

# Microscopie à force atomique

DETREZ Fabrice

---

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Principe</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Analyse structurale</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Interactions pointes surfaces</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>Boucle d'asservissement et contrastes</b>	<b>6</b>
<b>5</b>	<b>Traitement des Images</b>	<b>8</b>

---

La microscopie à force atomique (AFM : *Atomic Force Microscopy*) fait partie de la famille des microscopies à champ proche (ou microscopies à sonde locale). Les images en trois dimensions sont obtenues par balayage d'une surface à l'aide d'une sonde.

Le premier microscope à champ proche qui ait vu le jour est le microscope à effet de tunnel (STM) mis au point en 1982 par Binnig et Rohrer d'IBM Zurich (prix Nobel de physique en 1986). Dans ce cas, la sonde est une pointe conductrice placée à quelques angströms de la surface. Aussi, l'échantillon doit être conducteur. L'image s'obtient par détection du courant d'électrons qui s'établit entre la pointe et la surface, par effet tunnel. La résolution verticale est de 0.01. L'inconvénient majeur du microscope à effet tunnel, est qu'il n'est pas adapté à l'étude des matériaux non conducteurs tels que les polymères et les systèmes biologiques.

En 1986, Binnig, Quate et Berger ont inventé le microscope à force atomique en mode contact pour remédier à cet inconvénient. L'échantillon peut être conducteur ou isolant et l'image est obtenue par détection des forces d'interactions inter-atomiques entre une pointe et la surface.

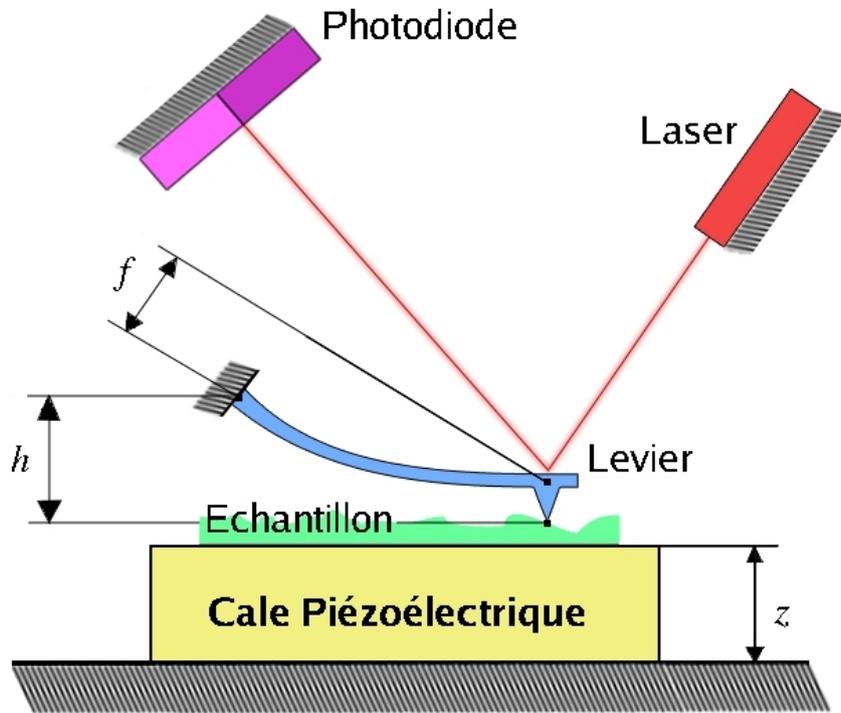


FIG. 1 – Schéma de structure d'un microscope à force atomique

## 1 Principe

Le principe de l'AFM est de balayer la surface d'un échantillon à l'aide d'un levier muni d'une pointe pour en avoir une image en trois dimensions avec une résolution spatiale allant de quelques dizaines de microns au dixième de nanomètre (Figure 1). La troisième dimension est égale au déplacement vertical ( $z$ ) de la cale piézoélectrique, si la hauteur ( $h$ ) entre le support fixe du levier et le point de contact  $M$  est constante. Or  $h$  dépend de la déflexion ( $f$ ) mesurée par le système {photodiodes + laser}. La coopération de tous ces éléments permet de balayer la surface à  $h$  constant en asservissant  $z$ .

## 2 Analyse structurale

Le microscope utilisé lors de cette étude est un Dimension 3100 (Digital Instrument). Contrairement au schéma de principe (Figure 1), le levier est déplacé par la cale piézoélectrique située au-dessus de l'échantillon (Figure 2). Cela permet d'observer des échantillons plus volumineux. En contre partie, le déplacement du porte-pointe engendre des perturbations sur la mesure de la déflexion  $f$ . La cale piézoélectrique permet de balayer au maximum une zone de  $85 \times 85 \mu\text{m}$  en  $(X, Y)$  sur  $6.2 \mu\text{m}$  en  $z$ .

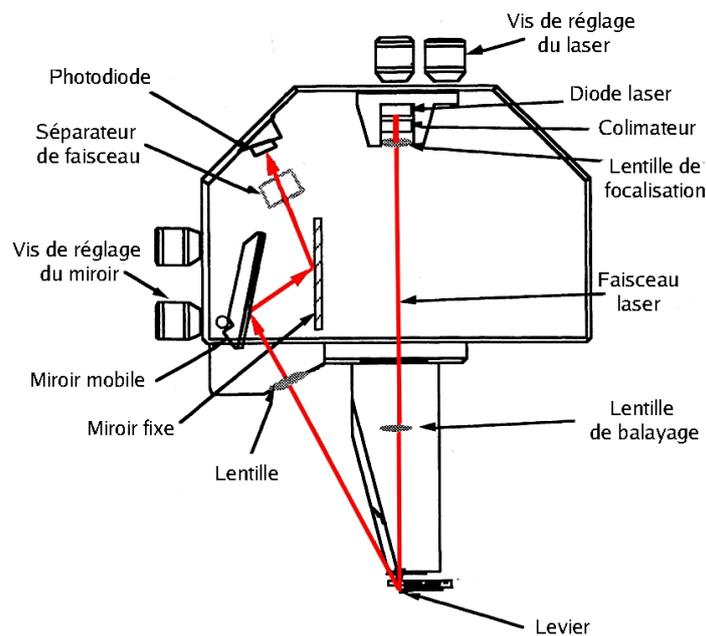


FIG. 2 – Schéma de la tête de l'AFM dimension 3100

### Système de micro-levier + pointe

Les micro-leviers de nitrure de silicium utilisés sont fabriqués par lithographie (type nanosensors). Ils sont rectangulaires, de dimensions de  $225 \times 38 \times 7 \mu\text{m}^3$ . De par leur géométrie et leur mode de fabrication, ces micro-leviers possèdent des caractéristiques propres :

- fréquence de résonance  $F_r$  est de l'ordre de 160 KHz en fonction de la forme du levier.
- facteur de qualité  $Q$  est de l'ordre de 400. Il dépend du bon positionnement du micro-levier dans le système porte-levier. Plus le facteur de qualité sera élevé, plus le système se rapprochera d'un oscillateur harmonique.

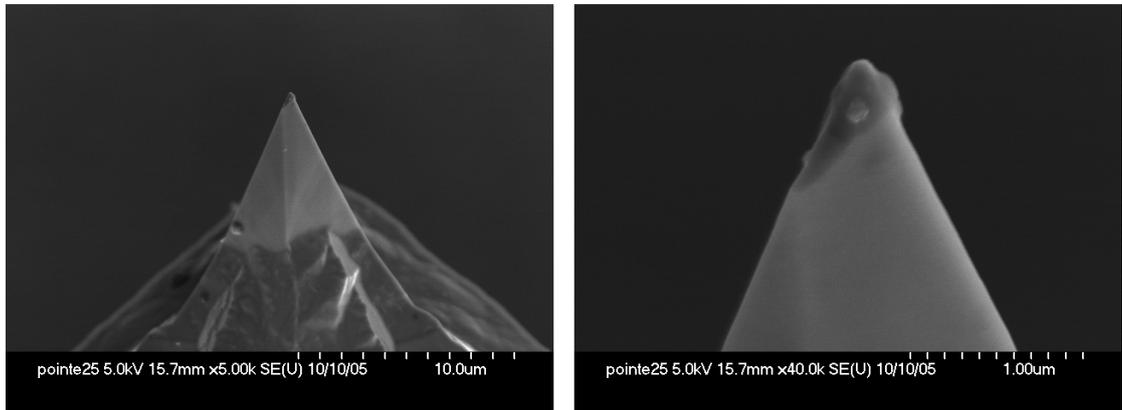


FIG. 3 – Images en microscopie électronique à balayage d’une pointe AFM usagée (Remerciements à Hugues Leroux pour la réalisation des images)

- constante de raideur  $k$  est  $48 \text{ N.m}^{-1}$  (donnée constructeur).
- forme pyramidale avec un rayon de courbure de 10 nm en tête de pointe (Figure 3).

Lorsque l’on travaille sur des matériaux mous comme les polymères, la pointe se contamine ce qui diminue la résolution spatiale (Figure 3).

### Système de mesure de la déflexion

La lecture de la déflexion  $f$  du levier se fait à partir de la mesure de la déviation du faisceau laser, émis par une diode laser, et réfléchi par l’extrémité du levier puis par un miroir. La position de la tache laser est déterminée par une photodiode segmentée, en calculant l’intensité dans chacun des quatre cadrans.

Les deux vis au-dessus de la tête de l’AFM permettent le réglage du laser sur la pointe (Figure 2). Les deux vis sur la gauche permettent de déplacer les photodiodes pour centrer la tache laser au milieu des quatre cadrans.

## 3 Interactions pointes surfaces

L’ensemble des forces rencontrées lors de l’engagement (Figure 4) sont principalement :

**la tension de surface ( $10^{-7} \text{ N}$ ) :** conséquence de la présence d’une couche fluide, contaminant la surface de l’échantillon (couche de vapeur d’eau condensée). En fonction de la quantité de vapeur d’eau présente sur l’échantillon, l’effet de tension de surface commence entre 10 et 200 nm au-dessus de la surface.

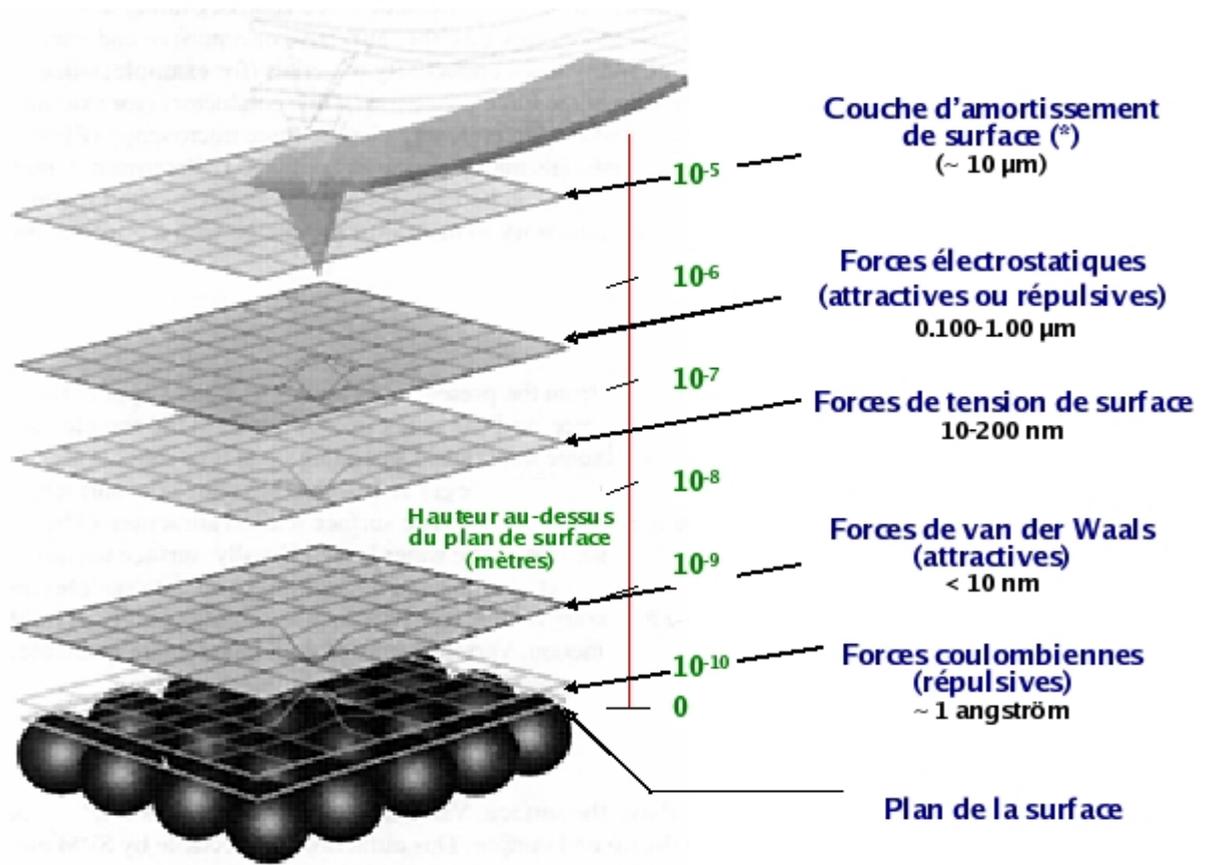


FIG. 4 – Différentes forces rencontrées par la pointe lors de l'engagement à l'air ambiant

**les forces de Van Der Waals ( $10^{-9}$  N) :** forces attractives qui opèrent à quelques Angströms de la surface.

**les forces coulombiennes ( $10^{-9}$  à  $10^{-12}$  N) :** forces répulsives qui sont actives lorsque la pointe est en contact avec la surface.

Il convient d'ajouter aux forces décrites sur le schéma (Figure 4), les forces de capillarité et d'adhésion qui peuvent exister lors du retrait pointe surface.

#### 4 Boucle d'asservissement et contrastes

En AFM la consigne  $C(t)$  peut être, la déflexion  $f_c$  en mode Contact, ou une amplitude de déflexion  $A_c$  en mode Tapping. En faisant varier la hauteur  $z$  de la cale, la force entre la pointe et la surface  $F(h)$  est maintenue constante. Le contrôle se fait par l'intermédiaire du capteur photodiode

segmenté. Le correcteur à action Proportionnelle, Intégrale et Dérivée (PID) permet d'optimiser le temps de réponse et la bande passante de la boucle d'asservissement, afin de limiter le temps d'acquisition des images et l'influence du bruit. Il est possible par l'intermédiaire d'un courant électrique d'exercer, une force extérieur  $F_{ext}$  sur la pointe pour imposer un mouvement d'oscillation à la pointe en mode Tapping.

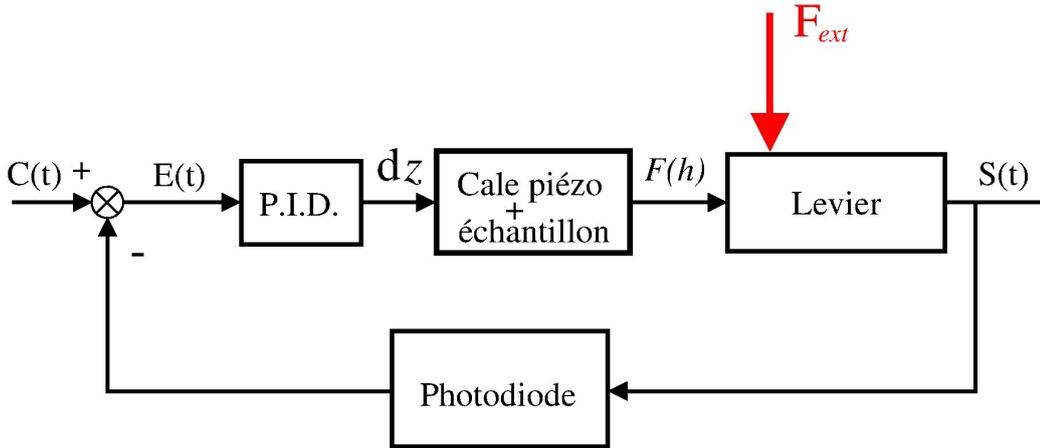


FIG. 5 – Boucle d'asservissement de la déflexion du levier

L'AFM permet de mesurer l'interaction  $F$  entre la pointe et la surface, par l'intermédiaire de la déflexion  $f$ . En imposant une consigne de déflexion constante en tout point  $(X, Y)$  ( $C(t) = f_c$ ), par l'intermédiaire de la boucle d'asservissement, le déplacement de la cale piézoélectrique  $z$  (Figure 5), nous donne une image trois dimensions d'une surface  $M(X, Y, z)$  à  $F$  constant. En faisant l'hypothèse que la force  $F$  est constante en tout point  $(X, Y)$  donc qu'elle ne dépend que de la distance  $z$ , la surface  $M(X, Y, z)$  est une image topographique que l'on appelle image hauteur.

Lorsqu'on impose une déflexion constante ( $C(t) = f_c$ ) et que la pointe ne subit pas d'excitation extérieur  $F_{ext}$ , on travaille en mode contact. Dans le cadre des polymères, ce mode n'est pas envisageable car il détériore la surface c'est pour cela qu'on utilise le mode Tapping, où la pointe vient toucher la surface par intermittence. Dans ce mode, la pointe est excitée par un signal électrique sinusoïdal de pulsation  $\omega$ , de telle sorte que la déflexion de la pointe hors de tout champ de force (loin de la surface  $F(\infty)$ ) soit :

$$f = A_l \cos(\omega t + \phi_l) \quad (1)$$

$A_l$  est l'amplitude libre et  $\phi_l$  est le déphasage libre. La pulsation de travail

$\omega$  est légèrement inférieure à la pulsation propre du micro-levier  $\omega_0$ , pour garantir un fonctionnement proche d'un oscillateur harmonique.

En mode Tapping, la consigne de la boucle d'asservissement est l'amplitude des oscillations  $A_c$  (*amplitude setpoint*). Elle est pilotée par le déplacement de la cale piézoélectrique suivant  $z$ . Le coefficient  $r_{sp} = A_c/A_t$  est choisi inférieur à 1 pour avoir un comportement stable de l'oscillateur, et venir toucher la surface. Plus le  $r_{sp}$  est faible plus la force lors du contact pointe surface est élevée. Lorsque l'on travaille à amplitude constante, la variation de  $z$  est essentiellement due à la variation topographique, et la variation de phase  $\phi$  est liée aux interactions dissipatives entre la pointe et la surface (viscoélasticité, adhésion, contaminant, ...) [1].

Les images que l'on peut obtenir en mode Tapping sont liées au trois grandeurs mesurées dans la boucle :  $z$  le déplacement de la cale,  $E$  l'erreur d'amplitude,  $\phi$  le déphasage. Les trois types d'images sont :

**Image hauteur ( $z$ ) :** le contraste est topographique. Les zones blanches de l'image correspondent aux points d'altitudes les plus élevées, si la variation des interactions pointe/surface dissipatives n'est pas trop grande. Il convient de prendre un  $r_{sp} > 0.95$  pour limiter les effets dissipatifs, et éviter de trop indenter la surface.

**Image amplitude ( $E$ ) :** le contraste amplitude est aussi topographique si les variations des interactions dissipatives sont faibles ( $r_{sp} > 0.95$ ). Ce contraste est plus visuel, car il dépend de la variation de l'altitude  $\frac{\partial z}{\partial X}$  suivant la direction de balayage  $X$ . Cela donne un côté ombragé à l'image. Il permet de révéler des variations abruptes de faible amplitude, comme l'émergence d'une boucle de dislocation en surface d'un matériau cristallin.

**Image phase ( $\phi$ ) :** l'origine exacte des interactions dissipatives à l'origine du contraste phase reste le plus souvent inconnue. Pour un polymère semi-cristallin, le contraste est essentiellement lié à la variation des propriétés visco-élastiques entre la phase cristalline en blanc et l'amorphe en noir. Il convient donc de prendre un  $r_{sp} < 0.9$  pour indenter la surface.

Le lecteur intéressé trouvera des explications plus détaillées sur la nature des contrastes en mode Tapping dans l'ouvrage de référence [1]

## 5 Traitement des Images

Les signaux enregistrés sont non traités. Il existe plusieurs filtres pour améliorer la qualité des images à *posteriori*. Nous n'utiliserons que deux types de filtres (Figure 6) :

**Le Plan fit** est un traitement d'image permettant de soustraire les défauts de forme d'ordre  $n$ , en calculant l'écart d'altitude entre la surface réelle

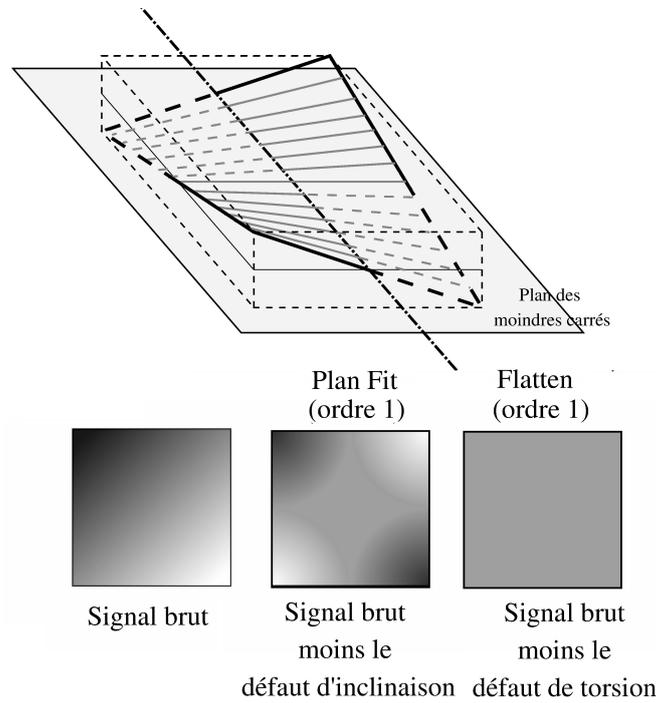


FIG. 6 – Influence des traitements d’images sur le contraste hauteur sur une surface twistée.

et la surface des moindres carrés d’ordre  $n$ . En pratique l’ordre  $n$  du *Plan fit* varie entre 0 et 3. L’ordre 0 correspond juste à un décalage de l’origine. L’ordre 1 permet de soustraire le défaut d’inclinaison. Les ordres 2 et 3 permettent de soustraire les défauts d’ondulation d’ordre 2 et 3.

**Le Flatten** est un traitement d’image permettant de soustraire les défauts de forme d’ordre 0 à 3 indépendamment sur chaque. En effet, l’existence d’impuretés en surface peut provoquer un saut de la pointe ou un décalage suivant  $z$  de la ligne scanner par rapport à ses voisines. Le *Flatten* élimine ces discontinuités en soustrayant la courbe des moindres carré d’ordres 0 à 3 au signal enregistré sur la ligne.

## Références

[1] L. Aigouy, Y. De Wilde, and C. Frétygny. *Les nouvelles microscopies : A la découverte du nanomonde*. Belin, 2006.