

La microscopie à force atomique permet d'imager des surfaces à l'échelle nanométrique. Dans un premier temps, nous commencerons par présenter l'AFM et les différents modes de fonctionnement, puis on finira par décrire les applications dérivant de ces modes.

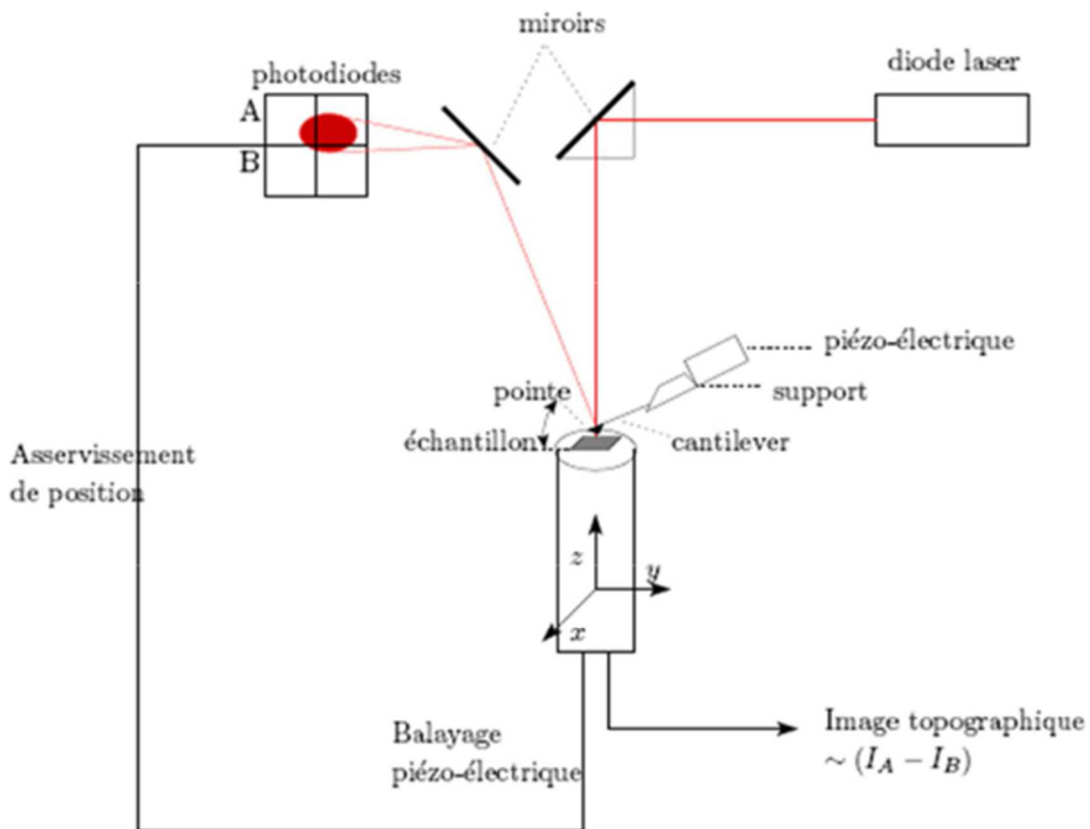
### Principe de fonctionnement de l'AFM :

Le principe de l'AFM est de balayer la surface d'un échantillon, à l'aide d'une pointe effilée (de l'ordre du nanonewton) pour réaliser une image en 3 dimensions, grâce à un laser et à un système d'asservissement par des actionneurs piézo-électriques permettant d'exécuter des mouvements avec une précision et une exactitude à l'échelle atomique.

### Description de l'appareil :

L'AFM est constitué : d'une **pointe** très fine (apex de qq nanomètres de rayon de courbure : 10 nm après usure) positionnée à l'extrémité d'un micro-levier flexible, d'un **cantilever** (proche de la surface de l'échantillon). L'échantillon est placé sur une platine de déplacement et le **tube piézoélectrique** permettant un balayage en X, Y, grâce à un scanner. Par ailleurs, un autre scanner et une boucle de rétroaction permet d'ajuster finement la distance pointe-échantillon et sont utilisés pour asservir l'amplitude de vibration du cantilever. Dans ce dernier cas, on peut faire vibrer le cantilever grâce à une pastille piézo-électrique en contact avec son support. Une **cloche métallique** permet d'isoler le système du bruit acoustique et une **table anti-vibration** protège des autres vibrations environnantes.

La déformation du micro-levier (cantilever), en déflexion, en torsion, ou en flexion sous l'action de forces d'interactions, est mesurée par la déviation d'un faisceau **laser** réfléchi par un système de miroirs (limite de détection du laser 1 Å) et par l'extrémité des cantilevers et collecté sur une **diode photoélectrique** segmentée en quatre cadrans. L'AFM permet de mesurer les forces exercées par la surface sur la pointe (de l'ordre du nanonewton).

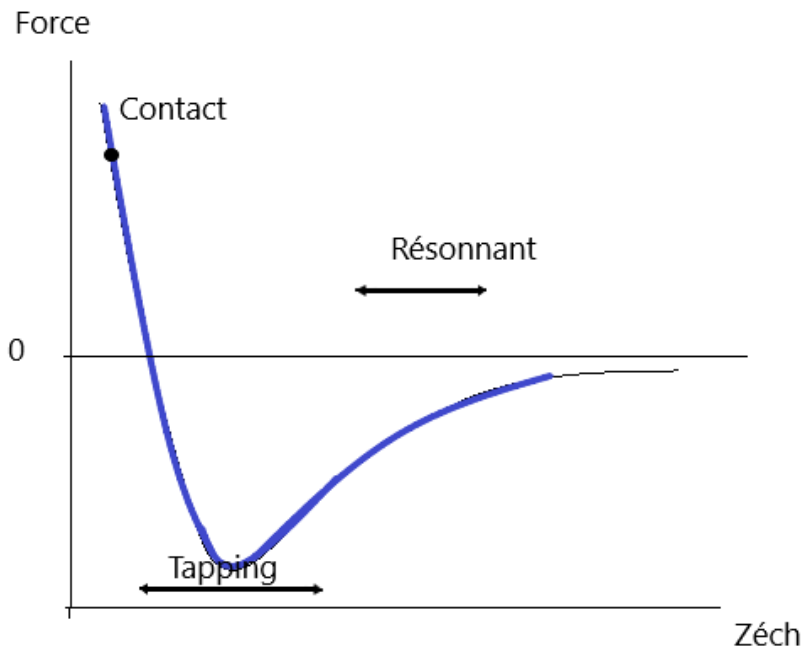


*Schéma de principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique*

Selon la situation, les forces qui sont mesurées en AFM comprennent les forces de contact mécanique, les forces de van der Waals, les forces capillaires, les forces électrostatiques, etc. figurant dans le tableau suivant.

Forces d'interaction	Distance pointe-échantillon	Plage de <b>force correspondante</b>
Sans interactions	10 – 100 $\mu\text{m}$	0 nN
Interactions longue portée ou Forces électrostatiques (attractives ou répulsives)	0,100 - 1 $\mu\text{m}$	<b><math>\pm 1 \text{ nN}</math> à <math>\pm 1 \mu\text{N}</math></b>
Forces de tension de surface	10-200nm	<b>100 nN à <math>\pm 10 \mu\text{N}</math></b>
<b>Forces de capillarité (humidité)</b>	<b>50 nm</b>	<b>100 nN à <math>\pm 10 \mu\text{N}</math></b>
Couche d'amortissement de surface	$\sim 10 \text{ nm}$	
Forces de van der Waals (attractives)	<10 nm	<b>100 nN à <math>\pm 10 \mu\text{N}</math></b>
Forces de contact ou forces coulombiennes (répulsives) ou Pauli interactions ou forces mécaniques	$\sim 1 \text{ angström}$	<b><math>\pm 1 \text{ nN}</math> à <math>\pm 10 \mu\text{N}</math></b>

De ces forces d'interaction intervenant à des distances pointes-échantillons différents, il en découle plusieurs modes de mesures (contact, résonnant).



*Représentation pointe-surface de type Lennard-Jones mettant en évidence les forces d'interaction intervenant dans chaque mode*

### **Modes de fonctionnement :**

L'AFM peut fonctionner selon plusieurs modes, en fonction de la nature du mouvement de la pointe AFM (statique ou dynamique) et de la distance entre la pointe et la surface (sans contact ou sans contact intermittent).

Les modes, présentés ici, sont :

- Le mode contact (statique) ;
- Le mode résonnant de type contact intermittent ou mode tapping (oscillant non linéaire) ;
- Le mode résonnant de type sans contact (oscillant linéaire).

### **Mode contact (statique) :**

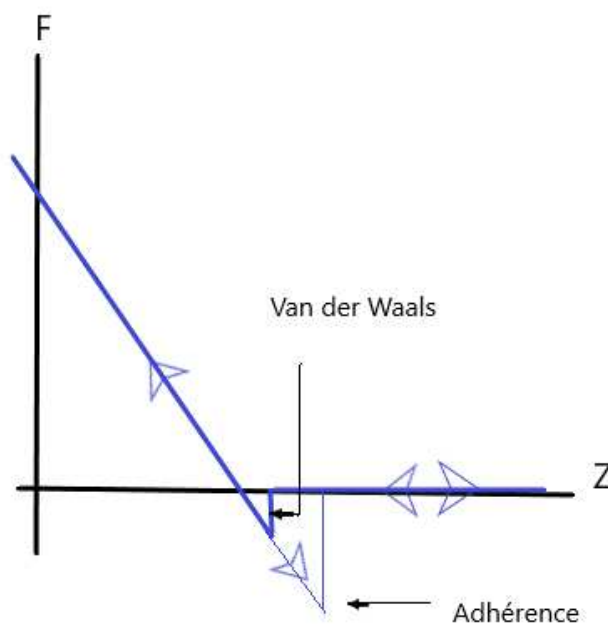
En mode contact, l'apex de la pointe est en contact direct avec la surface, et la force (attractive ou répulsive) agissant entre les atomes de la pointe et l'échantillon, est contrebalancée par la force élastique produite par la déflexion du cantilever.

Le mode contact fonctionne en mode « force constante » ou en mode « distance moyenne constante » (distance entre la sonde et l'échantillon).

- Dans le mode en « force constante », le système de rétroaction (feedback) impose une valeur constante à la déflexion du cantilever, et par conséquent, également à la force d'interaction. Ainsi, la tension de contrôle de la boucle de rétroaction, appliquée au piézoélectrique dans la direction en  $z$ , sera proportionnelle à la topographie de surface de l'échantillon.

- Dans le mode en « distance moyenne constante » (aussi appelé « hauteur constante »), la pointe effectue un balayage à une hauteur moyenne constante au-dessus de l'échantillon. La déflexion du cantilever  $\Delta z$ , proportionnelle à la force appliquée, est enregistrée en chaque point et l'image obtenue en AFM représente la distribution spatiale de la force d'interaction.

Il est généralement possible de suivre, en un point sélectionné de l'échantillon, la déflexion du cantilever en fonction de la distance entre le cantilever et la surface de l'échantillon, par un tracé  $F=f(z)$  (ou courbe approche-retrait), représenté ci-dessous.

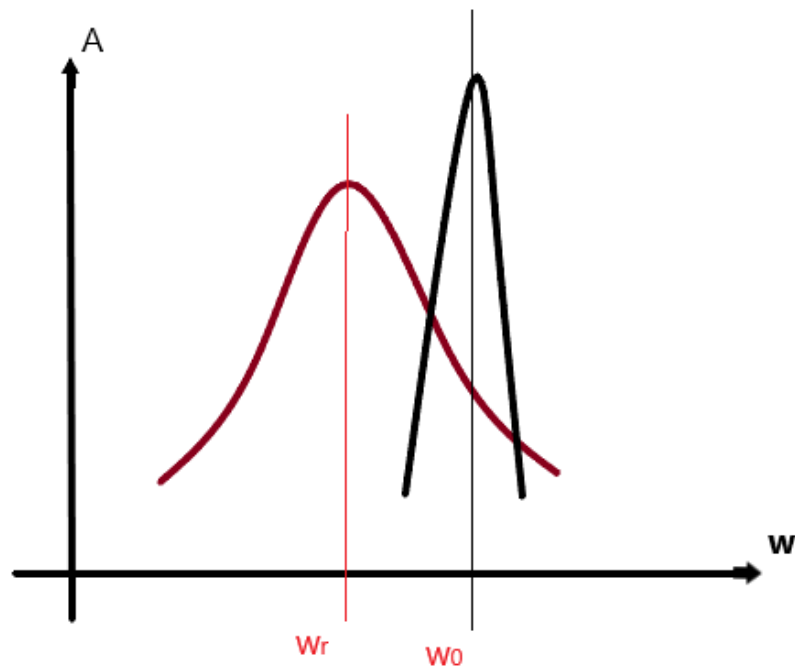


***Courbe approche-retrait***

Les cantilevers utilisés en mode contact présentent une faible rigidité apportant une meilleure sensibilité. Le saut de la pointe vers la surface ne peut être observé que lorsque la constante élastique du cantilever est inférieure au gradient de force maximum. Cela permet d'éviter de casser la pointe et d'endommager l'échantillon.

### **Mode sans contact de la pointe AFM (ou mode résonnant linéaire) :**

Dans ce mode de fonctionnement, le cantilever oscille à sa fréquence de résonance avec une petite amplitude d'oscillation et une distance pointe-surface importante. A l'approche de la pointe à la surface, la fréquence de résonance du cantilever est décalée vers les fréquences plus basses pour une interaction attractive ou vers une augmentation de fréquence pour une interaction répulsive selon la courbe représentée ci-dessous.



***La caractéristique amplitude-fréquence du système (courbe de réponse en rouge) est déplacée vers des fréquences plus basses dans un système dissipatif pointe-échantillon.***

Au contraire, on peut, à partir d'une fréquence d'excitation donnée, modifier l'amplitude des oscillations pour obtenir le gradient de force local. On peut aussi, avec un système de boucle, mesurer en continu la fréquence.

Ce mode sans contact est généralement utilisé pour l'analyse de forces à longue portée (électrique, ...).

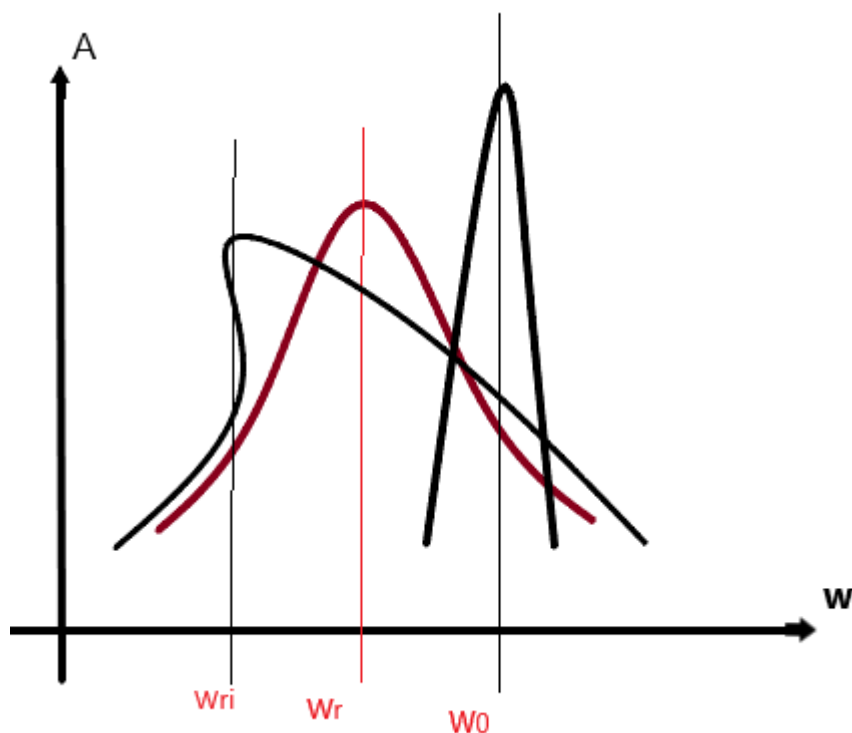
### Mode résonant intermittent de la pointe AFM (ou mode tapping) :

En mode tapping, la pointe n'entre en interaction avec l'échantillon que pendant une fraction de la période de l'oscillation (cela correspond à la zone répulsive dans le diagramme force-distance). Il s'agit donc d'un mode intermittent d'oscillation de grande amplitude et de haute fréquence. Ils sont maintenus constants contrairement au mode dynamique résonant.

En mode tapping (contact intermittent), en plus du décalage de fréquence constaté au mode oscillant sans contact, s'ajoute une déformation du pic de résonance, qui devient asymétrique, au fur et à mesure de l'approche de la surface de l'échantillon.

Au mode sans contact, loin de la surface, la courbe de résonance du cantilever est quasiment celle d'un oscillateur harmonique. Par contre, en mode tapping, aux petites distances, le pic de résonance se déforme et n'est plus symétrique et un effet de multistabilité apparaît. Il faut utiliser un modèle d'oscillateur non linéaire pour décrire le système. D'un point de vue pratique, cette non-linéarité a pour conséquence la possibilité de plusieurs points de fonctionnement stables, en fonction des paramètres d'interaction pointe-surface et de commande (plusieurs amplitudes d'oscillations possibles pour une même fréquence d'excitation).

Cependant, les caractéristiques de ce mode sont similaires à celles d'un mode sans contact : l'amplitude et la phase des oscillations du cantilever dépendent de l'interaction entre la surface de la pointe.



### *Modification des caractéristiques amplitude-fréquence et de la réponse en phase d'un cantilever sous l'influence d'un gradient de force.*

Remarque :

Le déphasage, proportionnel au gradient de force, est positif lorsque la force globale agissant sur la pointe est répulsive, négatif lorsque la force globale est attractive. Ce déphasage nous donne les images en contraste de phase.

A cause de la brièveté du contact (inférieure à la microseconde) et des faibles forces appliquées, ce mode évite l'usure de la pointe et l'endommagement de la surface de l'échantillon.

Le choix de l'amplitude de travail (setpoint) utilisée pour réaliser l'image est donc très important. Une amplitude de travail proche de l'amplitude libre permettra de réaliser des images en faible interaction et donc en évitant le risque de déformation des objets observés. Une amplitude de travail faible devant l'amplitude libre conduit à réaliser des images de plus forte interaction avec une variation de phase sensible aux propriétés physico-chimiques. Ces effets sont renforcés par la durée du contact et donc la nature de l'échantillon.

Les **images d'amplitude et de phase** sont visualisées côte à côte en temps réel avec aussi les images topographiques. Les images d'amplitude AFM permettent de visualiser les variations d'altitude (DZ/DX) et permet de révéler les variations abruptes de faible amplitude. Les images de phase AFM permettent de mesurer les variations liées aux interactions dissipatives entre la pointe et la surface (viscoélasticité, adhésion, contaminant, ...), pour certains échantillons et si l'on a un haut contraste des images de phase. Les zones de bas module d'élasticité apparaissent en noir et les zones de haut module d'élasticité en blanc. Les zones blanches des images topographiques correspondent aux points d'altitudes les plus élevées.

**Applications :**

Les applications de l'AFM dépendent des caractéristiques de la pointe (raideur, fréquence de résonance, géométrie, revêtement, ...) mais aussi du mode de mesure.

	Principe de mesure	Type d'image	Applications
Mode contact	-Déflexion du cantilever -Torsion du cantilever	-Force normale -Spectroscopie de force	-Topographique -Force d'adhésion -Tribologie locale (nano indentation, ...) -Coefficient de frottement
Mode Intermittent	-Oscillation forcée du cantilever avec contact intermittent	-Hauteur en z -Amplitude -Phase	-Topographique, variations d'altitude (DZ/DX) -Composition chimique locale, propriétés viscoélastiques si importants (objets « mous » sur substrat dur, par exemple, ...)
Mode résonnant	-Fréquence de résonance du cantilever sous oscillation forcée	-Détection de pente -Variation de fréquence	-Gradient de forces à longue portée