

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A  
Faculté des Sciences et de la Technologie  
Département Sciences de la Matière

جامعة محمد البشير الإبراهيمي برج بو عريريج  
كلية العلوم والتكنولوجيا  
قسم علوم المادة



# Mémoire de fin d'études

PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLOME DE : LICENCE

Filière : CHIMIE

Option : Chimie Analytique

## THÈME :

# LA MICROSCOPIE À FORCE ATOMIQUE (AFM)

Présenté Par : Bouaoune Sara

Guendouz Salima

Soual Djihed

Soutenu le : 09 / 06 / 2015

Devant le Jury :

Président : S. BOUDJEMAA . S MAA Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.

Rapporteur : M .R . KHELLADI MCA Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.

Examineur : S. SGHIR MAA Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.

Année Universitaire 2014-2015

# Table des matières

<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique</b>	
1. Historique.....	3
2. Généralité .....	5
3. Principe .....	6
4. Domaine d'utilisation des techniques d'analyses microscopiques.....	8
5. Les forces d'interactions.....	9
5.1. Forces de Van Der Waals.....	13
5.2. Forces de répulsion à courte portée.....	13
5.3. Autres forces.....	14
6. Eléments de l'AFM.....	18
6.1. La sonde : pointe et levier.....	18
6.1.1. Paramètres des pointes.....	20
6.1.2. Exemple de caractéristiques : sondes de forme « Poutre ».....	22
6.1.3. Exemple de caractéristiques : sondes de forme « Triangle ».....	22
6.2. La chaîne de détection.....	23
6.3. L'émission : le laser.....	23
6.4. La réflexion : le dos de la pointe.....	23
6.5. La détection : le détecteur 4 quadrants.....	24
6.6. Le système de balayage : le scanner.....	25
6.7. Système de contrôle : Paramétrage, consignes, visualisation.....	26
<b>Chapitre II : LES MODES ET L'APPLICATIONS DE L'AFM :</b>	
1. Les différents modes de travail utilisés.....	27
1.1. Le mode contac .....	28
1.2. Le mode tapping.....	29
2. Les applications d'un AFM .....	30
3. Les avantages et les inconvénients de l'AFM.....	31
3.1. Les avantage.....	31
3.2. Les inconvénients.....	31
4. Exemples des images par AFM.....	32
4.1.Couches minces .....	32
4.1.1. Couches métalliques .....	32
4.1.2. Alliages.....	32

Alliage Cu-Ni.....	33
4.1.3. Semi-conducteur.....	33
4.1.3.1. Couche d'oxyde de zinc (ZnO).....	34
4.1.3.2. Couche d'oxyde de cuivre (Cu <sub>2</sub> O).....	35
4. 2. Topographie de quelque surface.....	37
4.2.1. Verres.....	38
4.2.2. polymère.....	38
4.2.3. céramique.....	39
<b>Références</b> .....	<b>40</b>
<b>Conclusion</b> .....	<b>43</b>

Liste des figures

Chapitre I

**Figure I.1** : G. Binnig, physicien ayant participé à l'élaboration des STM et AFM et Prix Nobel de Physique 1986 avec Heinrich Rohrer et Ernst Ruska.....4

**Figure I.2** : Premier microscope à force atomique (~15x15x15 cm) (Science Museum Londres....5

**Figure I.3** : Schéma de principe d'un microscope à force atomique.....6

**Figure I.4** : (a) et (b) Principe de l'AFM et(c) photo d'un appareil commercial.....7

**Figure I.5** : Domaine d'utilisation des microscopies.....8

**Figure I.6** : Le potentiel décrit est connu sous le nom de potentiel de Lennard Jones.....10

**Figure I.7** : Courbe de force .....11

**Figure I.8** : Les principales forces d'interaction .....12

**Figure I.9** : Topographie de la surface de l'échantillon à courte portée.....14

**Figure I.10** : Interaction entre une pointe ferromagnétique et un échantillon magnétique.....15

**Figure I.11** : La résolution latérale du MFM est de l'ordre de 10 nm... .....15

**Figure I.12** : Interaction électrostatique entre la pointe et un échantillon.....16

**Figure I.13** : Interaction capillaire entre la pointe et un échantillon.....17

**Figure I.14** : Diagramme de force capillaire (nN) en fonction de la distance (nm).....17

**Figure I.15** : Pointe Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> conique d'un AFM, le trait indiqué représente une distance de 1µm...18

**Figure I.16** : Exemple de leviers de pointe AFM et support de pointe.....19

**Figure I.17 et I.18** : Images de microscopie électronique à balayage : levier, la poutre .....20

**Figure I.19** : Pointe aimantée .....21

**Figure I.20** : Paramètre de sonde forme poutre.....21

**Figure I.21** : Sondes de forme « Poutre ».....22

**Figure I.22** : Sondes de forme « Triangle ».....22

**Figure I.23** : Spot laser sur le détecteur 4 quadrants.....23

**Figure I.24** : Analyse complète de la déflexion et de la torsion du cantilever.....24

**Figure I.25** : Système de détection.....24

**Figure I.26** : Principe des scanners piézoélectriques anciens (a) et récents (b) .....25

**Figure I.27** : Exemple de platine de translation XY.....25

**Figure I.28** : Exemple de vérins piézoélectriques précontraints.....26

**Figure I.29** : Système complet d'AFM.....26

**Chapitre II**

**Figure II.1** : Première approche de la définition des domaines des différentes modes de l'AFM à l'aide d'un potentiel de Lennard-Johns.....27

**Figure II.2** : Interaction pointe-surface en mode contact.....28

**Figure II.3** : Interaction pointe-surface en mode tapping .....29

**Figure II.4** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  et 30 nanomètre, sous la forme d'oligomère adsorbée sur l'Alliage Cu-Ni surface.....33

**Figure II.5** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  et 19 nm de Couche d'oxyde de zinc.....34

**Figure II.6** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  et 1.31  $\mu\text{m}$  de Couche d'oxyde de cuivre type n sous la forme d'Hexagonal. ....35

**Figure II.7** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $2.5\mu\text{m} \times 2.5\mu\text{m}$  et 1636.40 nm de Couche d'oxyde de cuivre type P sous la forme cubique.....36

**Figure II.8** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$  et 26.06 nm de Couche de verre sous la forme rayures horizontales.....37

**Figure II.9** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$  et 20 nm de Couche Polymère sous la forme tôle laminée avec des cylindres.....38

**Figure II.10** : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$  et 85 nm de Couche céramique sous la forme.....39

**Liste des tableaux**

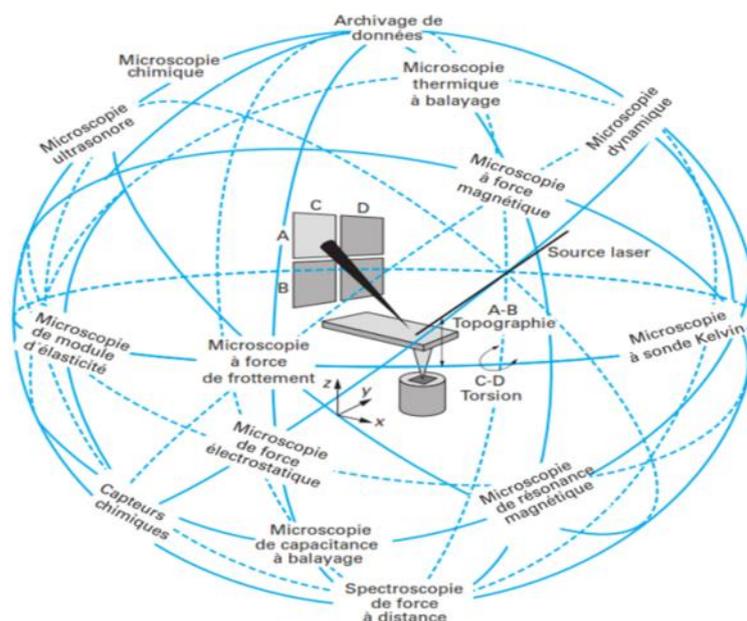
**Tableau I.1** : caractéristiques des sondes .....20

## Introduction

Dès le début du XVII<sup>ème</sup> siècle, les scientifiques sont parvenus à observer des échantillons de petites tailles à l'aide de lentilles optiques. Puis après les appareils optiques et électroniques à faisceau fixe sont apparus les microscopes à balayage en réflexion et en transmission et les microscopes à champ proche: à effet tunnel et force atomique. Aujourd'hui, ces techniques permettent d'observer des objets à l'échelle atomique. La microscopie en champ proche regroupe trois techniques principales qui sont la microscopie à effet tunnel (STM), la microscopie à force atomique (AFM) et la microscopie optique en champ proche (NSOM).

Ces microscopies ont pris une importance de plus en plus grande dans le domaine des nanotechnologies. Cet essor est notamment dû à la capacité de ces techniques à imager la morphologie et la microstructure des surfaces depuis l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle moléculaire ou atomique. Dans des domaines variés que la physique, la chimie ou la biologie, l'AFM. Ce type de microscope permet de rendre compte de la topographie de surface d'un échantillon avec une résolution idéalement atomique. L'AFM sera utilisé à des fins topographiques. Nous en extrairons des informations telles que la morphologie des cristaux, leur taille, etc....

L'AFM est un instrument de profil à haute résolution qui permet d'analyser la surface d'un matériau rigide, cette microscopie est suffisamment sensible pour détecter les forces aussi faibles que les interactions de van der Waals. Elle est basée sur la sensibilité aux forces interatomiques s'exerçant entre les atomes de la pointe d'une sonde servant de mesure et ceux de la surface à étudier, les variations de cette force sont détectées par réflexion d'un faisceau laser sur la lame supportant la pointe. Ce projet présente plus spécifiquement le microscope à force atomique avec lequel la topographie d'un échantillon peut être observée en 2 et 3 dimensions.



*Techniques de détection locale et de microscopie de type AFM.*

Dans le premier chapitre, nous avons tout d'abord essayé de faire une étude sur la généralité et le principe de microscope à force atomique (AFM).

Nous avons vus aussi le plus grand domaine d'utilisation, les forces d'interactions de plus de ses autres forces, et les différents éléments de l'AFM.

Dans le Deuxième chapitre, l'étude basée sur les différents modes de travail, et l'application de l'AFM.

Ensuite, il y a des exemples des images par AFM (couches minces et topographie de quelques surfaces ex : verres, polymère, céramique).

Enfin, nous terminons ce mémoire par une conclusion.

## I.1. Historique

XVII<sup>ème</sup> siècle: Anton van Leeuwenhoek (Pays-Bas), reconnu comme un précurseur de la microscopie optique fabrique son microscope personnel [1].

1932: Ernst Ruska (Allemagne) (Nobel physique 1986) et Max Knoll conçoivent le premier microscope électronique en transmission (MET) dont la résolution est de quelques dizaines de nm. Aujourd'hui un MET atteint une résolution spatiale de 1 à 2 Å si l'échantillon est très mince:  $\sim 1\mu\text{m}$  ou moins. Un faisceau d'électrons accéléré par une ddp de  $\sim 10$  à  $\sim 400$  kV traverse un échantillon. Les images sont observées en mode diffraction ou en mode image [2].

1938 apparait le 1er microscope électronique à balayage (MEB ou SEM scanning electron microscope).

La lentille électronique focalise les électrons sur une zone très réduite de l'échantillon. Les électrons incidents sur la surface forment des électrons secondaires, rétrodiffusés, des électrons Auger et des rayons X.

1968 apparait le microscope à balayage en transmission (STEM) qui exige des échantillons très minces ( $0,5\mu\text{m}$  à  $100$  kV pour les matériaux légers) Actuellement, les microscopes à balayage peuvent fonctionner avec des tensions d'accélération très basses, parfois  $< 1\text{kV}$ , pour étudier des surfaces.

En 1981, Gerd Binnig (Allemagne) et Heinrich Rohrer (Suisse) (Nobel Physique 1986) conçoivent le microscope à effet tunnel (STM pour Scanning Tunneling Microscope).

Une pointe métallique conductrice de dimension monoatomique se déplace à une distance de  $\sim 1\text{nm}$ , au-dessus d'un échantillon conducteur d'électricité. Les nuages électroniques de la pointe et de la surface se mélangent et selon les explications de l'effet tunnel en mécanique quantique, les électrons traversent une barrière de potentiel.

L'application d'une tension de  $\sim 1\text{V}$  permet le passage par effet tunnel des électrons et d'un courant électrique, courant tunnel, d'autant plus intense que la distance est petite.

Ce microscope permet de connaître atome par atome, la topographie d'une surface en conservant une intensité constante du courant et donc une distance constante entre la pointe et l'échantillon. Il appartient à la catégorie des microscopes à champ proche [3].

En 1986, une méthode dérivée du STM apparait: le microscope à force atomique (AFM) de Gerd Binnig, Calvin Quate et Christoph Gerber [4].

## Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique

---

Il permet d'étudier les surfaces non conductrices de courant à l'aide d'une microscopie de forces mesurant les forces d'interaction entre la pointe et la surface de l'échantillon. La détection du relief se fait à l'aide d'un rayon laser réfléchi sur le levier qui supporte la pointe.

L'AFM est un microscope a champ proche.



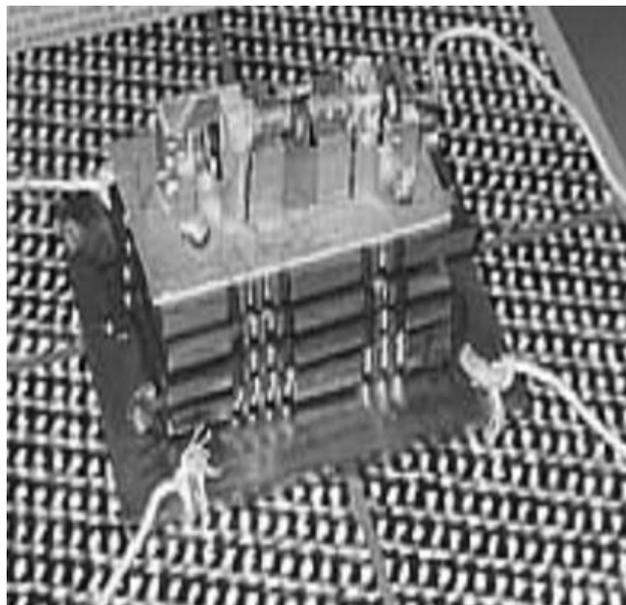
*Figure I.1 : Gerd Binnig, physicien ayant participé à l'élaboration des STM et AFM et Prix Nobel de Physique 1986 avec Heinrich Rohrer et Ernst Ruska [4].*

## I.2. Généralité

L'invention du microscope à effet tunnel par Binnig et ses collaborateurs ; prix Nobel de physique en 1986, est à l'origine d'une nouvelle famille de microscopes, dite à champ proche ou à sonde locale. ces microscopies représentent des outils puissants pour étudier les propriétés de surface des échantillons .leur principe commun consiste à balayer la surface d'un échantillon avec une sonde à une distance de l'ordre du nanomètre et à déterminer , point par point , la valeur d'une grandeur physique qui peut être , par exemple : un transfert d'électrons ( microscope à effet tunnel ) un flux de photons ( microscope à champ proche optique ) ou une force d'interaction (microscope à force atomique ou AFM pour Atomic force microscope ) [4] .

L'AFM, utilisé à l'air dans le vide, permet d'obtenir une résolution atomique sur des échantillons cristallins, mais son développement en biologie structurale vient de sa capacité à fonctionner en milieu liquide. Il permet d'observe la surface d'échantillons biologiques, qui vont de structures biologiques complexes.

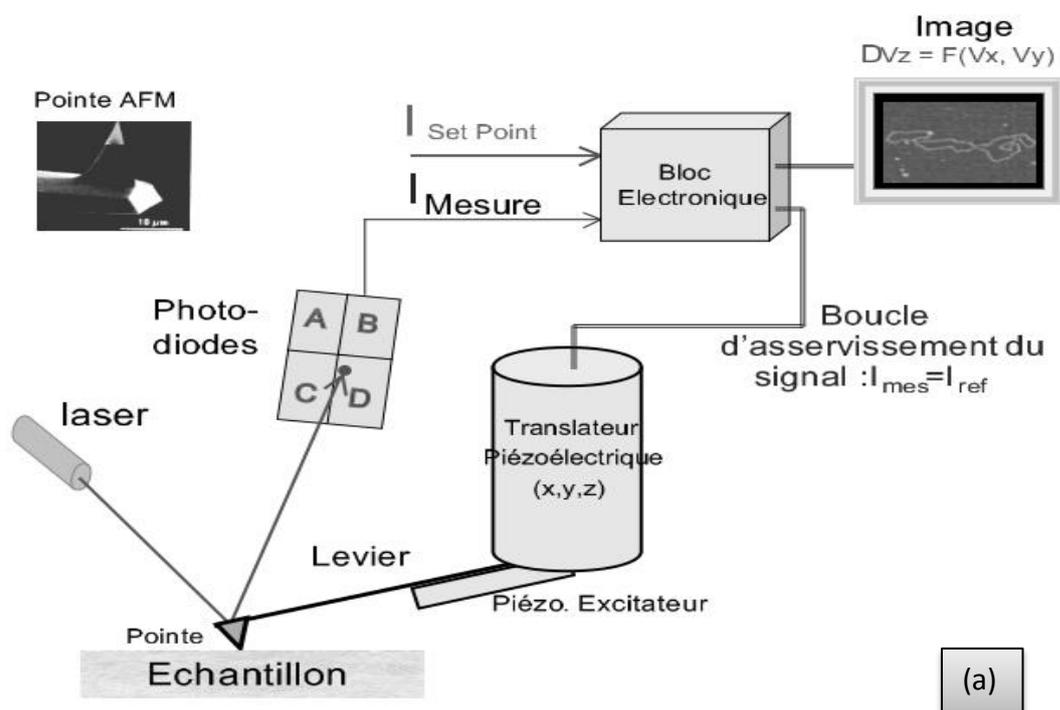
C'est actuellement la seule technique permettant d'obtenir des résolutions su nanométriques dans un environnement physiologique. Tout d'abord utilisé en imagerie, il peut aussi servir d'instrument de dissection et de manipulation à l'échelle moléculaire et permettre d'évaluer les forces d'interactions intra ou intermoléculaires, par ses capacités et sa polyvalence, l'AFM s'est imposé comme un outil indispensable au développement des nanobiotechnologies.



**Figure I.2 :** Premier Microscope à Force Atomique (~15x15x15 cm) (Science Museum- Londres) [1].

## I.3. Principe

L'imagerie par AFM consiste à balayer, ligne par ligne, un échantillon adsorbé sur un support avec une pointe effilée, montée sur un cantilever très flexible et amenée au contact ou à une distance de quelques angströms de l'échantillon. Cette pointe est généralement en nitrure de silicium, et son extrémité présente un rayon de courbure de quelques nanomètres. La déflexion du cantilever, provoquée par l'interaction pointe – échantillon, est détectée par un système optique (diode à quadrants), et ce signal est utilisé pour minimiser la force appliquée sur l'échantillon par un système d'asservissement basé sur des céramiques piézo-électriques qui ajustent la hauteur de l'échantillon. Ces déplacements verticaux permettent de reconstituer la topographie de surface de l'échantillon. Durant le balayage, la force d'interaction entre l'échantillon et la pointe sera maintenue constante. En milieu liquide, cette force résulte majoritairement des forces électrostatiques attractives ou répulsives à longue portée, des forces attractives de van der Waals et des forces répulsives interatomiques. Deux principaux modes d'imagerie sont utilisés en biologie : le mode contact et le mode oscillant (voir II.1. Les différents modes de travail utilisés) [4].



[6].

**Figure I.3:** Schéma de principe d'un microscope à force atomique, un faisceau laser dirigé sur l'extrémité du cantilever est réfléchi vers une photodiode à deux ou quatre quadrants. Les déplacements du cantilever. Le positionnement dans le plan et dans l'espace de la pointe par rapport à l'échantillon, avec une précision subatomique, est assuré durant le balayage par des céramiques piézo-électriques. Le système est piloté par un ordinateur qui reconstitue sous forme d'images 3D les informations recueillies par la pointe [5].

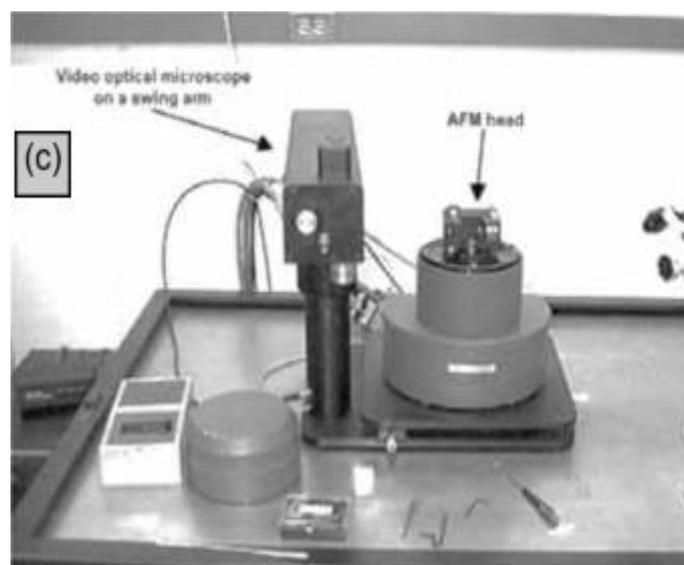
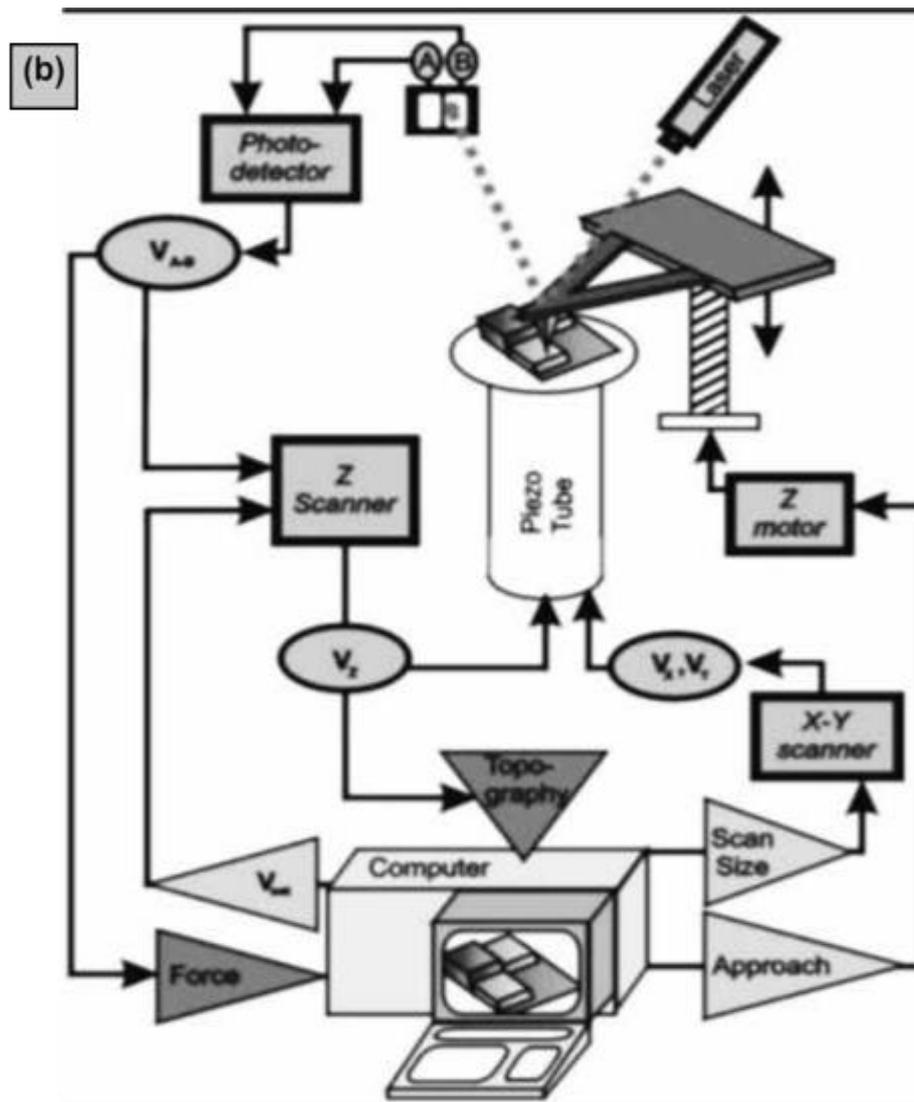
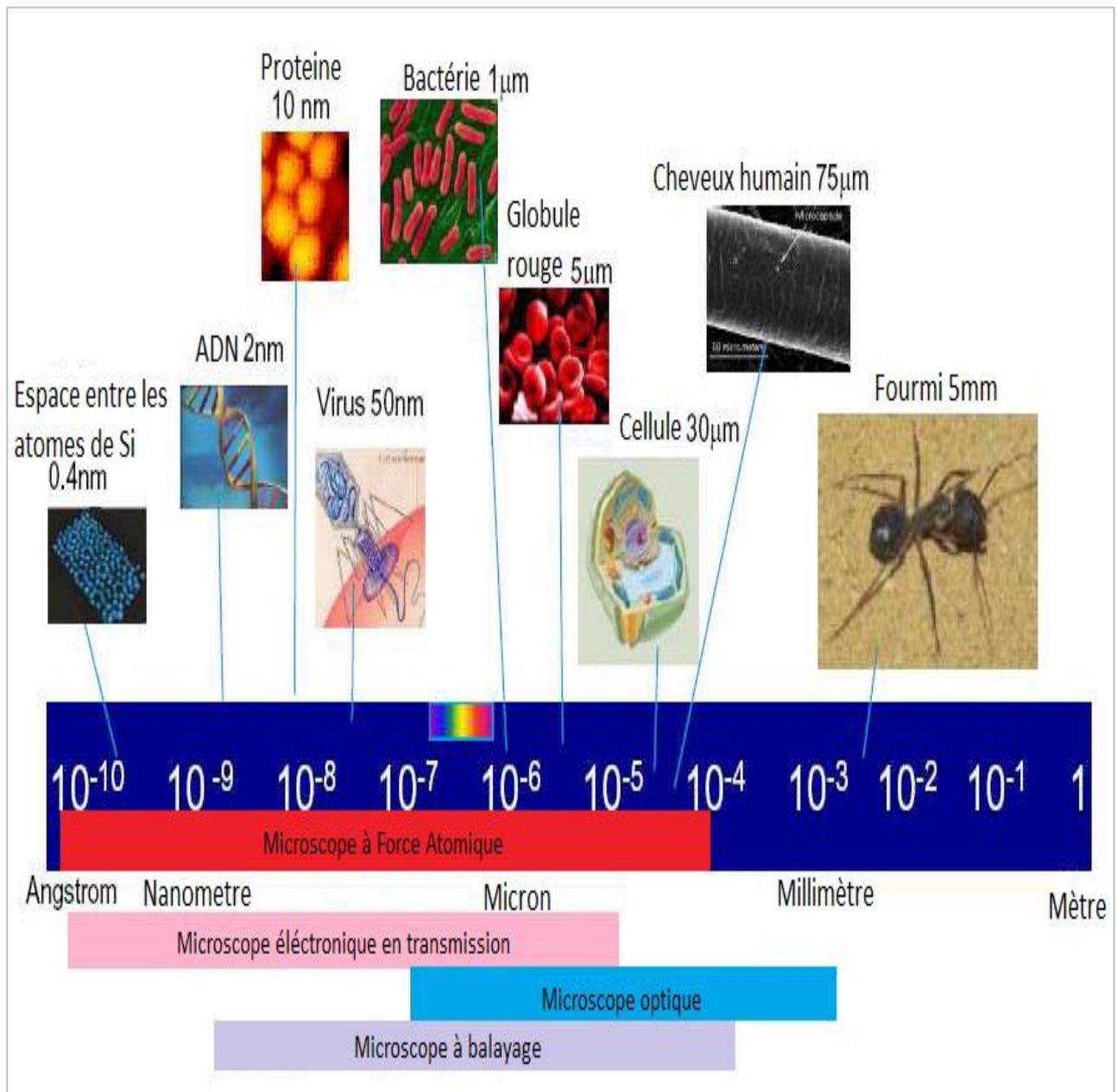


Figure I.4 : (a) et (b) Principe de l'AFM et (c) photo d'un appareil commercial [6].

## I.4. Domaine d'utilisation des techniques d'observations par microscopies



avec :  $1 \text{ \AA} = 0.1 \text{ nm}$ .

**Figure I. 5** : Domaine d'utilisation des microscopies [7].

## I. 5. Les Forces d'interactions

L'extension spatiale de l'extrémité de la pointe ainsi que la distance entre la pointe et l'échantillon sont deux paramètres qui vont déterminer la nature des forces prédominantes dans le processus d'acquisition de l'AFM. Les pointes présentent généralement un rayon de courbure de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Donc, à la différence du microscope à effet tunnel (STM), où le courant mesuré correspond dans sa quasi-totalité au courant tunnel qui passe par le dernier atome de la pointe, en microscopie à force atomique (AFM), le signal résulte d'un moyen-âge des forces d'interaction sur une centaine, voire quelques milliers d'atomes.

C'est dans la sensibilité de la pointe aux variations du champ de force en fonction de la distance que réside la précision de la microscopie à force atomique. En effet, la consigne de travail à force constante conduit la pointe à suivre les courbes d'iso force. En fonction de la distance pointe-Echantillon, on distinguera différents modes de fonctionnement de l'appareil.

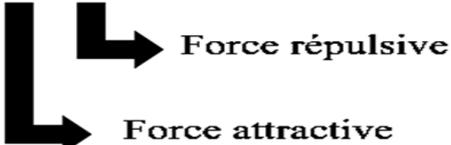
En l'absence de champ externe, les forces dominantes sont les interactions de Van der Waals. Les interactions répulsives à courte portée ainsi que les forces d'adhésion et de capillarité [8].

Une courbe de force est la représentation de la force d'interaction entre la pointe et la surface en fonction de la distance les séparant. La force d'interaction est le produit de la déflexion du cantilever (mesurée) et de la constante de raideur de la pointe. Cette force est appelée force normale, dans le cas où la pointe est en contact avec la surface.

A grande distance, en l'absence de réaction chimique, l'interaction entre deux atomes est décrite par le potentiel interatomique de Lennard-Jones suivant [9]:

$$U(d) = [(b/r)^{12} - (a/r)^6]$$

Où a, b est la distance d'équilibre interatomique et U(r) l'énergie potentielle à la distance d'équilibre. U(r) est constituée d'un terme attractif - (a/r)<sup>6</sup> (courbe avec le signe -) et d'un terme répulsif(b/r)<sup>12</sup> (courbe +) [10].

$$U = \frac{-a}{r^m} + \frac{b}{r^n} \quad (m=6, n=12)$$


# Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique

La partie répulsive est une conséquence du principe de Pauli (les électrons étant des fermions, les nuages électroniques des deux atomes ne peuvent pas s'interpénétrer).

Les relations analytiques sont difficiles voire impossibles à obtenir ; on s'en tient donc souvent à une paramétrisation empirique.

L'exposant  $n = 12$  est généralement choisi pour décrire la répulsion entre deux atomes.

La partie attractive est le potentiel dit de Van der Waals, qui a pour origine trois interactions dipolaires différentes :

- \* dipôle permanent - dipôle permanent (force d'orientation de Keesom).
- \* dipôle permanent - dipôle induit (force d'induction de Debye).
- \* dipôle induit - dipôle induit (force de dispersion de London).

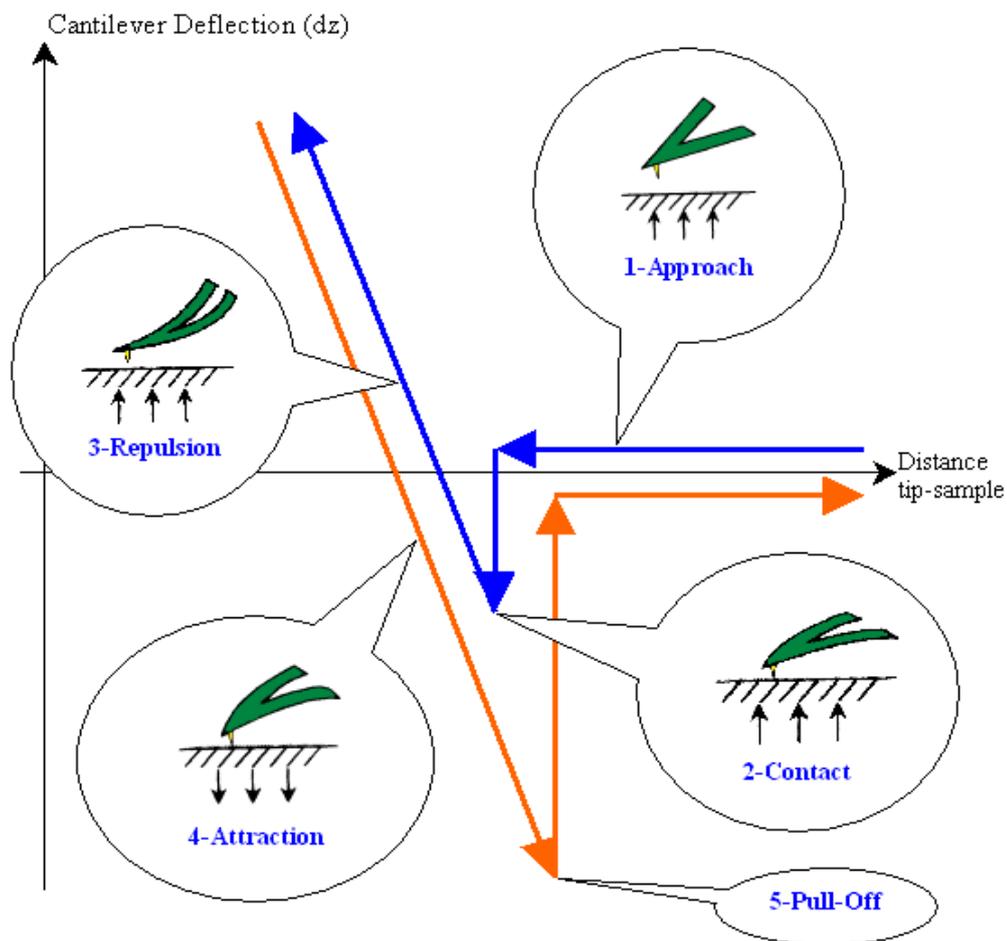
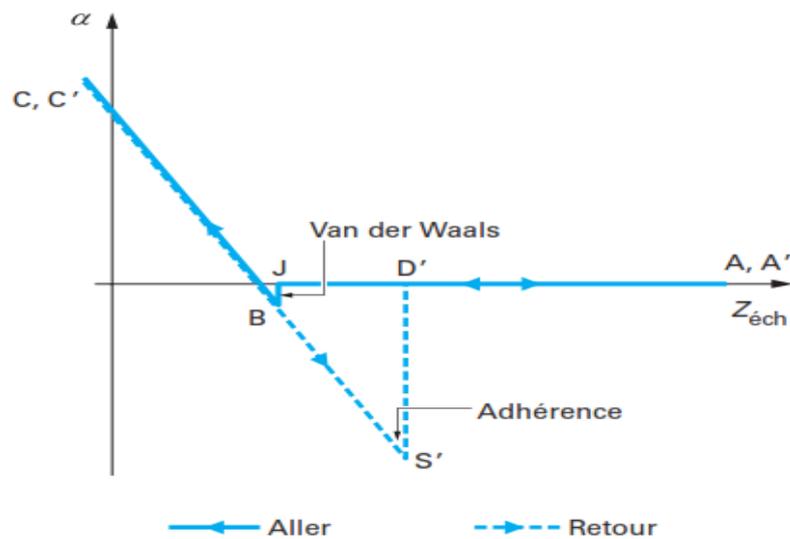


Figure I.6 : Le potentiel décrit est connu sous le nom de potentiel de Lennard Jones [6].

- Courbes de force



**Figure I.7 :** Courbe de force, la déflexion du stylet ( $\alpha$ ) en fonction de la hauteur de l'échantillon ( $Z_{éch}$ ).

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

Une courbe schématique est montrée sur la figure I.8 : on y a porté la déflexion du stylet ( $\alpha$ ) en fonction de la hauteur de l'échantillon ( $Z_{éch}$ ). On remarque que les trajets allé 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  $\rightarrow$  flèche  $\rightarrow$  force appliquée par l'intermédiaire de la raideur.

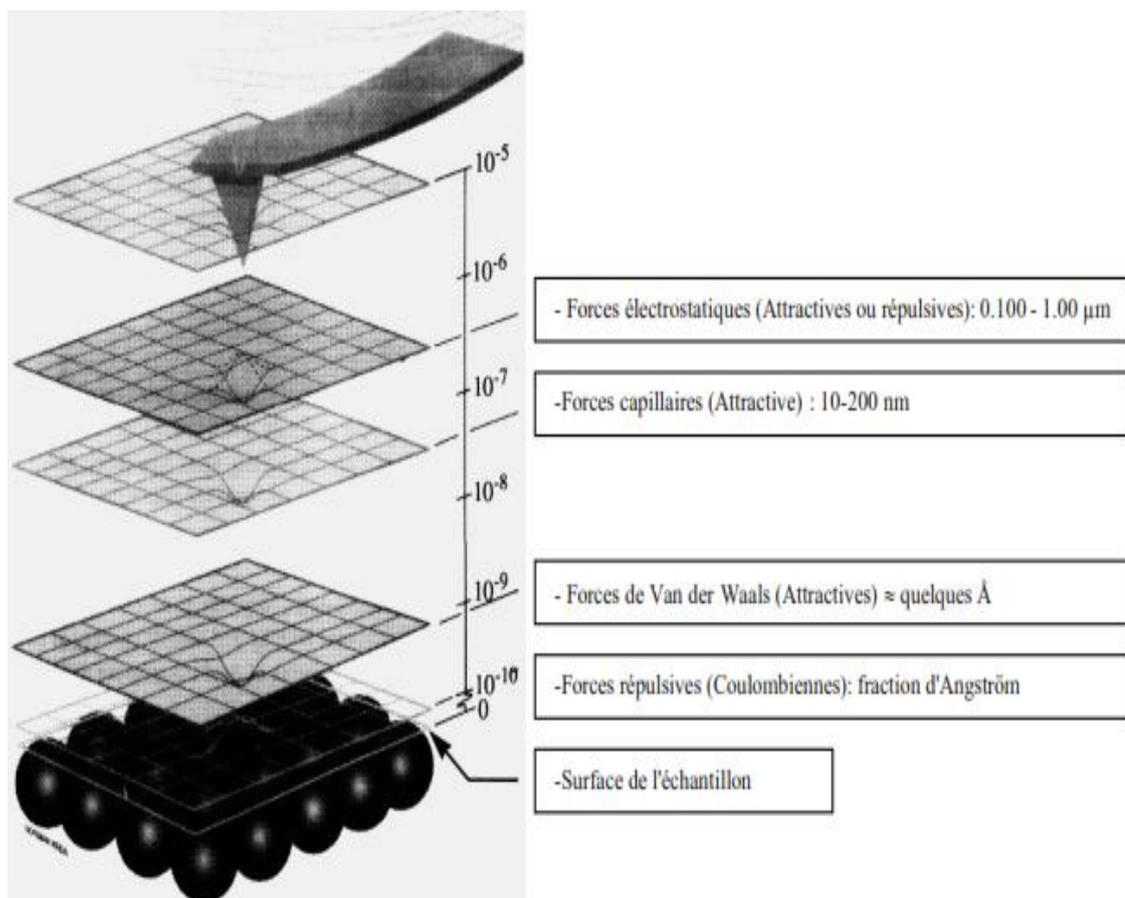
■ Au retour : la courbe de force, sur le trajet C'S', commence par suivre le même chemin qu'à l'aller, mais dépasse la position de force nulle ou même celle de la limite du saut au contact à cause de l'adhésion. Il faut en effet tirer sur le contact pour le rompre. Tant que le point de rupture n'est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

# Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique

de rupture S'est atteint, le cantilever reprend la position très faiblement défléchie en D ' à cause des forces inter faciales 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'adhérence. 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... [11].



**Figure I.7** : Les principales forces d'interaction entre la pointe et la surface d'un échantillon placé à l'air libre [8].

## I. 5. 1. Forces de van der Waals

Interaction entre dipôles électriques. C'est une force dite à longue portée car significative jusqu'à des distances de 100 Å [9].

$1 \text{ nm} < z < 10 \text{ nm}$ .

\_ Forces à longues distances :  $10^{-9} \text{ N} < F < 10^{-7} \text{ N}$ .

\_ Définition de la pointe effective : sphère de rayon de quelques 10 nm.

\_ Résolution : quelques nm.

\_ Hypothèses d'analyse :

\* Principe d'additivité des interactions élémentaires de van der Waal : plan-plan, sphère-plan sphère-sphère, ...

\* Loi de puissance simple (telle que la loi de Lennard-Jones) utilisant les constantes de Hamaker.

\* Possibilités de traiter les interactions multiples par la modification de la constante de Hamaker pour tenir compte de l'environnement [10].

La description théorique de ces forces est généralement effectuée dans le cadre d'une géométrie pointe-échantillon simplifiée et ramenée à une configuration sphère-plan avec  $R \gg z$  (approximations de Derjaguin) [8].

Dans ce cadre, la contribution des forces de Van der Waals est :

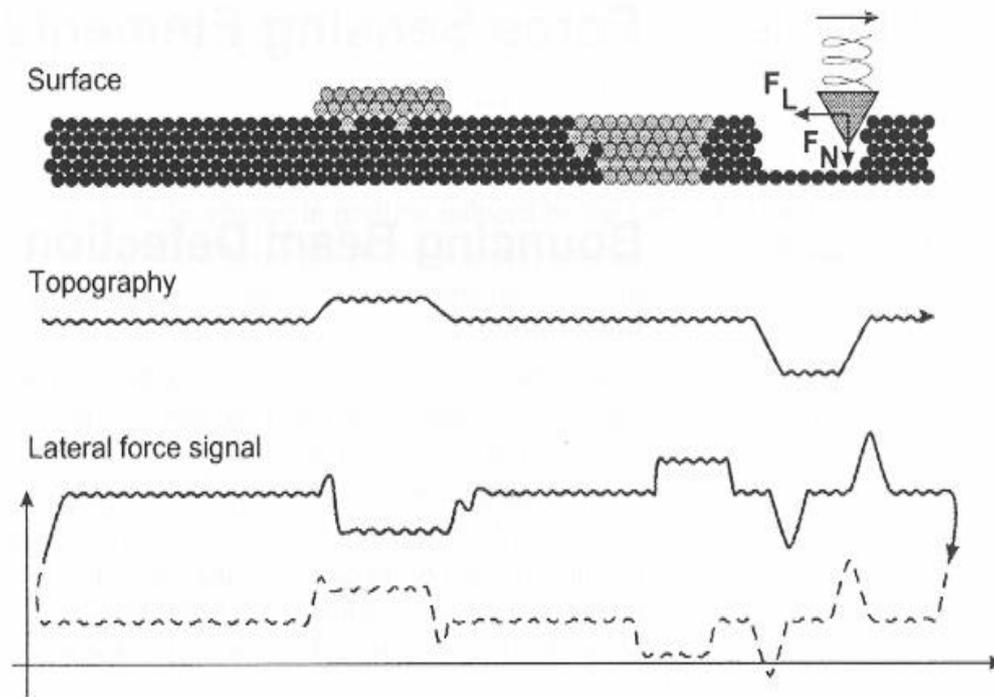
$$F_{VdW}(z) = -\frac{HR}{6z^2}$$

Où H est la constante de Hamaker, R le rayon de courbure de la pointe et z la distance pointe-échantillon.

Cette force est dans la plupart des cas une force attractive et décroît lorsque la pointe s'éloigne de la surface. Les valeurs de H (en module) étant typiquement de l'ordre de  $10^{-19} \text{ J}$ , pour un rayon de courbure de la pointe de 10 nm et une distance pointe-surface de 1 nm, la force de Van der Waals exercée sur la pointe est de 0,1 nN. Cette valeur donne l'ordre de grandeur de cette contribution en AFM [12].

## I. 5.2 . Forces de répulsion à courte portée

À courtes distances les dimensions de la pointe effective sont plus petites et peuvent descendre à des dimensions atomiques. L'AFM suivra le contour des densités totales de charge, les images AFM peuvent donc être interprétées comme directement liées à la topographie de la surface de l'échantillon, en tenant compte des modifications dynamiques dues aux interactions pointe-échantillon.



**Figure I.9 :** Topographie de la surface de l'échantillon à courte portée.

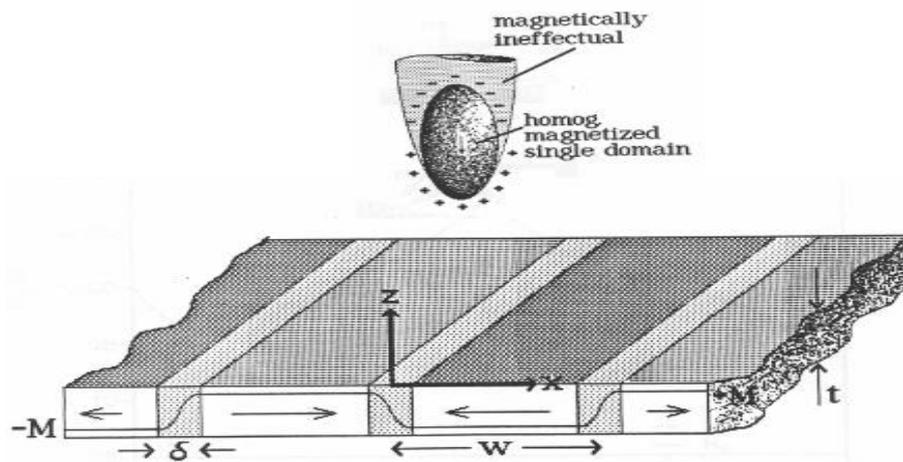
Les effets qui contribuent au contraste de l'image AFM sont :

- La répulsion de Pauli et la répulsion ionique. Cet effet donne lieu à la possibilité d'une résolution atomique en AFM.
- Physisorption et Chimie-sorption, qui créent des liaisons entre la pointe et l'échantillon.
- L'adhésion métallique.
- La friction, qui définit une composante parallèle à la surface.
- Les déformations élastiques.
- Les déformations plastiques qui définissent la nature de pointes à utiliser selon la nature de l'échantillon.

### I. 5. 3. Autres forces

#### 1 - Les forces magnétiques

Résultat d'une interaction entre une pointe ferromagnétique et un échantillon magnétique. Les forces magnétiques mesurées sont purement magnétostatiques et découlent de l'interaction entre les dipôles magnétiques de la pointe et de la surface de l'échantillon.



**Figure I.10** : Interaction entre une pointe ferromagnétique et un échantillon magnétique.

$$F = \nabla(m_1, H)$$

Où  $m_1$  est le moment magnétique de la pointe et  $H$  le champ magnétique généré par un domaine magnétique à a surface de l'échantillon.

$$H = [3 r (r \cdot m_2) - m_2] / r^3$$

$$\text{Soit : } F(r) = \nabla \{ [3(m_1 \cdot r) (m_2 \cdot r) - m_1 \cdot m_2] / r^3 \}$$

Et si  $r$  est confondu avec  $z$  dans ce cas

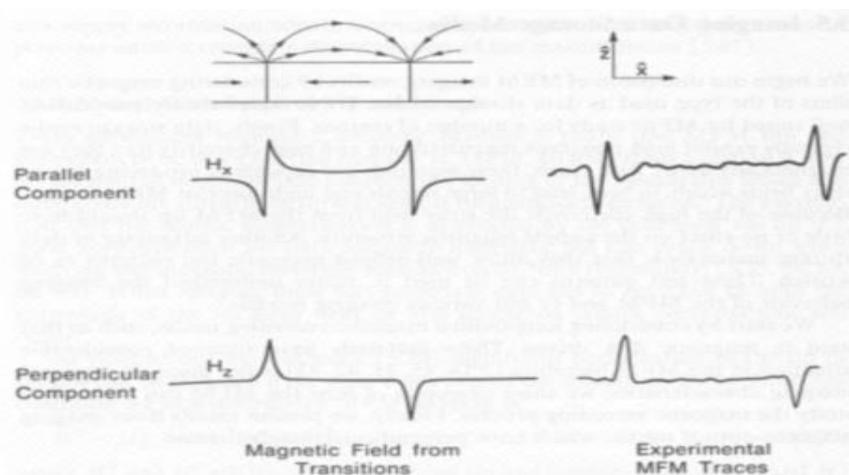
$$F_z = - 6 m_1 m_2 / z^4$$

$$dF_z / dz = 24 m_1 m_2 / z^5$$

$$\text{Donc : } m_1 = m_2 = 10^{-5} ; z = 10 \text{ nm ;}$$

$$\text{Alors : } F_z = 10^{-11} \text{ N et } dF_z / dz = 2 \cdot 10^{-2} \text{ N/m.}$$

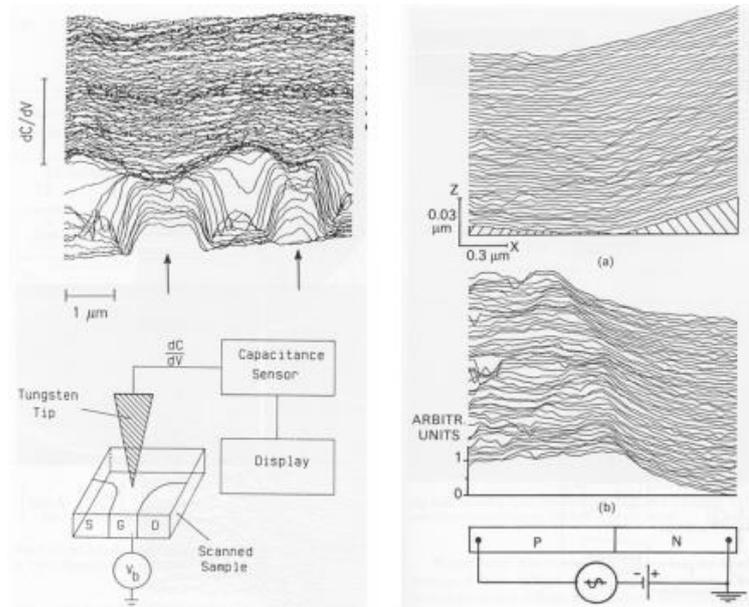
Le MFM ne donne pas une mesure directe de la magnétisation de l'échantillon, car le  $H$  est le plus important à la frontière des domaines :



**Figure I.11** : La résolution latérale du MFM est de l'ordre de 10 nm.

## 2 - Les forces électrostatiques

Pour mesurer les forces électrostatiques, un potentiel alternatif est appliqué entre la pointe et l'échantillon et l'AFM mesure les forces induites qui sont proportionnelles au produit  $V^2 \times dc/dz$ . Avec  $dc/dz$  est la variation de la capacité pointe échantillon.



**Figure I.12 :** Interaction électrostatique entre la pointe et un échantillon [10].

Les forces électrostatiques constituent la seconde contribution aux forces d'interaction à longue portée. En fonction de la nature du matériau, de la pointe et des expériences, ces contributions peuvent jouer un rôle important. De nombreux modèles décrivent l'interaction entre une pointe et un substrat de nature métallique [13]. Par ailleurs, dans le cas d'un échantillon isolant, la présence de deux distributions de charges, une sur la pointe et une sur l'échantillon, conduit également à une interaction électrostatique entre la pointe et la surface, décrite par les expression de Coulomb dans une géométrie sphère-plan [14, 15].

Considérons une pointe chargée, de rayon  $R$ , représentée par un point de charge  $Q$  situé à l'aplomb d'une région de la surface possédant une densité de charge uniforme  $\sigma$ . L'interaction électrostatique résultante, quand la pointe et l'échantillon sont espacés de la distance  $z$ , est donné par l'expression :

$$F_{\text{electrostat.}}(z) = \frac{Q\sigma}{2\epsilon_0} \left[ 1 - \frac{z}{\sqrt{R^2 + z^2}} \right],$$

Pour une distance de 5 nm entre la pointe et l'échantillon, un point de charge sur la pointe de  $1,9 \times 10^{-16}$  C, une densité surfacique de charge de  $2 \times 10^{-8}$  C/cm<sup>2</sup> et un rayon de pointe de 10 nm,

# Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique

la force électrostatique est d'environ 1 nN. Cette valeur est donc du même ordre de grandeur que les contributions de Van der Waals [16].

## 3 - Les forces capillaires

Les forces capillaires proviennent de la présence d'un liquide entre la pointe et la surface de l'échantillon due à une condensation quand la courbure de la zone du microcontact est inférieure au rayon de Kelvin  $r_K = r_1 r_2 / (r_1 + r_2)$ .

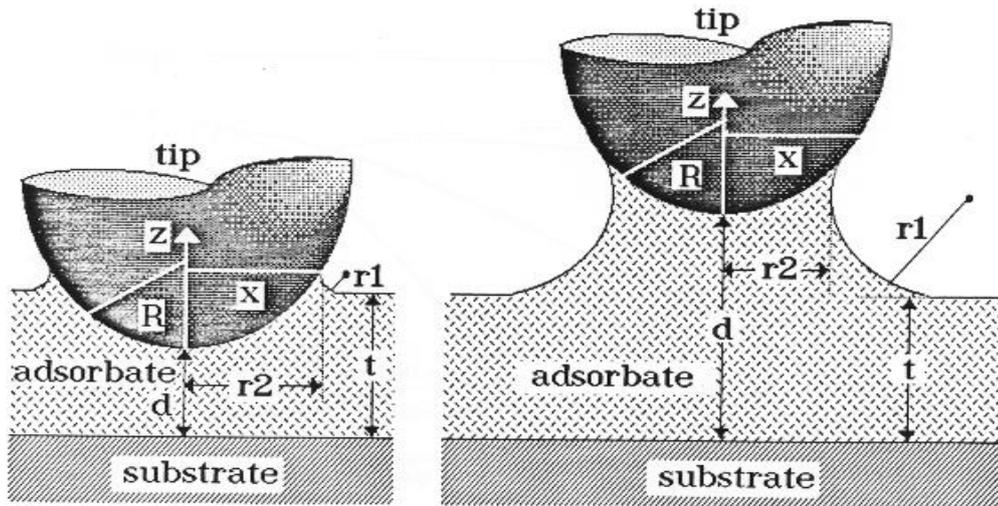


Figure I.13 : Interaction capillaire entre la pointe et un échantillon.

La force capillaire est donnée par :  $F(d) = -2\pi R\gamma [1 + R/(R-r_K) - (t-d)/r_K]$

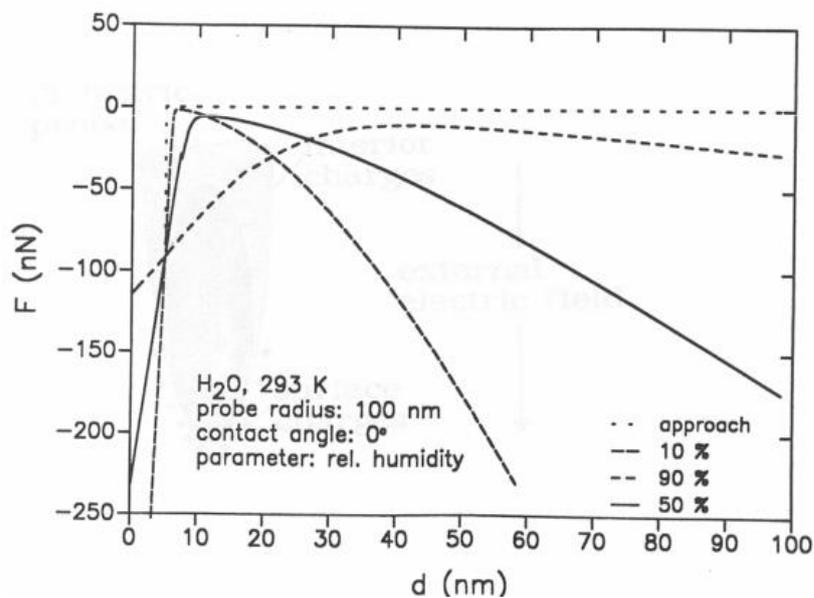


Figure I.14 : Diagramme de force capillaire (nN) en fonction de la distance (nm) [10].

## I. 6. Les éléments de l'AFM

Un AFM est composée d'un très grand nombre d'éléments. Certains offrent à l'utilisateur des servitudes qui rendent l'utilisation de l'instrument plus facile (approche pointe-surface, déplacements d'exploration, porte-échantillon, microscope ...) .Nous nous contentons ici de présenter les composants principaux de l'AFM qui sont indispensables pour assurer une mesure de topographie.

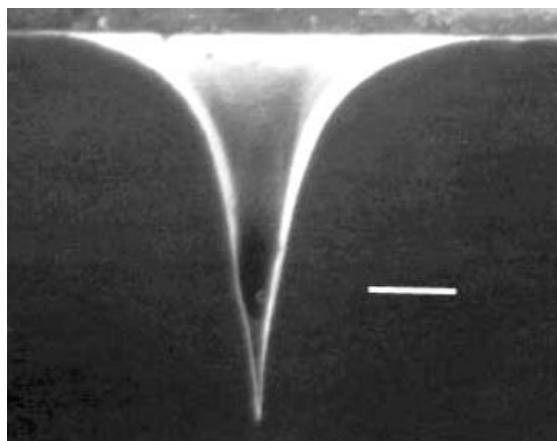
### I. 6. 1. La sonde : pointe et levier

- **La pointe** : La pointe ou sonde (*tip, probe*) est l'élément clé des AFM. La flexion du levier déplace la position du spot sur la photodiode. Celle-ci peut mesurer des déplacements du spot de 10 Å ce qui correspond à des mouvements du levier inférieurs à 1 Å = très bonne résolution verticale.

Les pointes se différencient selon leurs nature de construction on obtient :Les pointes en nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ou nitrure de bore (NB, plus rigide) sont obtenues par des techniques de micro-fabrication (attaque chimiques et dépôts successifs) [9].

Les pointes constituées de diamant, tungstène, d'oxyde de silicium ou de nitrure de silicium sont souvent adaptées au problème pour optimiser les forces à mesurer et rendre la mesure plus spécifique.

Plusieurs atomes contribuent à la force totale mesurée parce que les forces de Van der Waals ont une portée d'action relativement large qui s'étend entre quelque et une dizaine de nm. Elles varient dans un rapport  $1/z^6$  où  $z$  est la distance entre deux atomes. Cela explique la résolution habituellement inférieure à celle d'une sonde à effet tunnel. Une micrographie d'une pointe est illustrée par la figure I.15 [5].



**Figure I.15** : Pointe  $\text{Si}_3\text{N}_4$  conique d'un AFM, le trait indiqué représente une distance de 1  $\mu\text{m}$ .

# Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique

Elle est fixée à l'extrémité d'un levier (montage en cantilever) de faible constante de raideur ( $0,01$  à  $10 \text{ N.m}^{-1}$ ) qui transmet la force exercée entre la pointe et la surface [17].

- **Les leviers :** Il s'agit d'un levier flexible prismatique ou triangulaire en silicium ( $\text{SiO}_2$ ) ou nitrure de silicium ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ou nitrure de bore (NB, plus rigide) qui support la pointe AFM à son extrémité. Les dimensions typiques sont de quelques dizaines de micromètres en largeur, une épaisseur inférieure à  $10 \mu\text{m}$  et une longueur comprise entre  $70 \mu\text{m}$  et  $500 \mu\text{m}$ . Les leviers sont disposés sur des chips pour faciliter leur manipulation et leur montage sur l'AFM. Sa fonction est de supporter la pointe AFM. IL joue le rôle d'un capteur de force (c'est un ressort mécanique de raideur) qui convertit une force d'interaction ( $F$ ) entre la pointe AFM et la surface de l'échantillon en un mouvement de déflexion verticale d'amplitude. L'AFM est ainsi un capteur de force à partir duquel il est possible de remonter à la topographie de l'échantillon balayé.



*Figure 1.16 : Exemple de leviers de pointe AFM et support de pointe.*

Pour des raideurs de levier typiquement comprises entre  $0,01 \text{ N/m}$  et plusieurs centaines de  $\text{N/m}$ , et un déplacement vertical du levier de l'ordre de  $0,1 \text{ nm}$ , la sensibilité de la mesure de force par AFM est de l'ordre du pico-Newton [18].

Les leviers sont commercialisés avec différentes longueurs et formes (poutre et trapèze). Leurs constantes de raideurs varient entre  $0,01$  et  $50 \text{ N/m}$ .

La mesure de la déflexion du bras de levier est reliée à la force d'interaction pointe – surface  $F$  où  $k$  selon la loi de Hooke :  $F_N = -k_N \Delta z$

Où  $K_N$  est la constante de ressort du levier (en  $\text{N/m}$ ) et  $\Delta z$  la variation de la distance entre la pointe du levier et la surface. La constante  $K_N$  est défini par :

$$k_N = \frac{F_N}{\Delta z} = \frac{E \cdot b \left(\frac{h}{L}\right)^3}{4}$$

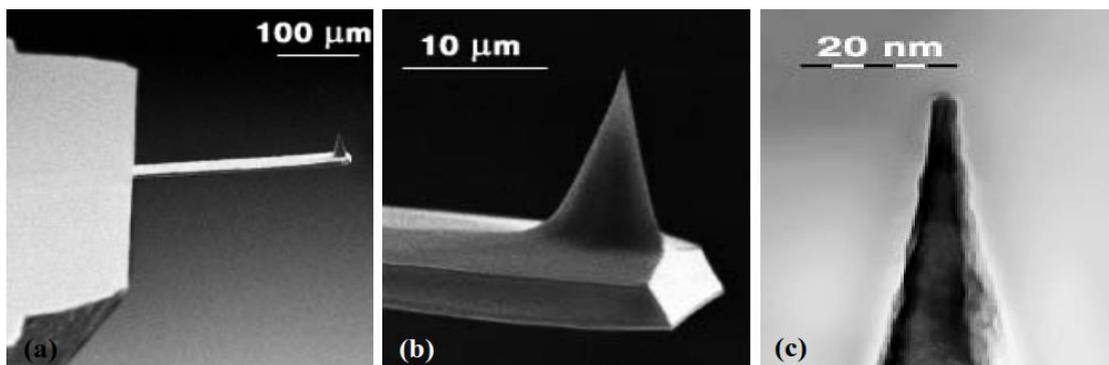
Où  $E$  est le module de Young et  $b$ ,  $h$  et  $L$  sont la largeur, épaisseur et longueur du levier [5].

## I.6. 1. 1. Paramètres des pointes

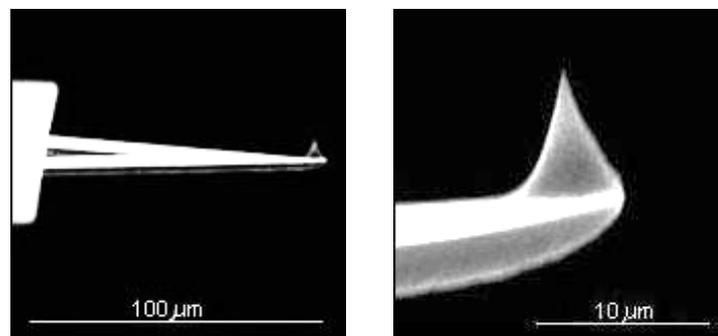
Pointe : La forme et la taille de la pointe sont des paramètres essentiels pour la microscopie à force atomique. Afin que l'analyse se fasse localement à l'échelle atomique, il faut que la pointe soit la plus fine possible. Le rayon de courbure à son extrémité doit être le plus petit possible.

Pour des études en mode non-contact, les forces sont à longue portée et les atomes d'une grande partie de la pointe contribuent à la force d'interaction. Tandis que s'il y a contact entre la sonde et la surface, on peut penser que seule la structure à l'extrémité de la pointe joue un rôle important dans les mécanismes d'interaction.

Sur la Figure I.17 et la Figure I.18 des pointes en nitrure de silicium  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ou en silicium cristallin sont montées sur leur bras métallique très mince appelé levier. L'extrémité de cette pointe peut être modélisée par une sphère de rayon de courbure compris entre 2 et 50 nm. Le levier, assimilable à un ressort de faible raideur (0,01 à 50 N/m), est fixé à sa base sur une plaquette de mica assurant la rigidité de l'ensemble.



*Figure I.17 : Images de microscopie électronique à balayage : (a) d'un exemple de levier utilisé en mode contact intermittent ; (b) et (c) de la poutre à l'extrémité de la pointe.*

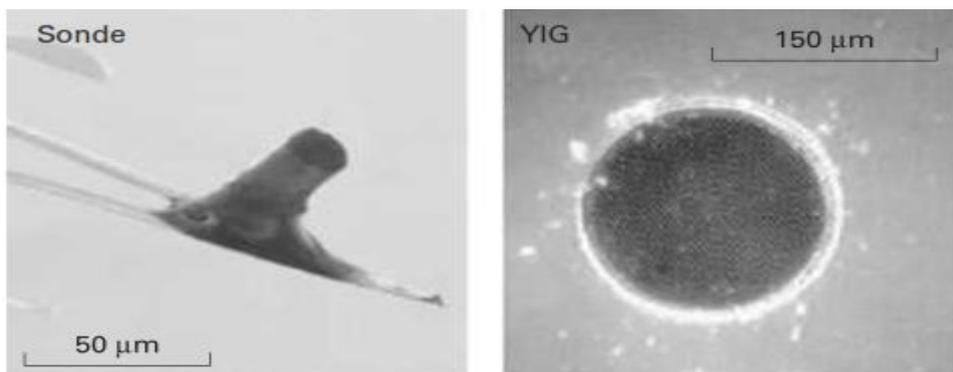


*Figure I.18 : Images de microscopie électronique à balayage : (a) de levier utilisé en mode contact, (b) de l'extrémité du levier avec sa pointe [19].*

# Chapitre I : Généralité et principe du microscope à force atomique

La pointe est un micro-aimant de  $18\ \mu\text{m}$  de diamètre et  $40\ \mu\text{m}$  de long, fixé à l'extrémité d'un cantilever souple (constante de raideur  $k = 0,01\ \text{N.m}^{-1}$ ). La distance entre la pointe et le disque est  $h \approx 100\ \mu\text{m}$ . La séparation est volontairement grande pour minimiser le couplage entre la sonde et l'échantillon.

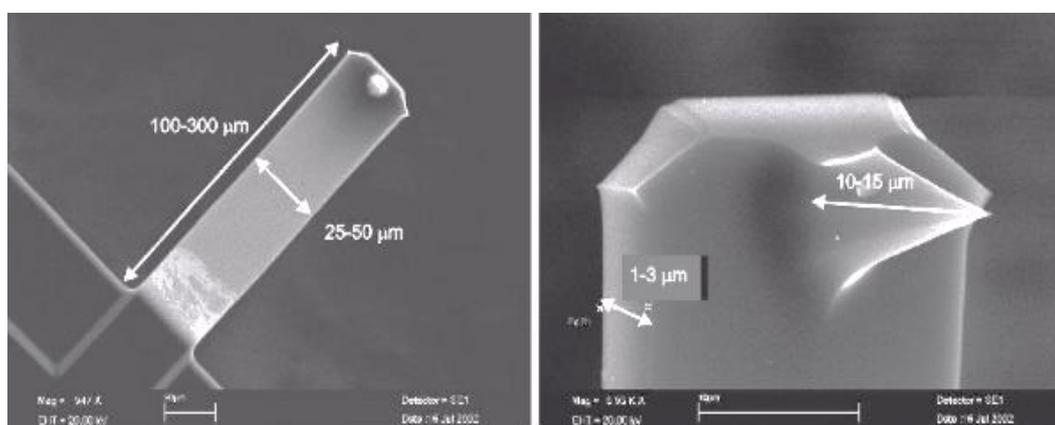
Lorsque le champ externe  $H_{\text{Ext}}$  atteint  $0,5\ \text{T}$ , le champ dipolaire agissant sur le micro-aimant produit une flexion élastique du cantilever, de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$ , et la constante de raideur effective devient  $k = 0,2\ \text{N.m}^{-1}$ . Le signal de ferromagnétique résonance force microscopie est proportionnel à la variation de l'aimantation longitudinale  $\Delta M_z$ .



**Figure I.19 :** Pointe aimantée [25].

**Tableau I.1 :** Caractéristiques des sondes [20].

Caractéristiques	données
Longueur ( $\mu\text{m}$ )	Entre 50 et 600
Largeur ( $\mu\text{m}$ )	Entre 20 et 50
Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Entre 0,5 et 5
Longueur de la pointe ( $\mu\text{m}$ )	Entre 3 et 30
K :Raideur ( $\text{N/m}$ )	Entre 0,01 et 100
Rayon de la sphère (nm)	Entre 1 et 50nm



**Figure I.20 :** Paramètre de sonde forme poutre [21].

## I. 6. 1. 2. Exemple de caractéristiques : sondes de forme « Poutre »

Leviers rectangulaires :

$$\text{Raideur normale : } K_F = E l e^3 / 4 l^3$$

Raideur en torsion :

$$K_T = (E L^3 e^3 / 2 l^3) (3(1+\nu) H^2 L^2 + 2 l'^2 e^2)^{-1} ; [10].$$

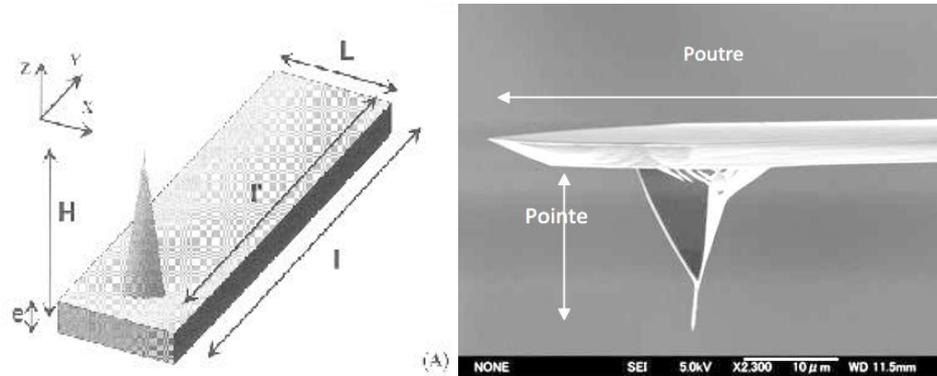


Figure I.21 : Sondes de forme « Poutre » [20].

## I. 6. 1. 3. Exemple de caractéristiques : sondes de forme « Triangle »

Un encorbellement typique d'AFM avec une aiguille pyramidale sur l'extrémité. Cet encorbellement particulier a une forme de « V », mais les variétés rectangulaires de faisceau sont également disponibles. Les longueurs en porte-à-faux typiques enjambent 40-200 millimètres. Courtoisie de micrographe des PSEM de lancer de Paul [22].

Leviers triangulaires :

$$K_F = (E e^3 L / 2l^3) (1 + (B^2 / 4l^2))^{-2}$$

$$K_T = E L e^3 / (3(1+\nu) H^2 l)$$

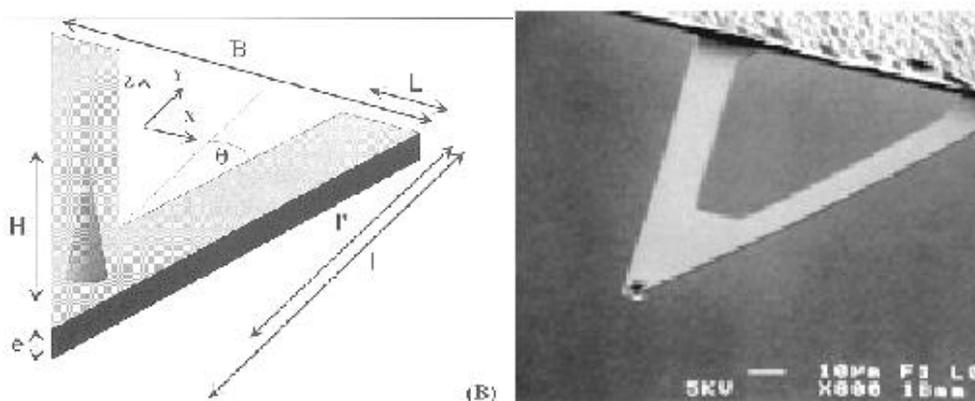


Figure I.22 : Sondes de forme « Triangle » [10].

## I. 6. 2. La chaîne de détection

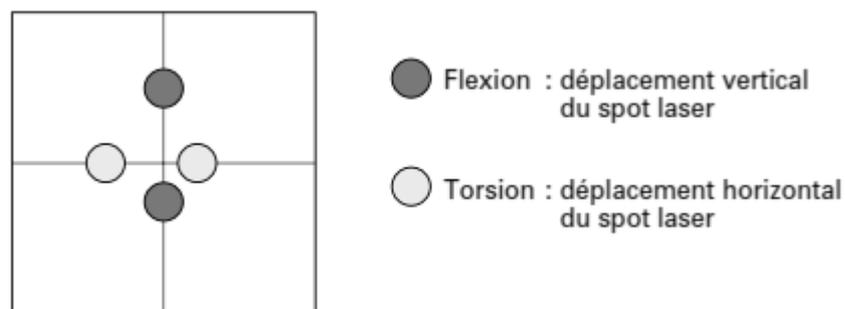
AFM fonctionne sur le principe d'un détecteur de zéro avec un niveau de bruit d'environ 0,3 nm pic à pic. Seul le système de détection des déflexions du cantilever par la méthode du levier optique, (diode laser associée à une photodiode quatre quadrants) reste opérationnel afin de contrôler l'interaction de la pointe avec la surface de l'échantillon lors du balayage [23].

## I. 6. 3. L'émission : le laser

Un rayon laser envoyé sur l'extrémité du levier est réfléchi vers une photodiode qui détecte la variation de flexion du levier. La position verticale de l'échantillon est changée de façon à ce que les forces restent constantes pendant la mesure. La topographie de l'échantillon peut ainsi être déterminée [24].

## I. 6. 4. La réflexion : le dos de la pointe

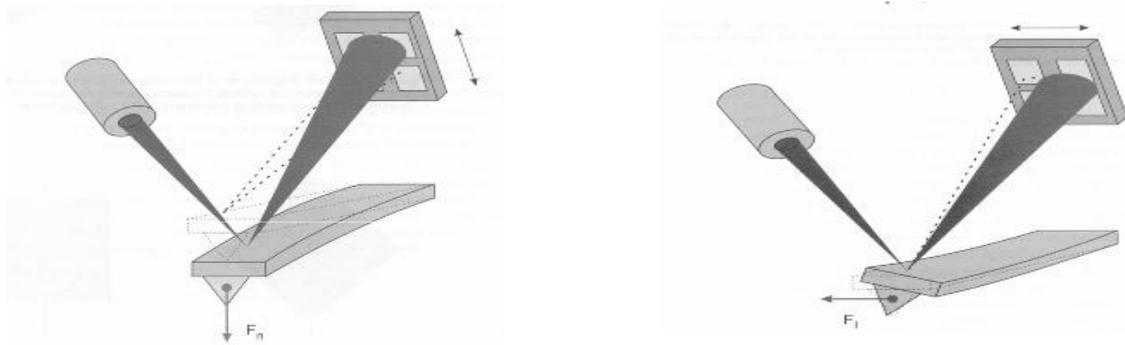
La détection se fait par voie optique, un faisceau laser est envoyé sur la pointe préalablement positionnée et la réflexion est orientée vers une photodiode 4 cadrans.



**Figure I.23** : Spot laser sur le détecteur 4 quadrants [25].

Lors du balayage de la surface suivant les axes X et Y, les reliefs en Z de la surface défléchissent le levier de l'AFM, le chemin optique est modifié et donc il touche une zone différente de la photodiode. Ce déplacement du spot se traduit par une différence d'intensité de sortie de la photodiode 4 cadrans [19].

L'interprétation de l'image AFM dans ces conditions doit tenir compte de tous ces effets pour pouvoir donner une approche quantitative à l'analyse.



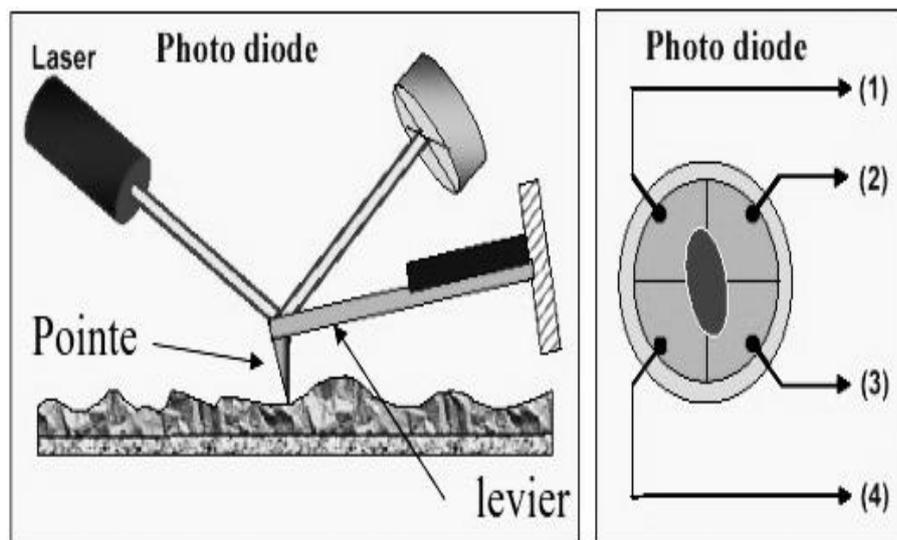
**Figure I.24** : Analyse complète nécessite dès lors la mesure de la déflexion et de la torsion du cantilever.

Le capteur utilisé est une diode à quatre quadrants. La flexion comme la torsion sont calculées à partir des 4 intensités mesurées [10].

## I. 6. 5. La détection ( le détecteur 4 quadrants )

La photodiode est un dispositif de semi-conducteur ce tourne l'intensité de la lumière tombant là-dessus dans un signal électrique de tension.

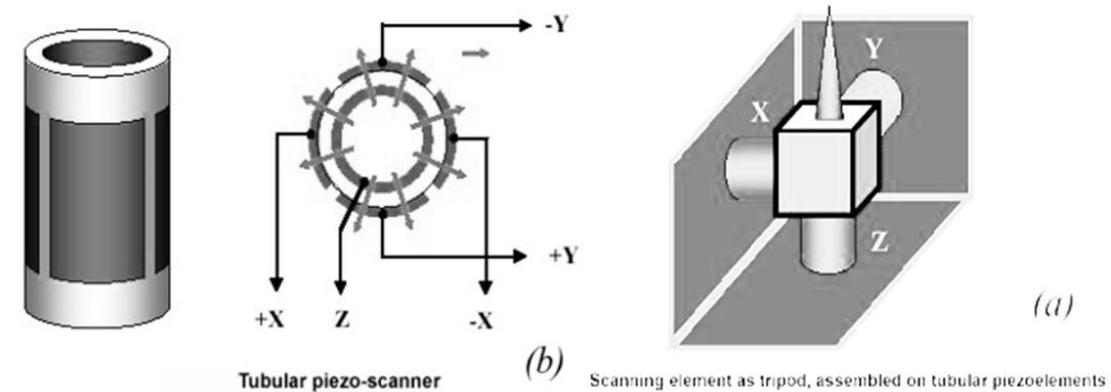
La photodiode est habituellement coupée en quatre sections, permettant la verticale et mouvements latéraux de l'encorbellement à différencier. Mouvement vertical de l'encorbellement est mesuré comme différence dans la tension entre supérieur et inférieur quarts de cercle de la photodiode. De même, le mouvement de torsion de l'encorbellement est mesuré comme différence dans la tension entre les quarts de cercle gauches et droites de la photodiode.



**Figure I.25** : Système de détection [6].

## I. 6. 6. Le système de balayage : le scanner

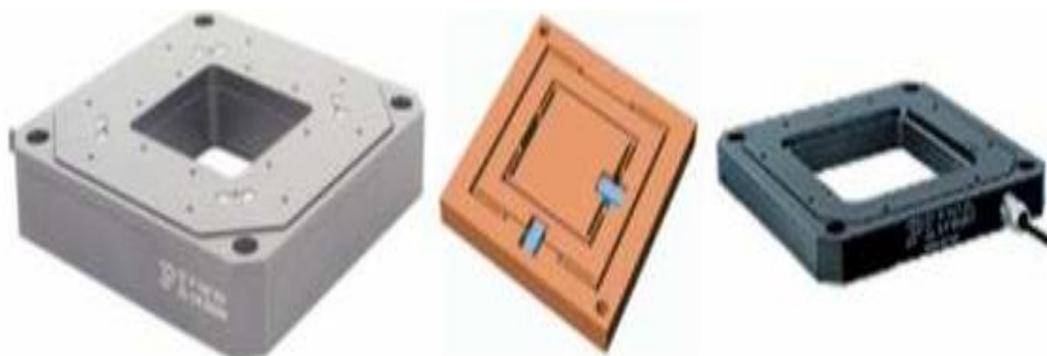
L'objectif est de générer un déplacement relatif vertical entre la pointe et l'échantillon afin de suivre la topographie de l'échantillon mesuré pendant le balayage. La technologie employée est généralement la platine de balayage XY.



*Figure I.26 : Principe des scanners piézoélectriques anciens (a) et récents (b) [6].*

La platine de balayage XY :sa fonction est de générer un déplacement relatif dans la plan horizontal entre la pointe et l'échantillon afin de pouvoir sonder les propriétés locales de ce dernier en plusieurs points. On parle alors du balayage de la surface de l'échantillon par la pointe AFM.

Il s'agit d'un ensemble d'actionneurs (piézoélectriques, paliers magnétiques ...) que est généralement guidé en translation, afin d'améliorer la rectitude des déplacements produites. Les courses disponibles sont généralement comprises entre quelques micromètres et plusieurs centaines de micromètres.



*Figure I.27 : Exemple de platine de translation XY.*

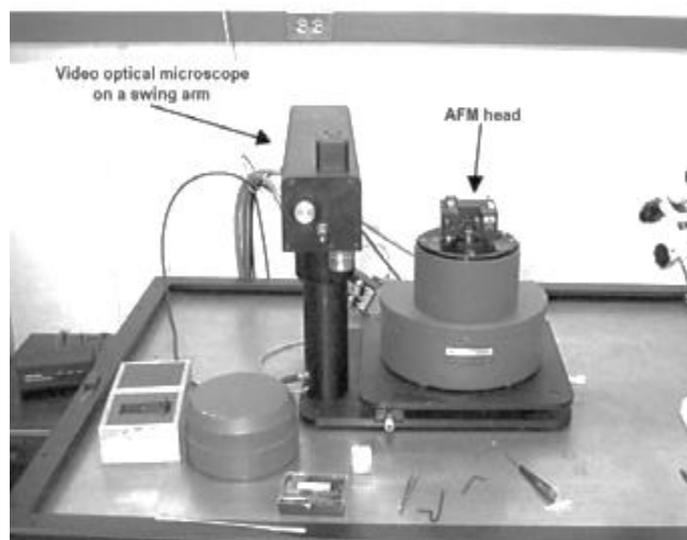


*Figure I.28 : Exemple de vérins piézoélectriques précontraints.*

## I. 6. 7. Système de contrôle : paramétrage, consignes et visualisation

Il s'agit généralement d'un PID multiaxes qui contrôle et asservit la position de la pointe par rapport à l'échantillon suivant trois ou six axes. Dans la direction verticale, son but est de conserver constantes les conditions d'interaction entre la pointe AFM et l'échantillon placé en dessous. Dans le plan horizontal, son but est de piloter le balayage. Plusieurs modes de d'asservissement existent en fonction du mode d'imagerie utilisé ; on peut citer par exemple les modes « amplitude constante », « déflexion constante » ou encore « altitude constante » qui définissent chacun une condition particulière sur l'interaction entre la pointe et l'échantillon [26].

L'ordinateur contrôle les mouvements du scanner, en modifiant les tensions appliquées sur des tubes piézoélectriques. Pour chaque position du scanner (x, y, z), la mesure d'une grandeur (z, V, amplitude d'oscillation de la pointe,...) est convertie en niveau de gris pour le pixel donné (x, y).

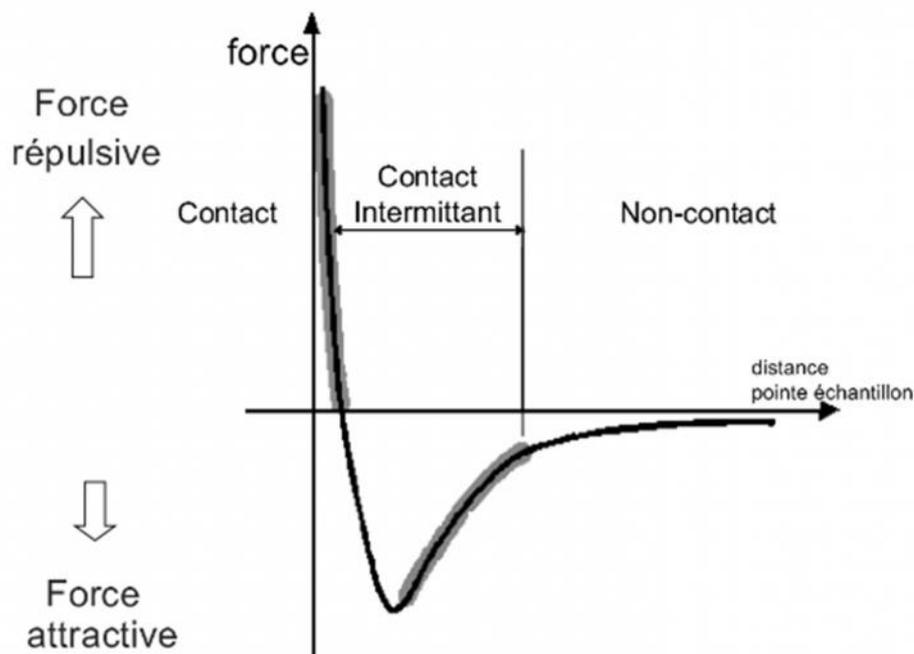


*Figure I.29 : Système complet d'AFM[6].*

### II. 1. Les différents modes de travail utilisés

Dans une première analyse, on peut définir trois modes de fonctionnement de l'AFM pour l'imagerie topographique. Le mode contact (note C), ou comme son nom l'indique la pointe est en permanence en contact avec la surface de l'échantillon. Le mode non-contact (NC) utilise une pointe qui oscille à proximité de la surface avec de petites amplitudes d'oscillation ( $< \text{nm}$ ) et ce, sans qu'il y ait contact entre la pointe et l'échantillon. Le troisième mode, appelé contact intermittent (CI), repose sur le même principe que le mode non contact (NC) à la différence près que les amplitudes d'oscillation sont généralement plus importantes ( $> \text{nm}$ ) et que la pointe entre en "contact" avec la surface à l'extrémité de son oscillation.

Ces trois modes correspondent à des domaines de fonctionnement différents et en particulier ne mettent pas en jeu les mêmes interactions. En première approximation, on peut modéliser le potentiel d'interaction pointe-échantillon par un potentiel de Lennard-Jones, possédant une composante attractive à longue portée, une composante répulsive à très courte portée pour les distances pointe-échantillon inférieures au rayon de Bohr  $a_0$ , et un régime transitoire entre les deux. Le mode contact fonctionne donc exclusivement dans le domaine répulsif de forces de contact, le mode non-contact dans la région des potentiels attractifs de longue portée et le mode contact intermittent oscille entre les deux. Pour résumer, on peut se reporter au schéma souvent :

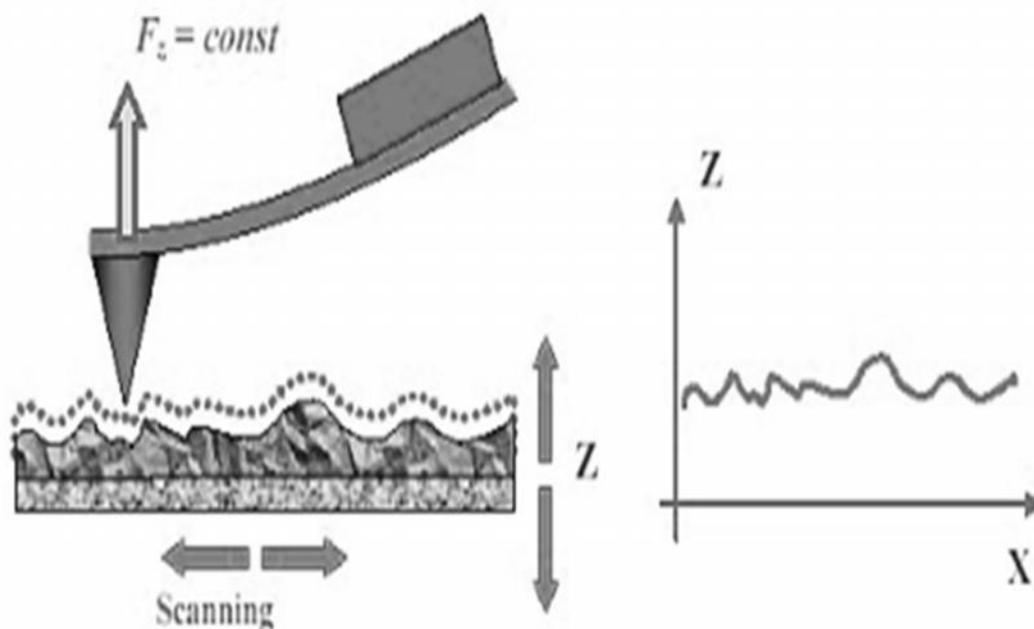


**Figure II.1 :** Première approche de la définition des domaines des différentes modes de l'AFM à l'aide d'un potentiel de Lennard-Johns [8].

### II. 1. 1. Le mode contact

Le mode de fonctionnement où la pointe et la surface restent en contact ou quasi contact, s'appelle « mode contact ». Il consiste à balayer l'échantillon en maintenant une force constante entre la pointe et l'échantillon. Durant un balayage, un faisceau laser est dirigé vers le dos du cantilever au niveau de la pointe, puis réfléchi vers une diode à 4 quadrants. Dans le quadrant 1, lorsque la pointe est en contact avec le support, les signaux de déflexion (déplacement vertical) et de friction (déplacement horizontal) sont nuls. Si la pointe épouse la topologie d'un échantillon (quadrant 2), le signal de déflexion est augmenté. Ce signal est utilisé pour l'asservissement du système, et la hauteur de l'échantillon va être modifiée pour obtenir à nouveau une position centrale du faisceau laser (similaire au quadrant 1) et maintenir la force la plus faible possible entre la pointe et l'échantillon. Trois types d'images peuvent être collectés simultanément :

- 1- les images topographiques (iso-force) ou images hauteur, correspondant au déplacement de l'échantillon en  $z$  après asservissement.
- 2- les images de déflexion correspondant à la dérivée des mouvements de réajustement de la position relative pointe – échantillon et qui font ressortir les détails de la surface (l'information hauteur est perdue).
- 3- les images de friction résultant de la torsion du cantilever [4].



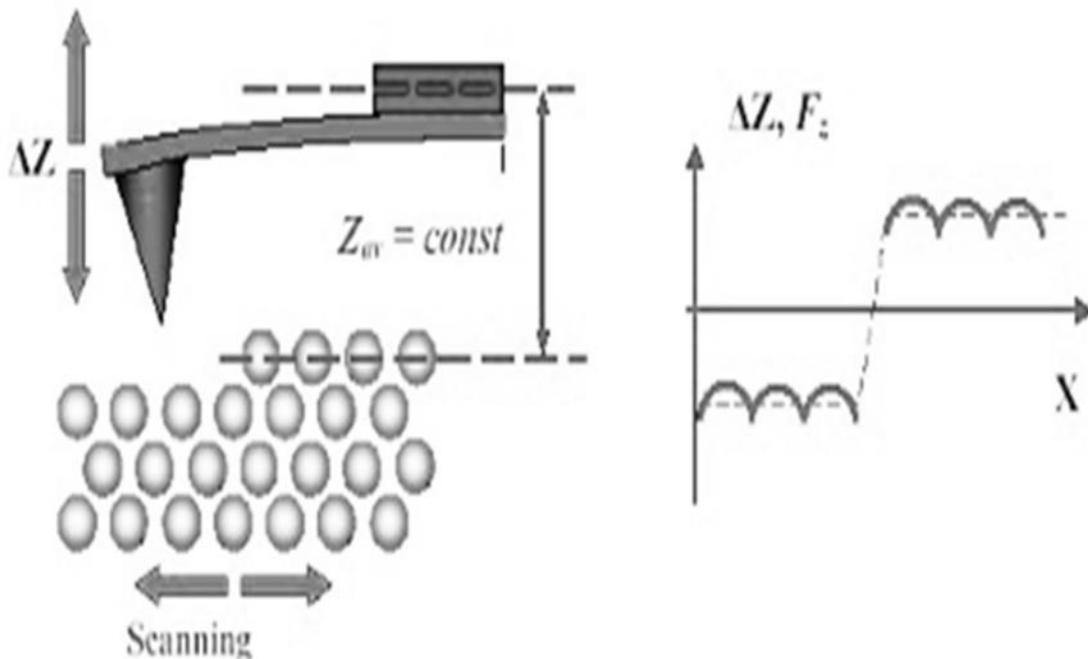
*Figure II.2 : Interaction pointe-surface en mode contact [6].*

### II. 1. 2. Le mode tapping

Le deuxième mode de fonctionnement est le mode oscillant dans lequel la pointe oscille à la fréquence de résonance du cantilever et ne touche que transitoirement la surface. C'est le signal d'amplitude de l'oscillation qui sert de signal de rétrocontrôle. Lorsque la pointe ne touche pas l'échantillon, elle oscille avec une amplitude dite libre  $Z_0$ . Lorsque la pointe est en contact avec l'échantillon, l'amplitude d'oscillation diminue et une amplitude de fonctionnement  $Z_f$  sera choisie, en deçà de laquelle la hauteur de l'échantillon sera ajustée par le système d'asservissement.

Quatre types d'image peuvent être collectés :

- 1- les images topographiques ou images hauteur.
- 2- les images d'amplitude, correspondant à l'enregistrement des valeurs de l'écart quadratique moyen de  $Z$ .
- 3- les images en phase, correspondant à un décalage de la phase du signal d'oscillation lors du contact point-échantillon. Ce signal dépend de la dissipation d'énergie lors de chaque contact transitoire et donne accès aux propriétés viscoélastiques locales.
- 4- le signal de déflexion [4].



*Figure II.3 : Interaction pointe-surface en mode tapping [6].*

### II. 2. Les applications d'un AFM

- métaux : étude d'usinage, mesure de rugosité, étude de corrosion...
- catalyseurs-solides pulvérulents : détermination structurale d'agrégats.
- polymères : morphologie et études des propriétés de surface, études cinétiques de séchage et des phénomènes de vieillissement, étude des modifications dues à des traitements de surfaces...
- échantillons biologiques, bio polymères : étude d'association et de conformation des macromolécules cinétique d'adsorption de molécules en surface de polymères, structure de nano et microparticules, suivi de la morphologie au cours du temps, études de films Langmuir-Blodgett... [27].

La formation image d'AFM a été employée incrémentale ment au-dessus de la décennie passée en cellules vivantes dans la recherche cardio-vasculaire. Au-delà de sa formation image 3D de haute résolution, l'AFM permet les évaluations quantitatives sur la structure et la fonction des organelles fondamentales de cytosquelette et de cellules, de la probabilité obligatoire, des forces d'adhérence, et des propriétés micromécaniques de la cellule « en sentant » la surface de cellules avec le bout en porte-à-faux pointu mécanique. Les mesures d'AFM ont augmenté notre arrangement de mécanique de cellules dans les états physiologiques et pathologiques normaux.

- Evolution d'un échantillon au cours du temps.
- Etude de la surface de structures organiques micrométriques.
- En AFM, les interprétations peuvent être délicates, compte tenu.
- Le microscope à force atomique devient l'un des appareils fondamentaux pour les recherches tribologiques ; et plus spécialement le chapitre consacré à la genèse des frottements [7].

Le microscope à force atomique est également utilisé en biologie. L'une des applications les plus fascinantes dans ce domaine est l'étude in vitro de l'ADN et des interactions ADN-protéines. L'AFM permet en effet d'observer à l'air ambiant ou même en milieu liquide les molécules individuelles absorbées sur une surface, avec une résolution nanométrique. Le mode contact intermittent est à la fois suffisamment doux avec la surface de l'échantillon et suffisamment sensible pour que l'ADN et les protéines soient observés sans être détériorés par la pointe AFM lors du balayage. La surface sur laquelle les molécules sont déposées est en général le mica, car il est facile d'obtenir avec ce matériau une surface plane et propre à l'échelle atomique. La force d'absorption de l'ADN et des protéines sur le mica dépend principalement de la charge de la surface et des concentrations en ions dans la solution de dépôt. Pour l'observation à l'air ambiant les molécules doivent être complètement immobilisées sur la surface. Il est possible de cartographier la position des protéines le long des molécules d'ADN, mais également de caractériser les variations de conformation de l'ADN, soit intrinsèques à sa séquence soit induites par la liaison des protéines.

Pour l'observation en milieu liquide, un compromis est nécessaire : les molécules doivent à la fois être suffisamment adsorbées sur la surface pour ne pas être emmenées par la pointe de l'AFM lors du balayage, et rester suffisamment mobiles pour qu'il soit possible de suivre des interactions au cours du temps. La résolution temporelle dans ces expériences est de l'ordre de quelques secondes avec les AFM actuels [28].

### II. 3. Les avantages et inconvénients de l'AFM

La technique d'imagerie par force atomique, permet de descendre au plus bas de l'échelle d'observation actuellement réalisable. Cette technique comporte des avantages et des inconvénients.

#### II. 3. 1. Les avantages

L'AFM permet la visualisation en 3D de l'échantillon.

Elle permet l'observation d'échantillons conducteurs ou non du courant électrique ainsi que celle de surfaces molles (en mode tapping).

Les conditions d'utilisation ne nécessitent pas un important temps de préparation.

L'AFM peut fonctionner dans l'air contrairement à la STM qui doit fonctionner dans le vide.

Cette technique permet aussi d'observer des échantillons et de suivre leur évolution au cours du temps. C'est une méthode très utilisée en biologie.

#### II. 3. 2. Les inconvénients

l'échantillon peut parfois être dégradé par la pointe d'analyse, surtout en mode contact où la pointe se désagrège assez rapidement.

Les hauteurs déduites de l'analyse par le système de balayage peuvent parfois être faussées (surtout en mode tapping) en fonction du type de pointe utilisée.

Enfin, l'AFM, permet de descendre à très basse échelle, mais nécessite un temps d'analyse plus long, non négligeable par rapport aux autres techniques de microscopie [27].

### II. 4. Exemples des images par AFM

#### II. 4. 1. Couches minces

Par principe une couche mince d'un matériau donné est un élément de ce matériau dont l'une des dimensions, qu'on appelle l'épaisseur, a été fortement réduite de telle sorte qu'elle s'exprime en nanomètres et que cette faible distance entre les deux surfaces limites (cette quasi bi dimensionnalité) entraîne une perturbation de la majorité des propriétés physiques. La différence essentielle entre le matériau à l'état massif et à l'état de couches minces est en effet liée au fait que dans l'état massif on néglige généralement avec raison le rôle des limites (les surfaces) dans les propriétés, tandis que dans une couche mince ce sont au contraire les effets liés aux surfaces limites qui sont prépondérants [29].

##### II. 4. 1. 1. Couches métalliques

Les matériaux métalliques ont généralement des longueurs d'onde plasma situées dans l'ultraviolet, du fait notamment de leur nombre de porteurs très élevé. Ces matériaux déposés en couche mince sont donc essentiellement réfléchissants et absorbants dans le domaine visible.

Les meilleures performances de basse émissivité correspondent à la résistivité la plus faible possible, qui peut être obtenue grâce à une valeur de mobilité des électrons élevée. Une bonne cristallisation de la couche métallique tend à augmenter la mobilité des électrons. En effet, elle est associée à l'absence de défauts et à un bon ordre local des atomes du réseau cristallin [30].

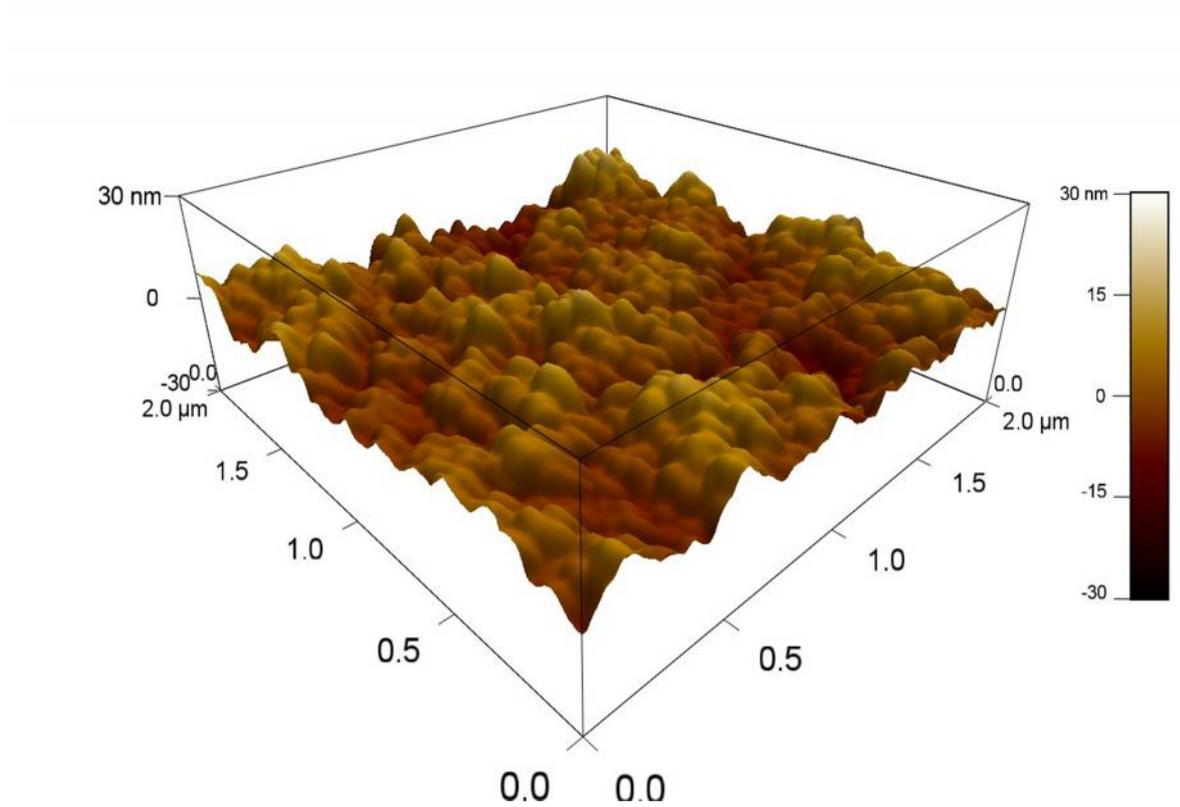
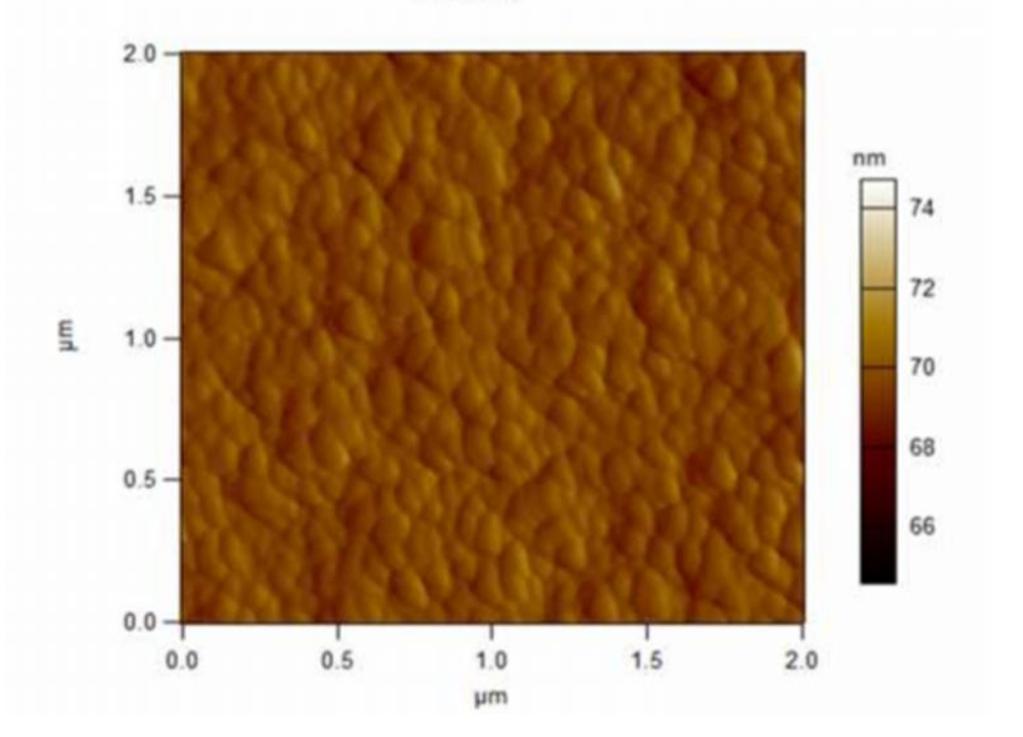
##### II. 4. 1. 2. Alliages

L'Alliage est la combinaison d'un élément métallique avec un ou plusieurs autres éléments chimiques. Dans un alliage, l'élément métallique majoritaire, c'est-à-dire constituant la plus importante partie du mélange, est appelé « métal de base » ou « base ». Les éléments ajoutés volontairement sont appelés « éléments d'alliage » ou « éléments d'addition » et les éléments non désirés sont appelés « impuretés ».

Un alliage peut exister sous différents états : solide cristallisé, en agrégat de microcristaux appelés grains, souvent de variétés cristallines distinctes, ou liquide ou gazeux.

Ces différents états représentent les diverses phases contenues dans l'alliage et qui peuvent changer en fonction des conditions [31].

Alliage Cu-Ni



*Figure II.4 : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  et 30 nanomètre, sous la forme d'oligomère adsorbée sur l'Alliage Cu-Ni surface.*

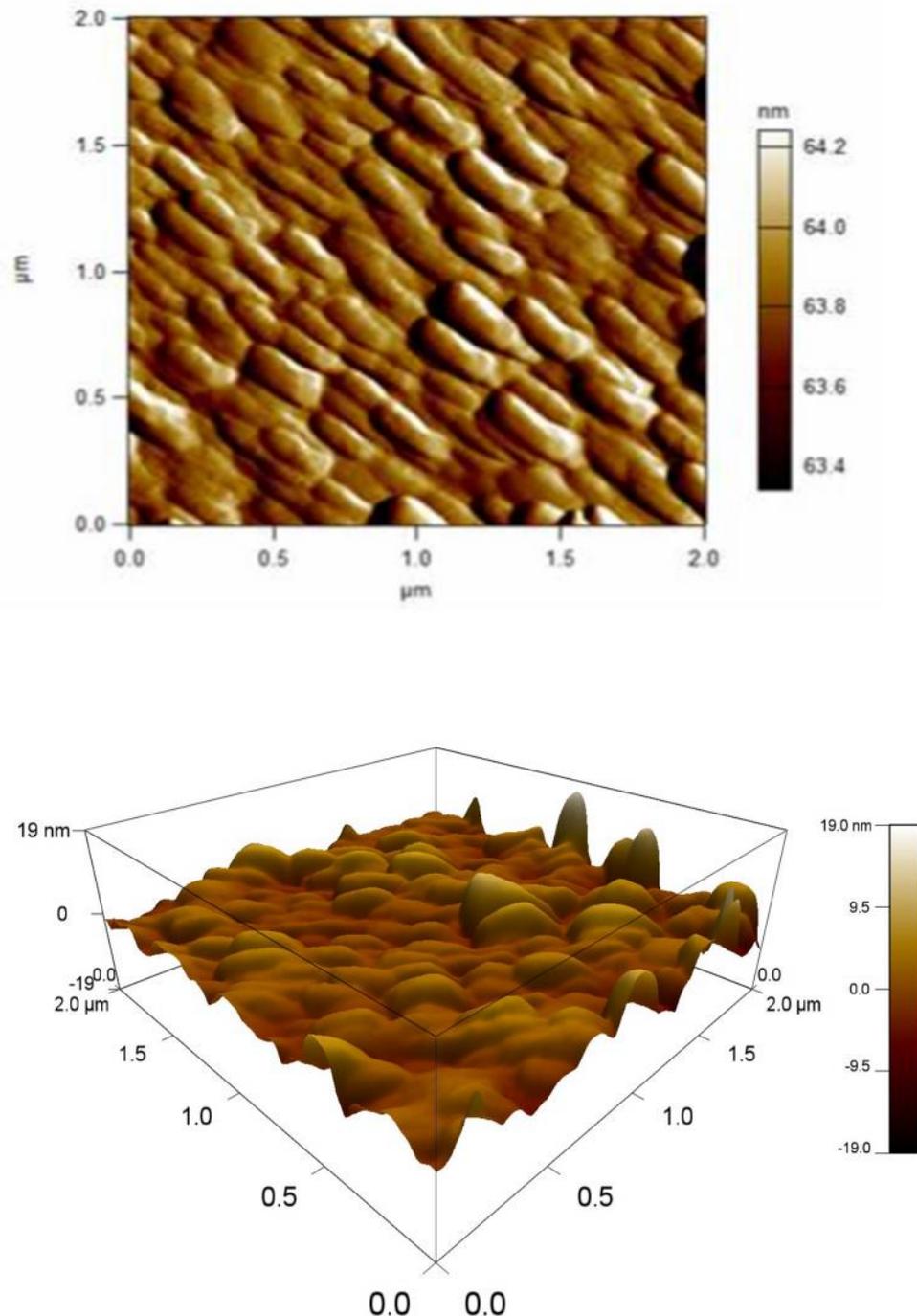
**II. 4. 1. 3. Semi-Conducteur**

Les semi-conducteurs sont généralement des solides cristallins dont la conductivité électrique varie en fonction de plusieurs paramètres tels que la température, la proportion

d'impuretés incorporées dans leur matrice cristalline, et le flux de photons éclairant la surface de ces matériaux. Contrairement aux métaux, qui sont de bons conducteurs électriques mais dont la résistivité augmente avec la température.

Les matériaux semi-conducteurs possèdent une résistivité électrique qui diminue avec la température [32].

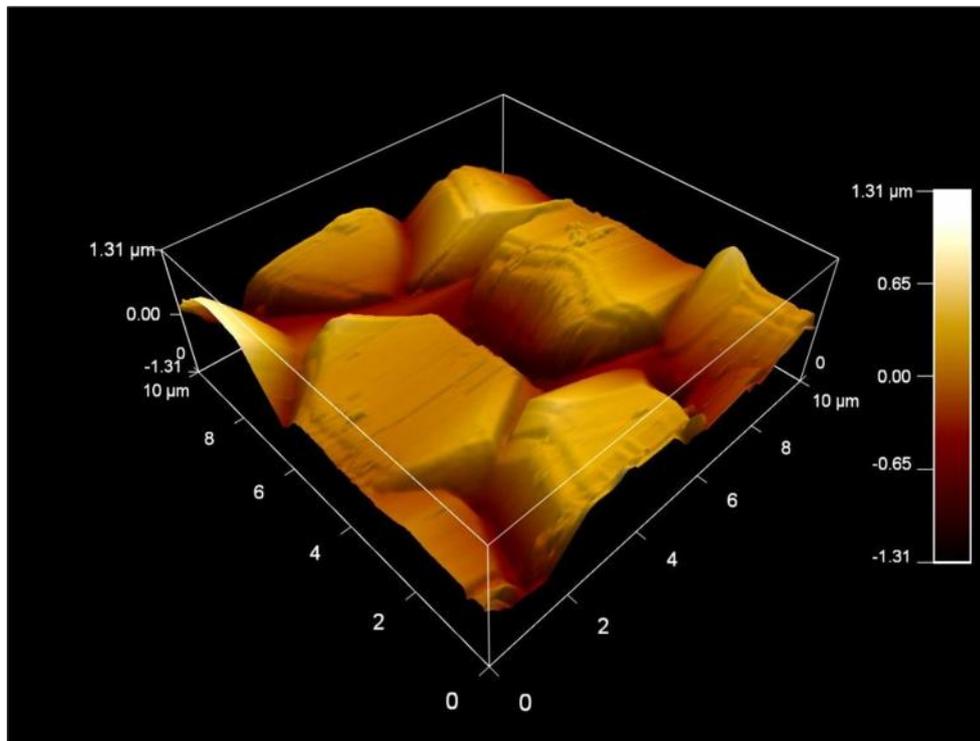
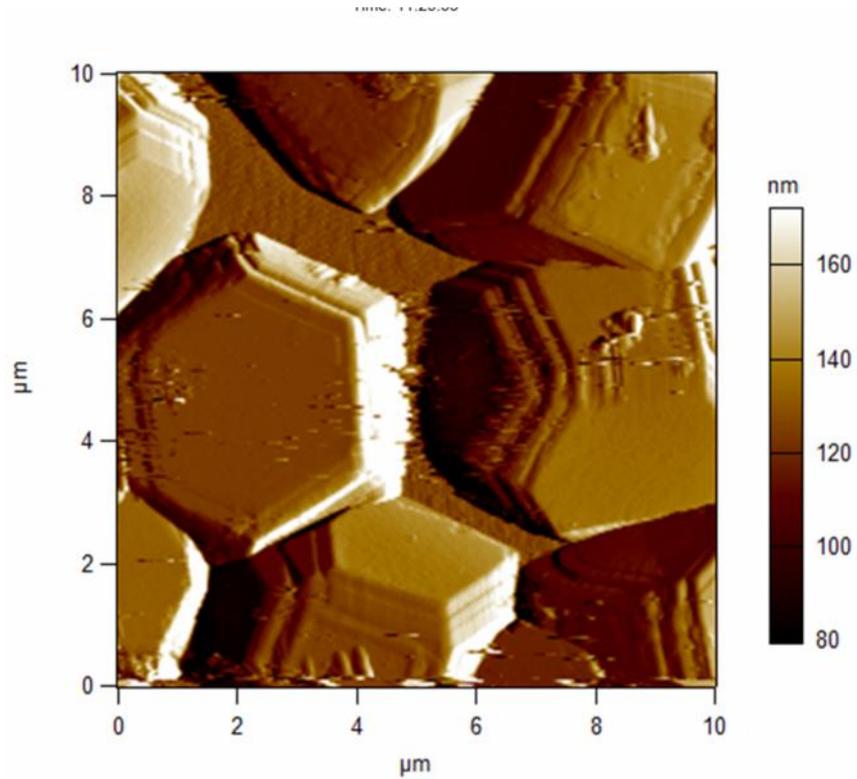
### II. 4. 1. 3. 1. Couche d'oxyde de zinc (ZnO)



*Figure II.5 : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  et 19 nm de Couche d'oxyde de zinc.*

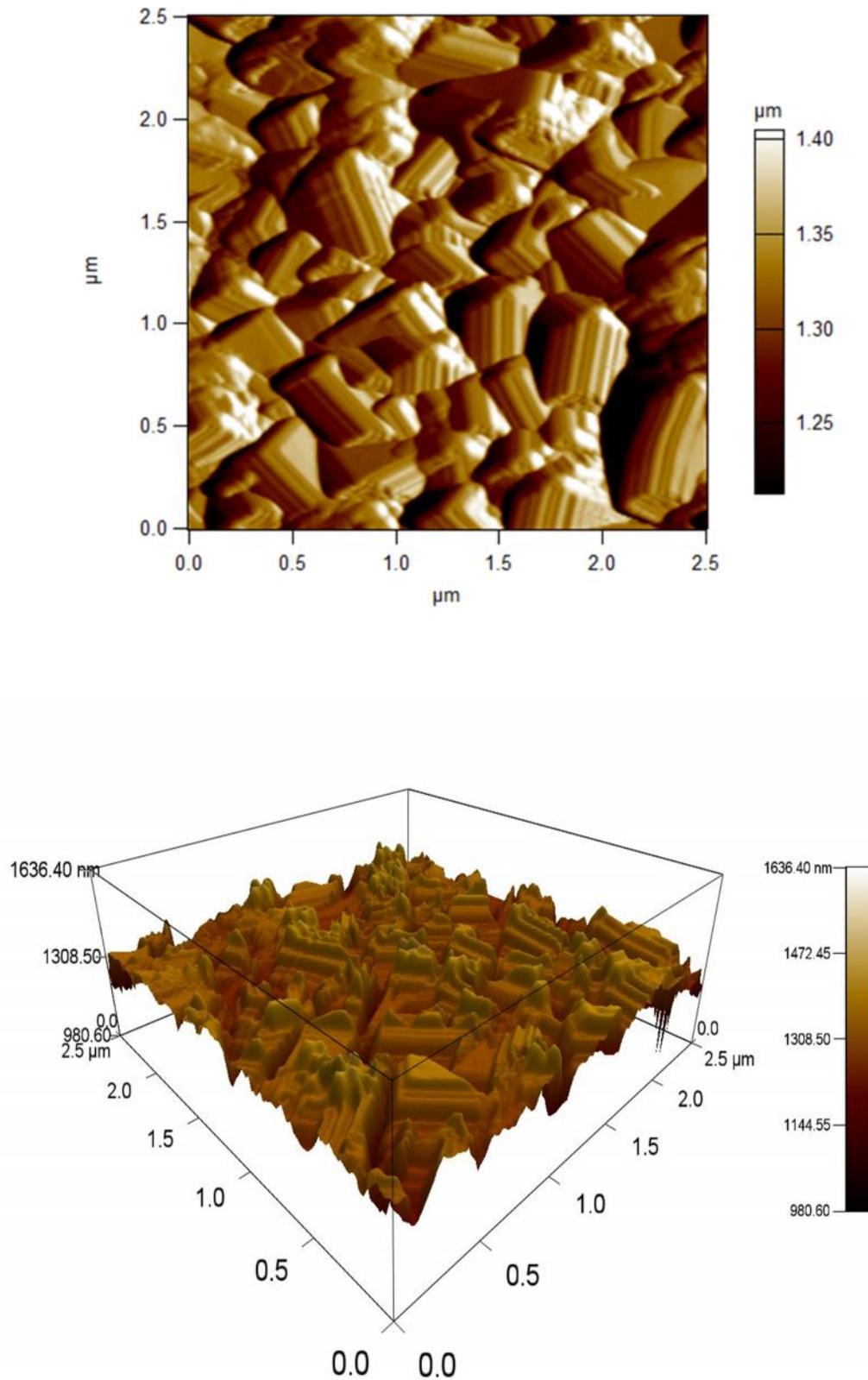
II. 4. 1. 3. 2. Couche d'oxyde de cuivre ( $\text{Cu}_2\text{O}$ )

- Pour le type n



*Figure II.6 : Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  et  $1.31 \mu\text{m}$  de Couche d'oxyde de cuivre type n sous la forme d'Hexagonal.*

- Pour le type P



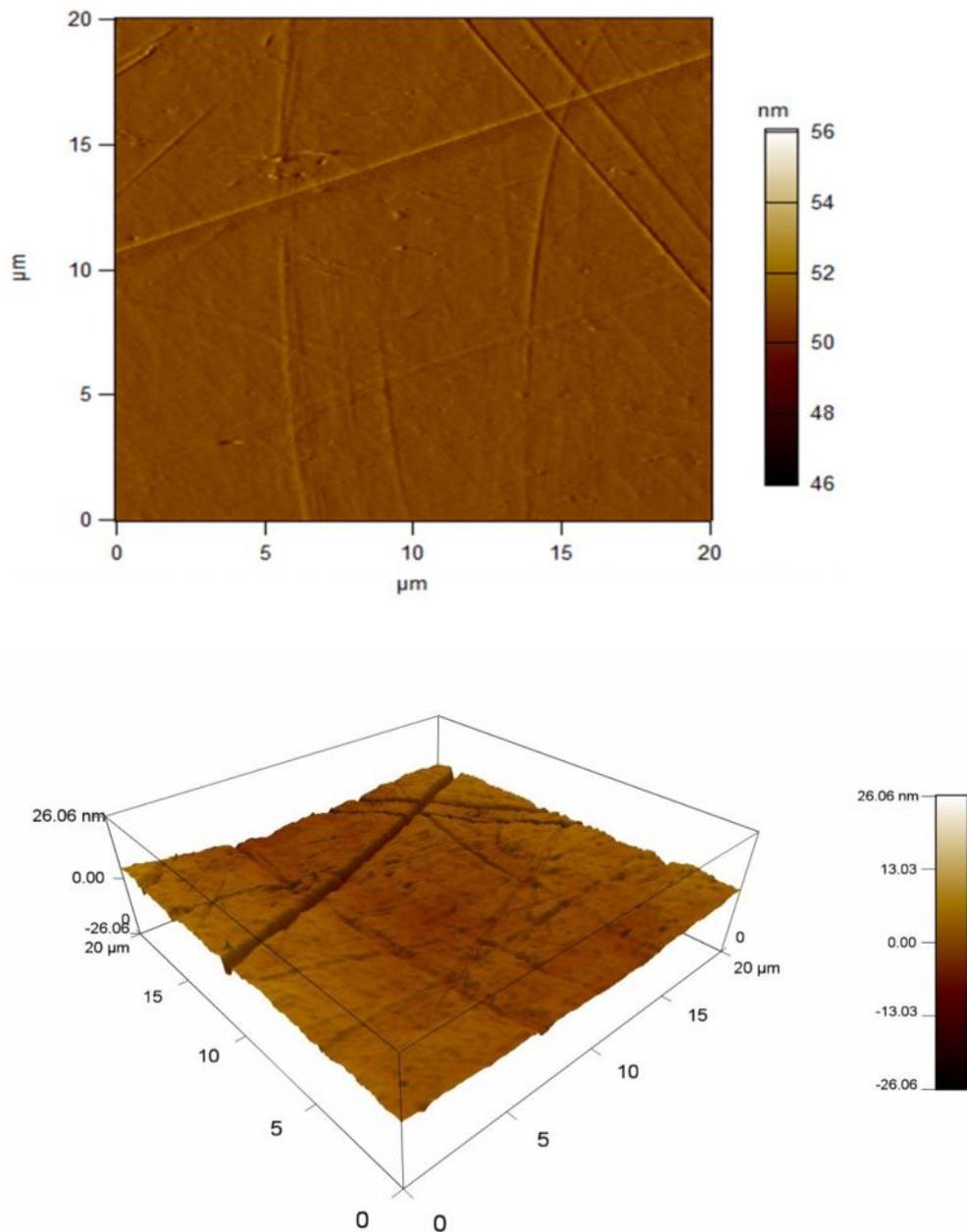
**Figure II.7 :** Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $2.5\mu\text{m}\times 2.5\mu\text{m}$  et 1636.40 nm de Couche d'oxyde de cuivre type P sous la forme cubique.

## II. 4. 2. Topographie de quelques surfaces

### II. 4. 2. 1. Verres

Le verre, matériau homogène et isotrope, présente des propriétés intrinsèques uniques dans le domaine de l'optique. Le verre est homogène à des échelles de longueur bien inférieures à celles des longueurs d'onde du visible. Il ne contient aucune imperfection pouvant entraîner une réfraction ou une réflexion interne de la lumière incidente.

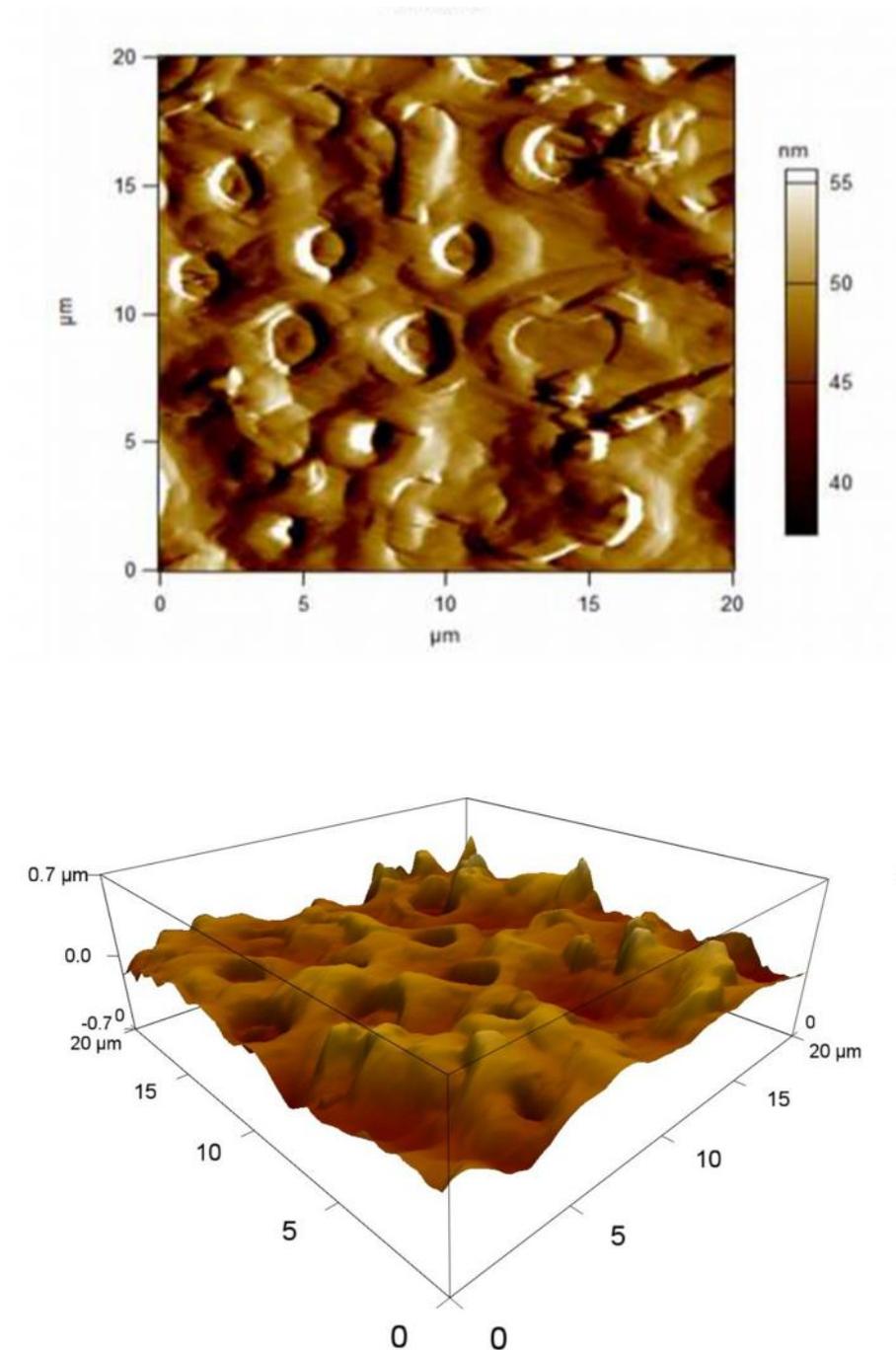
Les verres d'oxydes et quelques verres fluorés sont retenus pour la plupart des applications optiques dans le domaine du visible [33].



**Figure II.8 :** Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  et  $26.06\ \text{nm}$  de Couche de verre sous la forme rayures horizontales.

### II. 4. 2. 2. Polymère

Le mot polymère vient du grec « polus » plusieurs, et « meros » partie. Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée de l'enchaînement répété d'un même motif, le monomère (du grec monos : un seul ou une seule, et meros ; partie), reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes. Les travaux de Staudinger dans les années 1920 constituent la base de la science des polymères ou macromolécules. Flory énoncera plus tard les principes fondamentaux sur les polymères [34].

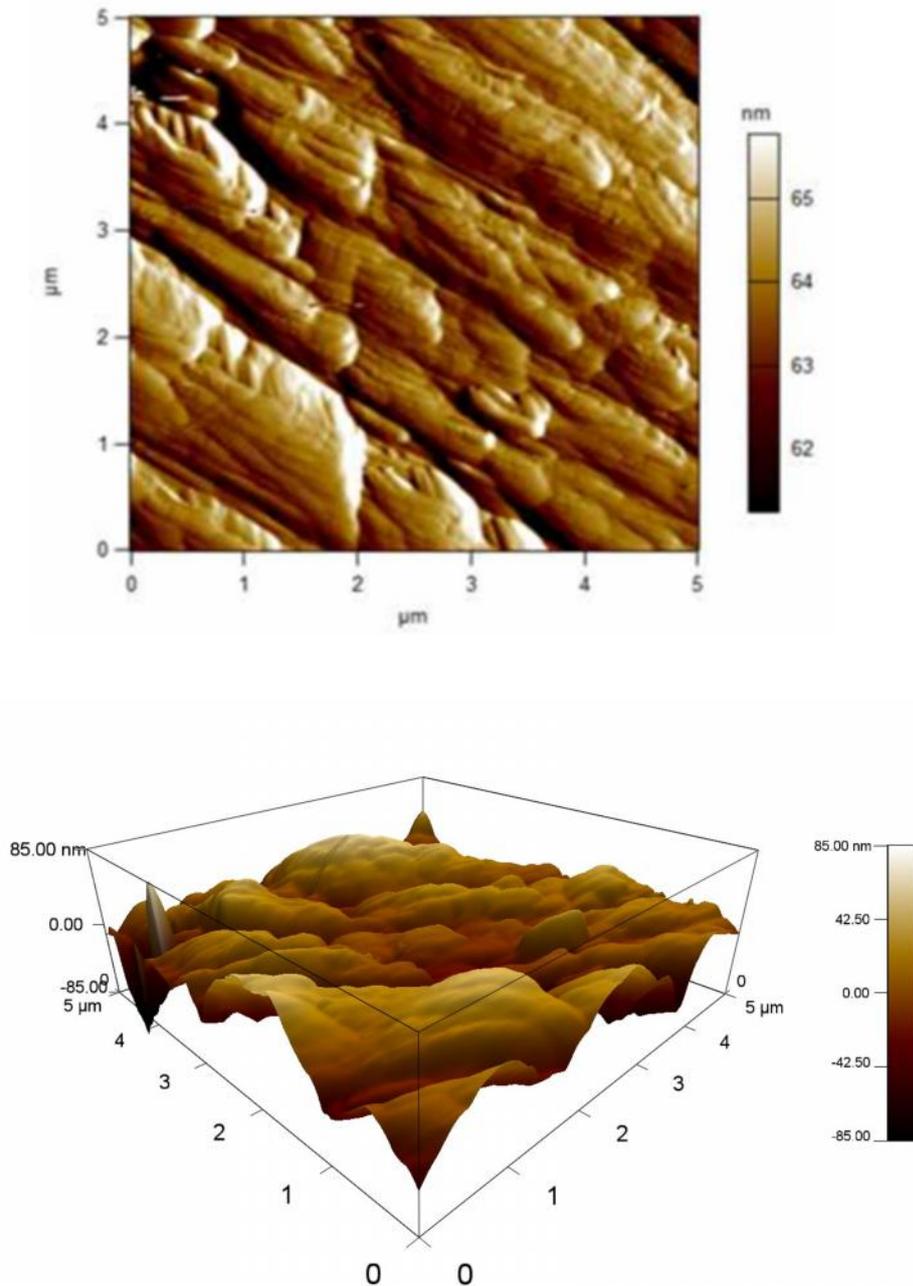


**Figure II.9 :** Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  et  $20\ \text{nm}$  de Couche Polymère sous la forme tôle laminée avec des cylindres.

### II. 4. 2. 3. Céramique

Les céramiques sont un peu plus complexes que les structures métalliques. Elles sont composées d'éléments métalliques et de substances non métalliques tels que des oxydes, des nitrites et des silicates. Elles peuvent apparaître soit comme des solides cristallins, soit comme des solides amorphes.

Dans les céramiques, les ions chargés négativement (anions) sont souvent différents en taille des ions chargés positivement (cations) [35].



**Figure II.10 :** Images 2D et 3D, respectivement. La taille d'image est  $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$  et 85 nm de Couche céramique sous la forme d'oligomère.

---

**Références**

- [1] J. Verkolje, 1686, Anton van Leeuwenhoek.
- [2] J. Ghanbaja, N. BOISSET Biophy Research, MET-TEM 2008. [www.biophyresearch.com/sciences / matière /tem.pdf](http://www.biophyresearch.com/sciences/matière/tem.pdf).
- [3] Gerd BINNIG, Heinrich ROHRER. Le microscope à effet tunnel. [www.dailymotion.com/vidéo/ xko9yj\\_le-microscope-a-effet-tunnel\\_tech](http://www.dailymotion.com/vidéo/xko9yj_le-microscope-a-effet-tunnel_tech).
- [4] G .Binnig . C.F. Quate et C Gerber, physical review letters, 49-61, 930-933(1986) ; livre nanobiotechnologies et nanobiologie p 381.382.
- [5] H. J. Mathieu, E. Bergmann et R.Gras 4. Analyse et Technologie des Surfaces -Couches minces et tribologie- p125. 126. 127.
- [6] Portrait of Zhores Alferov, russian Nobel prizier in Physics, 2000.
- [7] N. Battaglini, microscopie en champ proche, Le microscope à force atomique. Université Paris-Diderot-7, 2010.
- [8] J. N. Israelachvili, Intermolecular and Surface Forces, Surface Science Lettres, 290, p.L688, 1993.
- [9] Portrait of Zhores Alferov, russian Nobel prizier in Physics, 2000.
- [10] Omicron Nano Technology GmbH (2006) chapt5 : Les outils de la nanotechnologie AFM : concepts de base.
- [11] Microscopie à force atomique (AFM) par Jean-Claude Rivoal Professeur émérite à l'université Pierre-et-Marie-Curie Laboratoire d'optique physique (CNRS UPR A0005) et Christian Fretigny Directeur de recherche CNRS, laboratoire de physico-chimie des polymères et milieux dispersés (CNRS UMR 7615) R 1 394–4.
- [12] S. Belaidi, P. Girard, and G. Leveque, Electrostatic forces acting on the tip in atomic force microscopy : Modelization and comparison with analytic expressions Appl. Phys. Lettres, 81, p.1023, 1997.
- [13] S. Sounilhac, E. Barthel, and F. Creuzet, Simultaneous atomic force microscopy measurement of long range forces and adhesion energy between tungsten and oxide surfaces under ambient atmosphere and ultrahigh vacuum J. Appl. Phys, 85, p.222, 1999.
- [14] J. E. Stern, B. D. Terris, H. J. Mamin and D. Rugar, Deposition and imaging of localized charge on insulator surfaces using a force microscope, Appl. Phys. Lettres.53, p.2717, 1988.
- [15] N.A. Burnham, R. J. Colton and H. M. Pollock, Work function anisotropies as an origine of long rang surface forces, Phys. Rev. Lettres. 69, p.144, 1992.
- [16] H. Hertz, J. Reine Angew. Math., 92, p.156, 1882.
- [17] A. Cornet, J - P. Deville .Physique et Ingenierie des Surfaces, p 185.

- [18] S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, M. Longmire, and J. Gurley. An atomic-resolution atomic-force microscope implemented using an optical lever. *Journal of applied physics*, 65 : 164 – 167 ,1988.
- [19] Annexe F. Microscopie à Force Atomique p 213.
- [20] Rapport de stage. Licence Professionnelle métiers de l’optronique, promotion 2008/2009 Lopez Julien. Caractérisation d’un Microscope à Interferométrie Fibre.
- [21] G. Binnig, C. Quate et C. Gerber : Atomic Force Microscope *Physical Review Letter* vol. 56, p.930 (1986).
- [22] Marga, F., Grandbois, M., Cosgrove, D. J. and Baskin, T. I. (2005) Cell wall extension results in the coordinate separation of parallel microfibrils: evidence from scanning electron microscopy and atomic force microscopy. *Plant Cell Walls Andrew R. Kirby Journal* 43, 181–190.
- [23] P. Schellekens, N. Rosielle, H. Vermeulen, M. Vermeulen, S. Wetzels, and W. Pril . Design for precision – current status and trends. *Annals of the CIRP*, 47 : 557- 586,1998.
- [24] J. Bortoluzzi, Le Microscope à Force Atomique, Professeur, Marie-Paule Bassez Université de Strasbourg, IUT Robert Schuman. Projet Tutoré 2010-2011, [http:// chemphys.ustrasbg.fr/mpb/teach/originevie.html](http://chemphys.ustrasbg.fr/mpb/teach/originevie.html).
- [25] G. Coulon, Imagerie de surface de polymères : microscopie à force atomique, Professeur à l’Université des Sciences et Technologies de Lille, docteur ès sciences .
- [26] Y. Martin, H. K. Williams, and H. K. Wickramasinghe. Atomic force microscope – force mapping and profiling on a sub 100 Å scale. *Journal of Applied Physics*, 61 : 4723 – 4729,47230.
- [27] Biophys Research .document – technique AFM – de l’encadreur.
- [28] Loic Hamon, Patrick A. Curmi et David Pastre – Techniques d’observation des acides nucléiques et des complexes nucléoprotéiques par l’AFM.
- [29] C. J. Brinker, G. C. Frye, K. J. Ward, et C. S. Ashley, *J. Non-Cryst. Solides*, 121, 1-3 (1994) 294.
- [30] P. A. Averbuch. Structure électronique des solides. Elève de l’Ecole Normale Supérieure Directeur de Recherche au Centre National de la Recherche Scientifique Centre de Recherche sur les Très Basses Températures, Grenoble.
- [31] Diagrammes d’équilibre, Alliages binaires par Jean Hertz Professeur émérite à l’Université Henri-Poincaré - Nancy I p 1.
- [32] C. Kittel, *Physique de l’état solide* 5<sup>e</sup> édition. Paris : Dunod Université, Bord (1983) ISBN 2-04-010611-1.
- [33] Verres ; Propriétés et applications par Jean Phalippou Professeur à l’Institut des Sciences de l’Ingénieur de Montpellier (ISIM) Département Matériaux Laboratoire des Verres, UMR CNRS n° 5587 Université de Montpellier II.

- [34] G. Coulon Imagerie de surface de polymères : microscopie à force atomique. Professeur à l'Université des Sciences et Technologies de Lille Docteur ès sciences.
- [35] Rappels atomistiques, Structure des métaux, des Alliages et des céramiques.

### **Conclusion**

La microscopie à force atomique (AFM) est un instrument de mesure ou d'analyse à haute résolution, qui permet d'analyser la surface d'un matériau rigide ; et d'observer des échantillons conducteurs ou non du courant électrique ainsi que celle de surfaces molles.

Elle est aussi très fiable lorsque la sonde (la pointe) est correctement choisie et que tous les paramètres de mise en marche sont optimisés aussi.

L'AFM, permet de descendre à très basse échelle, malgré sa nécessité d'un temps d'analyse plus long, non négligeable par rapport aux autres techniques de microscopie mais on peut dire qu'elle est toujours en développement, pour améliorer la rapidité des images topographique soit 2D et 3D.