

**Une approche expérimentale des nanotechnologies en second cycle
à l'Université Paris XI**

S. Retailleau, G. Blaize, A. Dazzi, D. Debarre, M. de Frutos, P. Hesto, N. Kébaïli,
C. Mory, D. Nutarelli, H. Pascard, J. Sée, O. Stephan et V. Yam

Université de Paris XI
Département de Physique
F-91405 Orsay CEDEX, France

Une approche expérimentale des nanotechnologies en second cycle à l'Université Paris XI

S. Retailleau, G. Blaize, A. Dazzi, D. Debarre, M. de Frutos, P. Hesto, N. Kébaïli, C. Mory, D. Nutarelli, H. Pascard, J. Sée, O. Stephan, V. Yam,
Université Paris XI, département de physique, 91405 Orsay Cedex, France.
sylvie.retailleau@ief.u-psud.fr

Résumé :

Ce papier présente un module de 50h abordant par une approche expérimentale le monde des nanotechnologies. Il est proposé aux étudiants de second cycle des différentes filières du département de physique de l'université Paris XI. Ce module se découpe en trois parties distinctes : nanoélectronique, microscopie en champ proche et microscopie électronique, ce qui permet de mettre en évidence l'interdisciplinarité des nanotechnologies dans les domaines des sciences physiques et chimiques, de l'électronique, de l'informatique et du traitement des données.

Mots clés : nanotechnologies, nanoélectronique, microscopie en champ proche et microscopie électronique .

1 INTRODUCTION

L'essor des nouvelles technologies de l'information et de la communication (NTIC) résulte des avancées dans trois domaines complémentaires : le matériel (le « hard »), le logiciel (le « soft ») et les usages. Si les deux derniers domaines sont les plus immédiatement perceptibles pour le grand public, leur avancée n'est rendue possible que grâce à l'évolution constante des possibilités offertes par le matériel. C'est ainsi que les systèmes développés sont de plus en plus complexes, de plus en plus rapides, avec une consommation de plus en plus faible, pour un prix de plus en plus bas et le tout dans un encombrement de plus en plus réduit. Cette révolution n'aurait pu être possible sans l'évolution des technologies de base qui permet la miniaturisation des composants élémentaires. Ainsi, les longueurs des grilles des transistors des Pentium IV valent actuellement 100 nanomètres et vont diminuer pour atteindre, en 2010, 15 nanomètres. Quant à la taille d'un bit de mémoire sur un disque dur magnétique qui occupe à l'heure actuelle une surface de $250 \times 250 \text{ nm}^2$, il se réduira à $8 \times 8 \text{ nm}^2$ en 2010. On atteint ainsi le domaine des nanotechnologies et des nanostructures qui fait l'objet du module de 50h proposé aux étudiants de second cycle des différentes filières du département de physique de l'université Paris XI (maîtrises EEA, de matériaux, de physique et application, de physique fondamentale, Formation Ingénieurs de l'Université Paris Sud Orsay en électronique/informatique et matériaux). Le but de ce module, qui a été offert dès cette année à un nombre limité d'étudiants (moins de 50), est de présenter de façon la plus expérimentale possible et en réduisant au maximum les calculs théoriques le monde des nanotechnologies. Cette approche s'appuie sur trois parties distinctes (nanoélectronique, microscopie en champ proche, microscopie électronique) qui mettent en évidence

l'interdisciplinarité des nanotechnologies dans les domaines des sciences physiques et chimiques, de l'électronique, de l'informatique et du traitement des données. Un des objectifs de cet enseignement est de montrer que l'évolution des technologies plaide en faveur d'une véritable convergence des savoirs disciplinaires.

II PRESENTATION DU MODULE NANOTECHNOLOGIES

Afin de réaliser des nanodispositifs, il faudra pousser les technologies à leurs extrêmes pour graver des motifs de taille nanométrique avec une précision de positionnement du même ordre de grandeur. Les ingénieurs en cours de formation doivent dès à présent être sensibilisés à ces techniques. Ils devront pouvoir également interpréter, pour les résoudre, les problèmes rencontrés lors de l'analyse du fonctionnement des composants ultimes. Ils seront également amenés, dans dix ou quinze ans, à utiliser de nouveaux dispositifs mettant, par exemple, en œuvre l'aspect granulaire de la charge électrique (blocage de Coulomb), des molécules ou des nanotubes de carbone.

Il faudra également qu'ils soient formés à l'utilisation de la microscopie électronique à transmission et à celle de la microscopie en champ proche comme le microscope à effet tunnel (STM = Scanning Tunnelling Microscopy). Ce sont les outils par excellence des nanotechnologies permettant de caractériser les composants élémentaires.

Ce module articulé autour de la présentation de nanodispositifs, de leur fabrication et de leur caractérisation, se découpe donc en trois parties : nanoélectronique, microscopie en champ proche, microscopie électronique. Chacune des 3 parties comprend un TP de 8 heures par groupe de 4 étudiants et des TD/TP devant ordinateurs aidant à l'interprétation des TP. Au niveau des modalités de contrôle, les étudiants doivent présenter un des TP à

l'oral et faire un compte rendu écrit des autres TP. La partie cours théorique est réduite à 12h et donne lieu à une épreuve écrite de 2h.

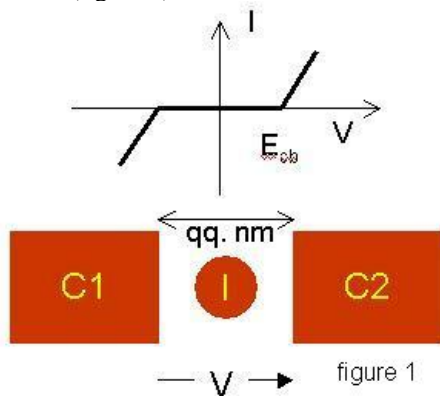
Nous allons présenter le détail des 3 parties du module nanotechnologie.

II-1 Nanoélectronique.

L'objectif de cette partie est de sensibiliser les étudiants aux composants pour la microélectronique qui seront mis en oeuvre lorsque les MOSFET actuellement utilisés auront atteint leurs limites.

Un exposé permet de présenter l'évolution des systèmes de traitement de l'information des origines à nos jours, autant pour ce qui concerne le traitement du signal (du boulier au microprocesseur actuel) que l'enregistrement (des signes gravés au burin dans la pierre au CDRom ou autre DVD) ou que la transmission des données (de la tradition orale au VCSEL).

L'enseignement est alors focalisé sur le fonctionnement et la fabrication des composants électroniques de tailles nanométriques mettant en jeu des électrons qui se déplacent un à un. L'exemple choisi est une structure à blocage de Coulomb. C'est un ensemble de conducteurs C1, I (Ilot) et C2 en influence électrostatique dans lequel les électrons passent d'un conducteur à l'autre par effet tunnel (figure 1)



Si on ajoute un électron sur l'îlot central, l'énergie du système augmente de $q^2/2C$ où C est une capacité équivalente liée au système. Il en résulte un seuil en tension de l'ordre de grandeur de cette énergie en dessous duquel les électrons ne peuvent pas passer de C1 à l'îlot (E_{cb} sur la courbe de la fig.1). Si on veut un seuil dans la gamme de 0,1eV, il faut une capacité de l'ordre de 1aF, soit une très faible surface et une épaisseur importante. Mais les électrons doivent également pouvoir passer d'un conducteur à l'autre par effet tunnel, d'où des distances faibles (de l'ordre du nanomètre).

Le positionnement de l'îlot est très délicat. Une solution est de réaliser un condensateur constitué de conducteurs C1 et C2 et de déposer l'îlot sous la forme d'un agrégat métallique. C'est cette approche que nous présentons aux étudiants. Durant le TP, ils utilisent un logiciel maison qui leur permet de dimensionner la structure. Il passent une journée à

réaliser et à caractériser le condensateur constitué de C1 et C2.

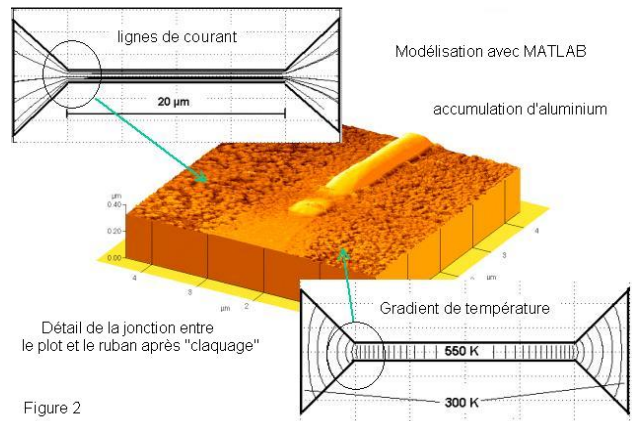


Figure 2

La première demi journée, les étudiants fabriquent en salle propre un haltère constitué d'un ruban de 20µm de long et de 0,5µm de large et de deux grands plots, le tout en aluminium. Les tranches oxydées sont chargées la veille dans l'évaporateur. L'épaisseur d'Al visée est de 20nm. L'haltère est réalisé par une photolithographie optique avec une résine de 0,5µm d'épaisseur. Le masque a une largeur de 1µm au niveau du ruban. L'aluminium est gravé chimiquement et on obtient une largeur de l'ordre de 0,5µm par sur-exposition.

La seconde demi-journée est consacrée aux aspects électriques et à l'observation. On fait "claquer" le ruban comme un fusible en y faisant passer un courant ayant une densité pouvant atteindre $1A/\mu m^2$. Ce courant fait chauffer le ruban (inséré fig.2) et les très fortes densités dans celui-ci font migrer l'aluminium dans le sens des électrons (fig.2). Ainsi au niveau de la jonction entre le plot cathode et le ruban, l'aluminium est coupé et la matière s'accumule vers le milieu (la densité est faible dans le gros plot et la matière ne migre pas).

Les étudiants vérifient la bonne épaisseur déposée par une mesure de résistivité 4 points. La géométrie obtenue est vérifiée avec un microscope optique. Enfin le résultat du "claquage" est visualisé au microscope à force atomique (fig.2).

Remarque: cette année, nous avons réalisé le "claquage" à l'air et à 300K. Il s'est avéré que le procédé n'est pas très reproductible. Des études au laboratoire ont montré qu'il faut travailler à basse température. Ainsi pour l'an prochain, nous réaliserons le "gap" à la température de l'azote liquide. Nous visualiserons également les résultats obtenus au MEB.

II-2 Microscopie électronique à transmission

La philosophie de la partie dédiée à la microscopie électronique trouve son inspiration dans la démarche suivie en recherche expérimentale. Les étudiants synthétisent tout d'abord les objets de taille nanométrique qu'ils étudieront par la suite. Leur

étude (imagerie et nano-analyse) est ensuite réalisée par microscopie électronique à transmission. L'analyse et l'interprétation des résultats n'interviennent qu'après la partie expérimentale.

II- 2-1 Synthèse de nanoobjets :

Les étudiants synthétisent eux-mêmes des nanoobjets au cours d'un premier TP de 4h. Deux types de nanoobjets sont produits : des nanotubes de carbone découverts en 1991 et synthétisés ici par arc électrique dans un bâti spécialement consacré à l'enseignement et des agrégats d'oxyde de fer produits par voie chimique. Ces objets constituent deux cas de structures qui par leur taille et dimensionalité réduites présentent des propriétés physicochimiques particulières. Les exemples proposés tentent d'illustrer la grande diversité des techniques de synthèse.

II-2-2 Observation :

Les échantillons sont visualisés au cours d'une deuxième séance de TP de 4h sur des microscopes électroniques à transmission appartenant au laboratoire de Physique des Solides de l'Université de Paris XI. Ces microscopes sont des outils privilégiés pour l'étude des nanoobjets et sont habituellement utilisés par des chercheurs dans le cadre de leur recherche de pointe à niveau international. Ils permettent de caractériser les échantillons par des techniques d'imagerie (fond noir et fond clair) mais également de spectroscopie (spectroscopie de perte d'énergie). Leur complexité nécessite une phase de pré-réglages effectués par les enseignants. Le choix des zones d'intérêt ainsi que les acquisitions sont entièrement effectués par les étudiants.

II-2-3 Interprétation des résultats :

L'analyse des résultats obtenus est effectuée au cours de deux séances de 4h.

Dans un premier temps, les notions physiques impliquées dans le fonctionnement des microscopes électroniques sont introduites en cours puis illustrées par des TD sur ordinateur. Le principe de formation de l'image en microscopie électronique s'appuie sur des notions mathématiques plus générales comme la transformée de Fourier ou le produit de convolution mais aussi sur des notions de physique comme les phénomènes de diffraction et d'interférences ou des notions de réponse et de résolution instrumentales. La connaissance de ces notions déborde du cadre de la microscopie électronique.

Des notions de traitement d'images sont également introduites : histogramme d'une image, filtrage, seuillage, segmentation, extraction de l'image de paramètres physiques pertinents,...

L'interprétation des images acquises par les étudiants nécessite une discussion sur l'origine des différents contrastes (contraste cohérent ou incohérent). Le dépouillement des résultats (images et spectres) leur permet d'obtenir, avec une

résolution de l'ordre du nanomètre, les paramètres structuraux des nanoobjets (taille des agrégats, diamètre interne et externe des nanotubes, figure 3) ainsi que des informations quantitatives sur leur composition chimique (stoechiométrie des agrégats d'oxyde de fer, figure 4).

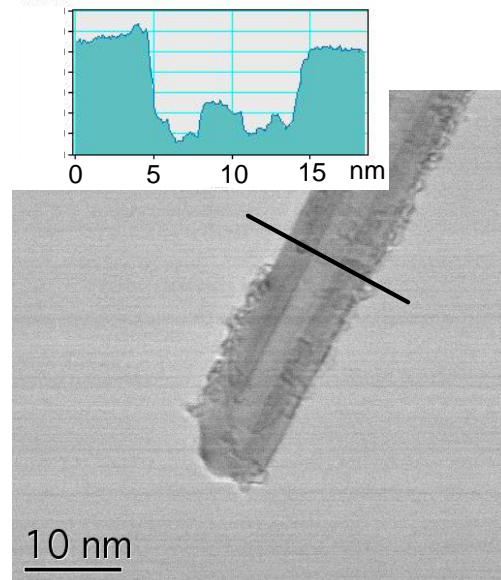


fig 3: image en microscopie électronique en transmission d'un nanotube de carbone et un profil d'intensité suivant une ligne perpendiculaire à son axe.

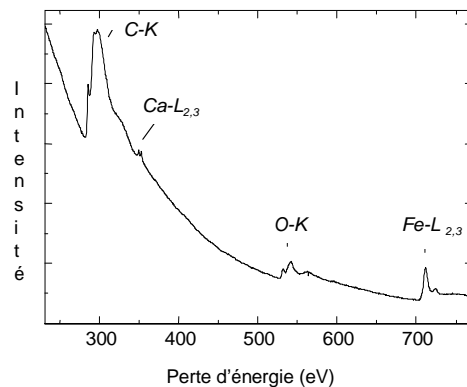


fig 4 : spectre de pertes d'énergie d'électrons acquis sur des agrégats d'oxyde de fer déposés sur un film mince de carbone.

II-3 Microscopie en champ proche.

Dans cette partie du module, nous avons proposé aux étudiants une introduction à la microscopie à sonde locale, à balayage et plus particulièrement aux microscopies à force atomique (AFM) et à effet tunnel (STM). Ce choix est lié en bonne partie à l'importance que ces deux techniques présentent dans de nombreux domaines de la recherche fondamentale et appliquée.

II.3.1 Aspects théoriques

Les cours en amont, présentent en plus d'une introduction fine à la nanoscopie des surfaces par sonde à champ local, les éléments de description des

phénomènes, les modes de fonctionnement ainsi que les concepts théoriques permettant la mise en application pendant la séance en TP. On insiste plus particulièrement sur :

- la description de l'effet tunnel et le transfert d'électrons dans la configuration métal-isolant-métal en STM
- les représentations de l'interaction pointe-surface et l'analyse d'une courbe force-déplacement en AFM.

II.3.2 Aspects expérimentaux

Cette première année la mise en œuvre expérimentale du module a porté uniquement sur la partie STM. Nous avons introduit le fonctionnement d'un microscope à balayage en mettant en évidence le signal détecté, la boucle d'asservissement et la construction de l'image. Les expériences se sont déroulées autour d'un appareil commercial STM Easyscan conçu pour la pédagogie et adapté à nos conditions de travail (isolation acoustique etc.). Nous avons encadré les étudiants de manière à ce qu'ils préparent et manipulent eux même les échantillons ainsi que le microscope. Approche de la pointe, réglage des paramètres de balayage et d'asservissement acquisition et analyse des données topographique et spectroscopique ont été aussi laissés à la charge des étudiants.

II.3.3 Systèmes physiques étudiés

Le premier système physique analysé, incontournable lorsque l'on traite de microscopie STM à l'air, est le graphite pyrolytique (HOPG). Les étudiants ont étudié la structure topographique en feuillets superposés et mesuré les distances entre plans successifs. L'analyse a été poussée jusqu'à la résolution atomique et à la mesure et l'interprétation des paramètres de maille du réseau hexagonal observé. L'analyse spectroscopique, réalisée par l'acquisition des courbes $I(V)$ et $I(z)$, a permis aux étudiants d'extraire la valeur de la barrière tunnel et de la comparer à celle mesurée sur un échantillon d'or déposé par pulvérisation.

Les études sur le HOPG se sont poursuivies avec des analyses un peu plus « poussées », comme par exemple l'observation et la discussion des effets de Moiré (cf. fig. 5.) [1].

Des systèmes d'études plus « élaborés », tels les nanotubes de carbone mono-parois, ont aussi été proposés aux étudiants. Sur l'échantillon préparé directement pendant la séance de TP en déposant des nanotubes sur un substrat de HOPG, ils ont réalisé des caractérisations topographiques avec une résolution atomique (cf. fig.6).

Ce type d'études de la morphologie de nanotubes se rapproche de près de problématiques qui sont tout à fait d'actualité en recherche fondamentale [2].

Cette partie du module sera étendue l'année prochaine en intégrant des éléments expérimentaux de AFM dans les séances de TP.

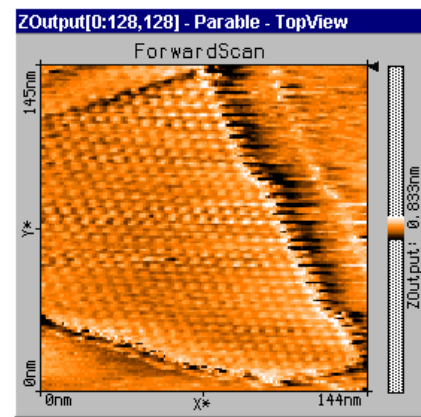


Fig 5 : Image STM montrant un super-réseau à symétrie hexagonale sur un échantillon de HOPG. L'image a été enregistrée au cours d'une séance de travaux pratiques.

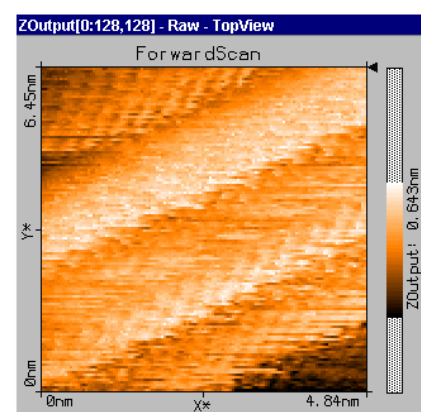


Fig 6 : Image STM de nanotubes de carbone mono-parois déposés sur un substrat de HOPG. L'image a été enregistrée au cours d'une séance de travaux pratiques.

III- Conclusion

Cet enseignement s'est déroulé pour la première fois cette année et 45 étudiants ont choisi cette option. Une évaluation a été faite dans laquelle les étudiants sont globalement très enthousiastes : ils apprécient particulièrement l'approche expérimentale et non scolaire de ce module, l'utilisation du matériel de pointe des laboratoires de recherche et le travail en petits groupes (4 étudiants) avec les chercheurs. Ils ont regretté le manque de TD sur les parties théoriques et ont fait plusieurs remarques constructives pour améliorer les TD/TP devant ordinateurs.

Ce module proposé en second cycle est une ouverture à une poursuite d'études à l'université Paris XI en DEA (NMEC) ou en DESS (Nanotechnologies et Nanostructures), formations soutenues par des industriels comme, par exemple, STMMicroelectronics, OMMIC, UMS et le SITELESC.

Bibliographie

1. J. Xhie, K. Sattler, M. Ge, and N. Venkateswaran, Phys. Rev. B Vol. **47**, n° 23, pp. 15835, (1993).
2. Ouyang M., Huang J. L., Cheung C. L., Lieber C. M., Energy Gap in "Metallic" Single-Walled Carbon Nanotubes. *Science* **2001**, 292, 702-705.