

Vous êtes ici :

[Accueil](#) > [Bases Documentaires](#) > [Mesures - Analyses](#) > [Mesures mécaniques et dimensionnelles](#) > [MESURES DIMENSIONNELLES](#) > [Microscopie à force atomique \(AFM\)](#) > [Instrumentation et modes de fonctionnement](#)

BASE DOCUMENTAIRE : [MESURES MÉCANIQUES ET DIMENSIONNELLES](#)



Microscopie à force atomique (AFM)

Référence R1394 | Date de publication : 10 juin 2005
Jean-Claude RIVOAL, Christian FRÉTIGNY

SOMMAIRE

Introduction

1 - Instrumentation et modes de fonctionnement

1.1 - Microscope

1.2 - Modes de fonctionnement

1.3 - Analyse des modes de fonctionnement

2 - Applications

2.1 - Propriétés locales

2.2 - Nanotechnologies

3 - Conclusion

Annexe

MESURES MÉCANIQUES ET DIMENSIONNELLES



Cet article fait partie de la base documentaire Mesures mécaniques et dimensionnelles.

[Demande d'Information »](#)

[Dernières parutions »](#)
[En savoir plus »](#)

1. INSTRUMENTATION ET MODES DE FONCTIONNEMENT

1.1 Microscope

1.1.1 Cantilever et pointe

1.1.1.1 Réalisation pratique

1.1.1.2 Pointes spéciales

1.1.2 Acquisition des signaux

1.1.2.1 Conditions de fonctionnement

1.1.2.2 Influence du bruit thermique

1.1.2.3 Taille des données relatives à l'acquisition des images

1.2 Modes de fonctionnement

1.2.1 Modes contact et frottement

1.2.1.1 Courbes de force

1.2.1.2 Équilibre du cantilever

1.2.2 Présentation générale des principaux modes de l'AFM

1.3 Analyse des modes de fonctionnement

1.3.1 Modes contact et frottement

1.3.1.1 Analyse statique

1.3.1.2 Résolution latérale

1.3.1.3 Mode frottement

1.3.1.4 Pointes fonctionnalisées

1.3.2 Modes résonnants

1.3.2.1 Principe

1.3.2.2 Mode tapping

1.3.3 Mode thermique

1.1 Microscope

Un schéma typique des microscopes de force est présenté sur la figure 1. Une pointe miniature, fixée à l'extrémité d'un *cantilever*, est proche de la surface d'un échantillon placé sur une platine de déplacement (balayage XYZ). Le déplacement relatif de la pointe par rapport à l'échantillon donne soit une cartographie de la grandeur mesurée, soit une surface d'« isograndeur », si une boucle d'asservissement ajuste la hauteur de l'échantillon pour maintenir constante la grandeur mesurée.

Nota :

le terme anglais *cantilever* désigne une pointe suspendue en porte à faux.

La déflexion ou la torsion du ressort sous l'effet de la force d'interaction est mesurée par la déviation d'un faisceau laser réfléchi par l'extrémité du *cantilever* et collecté sur une diode photoélectrique segmentée (deux ou quatre cadrans).

Une pointe AFM peut être statique ou mise en mode oscillant. Dans ce dernier cas, on peut faire vibrer le *cantilever* grâce à une pastille piézo-électrique en contact avec son support. Un exemple particulier de fixation de *cantilever* est présenté sur la figure 2. Par ailleurs, une cale piézo-électrique permet d'ajuster finement la distance pointe-échantillon et est utilisée pour asservir l'amplitude de vibration du *cantilever*.

Sensible aux gradients de température, la pointe peut aussi être utilisée comme calorimètre.

Suivant la configuration adoptée, on distingue trois modes de fonctionnement principaux pour l'AFM : **statique** (continu), **dynamique** (oscillant) ou **thermique**. La force d'interaction peut être due aux forces répulsives entre les atomes de la pointe AFM et ceux de la surface, à des forces de Van der Waals à courte portée, à des forces capillaires, au frottement, à des processus magnétiques ou électrostatiques si la pointe est conductrice ou recouverte de matériau magnétique, à des processus catalytiques, etc. Une modification chimique de la pointe AFM permet ainsi de mesurer diverses propriétés de la surface d'un échantillon.

Grâce à une boucle d'asservissement, on peut obtenir des images de « hauteur », qui correspondent à une interaction mécanique constante. Donnant, en première approximation, des résultats fidèles à la topographie de l'échantillon étudié, cette méthode fournit donc des informations difficiles à obtenir par d'autres techniques de microscopie. Elle permet, de plus, de :

- ▶ sonder le module viscoélastique d'une surface ou ses propriétés tribologiques (frottement) et/ou adhésives ;
- ▶ caractériser les forces d'interaction hors contact entre la pointe et l'échantillon.

Bien que l'AFM ait été destinée au départ, grâce à son excellente résolution latérale et transversale, à l'imagerie des surfaces de matériaux non conducteurs, la technique a été adaptée à divers environnements physiques tels que le vide, les fluides, les basses températures et les champs magnétiques mais aussi aux applications chimiques, optiques, biologiques et métrologiques.

Une illustration de ces différents modes, appliqués à la détection mécanique, physico-chimique, magnétique, etc., est représentée sur la figure 3.

1.1.1 Cantilever et pointe

Le *cantilever* et la pointe constituent une partie essentielle de l'instrument. En raison de la complexité de leur fabrication, les *cantilevers* sont en général achetés auprès de sociétés commerciales, bien que quelques équipes utilisent avec succès des fils de tungstène recourbés et dont l'extrémité a subi une attaque chimique.

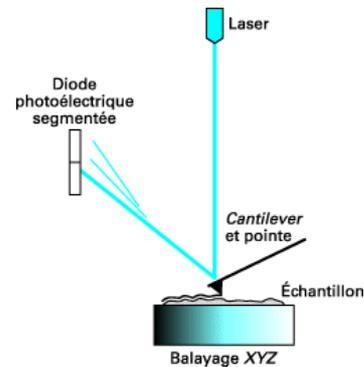


Figure 1 - Principe du microscope de force

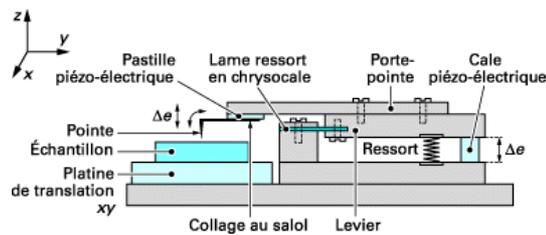


Figure 2 - Exemple particulier de fixation de cantilever (d'après)

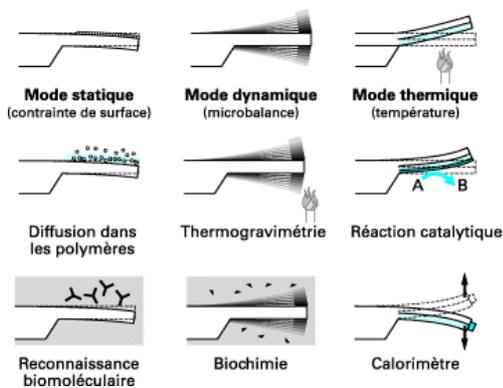


Figure 3 - Modes de fonctionnement de l'AFM et applications (d'après IBM)

Plusieurs caractéristiques sont recherchées :

- ▶ extrémité de pointe très fine (quelques nanomètres) pour une bonne résolution latérale ;
- ▶ fréquence de résonance (quelques dizaines de kilohertz) grande devant les fréquences caractéristiques d'acquisition ;
- ▶ raideur déterminée : faible ($\sim 0,01 \text{ N.m}^{-1}$ pour une bonne sensibilité en force ou pour éviter d'endommager la surface en mode contact) ou forte ($\sim 100 \text{ N.m}^{-1}$ pour des expériences de nano-indentation).

Ces contraintes imposent une miniaturisation du *cantilever*.

1.1.1.1 Réalisation pratique

Pour obtenir de tels objets, on utilise en général des techniques de fabrication issues de la microélectronique (gravure, attaque chimique...). Les dispositifs ainsi réalisés sont donc, le plus souvent, en silicium ou en nitrure de silicium, matériaux couramment mis en œuvre par ces techniques. Pour des expériences d'indentation, de rayure ou des mesures de résistance de contact, on utilise parfois des pointes de diamant de profil particulier.

- ▶ **Réalisations commerciales** : la figure 4 présente des *cantilevers* usuels microfabriqués et deux images en microscopie électronique à balayage (MEB) de la pointe associée. La figure 4a montre un exemple de *cantilever* de chez Budget SensorsTM, partant de la matrice de *cantilevers* (4^e quadrant) ; dans les quadrants 1 et 2, le stylet muni de sa pointe, puis un détail de la pointe (3^e quadrant), et enfin au centre une image MEB de l'extrémité de la pointe. La figure 4b montre une nouvelle pointe AdvancedTEC de NanoSensorsTM dont l'extrémité tétraédrique dépasse l'extrémité du levier pour permettre un réglage plus aisé.

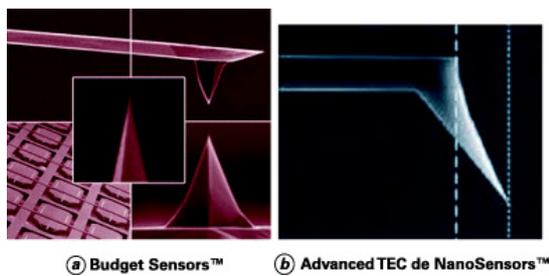


Figure 4 - Cantilevers usuels microfabriqués commerciaux



Figure 5 - Pointe en tungstène

La longueur des *cantilevers* est de 100 ou 200 μm , leur épaisseur est d'une fraction de micromètre. Leur forme est soit rectangulaire, soit en forme de V. Les raideurs sont, suivant les géométries, comprises entre 0,01 et quelque $100 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$. Les pointes ont en général un rayon de courbure typique dans la gamme de 2 à 50 nm.

- **Réalisations de laboratoires de recherche** : la figure 5 montre une image MEB de l'extrémité d'une pointe en tungstène couramment utilisée dans les laboratoires de recherche pour effectuer des mesures AFM couplées à des mesures de microscopie optique en champ proche [4] [P 862] **Microscopies optiques à balayage**. La tige de tungstène a un diamètre voisin de $1,3 \mu\text{m}$, elle est affinée à son extrémité par attaque chimique et ensuite courbée pour être utilisée.

1.1.1.2 Pointes spéciales

Les propriétés électriques des surfaces sont obtenues à l'aide de pointes rendues conductrices par le dépôt d'une couche métallique, et les propriétés magnétiques à l'aide de pointes aimantées ou bien à l'extrémité desquelles est fixée une particule magnétique. Des techniques chimiques autorisent la modification de la physico-chimie de la pointe (greffage, couches autoassemblées...).

Pour résoudre les problèmes liés à l'encombrement stérique de la pointe dans l'étude d'échantillons présentant des structures profondes et de faible largeur, un nanotube de carbone peut être attaché à l'extrémité d'une pointe (figure 6). Ce nanotube se présente comme une pointe de rayon constant et petit (quelques nanomètres) mais de longueur élevée (de l'ordre du micromètre). Il possède de plus une durée de vie plus élevée que les pointes conventionnelles [5] [6]. La résolution latérale peut être notablement améliorée [7].

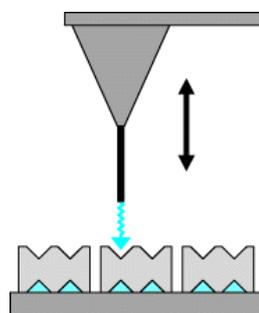


Figure 6 - Nanotube de carbone à l'extrémité d'une pointe

1.1.2 Acquisition des signaux

1.1.2.1 Conditions de fonctionnement

Simple et d'encombrement réduit, l'AFM peut être utilisé sous vide, sous atmosphère contrôlée ou en milieu liquide. Il est cependant nécessaire de prévoir une bonne isolation du son et des vibrations. Suivant les situations et les performances recherchées, un caisson acoustique, une table de balance ou une table optique sont

nécessaires. Des tables suspendues sont parfois utilisées. Pour le travail en milieu liquide, l'échantillon et le *cantilever* baignent dans le milieu. Des cellules spéciales pour liquides sont proposées par la plupart des fabricants. Elles sont plus ou moins faciles d'emploi suivant les cas. Des difficultés peuvent apparaître pour des milieux agressifs ou d'indice de réfraction élevé.

1.1.2.2 Influence du bruit thermique

Une bonne stabilité thermique et hygrométrique est nécessaire pour éviter les dérives : certains *cantilevers* sont recouverts d'une couche réfléchissante métallique, ce sont donc des bilames très sensibles aux variations des conditions ambiantes. Cette propriété est utilisée dans certaines situations pour détecter des réactions catalytiques.

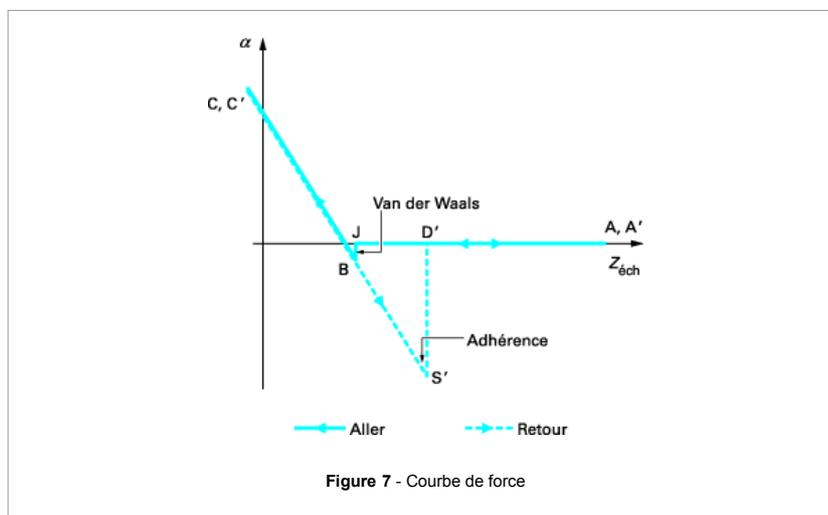
De la même façon, les dilatations des pièces qui forment la tête AFM peuvent être gênantes. Il n'est en général pas nécessaire de travailler dans une enceinte régulée, mais quelques précautions élémentaires sont souvent utiles.

1.1.2.3 Taille des données relatives à l'acquisition des images

Il convient de rappeler la taille des données recueillies quand on acquiert des images. L'AFM a une résolution latérale typique de l'ordre de quelques nanomètres. Si on désire enregistrer une image AFM, de topographie de surface, par exemple de $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$, avec un pas de déplacement (en x ou y) de la platine porte-échantillon de $10\ \text{nm}$, la dimension de l'image est de 10^8 pixels. Comme chaque pixel est codé sur deux octets, pour traduire la tension enregistrée sur la photodiode à quatre quadrants et restituer la topographie, l'image obtenue représente $200\ \text{Mo}$, soit typiquement un quart de la capacité d'un CD actuel ! Un compromis doit donc être trouvé entre le pas de déplacement, qui fixe la résolution de l'image, et la taille de la zone imagée. Des images de $512\ \text{pixels} \times 512\ \text{pixels}$, codées sur deux octets, occupent plus de $0,5\ \text{Mo}$. Sur des images de ce type représentant un champ de $100\ \mu\text{m}$, la taille du pixel est d'environ $200\ \text{nm}$.

1.2 Modes de fonctionnement

Selon que la pointe est en contact avec la surface ou non, qu'elle travaille à la résonance du *cantilever* ou à fréquence nulle, ou bien que l'échantillon vibre ou non, on obtient des modes opératoires et d'imagerie différents.



1.2.1 Modes contact et frottement

1.2.1.1 Courbes de force

Les courbes de force peuvent être obtenues expérimentalement avec l'instrument présenté sur la figure 1. Sans faire vibrer le *cantilever*, on fait varier la position verticale (z) de l'échantillon et on enregistre les déflexions du *cantilever*.

Une courbe schématisée est montrée sur la figure 7 : on y a porté la déflexion du stylet (α) en fonction de la hauteur de l'échantillon ($Z_{\text{éch}}$). On remarque que les trajets aller vers le contact (de droite à gauche) et rupture du contact (de gauche à droite) sont différents.

- ▶ **À l'aller** : loin de la surface, les forces d'interaction sont très faibles, la déflexion du *cantilever* est quasi nulle, c'est la partie horizontale à droite (aller AJ et retour D'A'). Dans le vide, dans l'air et dans certains liquides, l'interaction pointe-surface est attractive et conduit à une légère déflexion du *cantilever* (vers le bas, ou négative) à l'approche de la surface. L'instabilité correspondante se traduit par le saut vertical JB visible sur la courbe aller.

Si l'on continue de rapprocher de la pointe l'échantillon supposé très rigide, la déflexion croît linéairement avec la hauteur de l'échantillon sur le trajet BC. (La flèche à l'extrémité d'une poutre encastrée et la déflexion au même point sont en effet proportionnelles.) Cette partie permet l'étalonnage des forces appliquées : déflexion @ flèche @ force appliquée par l'intermédiaire de la raideur.

- ▶ **Au retour** : la courbe de force, sur le trajet C'S', commence par suivre le même chemin qu'à l'aller, mais dépasse la position de force nulle ou même celle de la limite du saut au contact à cause de l'adhésion. Il faut en effet tirer sur le contact pour le rompre. Tant que le point de rupture n'est pas atteint, la trajectoire est dans le prolongement de la droite caractéristique du contact. Quand le point de rupture S' est atteint, le *cantilever* reprend la position très faiblement défléchi en D' à cause des forces interfaciales hors contact.

L'adhésion se manifeste ici par une hystérésis sur la courbe de force. Elle provient de nombreux facteurs : forces de Van der Waals, bien sûr, mais aussi forces capillaires, électriques dans les liquides. Elles sont alors affectées par le pH, la force ionique... La courbe de force peut être considérée comme une mesure de l'adhésion. Il s'agit de la manifestation de l'adhésion dans un cadre expérimental donné. D'après ces remarques, on conçoit que l'AFM soit sensible aux propriétés physico-chimiques des surfaces.

Sur un échantillon peu rigide, à partir du moment où le contact est établi, la pointe est pressée contre le matériau par l'élasticité du *cantilever*. Elle peut alors s'enfoncer dans l'échantillon (indentation) et la déflexion enregistrée est inférieure à celle qui serait obtenue sur un échantillon infiniment rigide. Si, de plus, l'échantillon est viscoélastique, la courbe se déforme quand on modifie la fréquence de travail, la forme de la pointe ou la pénétration maximale dans le matériau...

1.2.1.2 Équilibre du cantilever

Remarquons tout d'abord que l'axe du *cantilever* n'est pas parallèle au plan de balayage, l'angle d'inclinaison est classiquement compris entre 10 et 15°. La résolution des équations de la mécanique, relatives à l'équilibre de la poutre, permet d'exprimer la flèche z , la déflexion α et la torsion ϕ du *cantilever* à son extrémité (encadré 1).

Encadré 1 – Équilibre du cantilever

L'axe du *cantilever* n'est, en général, pas parallèle au plan de balayage, l'angle d'inclinaison étant classiquement compris entre 10 et 15°. Cette disposition est obligatoire car il est nécessaire de disposer d'un système de maintien pour le *cantilever* qui ne vienne pas toucher l'échantillon.

Les forces normale et tangentielle, appliquées en bout de pointe, sont notées N' et T'_x (figure 8). Le *cantilever* est une poutre semi-encastree. En pratique, les déformations qu'il subit sont suffisamment petites pour qu'une description linéaire soit amplement suffisante.

La résolution des équations de la mécanique, relatives à l'équilibre de la poutre, permet d'exprimer, en utilisant ses conditions d'encastrement, la flèche z , la déflexion $\alpha = dz/dx$ et la torsion ϕ du *cantilever* à son extrémité. En appelant k'_n et k'_{α} , les raideurs normales et longitudinales associées à un déplacement de la pointe suivant z' , et s'_{nz} , $s'_{\alpha x}$ et $s'_{\phi y}$ les sensibilités angulaires aux forces normale, longitudinale et transversale, on obtient, compte tenu de la linéarité du problème :

$$z = \frac{N'}{k'_n} + \frac{T'_x}{k'_{\alpha}}$$

$$\alpha = s'_{\alpha x} T'_x + s'_{nz} N'$$

$$\phi = s'_{\phi y} T'_y$$

Pour décrire le fonctionnement de l'AFM, on rapporte ces grandeurs à un repère lié à l'échantillon, les raideurs et les sensibilités angulaires devenant des valeurs effectives liées la géométrie du système.

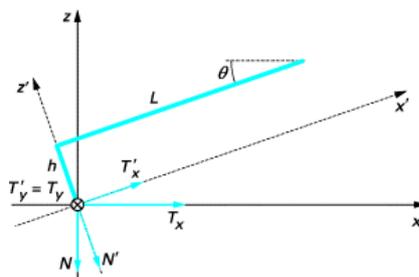


Figure 8 - Géométrie du système cantilever-pointe-échantillon

Le fonctionnement en mode asservi est caractérisé par $\alpha = Cte$. La déflexion de consigne est choisie sur la courbe de force, elle correspond *a priori* à une charge normale appliquée. Pourtant, suivant la direction de balayage et la rugosité de l'échantillon, les propriétés tribologiques de la surface interviennent dans les mesures. Pour le *cantilever*, il y a donc un couplage entre les trois composantes de forces et la topographie de l'échantillon. Il serait vain de décrire tous les effets de ce couplage décrits par de simples arguments géométriques. L'incidence sur les mesures est faible à grande échelle ou si l'on ne s'intéresse qu'aux ordres de grandeur des contrastes. Pour des estimations plus précises des hauteurs, il est souvent nécessaire d'évaluer l'effet du couplage en modifiant la direction du balayage ou la force normale utilisée.

1.2.2 Présentation générale des principaux modes de l'AFM

Supposons l'échantillon constitué d'un matériau indéformable et choisissons une représentation de l'interaction pointe-surface (de type Lennard-Jones) comme celle représentée sur la courbe de la figure 9.

- ▶ **Mode contact 1.3.1**  : premier mode développé, il correspond à un fonctionnement au voisinage du mur répulsif du potentiel. La pointe « touche » la surface comme dans un dispositif palpeur. La discussion précédente 1.2.1.1  montre qu'il est possible de travailler avec des forces appliquées négatives, à cause de l'adhésion. Sur certains échantillons, l'usure et les déformations engendrées par la pointe perturbent la qualité des images. Ce mode est cependant facile à utiliser, rapide et il est souvent couplé à des mesures simultanées de frottement, d'adhérence ou de raideur de contact.
- ▶ **Mode résonnant 1.3.2**  , ou mode résonnant linéaire : dans ce fonctionnement, on fait osciller le *cantilever* à sa fréquence de résonance, « loin » de la surface et avec une « petite » amplitude (ordres de grandeur au paragraphe 1.3.2 ). Le gradient de force d'interaction, fonction de la localisation sur la surface, décale la fréquence de résonance du *cantilever*. Inversement, à fréquence d'excitation donnée, l'amplitude des oscillations est modifiée et renseigne sur le gradient de force local. Un système de détection synchrone améliore généralement la qualité des enregistrements. On peut aussi, avec un système électroniquement bouclé, mesurer en continu la fréquence du système. La pointe oscillant relativement loin de la surface, ce mode perd un peu des qualités de sonde locale et n'est en général pas utilisé pour les études de topographie, mais il permet l'analyse de forces à longue portée, électriques et magnétiques, en utilisant des pointes conductrices ou magnétiques. Pour s'affranchir des effets de corrélation des informations recueillies avec la topographie, il est souvent nécessaire d'effectuer ligne par ligne, un premier balayage en mode *tapping*, avant de « survoler » l'échantillon à hauteur constante.

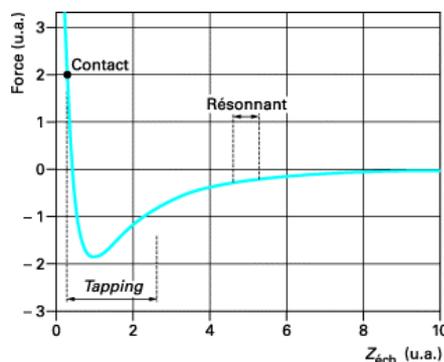


Figure 9 - Courbe d'interaction pointe-surface : modes de l'AFM

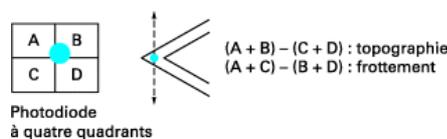


Figure 10 - Mode frottement ou contact

- ▶ **Mode tapping 1.3.2.2** , ou contact intermittent : c'est un mode résonnant non linéaire, dans lequel les amplitudes d'oscillation sont plus grandes et la position moyenne de la pointe plus proche de la surface. À chaque cycle, la pointe vient effleurer le mur répulsif de la surface. Le fonctionnement dans ce mode est plus difficile à analyser que le précédent. Ici encore, on excite le *cantilever* au voisinage de fréquence de résonance et on suit, éventuellement avec une détection synchrone, la réponse du système. Ce mode est très utilisé pour connaître la topographie des échantillons. Les forces appliquées sur l'échantillon peuvent être très réduites et le temps de contact très court n'induit pratiquement pas de forces de frottement sur l'échantillon. On évite ainsi les déformations de certains échantillons et l'usure toujours possible en mode contact. De plus, à cause de la brièveté du contact (inférieure à la microseconde), l'adhésion n'a pas le temps de se développer. Les dimensions du contact sont réduites même sur des échantillons très déformables, conférant à ce mode une bonne résolution latérale. Quand la hauteur de l'échantillon est asservie à une amplitude constante, la phase du système est caractéristique des dissipations du système. Les images de phase sont souvent assez différentes des images de hauteur, elles peuvent révéler de légères hétérogénéités des surfaces correspondant à des propriétés viscoélastiques ou de mouillage différentes.
- ▶ **Mode frottement** (FFM : *friction force microscopy* ; LFM : *lateral force microscopy*) : en mode contact, on peut effectuer les balayages de l'échantillon perpendiculairement à l'axe du *cantilever*. Dans ce cas, les forces de frottement introduisent une torsion de l'extrémité du levier et déplacent donc le spot laser dans le plan horizontal (figure 10). La lecture de ce déplacement est une mesure des forces de frottement, qui peut être absolue si l'on a étalonné l'appareil.
- ▶ **Mode élasticité** : pour présenter les autres modes, on peut revenir à la courbe de force (figure 7). On a vu que la pente de la courbe après contact était caractéristique de la raideur du contact. Ainsi, si en mode contact on impose une modulation périodique de la hauteur de l'échantillon, la réponse en déflexion à la fréquence de modulation est une mesure de cette raideur.
- ▶ **Mode pulsé** (*pulsed mode*) : de la même façon, on peut imposer une modulation périodique qui permette le passage par le pic négatif caractéristique de l'adhérence. La mesure des caractéristiques du signal de déflexion obtenu est une signature de l'adhérence. On peut aussi enregistrer l'ensemble de la courbe de force en chaque point de l'image pour la traiter ensuite, mais la grande quantité d'information correspondante rend la méthode lourde d'emploi. Il est plus judicieux de ne conserver que les caractéristiques essentielles des courbes par un traitement du signal approprié.

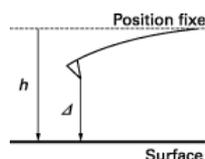


Figure 11 - Géométrie de l'interaction pointe-surface

Une caractéristique importante de tous ces modes de fonctionnement est qu'ils peuvent souvent être utilisés au même point de l'échantillon, sans changer de levier et parfois même simultanément. Bien souvent, une image en phase ou en frottement, par exemple, jointe à une image en hauteur révèle des détails suffisants pour comprendre la structure physico-chimique d'un échantillon sans que l'on s'intéresse particulièrement aux propriétés de dissipation ou tribologiques pour elles-mêmes. Les formes et les tailles révélées par les contrastes sont utilisées directement. Il n'est alors pas nécessaire d'étalonner l'instrument ou de disposer de modèles définis de fonctionnement. Pour éviter certains artefacts expérimentaux ou pour obtenir des

mesures quantitatives, en revanche, il est nécessaire d'analyser plus finement le fonctionnement de ces différents modes.

1.3 Analyse des modes de fonctionnement

1.3.1 Modes contact et frottement

Le mode contact est très utilisé en parallèle avec une imagerie des frottements ou de l'élasticité du contact, bien qu'il conduise parfois à des déformations des surfaces ou même entraîne une usure sur certains échantillons.

1.3.1.1 Analyse statique

Supposons l'interaction pointe-surface représentée par un potentiel $V(\Delta)$, le *cantilever* par sa raideur normale k et que nous travaillions en statique. La géométrie est représentée sur la figure 11, où h est la distance *cantilever*-surface et Δ la distance apex de la pointe-surface.

L'énergie du système s'écrit :

$$U(h, \Delta) = V(\Delta) + \frac{1}{2}k(h - \Delta)^2$$

Pour une hauteur h fixée, la condition d'équilibre est :

$$\frac{\partial U}{\partial \Delta} = \frac{dV}{d\Delta} - k(h - \Delta) = 0$$

Soit la force d'interaction :

$$F(\Delta) = k(h - \Delta) = -\frac{dV}{d\Delta}$$

La stabilité impose :

$$\frac{\partial^2 U}{\partial \Delta^2} \geq 0$$

soit :

$$k \geq \frac{d}{d\Delta} \left(-\frac{dV}{d\Delta} \right) = \frac{d}{d\Delta} (F)$$

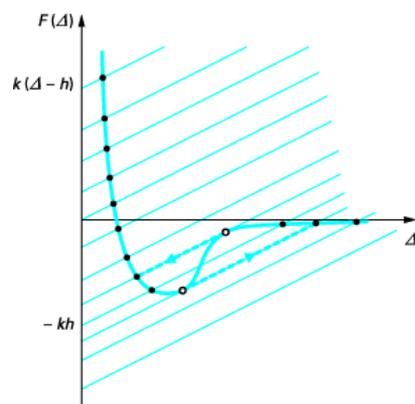


Figure 12 - Évolution de la force d'interaction au cours d'un cycle d'approche-retrait

Une résolution graphique du problème peut être faite en choisissant une force d'interaction de type Lennard-Jones. Le faisceau de droites de la figure 12 correspond aux différentes hauteurs h de l'échantillon. Les points noirs sont des points d'équilibre stable possibles. Les points blancs sont des situations d'équilibre neutre, limites de stabilité. Entre les deux points blancs, existent sur la courbe des points d'équilibre instable.

Dans le cas présenté, il y a hystérésis quand on parcourt le cycle d'approche-retrait. À l'approche, le point de fonctionnement du système suit la branche attractive du potentiel jusqu'à la limite de stabilité où il saute brusquement sur la branche répulsive : c'est le « saut au contact ». Au retrait, cette branche est suivie plus loin avant un nouveau saut qui est lié à la rupture de l'adhésion. Une partie de la courbe d'interaction n'est pas décrite. On peut remarquer que l'amplitude du saut est d'autant plus grande que la raideur du *cantilever* est faible. Au-delà d'une certaine raideur, en revanche, l'hystérésis disparaît et la totalité de la courbe d'interaction est décrite.

C'est aussi le cas pour une interaction purement répulsive. Si l'on cherche à mesurer l'ensemble de la courbe d'interaction, il faut utiliser un levier suffisamment raide pour éviter les effets de saut, mais la sensibilité de la mesure est alors moins bonne.

La hauteur initiale h est en général mal connue et la force d'interaction pointe-surface $F(\Delta)$ n'est pas forcément de type Lennard-Jones comme celle de la figure 9. Des modèles plus élaborés ont été utilisés pour décrire l'interaction interfaciale mais le principe reste le même.

1.3.1.2 Résolution latérale

Supposons que l'AFM fonctionne en mode contact comme un palpeur parfait sur une surface indéformable. On néglige les effets de frottement discutés ci-avant et la topographie de la surface est supposée plane hormis une marche abrupte. Quelle est la résolution de ce mode d'imagerie ?

Les schémas de la figure 13 montrent le trajet d'une pointe AFM au cours d'un balayage en ligne rencontrant une marche. L'élargissement et la déformation de la forme de l'objet sont dus à l'encombrement de la pointe.

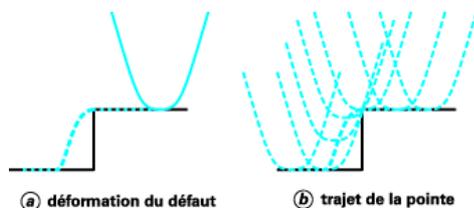


Figure 13 - Résolution latérale : influence d'une marche sur le déplacement de la pointe

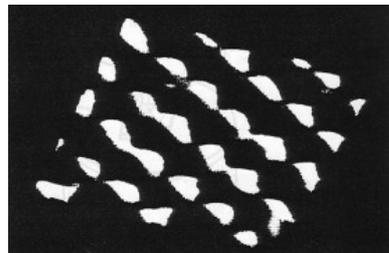


Figure 14 - Surface de mica (2,6 nm x 2,6 nm) recouverte d'une solution aqueuse de protéines

Ci-dessus : Surface de mica (2,6 nm x 2,6 nm) recouverte d'une solution aqueuse de protéines

La pointe ressent la présence de la marche avant que son apex ne soit à la verticale du bord de marche. Le point de contact pointe-surface reste le bord de marche jusqu'à ce que la pointe passe par la verticale du bord de marche et l'image se fait avec les flancs de la pointe. Au-delà, la trajectoire devient à nouveau dictée par un contact entre l'apex de la pointe et la surface. La représentation faite ici est bidimensionnelle, il faut remarquer qu'en trois dimensions, d'autres situations de tangence pointe-échantillon peuvent se produire suivant le même principe.

Pour d'autres modes de fonctionnement, le principe exposé reste valable : **l'encombrement stérique limite souvent la résolution de l'instrument**. Il n'est pas possible de définir la résolution en AFM de contact par un nombre. L'effet d'encombrement est d'autant plus grand que la pointe est émoussée et de rapport d'aspect faible. Il affecte principalement les résultats obtenus sur les surfaces présentant de brutales variations de hauteur.

Toutefois, une résolution latérale meilleure que 0,5 nm a été obtenue sur une surface de mica recouverte d'une solution aqueuse de protéines [8]. La figure 14 montre une image (2,6 nm x 2,6 nm) d'une telle surface. Elle révèle des anneaux blancs d'atomes entourant des trous noirs qui forment un réseau quasi hexagonal caractéristique du mica clivé. La résolution latérale est ici de l'ordre de 0,4 nm.

Il faudrait compléter l'analyse en tenant compte de la taille finie du contact : on ne peut plus, à petite échelle, considérer les matériaux constituant la pointe et l'échantillon comme indéformables. De ce point de vue, l'existence d'images « à la résolution atomique » enregistrées en mode contact (comme dans l'exemple du mica ci-avant) peut paraître paradoxale. Comment, avec un rayon de contact que l'on peut estimer de l'ordre du nanomètre, peut-on imaginer de détecter des atomes distants de dixième de cette valeur ? Le mécanisme d'imagerie à cette échelle est différent de celui d'un palpeur que nous avons décrit. La présence d'un frottement saccadé (*stick-slip*) à l'échelle de la maille du cristal serait responsable de la périodicité des contrastes. Une preuve indirecte peut se trouver dans le fait que des défauts ponctuels n'ont sans doute jamais été observés en mode contact.

1.3.1.3 Mode frottement

La mesure de la force latérale se fait directement grâce à la torsion ϕ du *cantilever* détectée comme un déplacement du spot laser dans le plan horizontal. L'interprétation précise des images de frottement nécessite de tenir compte de la topographie. Toutefois, l'image de frottement peut se révéler bien plus riche en information que l'image topographique.

1.3.1.4 Pointes fonctionnalisées

On peut recouvrir la pointe de molécules possédant des groupements fonctionnels particuliers et étudier point par point l'adhérence. La reconnaissance chimique qui en découle permet de cartographier les fonctionnalités de la surface [9]. Plus récemment, des nanotubes de carbone ont été collés à l'apex d'une pointe AFM [1.1.1.2](#)

La préparation et la caractérisation de nanotubes de carbone fonctionnalisés est montrée sur la figure [15](#).

Le diagramme illustre la modification de l'extrémité du nanotube permettant de coupler une amine (RNH₂) à une liaison pendante d'un groupe carboxyle puis l'utilisation de cette sonde pour détecter des interactions spécifiques avec les groupes fonctionnels (X) du substrat.

Le grand cercle présente un modèle moléculaire de la paroi d'un nanotube simple (monofeuillet) avec le groupe carboxyle (COOH) à son extrémité. En règle générale, on utilise des nanotubes multifeuillets (plusieurs nanotubes enfilés les uns dans les autres), eux-mêmes reliés pour former un faisceau. Ce faisceau est collé, sous microscope, à la pointe AFM (*cantilever* en silicium recouvert d'un film d'or) à l'aide d'un adhésif acrylique.

L'image par microscopie électronique en transmission (MET) de l'extrémité du faisceau est montrée sur la gauche de la figure.

1.3.2 Modes résonnants

Le *cantilever*, une poutre encastrée, est un bon oscillateur mécanique. Dans la plupart des cas, le spectre de résonance du *cantilever* loin de la surface est pratiquement confondu avec celui d'un oscillateur harmonique, caractérisé par une fréquence de résonance et un facteur de qualité. Les dissipations du système sont principalement liées à la viscosité du milieu et sont en général très faibles. On observe couramment des facteurs de qualité Q (tel que défini dans l'encadré 2) de 400 à l'air, plusieurs dizaines de milliers sous ultravide

(-10^{-10} Pa) et de 10 dans l'eau.

Encadré 2 – Mode résonnant linéaire

L'équation qui rend compte du système s'écrit :

$$\ddot{x} + 2\beta\dot{x} + \omega_0^2 x = f[x(t)] + S \sin \omega t$$

avec :

- ▶ x : la coordonnée de position de l'oscillateur, ici l'écartement de la pointe par rapport à sa position d'équilibre
- ▶ β : un terme de dissipation (le facteur de qualité est)
- ▶ $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$: où k est la raideur du cantilever et m sa masse
- ▶ $f[x(t)]$: la force d'interaction pointe-surface
- ▶ S : l'amplitude de l'excitation à la fréquence ω .

Le cas le plus simple est celui dans lequel la force d'interaction ne dépend que de la distance pointe-surface, $h + x$. Les comportements sont plus complexes si des phénomènes dissipatifs d'adhésion, de viscoélasticité ou de capillarité sont à prendre en compte.

Même dans le cas simple où $f[x(t)] \approx f[h + x]$, l'équation du système est en général non linéaire :

$$\ddot{x} + 2\beta\dot{x} + \omega_0^2 x = f[h + x] + S \sin \omega t$$

Le mode résonnant linéaire correspond à une interaction non dissipative et à une oscillation de faible amplitude, loin de la surface ($x \ll h$). Un développement de l'interaction au premier ordre en x , de l'équation précédente donne :

$$\ddot{x} + 2\beta\dot{x} + \omega_0^2 x = S \sin \omega t + f[h] + f'[h]x$$

où $f'[h]$ est le gradient de force à la position centrale d'oscillation. $f[h]$, le terme constant, correspond à un décalage de la position de repos de la pointe qui est en général négligeable devant l'amplitude d'oscillation x . On obtient alors l'équation :

$$\ddot{x} + 2\beta\dot{x} + (\omega_0^2 - f'[h])x = S \sin \omega t$$

$$\omega_0'^2 = \omega_0^2 \left(1 - \frac{f'[h]}{\omega_0^2} \right)$$

qui correspond à un oscillateur harmonique de fréquence de résonance

Les forces interfaciales étant décroissantes avec la distance, une interaction attractive (resp. répulsive) conduit à une diminution (resp. une augmentation) de la fréquence de résonance du système, comme on peut le prévoir qualitativement.

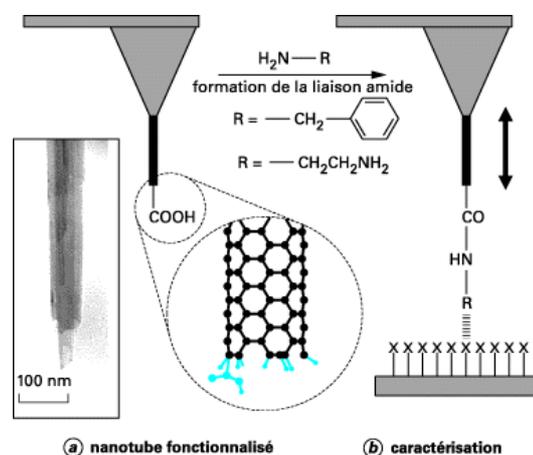


Figure 15 - Préparation et caractérisation d'un nanotube de carbone fonctionnalisé

1.3.2.1 Principe

Le problème général à résoudre, pour décrire le fonctionnement des modes résonnants, est celui des modes de vibration d'une poutre semi-encastree dont l'extrémité est soumise à un champ de forces. Bien que l'étude complète puisse être faite, elle n'est pas présentée ici : les coefficients de qualité élevés, observés expérimentalement permettent de restreindre l'analyse à un seul mode pour lequel l'équation du mouvement se ramène, avec une très bonne approximation, à celle d'un oscillateur harmonique soumis à un champ de force (encadré 2).

Des mesures de force interfaciales à longue portée ont été faites par cette méthode résonnante linéaire. La technique de résonance est maintenant couramment utilisée pour obtenir des images électrostatiques ou magnétiques des surfaces. Afin d'éviter un mélange de la topographie, l'image en force électrique ou magnétique est acquise au cours d'un « survol » à altitude constante de la surface. L'estimation de la topographie est faite en mode *tapping*.

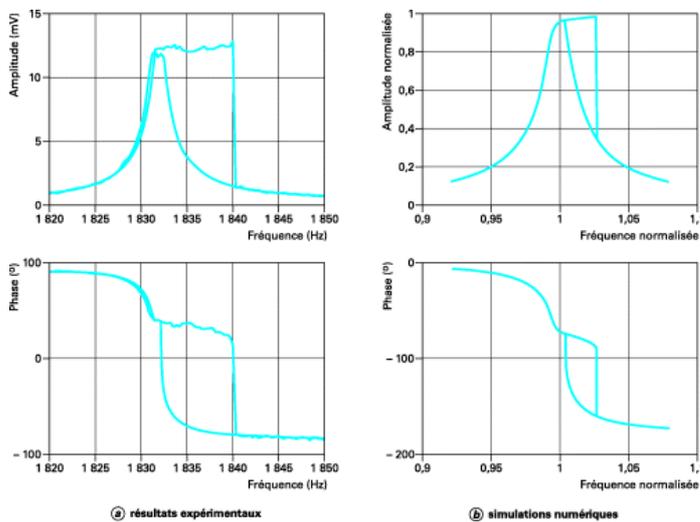


Figure 16 - Évolution de l'amplitude et de la phase de vibration en fonction de la fréquence d'excitation

1.3.2.2 Mode tapping

Si la pointe vibre près de la surface et/ou si son amplitude est grande, une description au premier ordre de l'interaction n'est plus possible. L'oscillateur est non linéaire et on peut s'attendre à des effets particuliers. En pratique, cependant, la déflexion reste quasi sinusoïdale. En fait, à cause du grand facteur de qualité de la résonance, les non-linéarités n'entraînent pas d'anharmonicités de la réponse, mais vont se manifester dans le type de dépendance de la réponse aux paramètres de commande et d'interaction.

Par exemple, l'interaction (attractive ou répulsive) de la pointe avec une surface, conduisant à un comportement bistable, a été observée expérimentalement et modélisée théoriquement [10]. Dans cette étude, l'amplitude de vibration x est grande. Le point d'équilibre de la pointe oscillante est séparé de la surface par une distance voisine de l'amplitude maximum de l'oscillation libre de la pointe à la résonance du levier ($x = h$).

En balayant la fréquence d'excitation autour de la fréquence de résonance, une hystérésis est observée (figure 16a). Dans le domaine de fréquence juste au-dessus de la fréquence de résonance, il existe deux états stables d'oscillation : un état d'amplitude haute est observé lorsque la fréquence d'excitation augmente ; en revanche, lorsque la fréquence d'excitation diminue, on observe un état d'amplitude basse. La pointe apparaît « piégée », par la surface de l'échantillon, dans un état d'amplitude haute lorsqu'elle s'approche du contact. Remarquons que la pointe n'est pas collée à la surface, ce qui entraînerait une amplitude nulle.

En reprenant l'équation du mode résonnant linéaire et en supposant que $f[x]$ correspond à un simple choc

$$f[x] = \frac{g(x-h)}{[(x-h)^2 + a^2]^3}$$

impulsionnel répulsif de type $f[x] = \frac{g(x-h)}{[(x-h)^2 + a^2]^3}$, une simulation numérique (figure 16b) reproduit, à la fois en amplitude et en phase, le comportement bistable observé expérimentalement.

Pour un choc attractif, la simulation prédit le même phénomène, l'état d'amplitude haute apparaissant alors au-dessous de la fréquence de résonance. Le « piégeage » n'est donc pas une conséquence du signe de $f[x]$.

Des modèles analytiques plus élaborés rendent compte de ces effets, ainsi que de la génération de sous-harmoniques ou de mouvements chaotiques, comme dans le cas général des systèmes non linéaires. Toutefois, le modèle simple analysé ci-avant suggère, lors de l'utilisation du mode *tapping*, de travailler à une fréquence juste au-dessous (resp. au-dessus) de la fréquence de résonance de la pointe pour une interaction répulsive (resp. attractive).

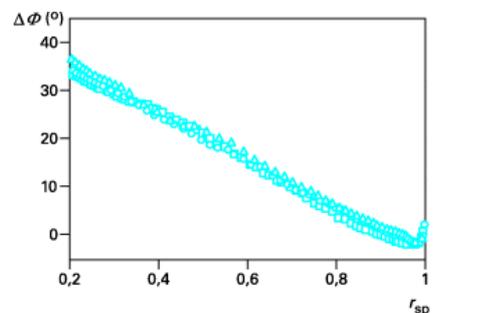
Si maintenant la fréquence d'excitation du *cantilever* est fixée, et l'amplitude d'oscillation maintenue constante, l'enregistrement de la différence entre l'angle de phase du signal d'excitation et la déflexion du levier peut être utilisée pour obtenir une information sur les processus de dissipation intervenant au contact avec la surface étudiée. Deux voies sont *a priori* considérées pour la dissipation d'énergie : l'amortissement visqueux et l'énergie d'adhésion. Une modélisation de ces effets et la comparaison avec l'expérience peut être consultée [11]. Nous donnons sur la figure 17, à titre d'exemple, une étude effectuée sur trois matériaux élastomères (polydiméthylsiloxane de différentes densités) dont seul le module élastique varie [12]. En appelant A_0 l'amplitude libre d'oscillation du *cantilever* et A_{sp} l'amplitude asservie en mode *tapping*, on définit le rapport :

$$r_{sp} = \frac{A_{sp}}{A_0}$$

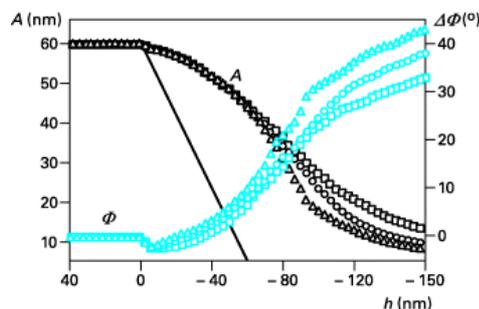
Remarquons que A_{sp} résulte de la distance pointe-échantillon à l'équilibre (h) plus la déformation de l'échantillon à l'impact (δ). Pour deux échantillons, 1 et 2, de modules d'Young différents, on a donc : $A_{sp} = h_1 + \delta_1 = h_2 + \delta_2$. La déformation δ est moindre dans le matériau le plus dur (1 par exemple) et donc $h_1 > h_2$. Le changement de distance compense les contributions associées aux différents modules d'Young. Il en résulte que dans le mode *tapping*, les changements de phase sont indépendants des variations de module d'élasticité [13].

Sur la figure 17a sont tracés les écarts de phase ($\Delta\Phi$) observés en fonction de r_{sp} pour les trois matériaux élastomères étudiés. $\Delta\Phi$ est sensiblement linéaire en fonction de r_{sp} , les trois courbes se recouvrent à 3° ou 4° près (erreur expérimentale). Aucun contraste n'est observé dans l'image de phase, en accord avec la description schématisée faite ci-avant. Toutefois, pour rendre compte plus précisément de l'indentation, il est intéressant de comparer l'amplitude et la phase en fonction de la distance h entre la base du *cantilever* et la surface de l'échantillon.

C'est ce qui est fait sur la figure 17b : il est apparent que les réponses en amplitude et en phase, pour les trois matériaux, sont identiques pour $h > 75$ nm mais deviennent clairement distinctes au-delà.



(a) écart de phase



(b) écart de phase et amplitude

Figure 17 - Étude en mode tapping de trois élastomères

Ce dossier se trouve dans :

- [Accueil](#) > [Bases Documentaires](#) > [Mesures - Analyses](#) > [Mesures mécaniques et dimensionnelles](#) > [MESURES DIMENSIONNELLES](#) > [Microscopie à force atomique \(AFM\)](#) > [Instrumentation et modes de fonctionnement](#)

La droite en trait plein est l'amplitude attendue sur une surface parfaitement rigide ($\delta = 0$). On voit que les amplitudes expérimentales se situent au-dessus de cette droite et que la courbe correspondant au matériau le plus rigide (triangles) en est la plus proche pour $h < -75$ nm.

1.3.3 Mode thermique

De façon générale, le mode thermique utilise les composantes du microscope AFM :

- ▶ la pointe comme détecteur de température en champ proche ;
- ▶ une source de chaleur qui peut être externe (radiation électromagnétique), interne (une région chaude dans l'échantillon) ou encore la pointe elle-même ;
- ▶ un transducteur de force sous forme d'un *cantilever* dont la déflexion mesure la force qui s'exerce entre la sonde (thermique) et l'échantillon ;
- ▶ un ou plusieurs systèmes d'asservissement, en particulier une contre-réaction de force ou une contre-réaction thermique.

Une description générale de ce mode de fonctionnement peut être trouvée dans l'article de revue de H.M. Pollock et A. Hammiche [14].

Glossaire : [Top](#) | [A](#) | [B](#) | [C](#) | [D](#) | [E](#) | [F](#) | [G](#) | [H](#) | [I](#) | [J](#) | [K](#) | [L](#) | [M](#) | [N](#) | [O](#) | [P](#) | [Q](#) | [R](#) | [S](#) | [T](#) | [U](#) | [V](#) | [W](#) | [X](#) | [Y](#) | [Z](#)

Sur Techniques de l'Ingénieur, retrouvez tous les articles scientifiques et techniques - base de données - veille technologique - documentation technique.

[Construction](#) | [Énergie](#) | [Environnement](#) | [Génie industriel](#) | [Matériaux](#) | [Mesures - Analyses](#) | [Mécanique](#) | [Nanotechnologies](#) | [Procédés Chimie Bio Agro](#) | [Sciences fondamentales](#) | [Technologies de l'information et de la communication](#) | [Archives](#)