

Microscopie à Force Atomique (AFM) en Master 2 Nanosciences

Alexandre Dazzi, Université Paris-Sud, Laboratoire de Chimie Physique, PMIPS
bâtiment 201-P2, Orsay
Alexandre.dazzi@u-psud.fr

Introduction

La spécialité de Master Nanosciences est ouverte aux étudiants depuis la rentrée 2010. Elle est cohabilitée par plusieurs établissements d'enseignement et de recherche d'excellence qui ont décidé de se regrouper pour proposer une offre de formation unique dans le domaine : l'université Paris Sud 11, l'Institut d'Optique Graduate School, l'École Normale Supérieure de Cachan, l'École Polytechnique, l'École Centrale Paris, Supélec et l'Université de Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines. Cette formation s'adresse aux étudiants ayant validé l'équivalent de 60 ECTS en physique, sciences des matériaux, sciences de l'ingénieur et chimie en France ou à l'étranger.

Au sein de cette formation est proposé un enseignement de tronc commun articulé autour de la microscopie pour les nanosciences. Cet enseignement comporte des cours et des travaux pratiques, qui sont la composante forte du M2. Il existe deux parties distinctes en microscopie : la microscopie électronique (MEB, MET, etc.) et la microscopie de champ proche (STM, AFM). Tous les étudiants de la formation auront donc eu au minimum 6h de TP AFM. Nous avons également mis en place un module de microscopie avancée pour proposer aux étudiants d'autres techniques de microscopie champ proche (AFM pour la biologie, SThM, MFM, voir plus loin). La mise en place des travaux pratiques a été possible grâce aux crédits accordés par l'appel d'offre Nanoinnov soutenu par le CNFM. Le laboratoire de Chimie Physique qui accueille les travaux pratiques d'AFM a fourni le mobilier et les salles d'expériences.

Le but des travaux pratiques de microscopie à force atomique est de former les étudiants de Master aux techniques de microscopie pour les nanosciences. Le microscope à force atomique est l'outil de microscopie champ proche le plus utilisé que ce soit dans les laboratoires pour des applications très spécifiques ou par les industriels pour l'analyse des surfaces par exemple. Ce microscope est assez facile d'utilisation et permet d'étudier n'importe quel type de surface. Les travaux pratiques sont donc articulés autour de deux phases, la première est de familiariser les étudiants avec les notions de force et topographie, la deuxième est d'utiliser le mode tapping pour visualiser et mesurer des objets nanométriques. En ce qui concerne le module avancé, il comporte une partie de cours sur les techniques thermiques de mesure en AFM et le mode de fonctionnement des mesures magnétiques. Puis les étudiants auront 3 séances de 4h sur chaque type d'AFM (MFM, SThM, AFM pour la biologie).

1) Déroulement des travaux pratiques du tronc commun

Les travaux pratiques se déroulent sur deux séances de 3h chacune. Chaque séance comporte l'étude d'un mode de fonctionnement de l'AFM, la première concerne le mode de fonctionnement statique (mode contact) et la deuxième concerne le mode de fonctionnement dynamique (mode tapping).

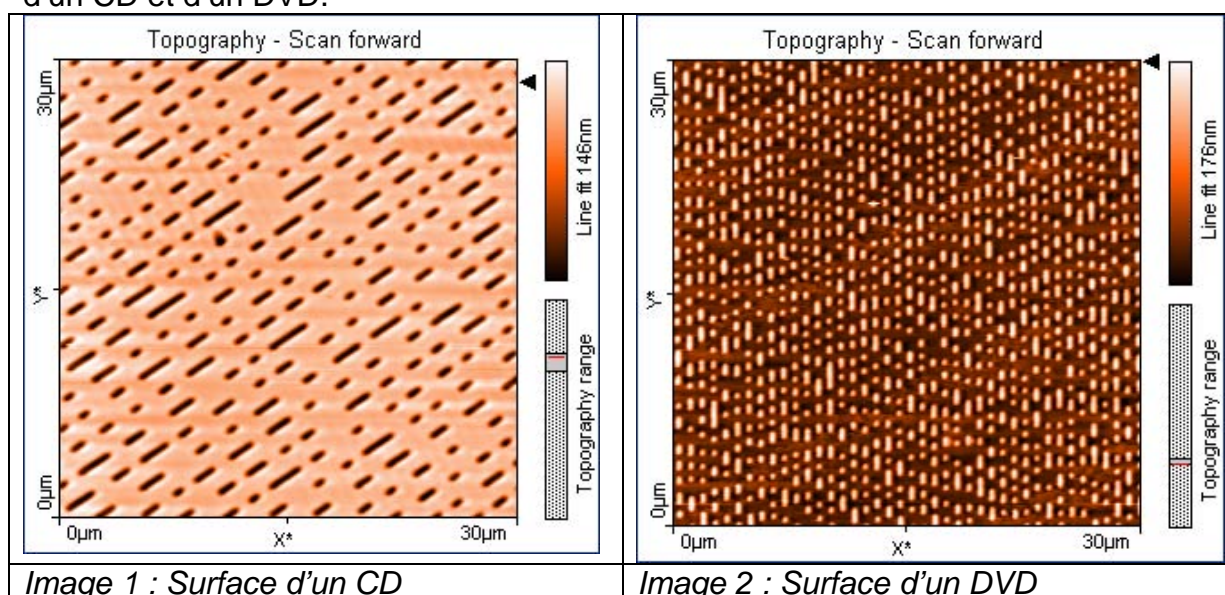
A) Description du mode statique

1) Prise en main de l'AFM

Les étudiants commencent leur apprentissage par l'optimisation des réglages du microscope. Ils effectuent eux-mêmes l'approche du levier vers la surface, puis découvrent les différents paramètres de contrôles du microscope en imagerie à force constante, comme les réglages des gains de la boucle d'asservissement, le réglage de la correction de parallélisme pour ensuite obtenir une image la plus proche possible de la réalité. En effet, nous insistons sur un point extrêmement important en microscopie de champ proche, c'est que l'image obtenue dépend fortement de l'utilisateur. Il est donc nécessaire de tester tous les paramètres pour vérifier que l'image sur l'écran n'est pas un artéfact, en visualisant par exemple systématiquement les images aller et retour, ou en étudiant le signal d'erreur.

2) Étude d'un CD et DVD

Une fois que les étudiants ont acquis ces notions, ils changent d'échantillons et doivent étudier 2 types de surfaces. La première est une surface de CD, côté polycarbonate (plastique) et l'autre est une surface de DVD, côté métal. Ces deux surfaces sont issues de support pressés, c'est à dire que les données ont été fabriquées par un industriel (sous presse) et non pas avec un système de gravure optique (comme le DVD-R ou +R). Les étudiants doivent étudier les deux supports et chercher les différences. Les images 1 et 2 représentent respectivement des images d'un CD et d'un DVD.



Il apparaît nettement que la surface du DVD est plus dense en informations que celle du CD. En mesurant les dimensions des plots qui codent l'information et les distances entre les pistes, les étudiants doivent calculer le rapport de compacité, c'est à dire le gain surfacique entre un DVD et un CD et comparer ce résultat avec le gain correspondant à la taille mémoire (4,7 Go/0,7 Go). De plus en mesurant la hauteur des plots, ils doivent retrouver la longueur d'onde de la diode laser utilisée pour la lecture. Nous invitons les étudiants à également chercher comment fonctionne une tête de lecture.

3) Étude des courbes de forces

Pour comprendre le fonctionnement d'un AFM, il est indispensable de comprendre une courbe de force. Cette courbe représente comment la force appliquée à la pointe va agir sur le levier du microscope. D'une manière générale, le levier se comporte comme un ressort dont la constante de raideur est très faible, de 0,1 N/m à 0,03 N/m selon les constructeurs. De cette manière, lorsqu'on applique une force sur la pointe, c'est le levier qui se déforme et non pas la surface ou la pointe. Tout se passe comme une compétition entre la raideur de contact entre la pointe et la surface et la raideur du levier. Dans la mesure où les échantillons étudiés sont assez rigides, il n'y a pas de dégradation de la surface et c'est la déformation du levier que l'on mesure. L'image 3 représente une courbe de force typique obtenue dans l'air.

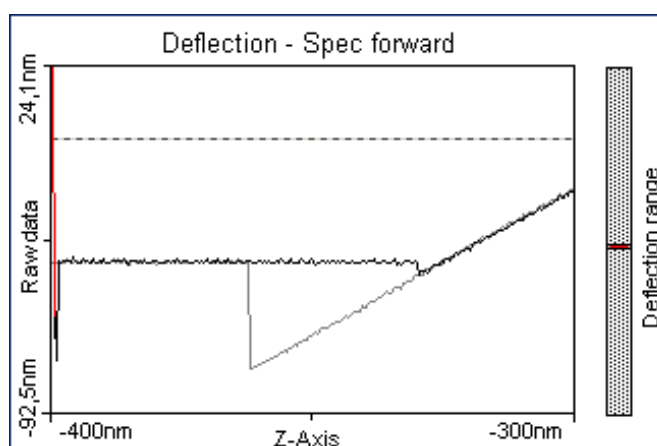


Image 3 : Courbe de force sur silicium ($k=0,1$ N/m)

On peut remarquer la présence d'un cycle d'hystérésis assez important (quelques nN) qui démontre ici la présence d'un film d'eau sur la surface. Dans la mesure où on travaille dans l'air, on constate qu'il n'est pas possible de travailler avec des forces attractives. Dès que la pointe s'approche de la surface, un ménisque se forme et précipite la pointe dans la surface. Dans ces conditions, le seul mode de fonctionnement en statique est le mode contact. Les étudiants doivent à partir de ce graphe représenter la forme du levier aux différentes zones de la courbe et déduire la valeur de la force de capillarité.

B) Description du mode tapping

Le mode dynamique nécessite la compréhension de notions associées aux oscillateurs harmoniques et aux oscillateurs non linéaires. Les étudiants apprennent à passer en mode dynamique et à chercher le mode de résonance du levier. Ensuite ils définissent la fréquence de travail pour travailler en mode « tapping ».

1) *Étude de HOPG et d'agrégats d'argent.*

Dans cette partie les étudiants doivent réaliser des images de surface de graphite. Les étudiants doivent mesurer la hauteur des marches observées et à l'aide d'un simple calcul tenteront de retrouver le nombre de feuillets de graphite correspondant. Puis ils doivent sélectionner une zone où le dépôt d'agrégats d'argent a été réalisé. Une fois cette zone localisée, ils doivent imager les agrégats en essayant d'adapter au mieux l'amplitude des oscillations. Les mesures de la taille des agrégats sont ensuite comparées avec des images MEB du même échantillon.

2) *Étude de billes de polystyrène*

Pour illustrer l'intérêt du mode tapping, les étudiants analysent ensuite un échantillon de billes de polystyrène déposé sur une surface de verre. L'idée de ce travail est d'abord d'imager les billes en mode tapping et d'imager la même zone en mode contact. De cette manière, ils pourront constater que l'image en mode contact ne donne rien et qu'il est impossible de voir les billes. En repassant en mode tapping, ils confirmeront que la zone scannée en mode contact est complètement vidée des billes et que l'utilisation du mode contact ne peut se faire que si les objets sur la surface sont solidement fixés.

2) Module microscopie avancée

Un cours de 3h sur la mesure magnétique et la mesure thermique par la pointe AFM sera dispensé pour à la fois formaliser les notions physiques et pour faire le lien avec les travaux pratiques. On présentera également les différents modes de fonctionnement pouvant exister ainsi que leur limitation.

A) Magnetic Force Microscope

L'AFM magnétique est un aspect intéressant du développement des AFM. La fonctionnalisation de la pointe est la clé des développements permanents de ce microscope. Pour réaliser ces mesures, on utilise donc des pointes spécifiques en Ni-Co pour leur propriété magnétique. Généralement le mode utilisé est le mode dynamique en double passage. L'AFM fait déjà l'acquisition d'une image de la surface à étudier en mode tapping. Cette image est stockée en mémoire. Puis la pointe AFM décolle de la surface à une centaine de nanomètres et pendant le nouveau balayage reproduit les variations de hauteur mémorisées. Simultanément les variations d'amplitude de l'AFM sont enregistrées et imagées. Les images ainsi obtenues correspondent généralement aux variations de champ magnétique sous la

pointe. Au final, il est possible d'obtenir une cartographie des variations de champ magnétique à l'échelle nanométrique.

B) Scanning Thermal Microscope

L'AFM thermique est une vraie révolution au niveau des mesures thermiques. Il existe maintenant de nombreux appareils commerciaux permettant des mesures de température avec une résolution de 100 nm et une sensibilité de 0,1 K. Dans ce TP nous insisterons sur les mesures physiques possibles, la gamme de sensibilité permise et l'imagerie de conductivité thermique. Dans un premier temps nous étudierons comment par l'analyse d'approche-retrait on peut distinguer un conducteur d'un isolant. Ensuite nous tenterons d'imager un nanotube enrobé dans de la résine par son contraste thermique. Nous envisageons également de caractériser un dispositif électronique par son rayonnement thermique dû à l'effet Joule. Les exemples abordés dans ce TP seront choisis pour illustrer au mieux les performances d'un tel outil.

C) AFM pour la biologie

L'AFM en milieu liquide est un système qui est maintenant proposé par tous les constructeurs de microscope champ proche. L'engouement de ces industriels pour la biologie a finalement permis de disposer de systèmes robustes et capables d'imagerie en milieu liquide sur des objets aussi fragiles que des cellules ou des bactéries. Dans ce TP, nous proposerons aux étudiants d'imager différentes souches de bactéries possédant des formes bien particulières et identifiables. Il s'agit de *Lactococcus lactis* (bactéries des fromages en forme de sphère), de *Rhodobacter* (bactérie pourpre en forme de bâtonnet) et de *Streptomyces* (bactérie filamenteuse utilisée pour la production d'antibiotique). Les étudiants apprendront à faire leur dépôt sur lamelle de verre et à imager les bactéries dans leur milieu de culture sans les détruire, à la fois en mode contact et tapping. La grande difficulté de ce TP est de trouver les paramètres de balayage adéquats pour obtenir des images correctes.

CONCLUSION

Ces travaux pratiques permettent aux étudiants de se former à la microscopie AFM sur les deux modes de fonctionnement les plus couramment utilisés, le mode « contact » et le mode « tapping ». Les différents échantillons permettent d'aborder des notions de physique simples et des comportements assez courants en imagerie AFM. Le module avancé va leur permettre de découvrir les autres possibilités qu'offre un AFM et ne pas se limiter qu'à la mesure de topographie. Les mesures physiques possibles avec un tel instrument ne sont limitées que par l'imagination des chercheurs et des industriels. La grande versatilité de l'AFM fait de lui un outil unique pour les nanosciences et ce qui lui donne une place importante au sein de notre enseignement.