

Image Pixel Size = 35.03 nm

femto-st
SCIENCE &
TECHNOLOGIES

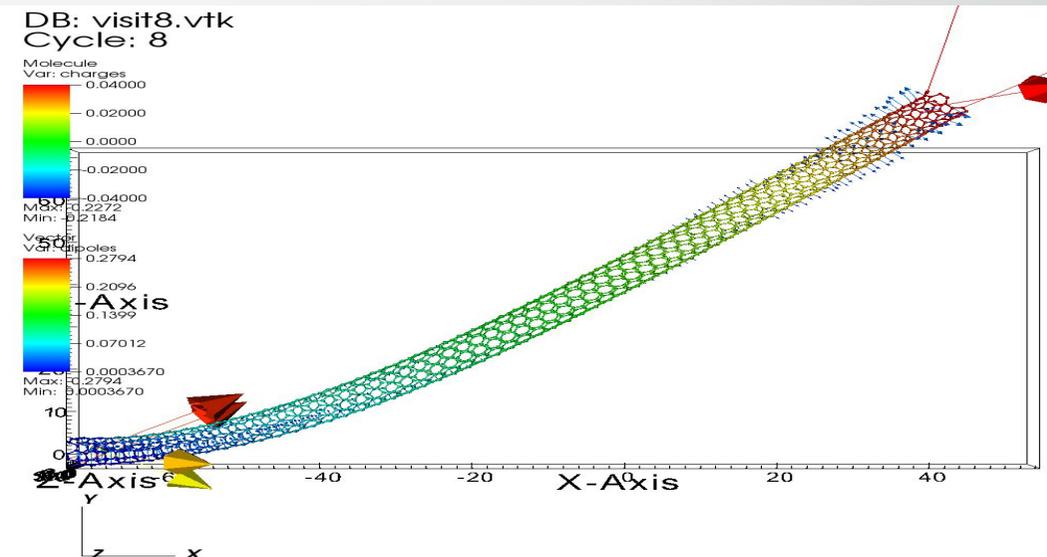
femto-st
SCIENCE &
TECHNOLOGIES



Plan

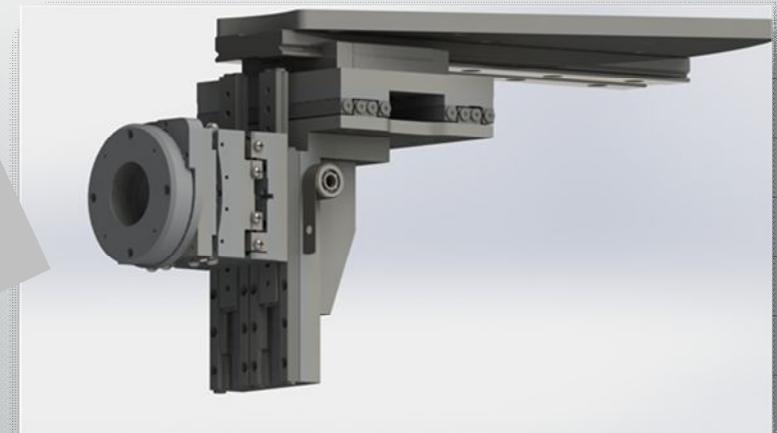
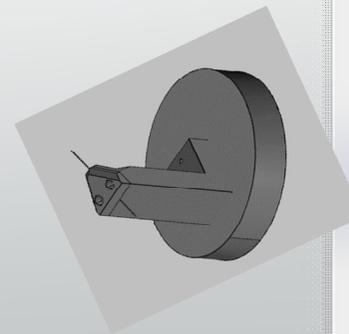
- I-Présentation des équipements de la station μ Robotex, manipulations multi-échelles.
 - Platine Zeiss commandée par pilotage interne selon les 3 repères, MEB, FIB, robot
 - Robot commandée par pilotage interne selon les 3 repères, MEB, FIB, robot
 - Kleindiek, pince femto-tools, moteur auxiliaire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

CAZAC2017, Besançon Femto-ST, 04-06 octobre 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,
- -usinage/rectification/pliage (origami) du support et ou de l'objet, micro et nanométrique, FIB+XeF₂
- -assemblage définitif, par dépôt CVD – IBAD, EBAD-, réalisation de soudure, FIB+ C (naphtalène) et Pt (cyclopentadiényl Pt)



Configuration de la station μ 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

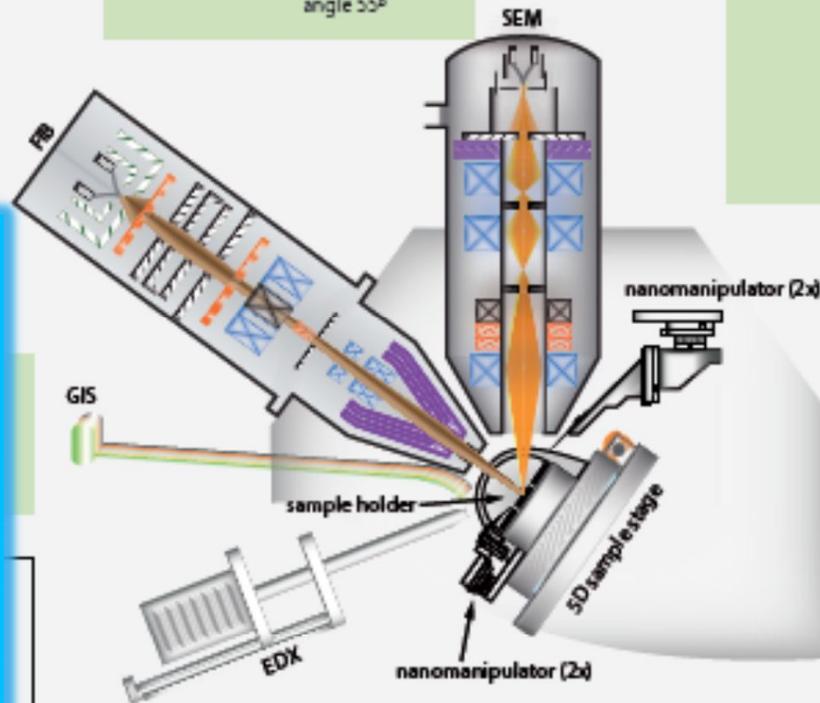
Focused Ion Beam (FIB):

Orsay Physics - Canion Gallium LMIS
 Accelerating voltage: 500V to 30 kV
 Probe current: 1 pA - 40 nA
 View field: $> 1 \times 1$ mm² 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: $> 6 \times 6$ mm² 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)

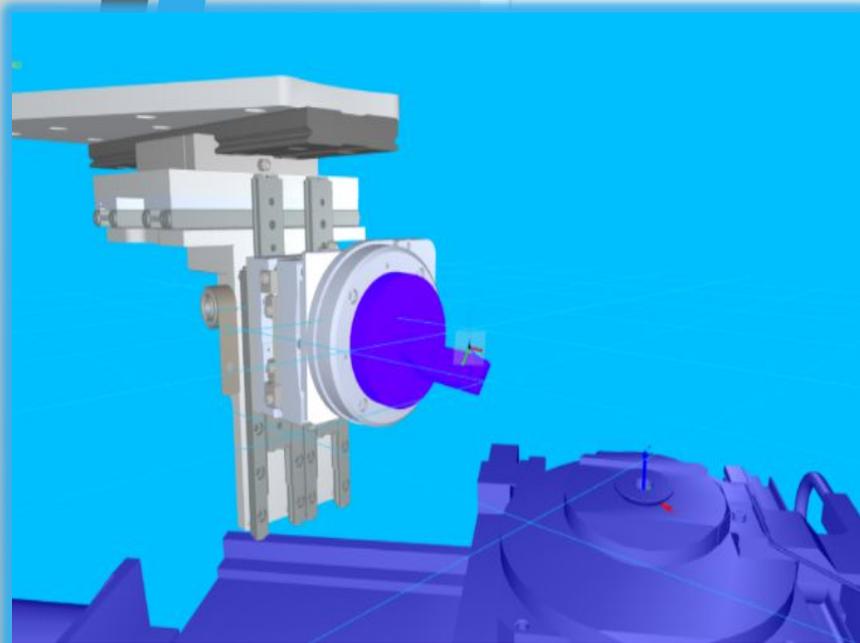


Nanomanipulators:

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

Electron Dispersive X-ray spectroscopy (EDX):

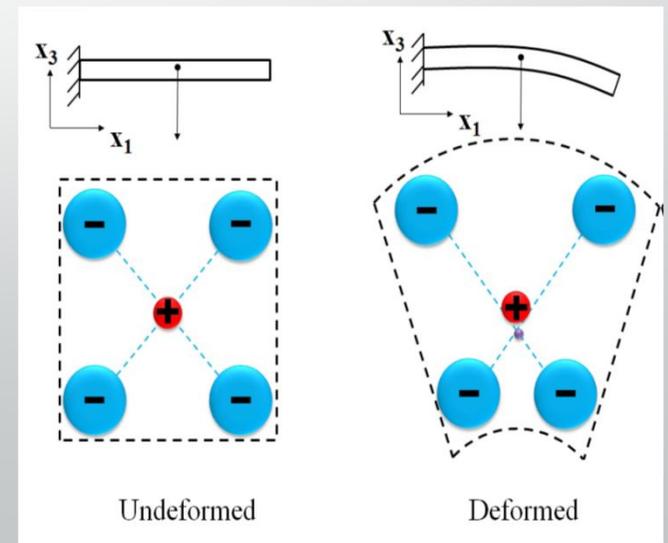
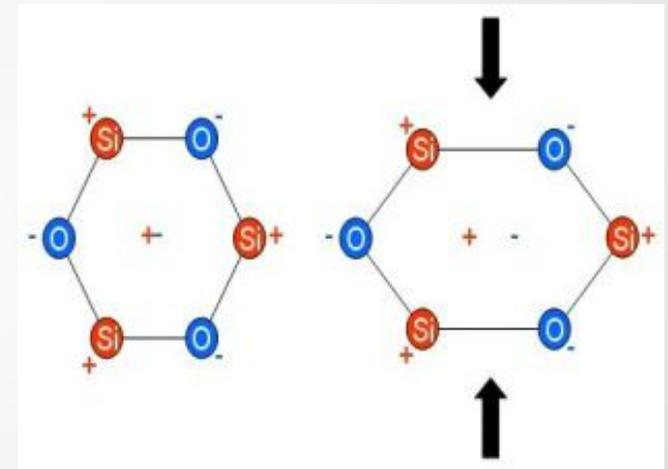
Bruker Quantax 200
 elements detection: from B (5) to Am (95)
 energy resolution: ≤ 129 eV
 active area: 10 mm²



équivalente de la plateforme en 3D temps réel

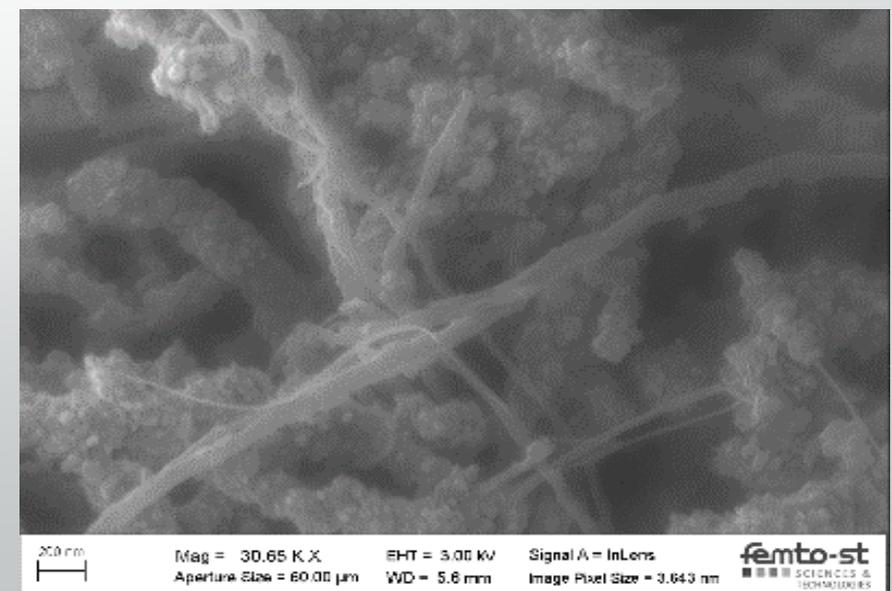
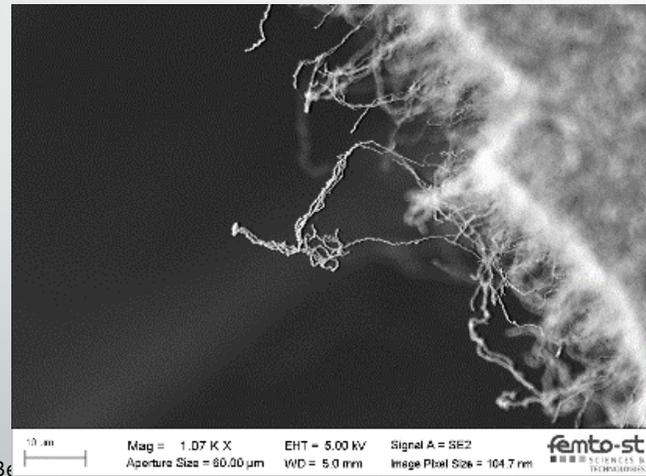
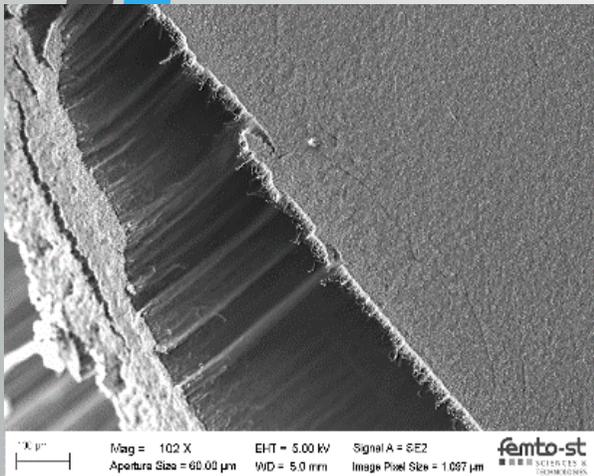
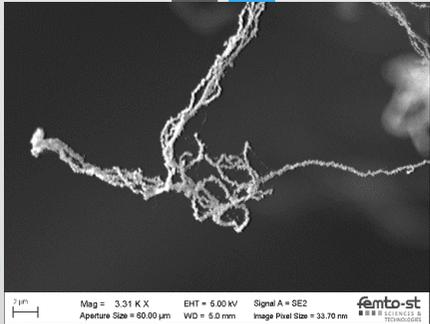
La flexoélectricité: description, principe

- When a non-centrosymmetric material is subject to a uniform mechanical strain ε , 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.



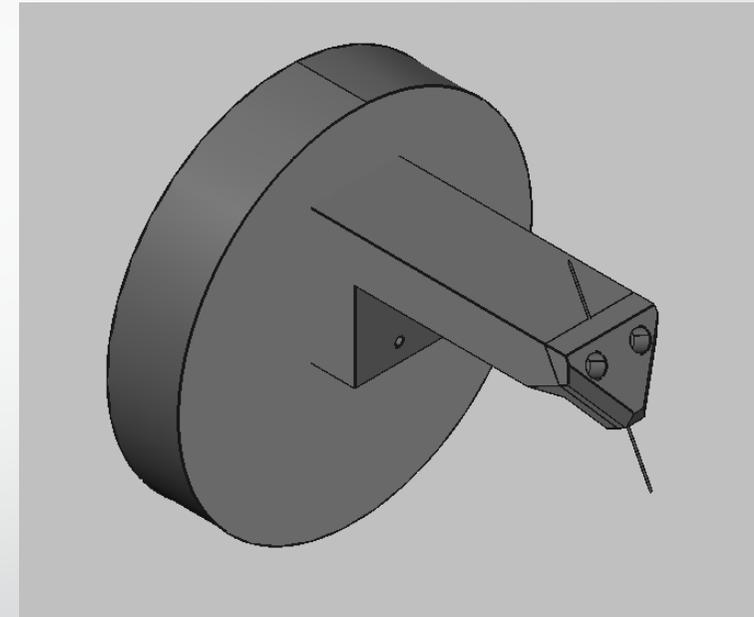
Projet Flexo-électricité: mesure de l'énergie produite par flexion d'un nano-tube unique dans μ Robotex

- 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 μ 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 28 jusqu'à un diamètre de pointe inférieur à 100nm
 - Étirage lent= pointe fine == fragile
 - Pendule diélectrique impossible à observer sans métallisation

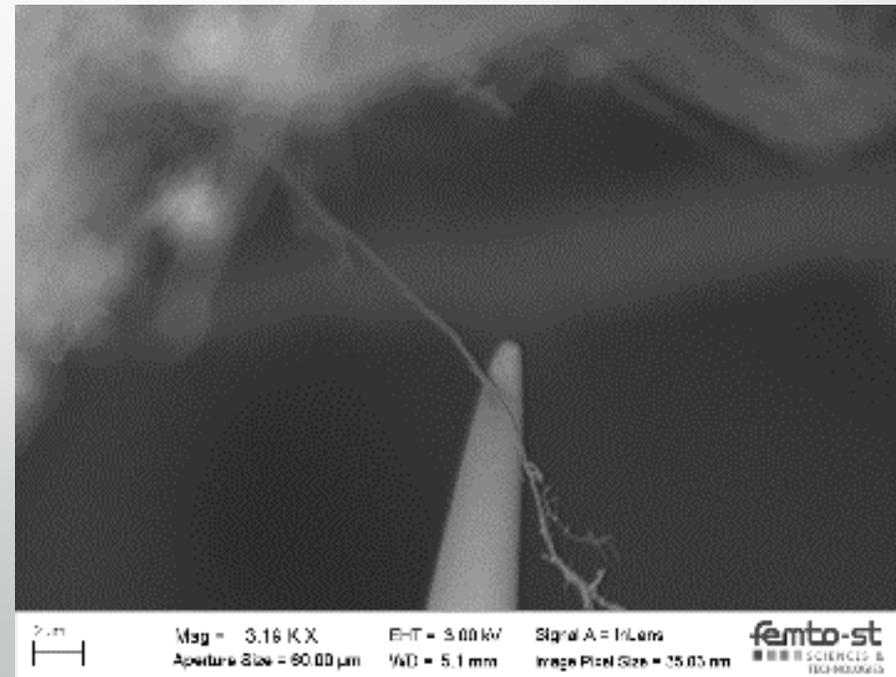
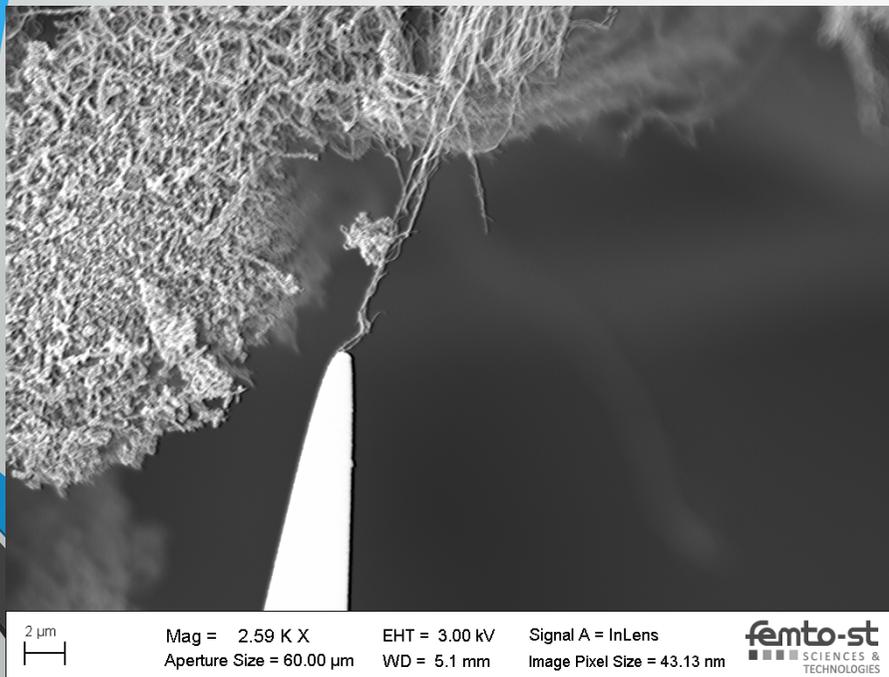


Usinage de la pointe robotique

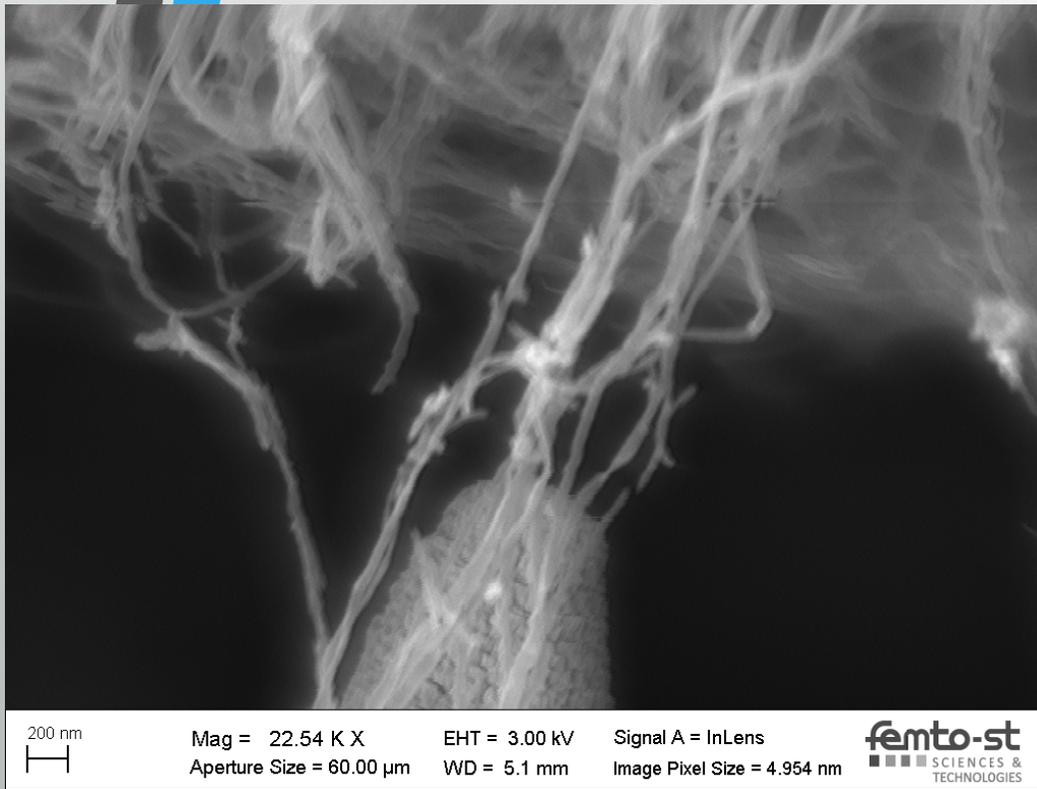
- Métallisation très compliquée: suffisamment épaisse pour imager sous MEB, suffisamment fine pour ne pas déformer la pointe...
- Usinage de la partie terminale en U pour la préhension d'un nanotube
- Pb du zoom sous FIB= usinage ,
- pb de liaison pointe NTC, liaisons mécaniques sans conduction électrique

Approche de la pointe robotique

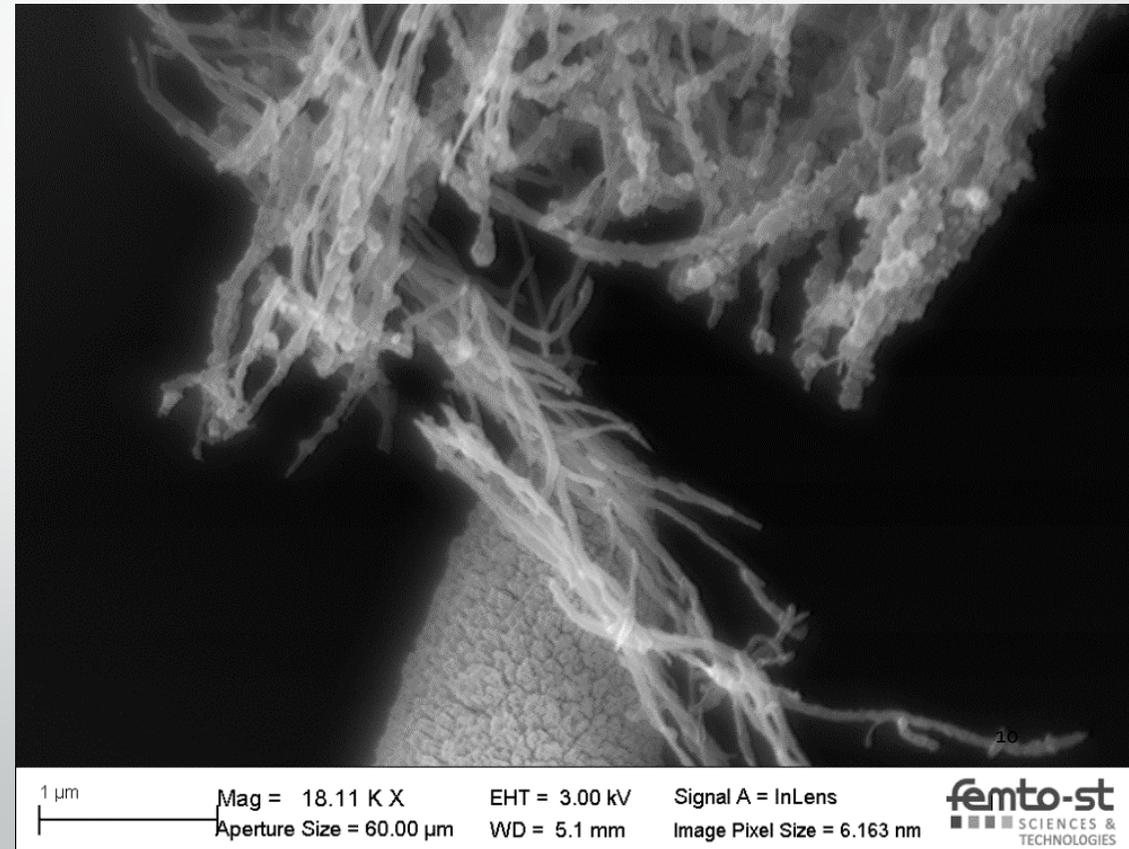
- Fracture des plaques de CNT pour commencer la séparation
- Effilage des CNT pour isoler les plus fins
- Soudure éventuelle (naphtalène) entre la pointe et un nanotube, puis découpe



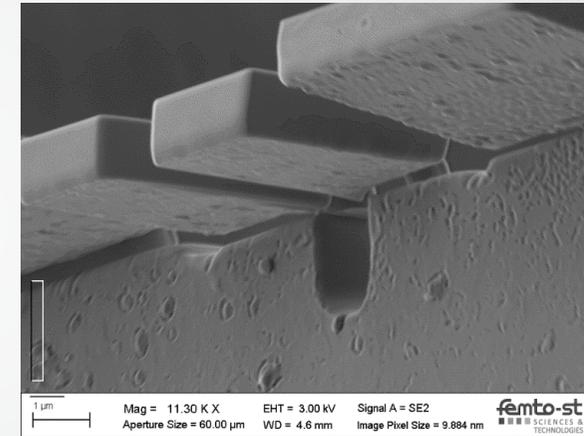
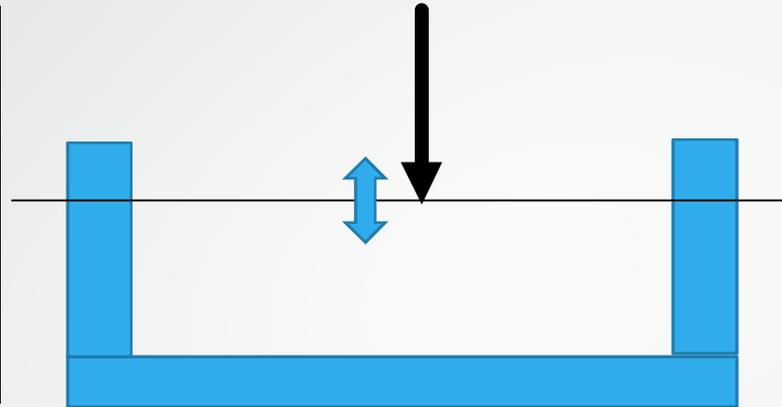
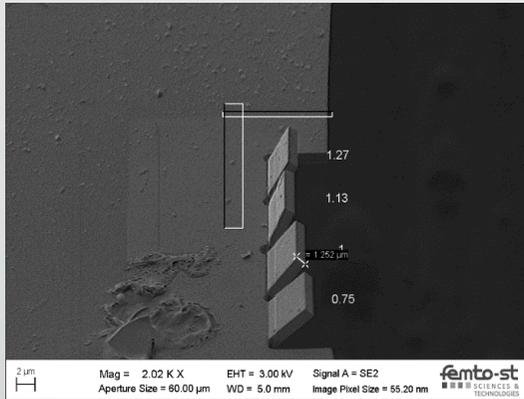
Découpe d'un ou plusieurs nanotubes: précision de positionnement pointe de 4 à 10nm.



CAZAC 2017, Besançon Femto-ST, 04-06 octobre 2017

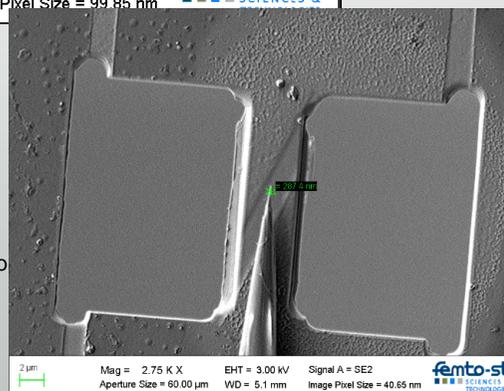
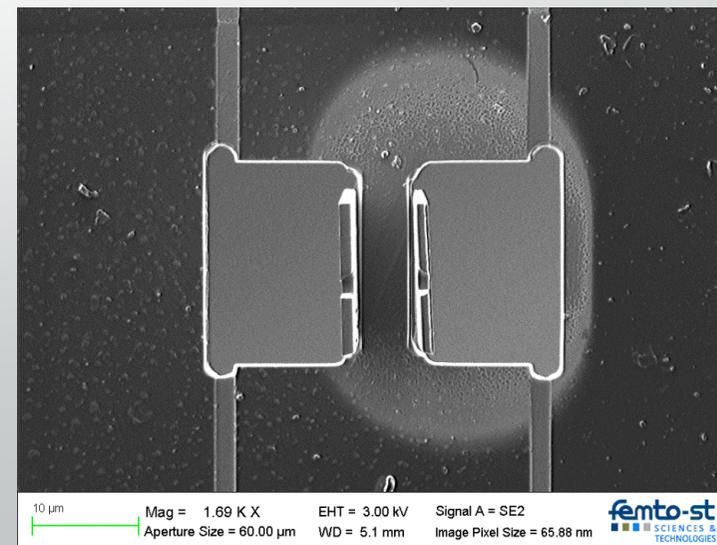
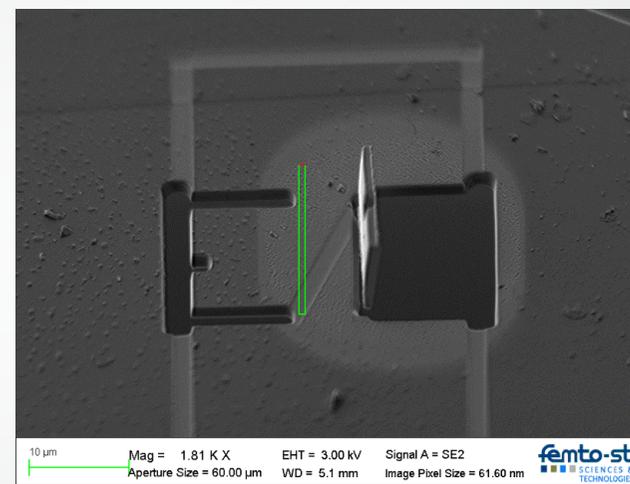
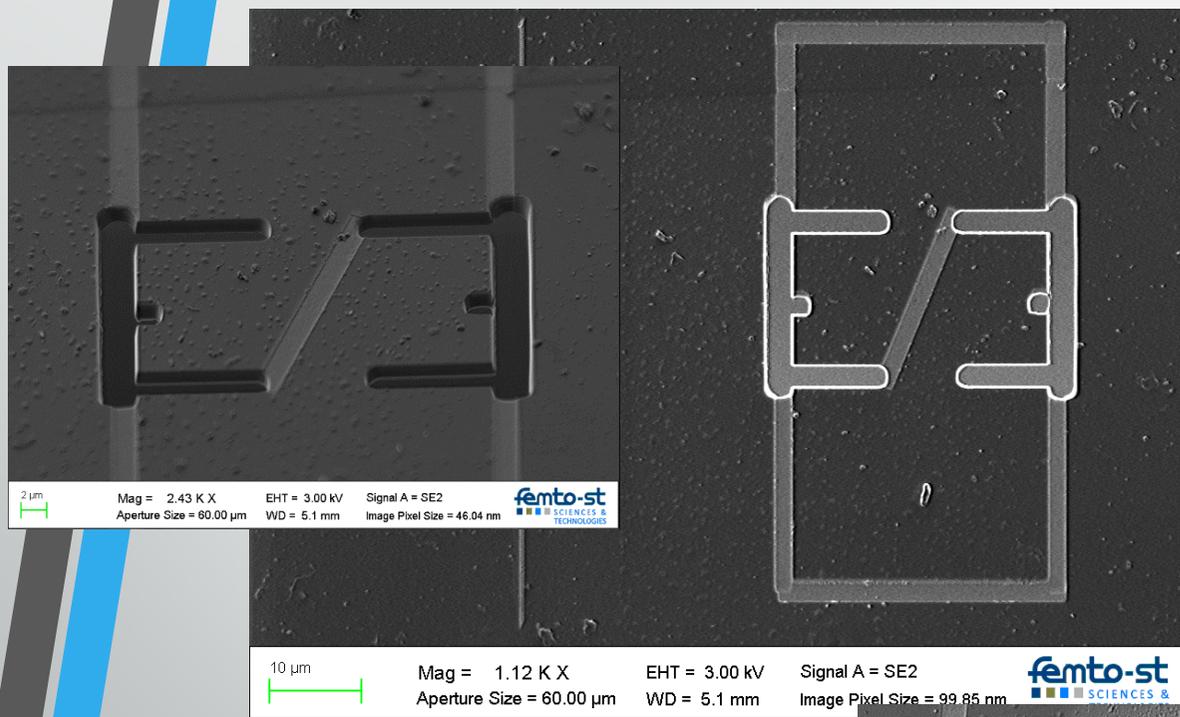


Installation d'un support en U obtenu par origami

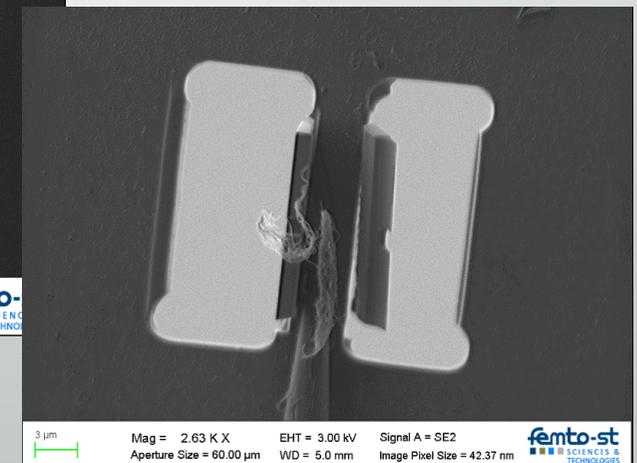
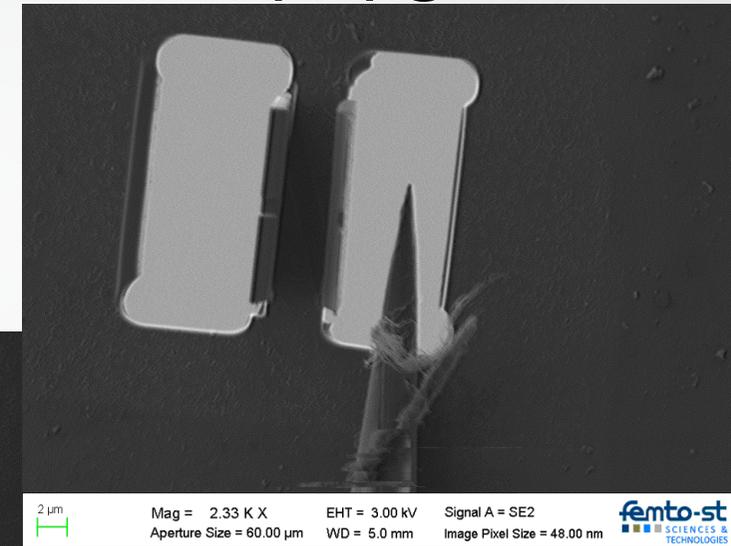
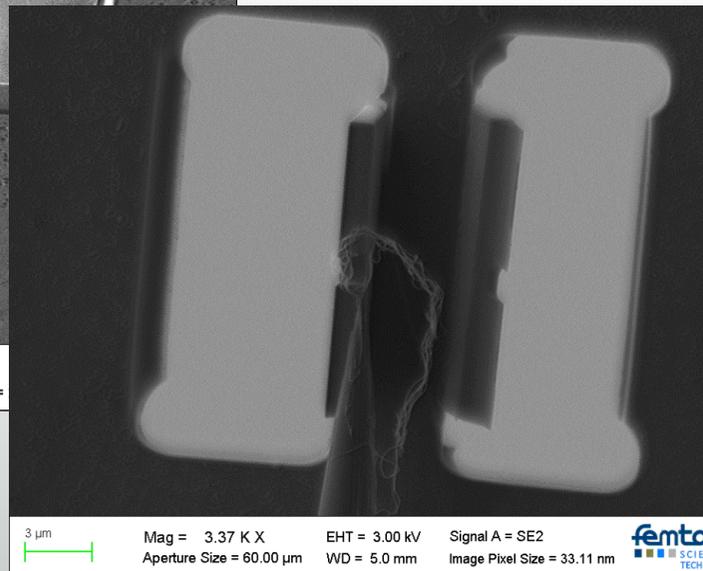
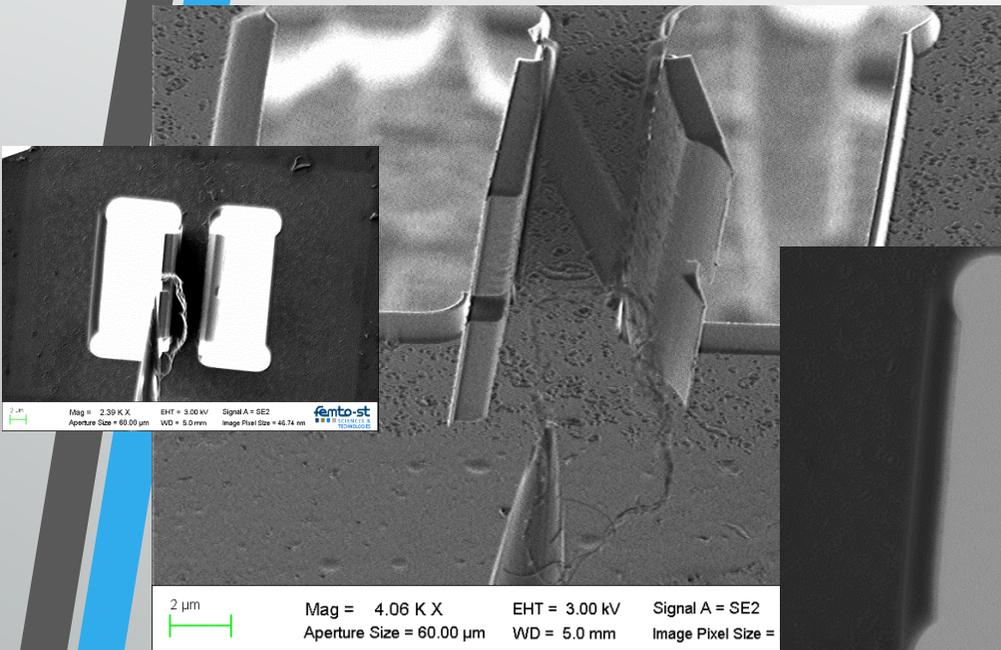


- Usinage d'une membrane silicium de moins de $1\mu\text{m}$ d'épais, revêtue de Ti+Pt
- Découpe de 2 rectangles de $6*6\mu\text{m}$ troués au bord par un trou de diamètre 200nm, espacés de $5\mu\text{m}$ de distance
- Pliage de l'un des rectangle, volet D, Pliage du second rectangle, volet G
- installation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

Fabrication des supports

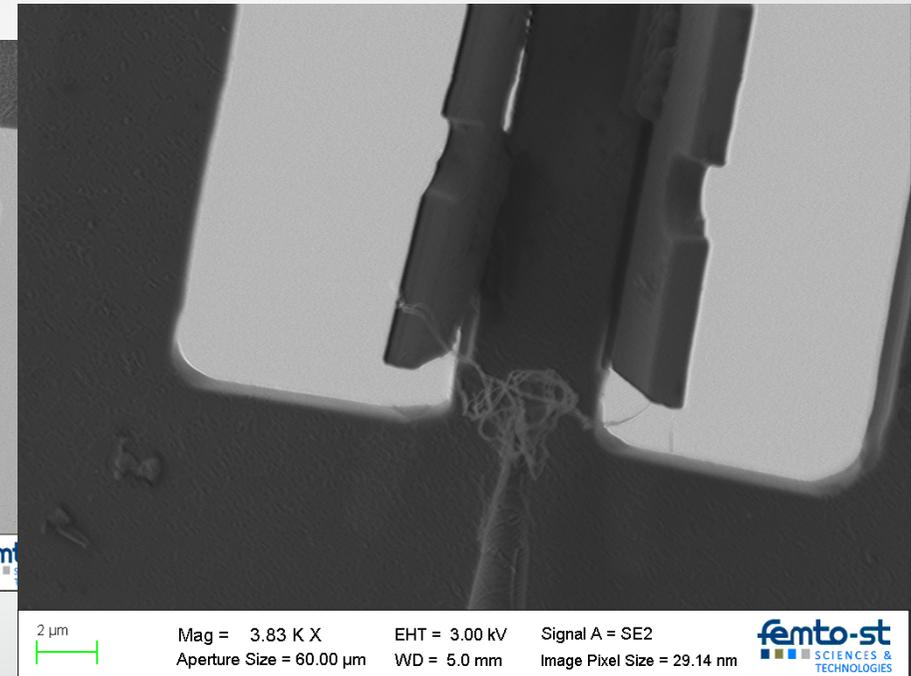
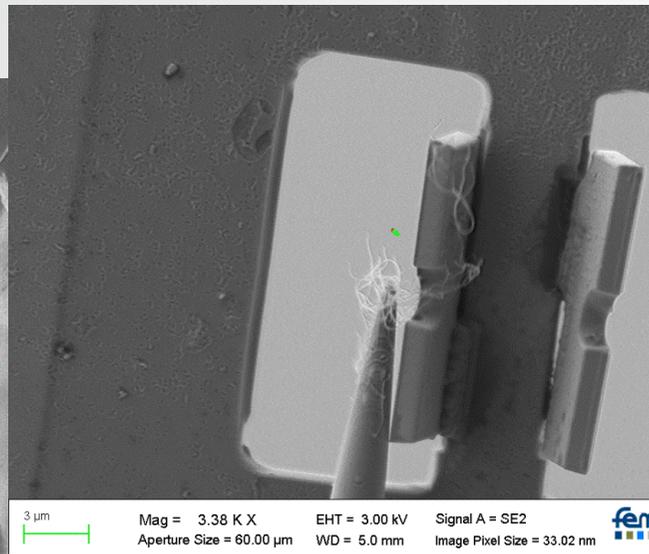


Installation NTC sur les encoches x 1, 2, 3...



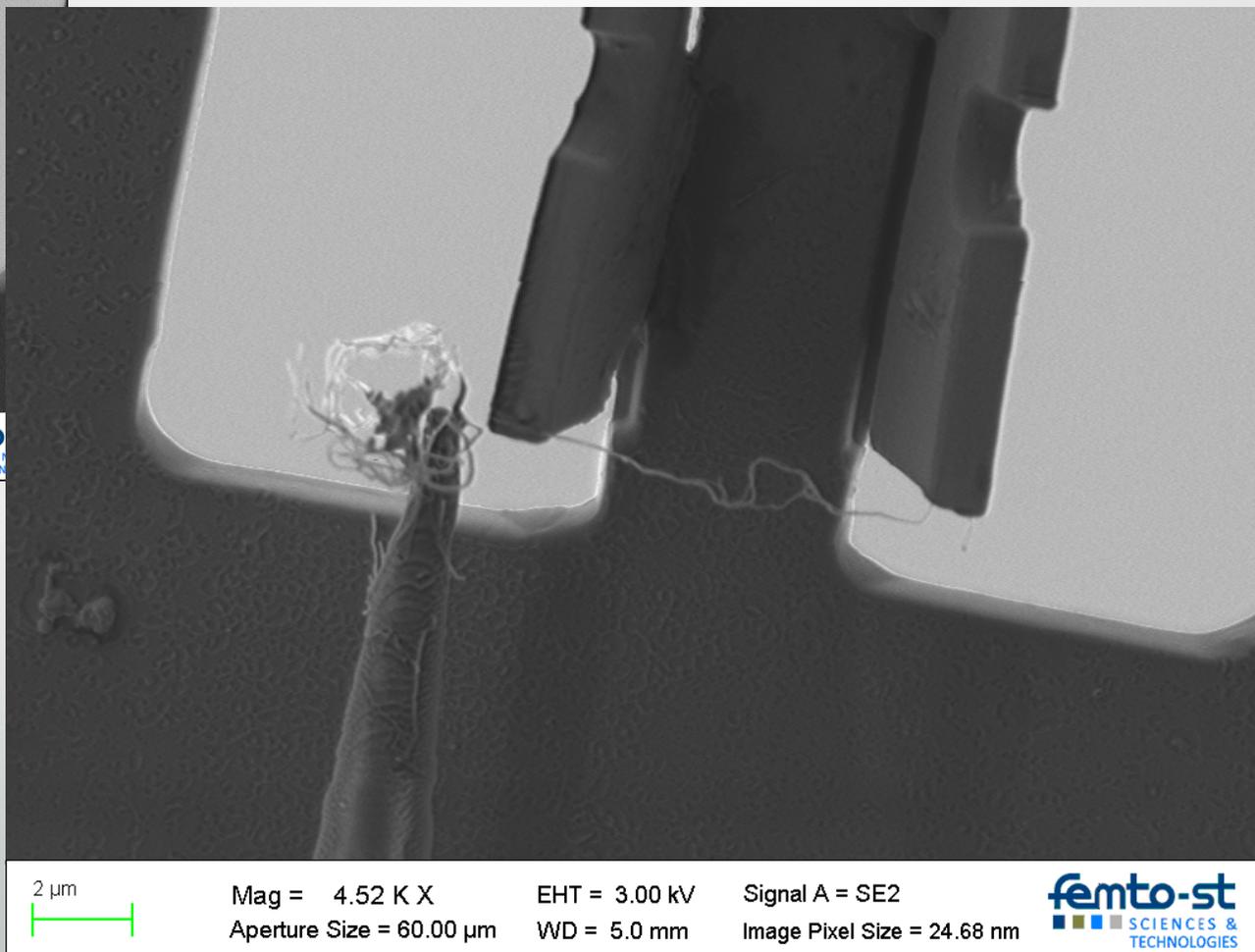
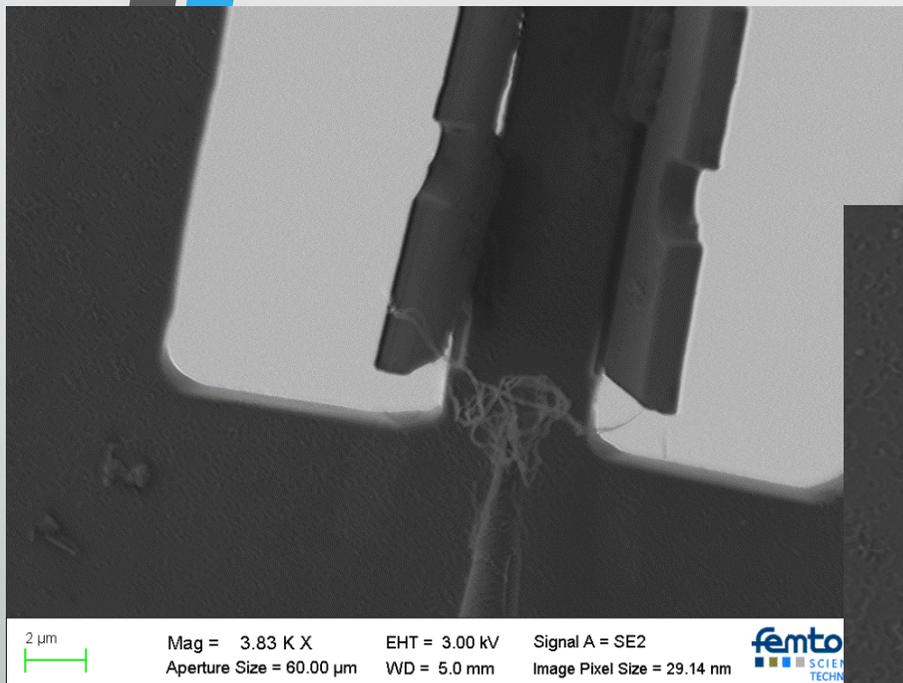
CAZAC2017, Besançon Femto-ST, 04-06 octobre 2017

Découpe et isolement d'un NTC



Soudure des volets sur la membrane

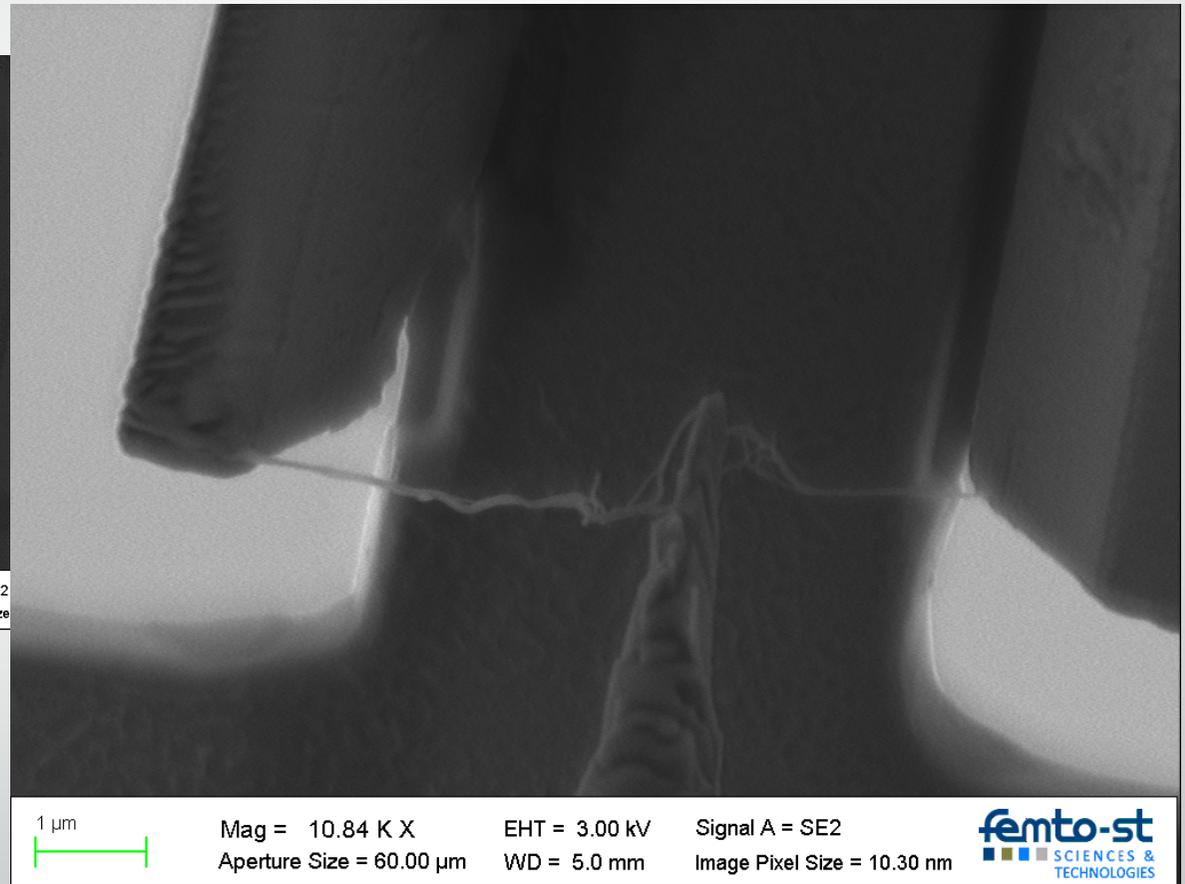
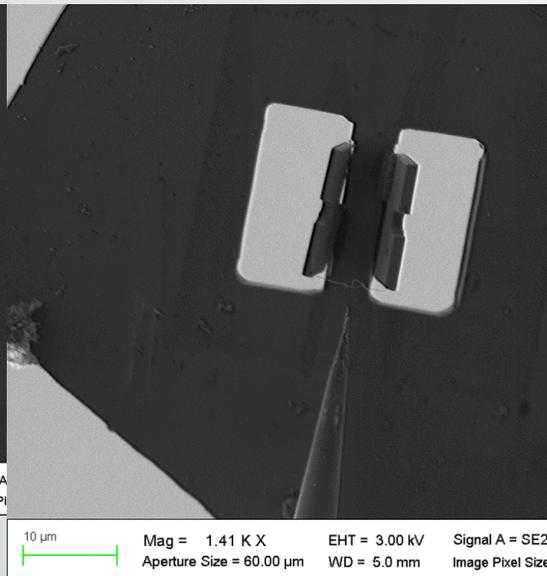
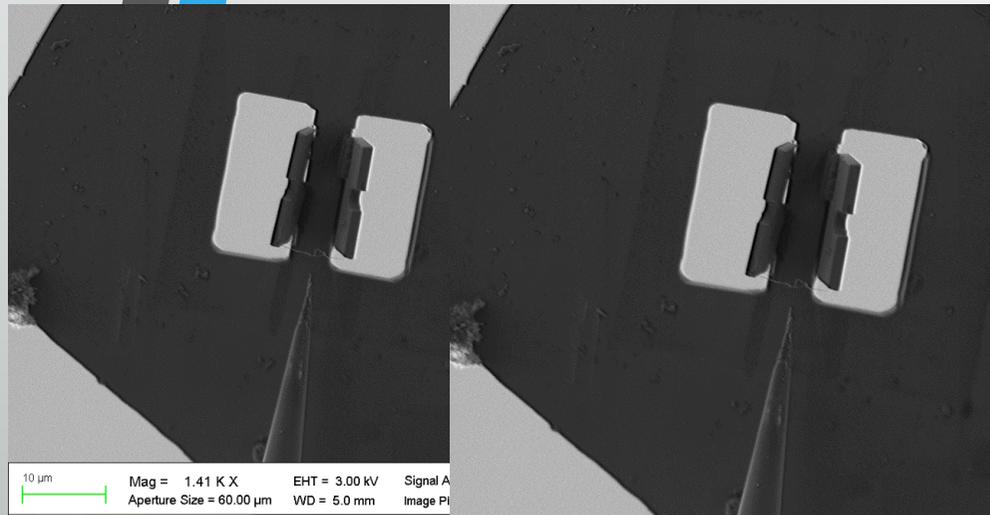
Et puis un jour: le Grââll



Soudure d'un NTC
sur un support

CAZAC2017, Besançon Femto-ST, 04-06

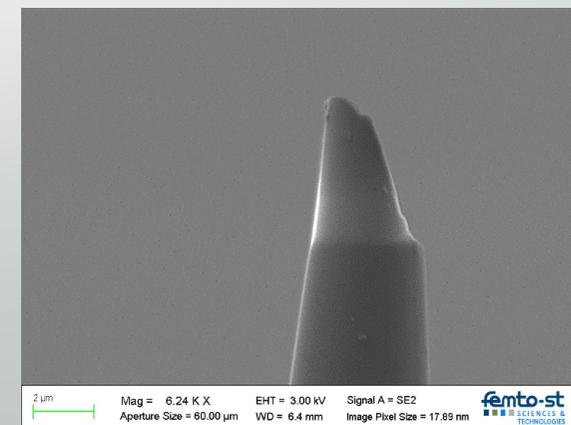
Mise en flexion du NTC, et puis s'en vont



Perspectives pour CNT

- Un système de mesure de l'énergie produite en fonction de l'amplitude d'excitation, le nano-ampère mètre de Zeiss ?
 - Un mode de mise en mouvement de la pointe pour l'excitation, sans la casser....
 - Actionnement du support par piezo / pointe fixe ?
 - Image par niveaux de gris ? Stroboscopie ?
- Sur un seul NTC ou sur un faisceau ?

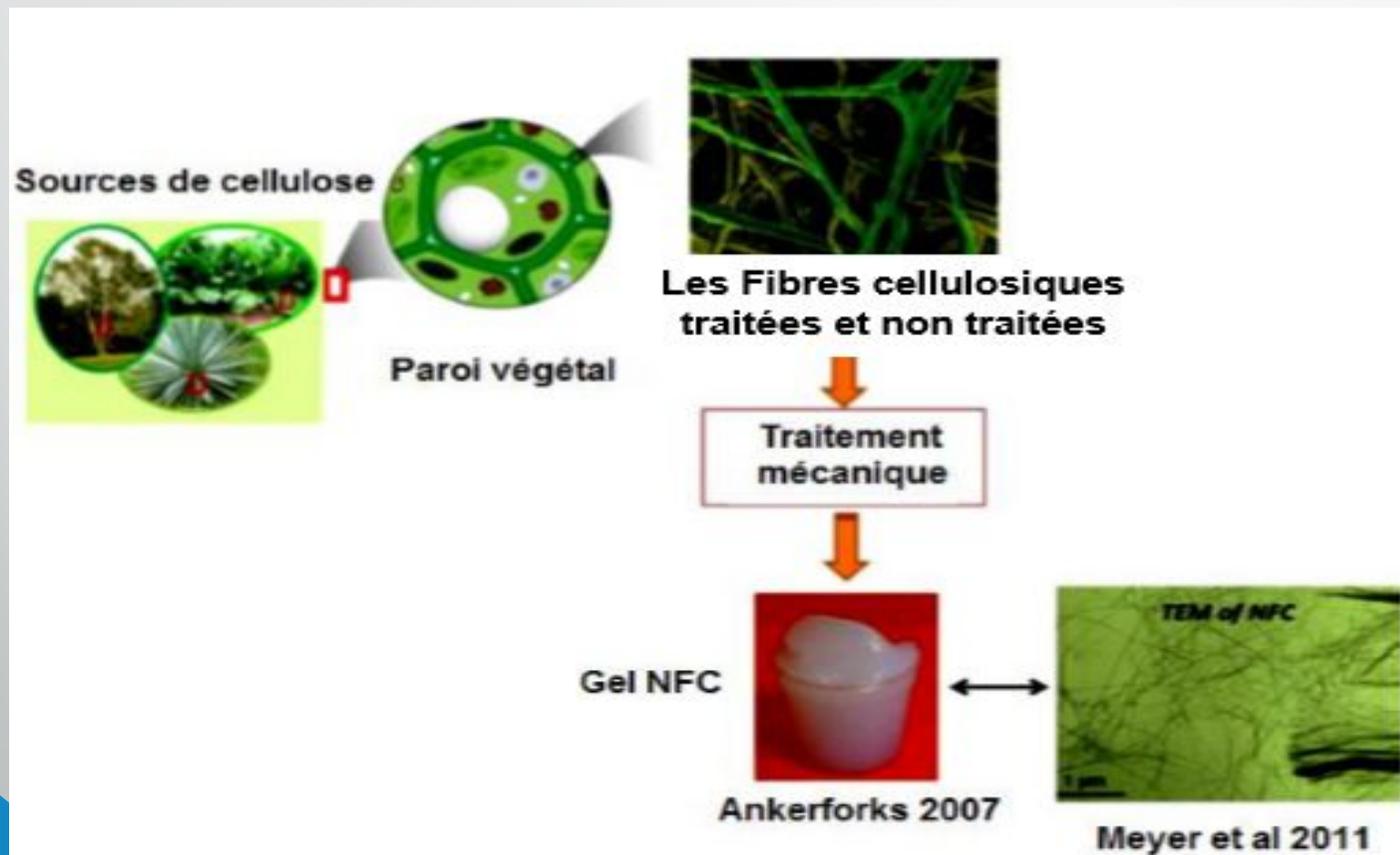
CAZAC 2017, Besançon Femto-ST, 04-06 octobre 2017



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
- e-BAD avec MEB = électron et même gaz => pas de zone de préférence (taille d'écran)

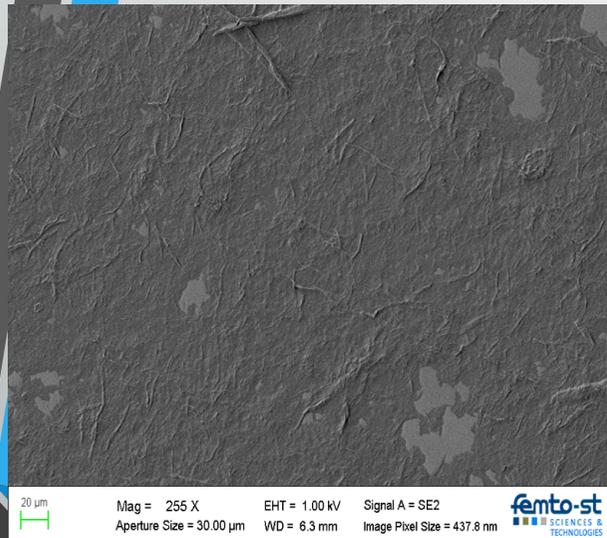
Composé	Surface (µm)	Température (°C)	Courant (pA)	Densité (pA/m ²)	Effet	Épaisseur (nm)	Temps (s)
C	5*2	30	50	5	dépôt	450	300
C	5*2	30	20	2	dépôt	200	300
C	5*2	30	10	1	dépôt	150	300
C	5*2	30	5	0,5	dépôt	120	600
C	5*2	30	2	0,2	dépôt	50	900
C	5*2	35	50	5	dépôt	430	300
C	5*2	35	20	2	dépôt	195	300
C	5*2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

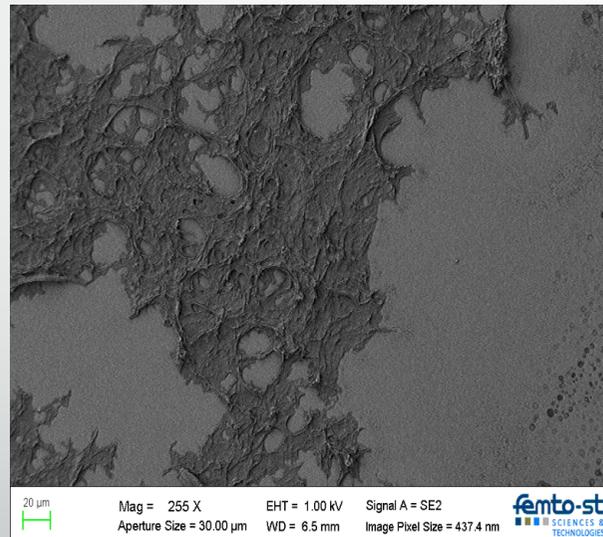
Première phase: protocole d'extraction

US, Dilution, centrifugation à plat tournette

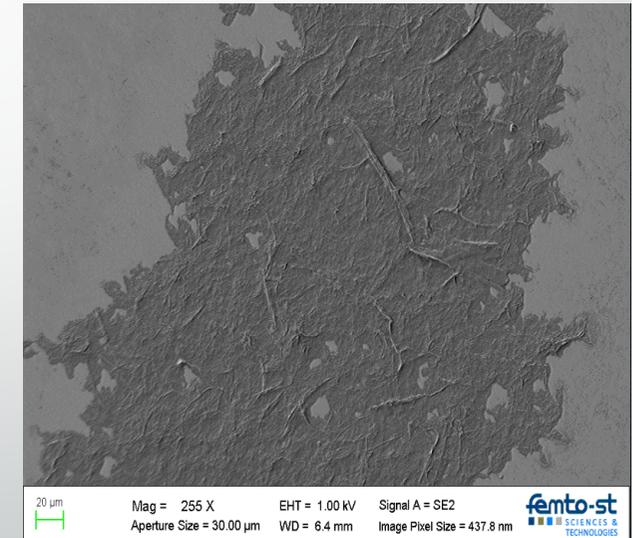
- MFC + eau,



- MFC +Ethanol

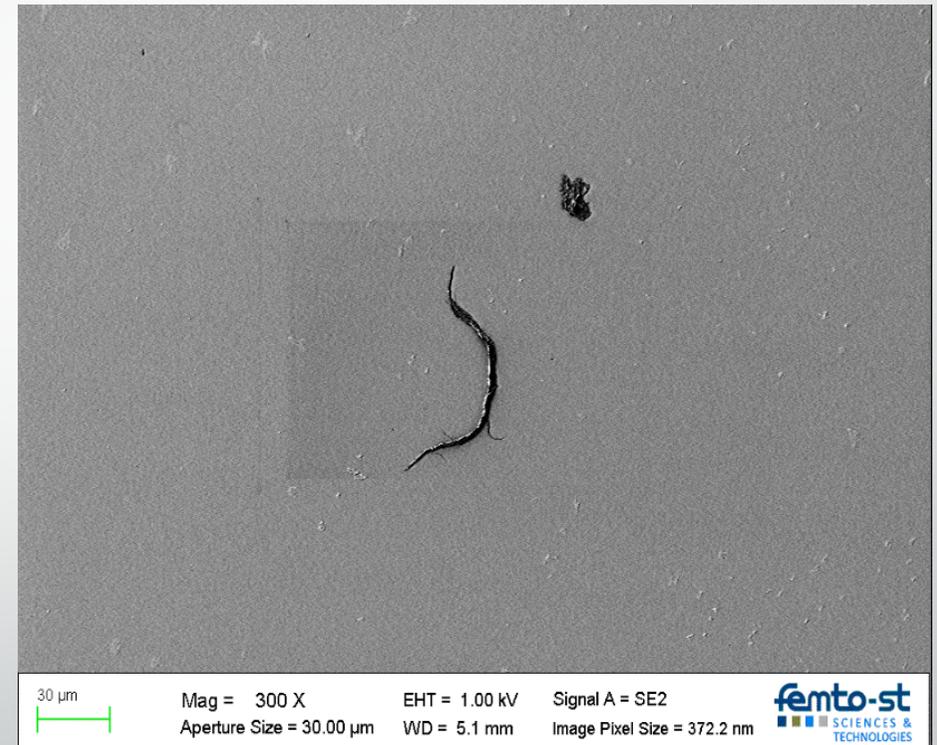
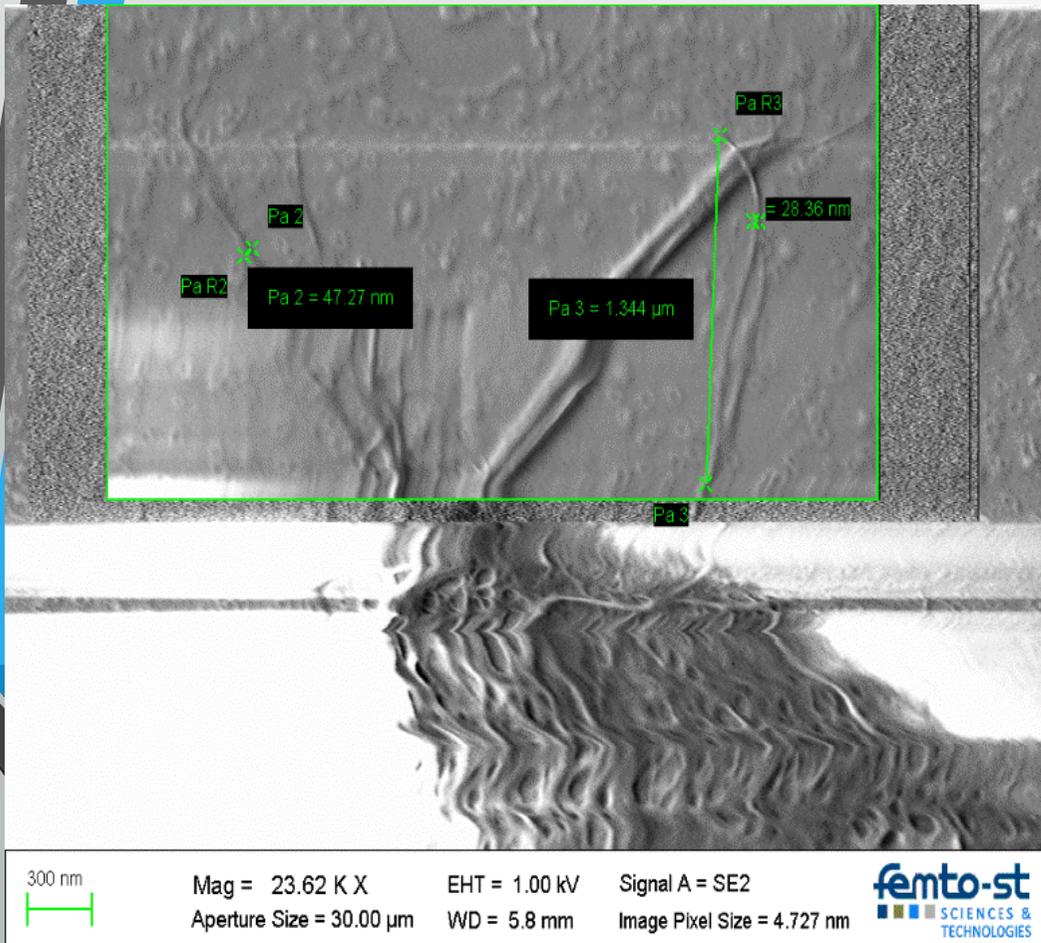


- MFC +Ethanol diluée 200x

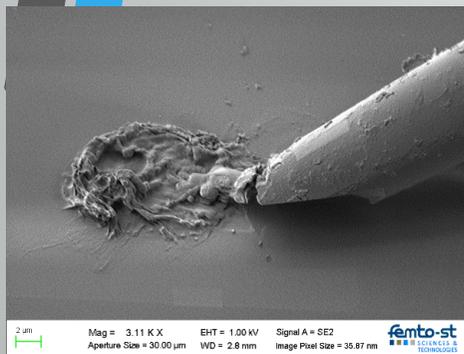
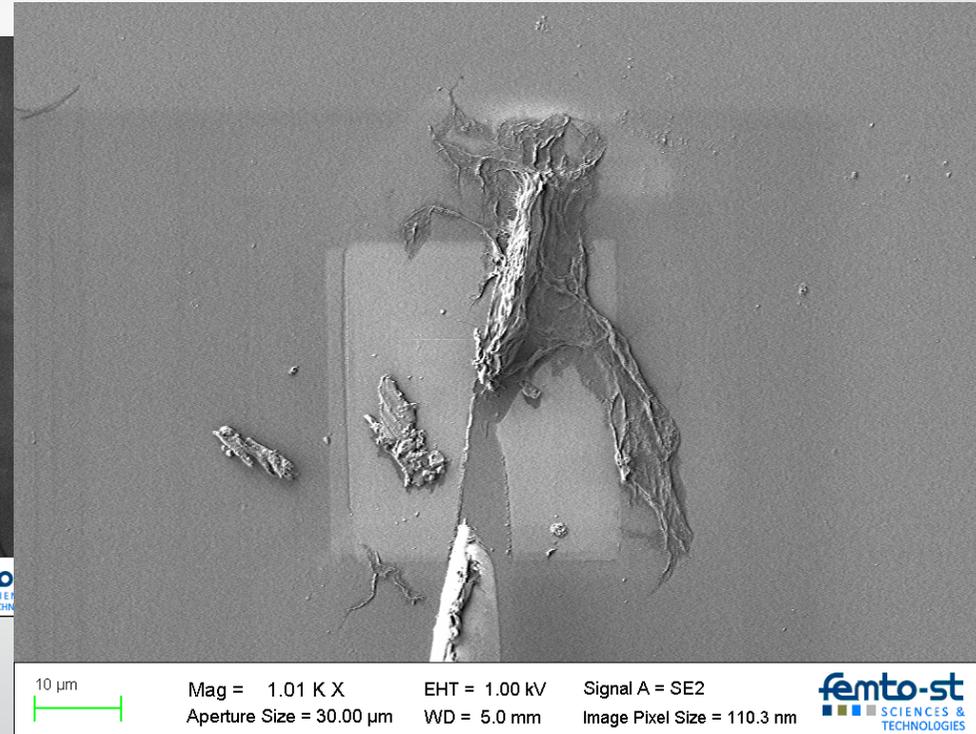
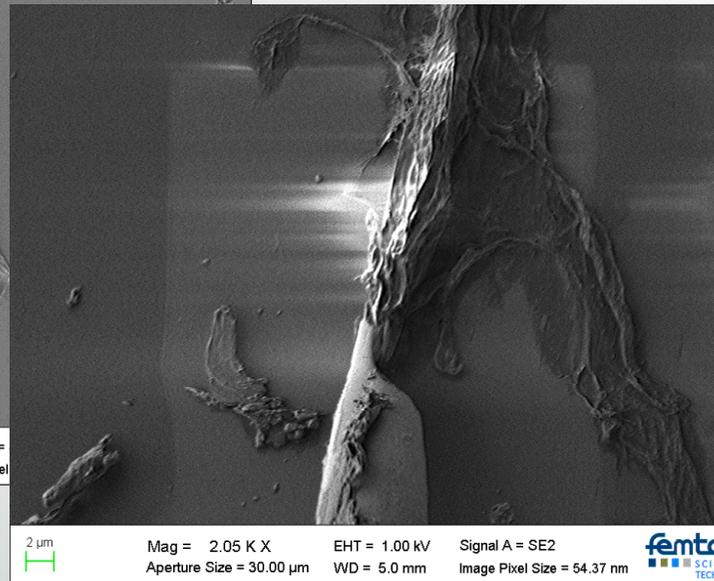
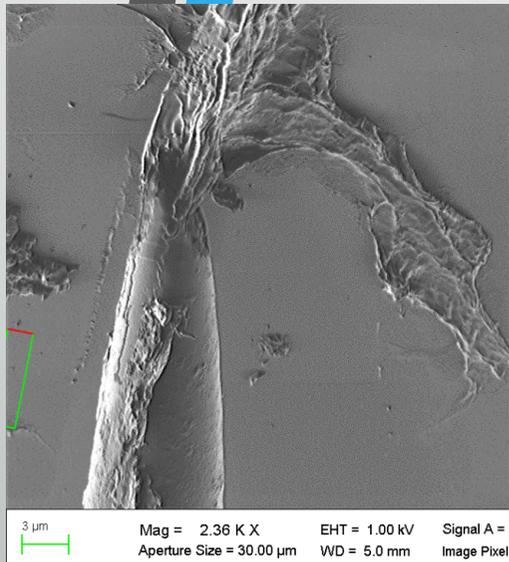


Isolement et préhension μ robotique

Dilution + tournette+ promoteur d'adhérence, => isolement d'une μ fibrille



Soudure IBAD (et e-BAD) pointe sur MFC et étirage



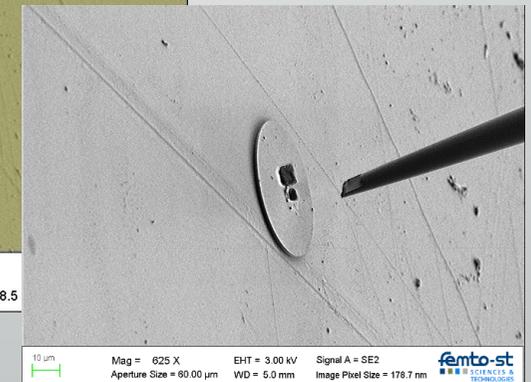
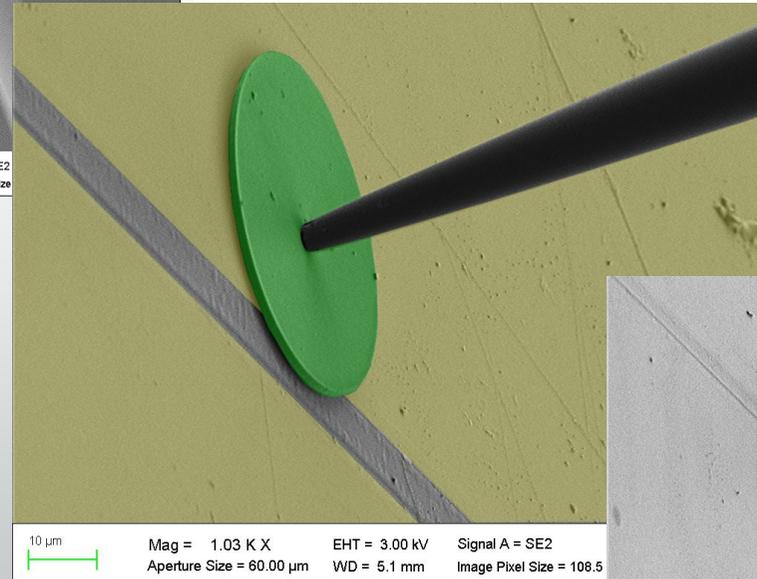
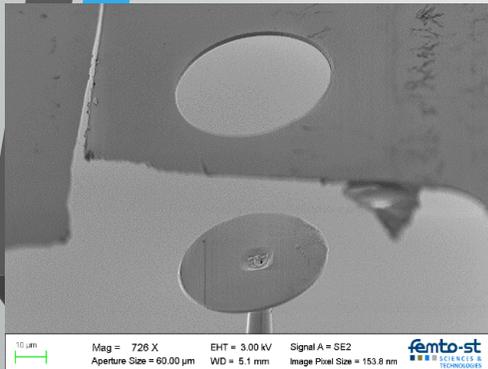
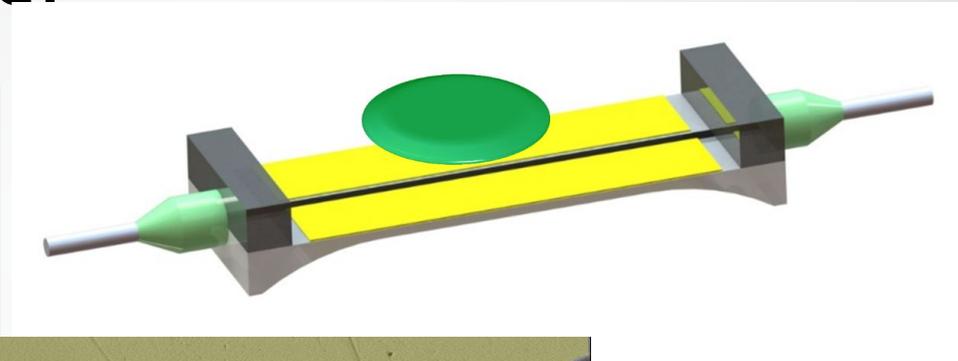
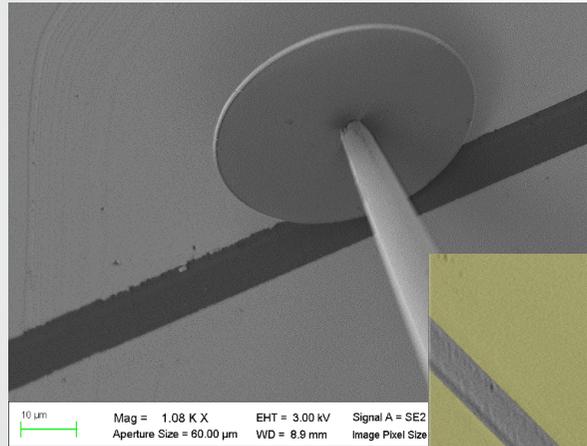
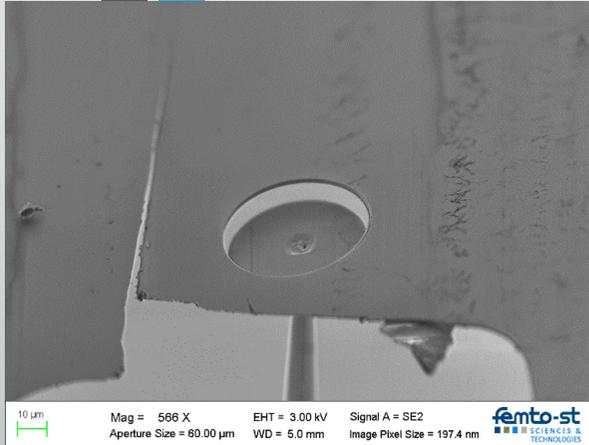
CAZAC2017, Besançon Femto-ST, 04-06 octobre 2017

- Et enfin, Pointe cassée...

Conclusion et Perspective générale

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

CAZAC 2018: alignement robotique par retour optique.



CAZAC 2017, Besançon Femto-ST, 04-06 octobre 2017

- Merci pour votre attention