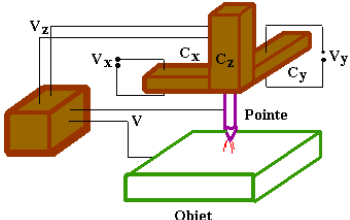
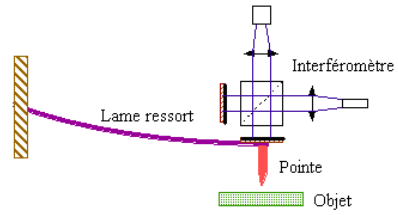
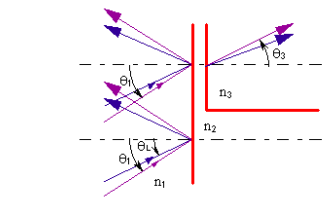


TP POLYTECH GRENOBLE : MICROSCOPIE A SONDE LOCALES.

Les microscopies à sonde locale ont connu un développement considérable depuis une dizaine d'année, suite à l'invention de la microscopie à effet tunnel (Binnig, 1982 – Prix Nobel en 1986) suivie par celle de la microscopie à force atomique (Binnig, 1986). Actuellement, il existe principalement trois types de microscopies à sonde locale : La microscopie à effet tunnel (STM), la microscopie à force atomique (AFM) ainsi que la microscopie optique en champ proche ou tunnel optique (STOM).

Le principe de ces microscopie est toujours le même, il consiste à explorer une surface à l'aide d'une sonde (pointe) placée à proximité immédiate et à mesurer l'intensité de différentes interactions qui apparaissent entre la sonde et la surface de l'objet.

<p>STM</p> 	<p>Mesure du courant tunnel I entre surface et sonde. Sens du courant tunnel induit par une tension V</p>	<p>$I=f(\mathbf{r}, \text{densité d'électrons})$ On peut avoir ainsi accès à différentes informations. L'image obtenue est une convolution d'une information topographique et électrique.</p>
<p>AFM</p> 	<p>Mesure des forces exercées à plus ou moins courte distance par la surface sur la pointe. Notion de « contact »</p>	<p>$F=f(\mathbf{r})$ L'image obtenue est directement reliée à une information topographique</p>
<p>STOM</p> 	<p>Mesure de l'intensité de l'onde lumineuse évanescente présente à proximité immédiate de la surface de l'échantillon éclairé en réflexion totale interne</p>	<p>$I=f(\mathbf{r}, \text{matériau})$ On a ici encore accès à différentes propriétés convoluée.</p>

Il existe d'autres types de microscopies en champ proche, directement dérivées de ces trois-dernières. La microscopie à force magnétique (MFM) et la microscopie à force électrique (EFM) par exemple permettent respectivement d'avoir une cartographie des propriétés magnétiques et électriques d'une surface ainsi que d'étudier le comportement électrique et magnétique de petites structures.

Nous allons au cours de ce TP travailler avec deux types de microscopies en champ proche, les deux techniques les plus courantes, soient la microscopie à effet tunnel (STM - Scanning Tunneling Microscopy) et la microscopie à force atomique (AFM – Atomic Force Microscopy).

STM

Quelques éléments théoriques...

Le succès du microscope à effet tunnel tient essentiellement au fait qu'il est possible d'obtenir des cartographies de surfaces conductrices (ou semi-conductrices) avec une résolution spatiale de quelques Angströms, ce qui permet une visualisation directe de l'arrangement atomique de la surface. Nous verrons que le STM mesure en fait les variations spatiales de la densité électronique au niveau de Fermi.

1.Effet Tunnel

Principe

L'effet tunnel est une des prédictions les plus surprenantes de la mécanique quantique. En mécanique classique, une particule, qui n'a pas assez d'énergie E pour surmonter une barrière de potentiel de hauteur V_0 , reste indéfiniment bloquée du côté de la barrière où elle se trouve initialement. En mécanique quantique, par contre, la fonction d'onde associée à cette même particule n'est pas nulle de l'autre côté de la barrière. Il y a donc une certaine probabilité pour que cette particule franchisse la barrière, et ce même si son énergie est inférieure à V_0 , c'est ce que l'on appelle l'effet tunnel. Tout ce passe comme si la particule emprunte un " tunnel " au travers de la barrière de potentiel.

Si on considère le cas d'un atome isolé, le noyau est une charge positive qui crée un potentiel électrostatique local inversement proportionnel à la distance

$$\vec{u}(r) = -\frac{\vec{e}}{r}$$

Dépendance du courant tunnel avec l'épaisseur de la barrière.

Etude du passage d'un électron à travers une barrière isolante.

Hyp : On se place en 1D

Les électrons sont libres dans les électrodes (ondes planes)

La barrière est rectangulaire (électrodes identiques et V_T voisin de 0)

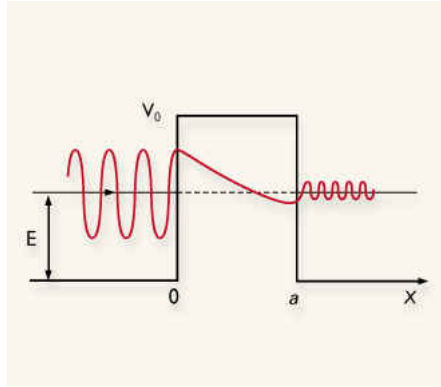


Figure1 : Représentation 1D de l'effet tunnel

Le coefficient de transmission T s'écrit, dans le cas d'une barrière fortement atténuante (soit $a \gg \frac{1}{\sqrt{2m\phi/\hbar^2}}$) :

$$T \propto \exp(-2\sqrt{2m\phi/\hbar^2} \cdot a)$$

Où $\phi = V_0 - E$ est la hauteur de barrière effective pour l'électron d'énergie E .

On voit ici que le courant est une fonction exponentielle décroissante de la distance a . Typiquement, pour les bons métaux, $\phi = 4\text{eV}$ et donc le courant est diminué d'un facteur 10 quand a augmente d'1 Å.

Dans le cas du STM, cette relation reste vérifiée expérimentalement en première approximation. Cette sensibilité extrême du courant avec la distance pointe-surface est le principal atout du STM.

1. Résultats de la théorie de Tersoff et Hamann

Il est nécessaire de prendre une description plus juste des électrons dans le cas d'une jonction STM. La théorie de Tersoff et Hamann (sur la base des travaux de Bardeen) fait intervenir simultanément les densités d'états électronique des électrodes, tout en tenant compte de la géométrie de la pointe (modélisée par une sphère). Dans leur calcul, les électrons issus de la pointe ont une fonction d'onde évanescente à symétrie sphérique. Les électrons issus de l'échantillon sont décrits par une fonction de Bloch 2D avec une composante évanescente suivant z .

Hypothèses : Electrodes métalliques (densités d'état constantes autour du niveau de Fermi)
 $T=0$
 V_T négligeable par rapport aux travaux de sortie des électrodes.

$$I = V \cdot D_{\text{pointe}}(E_F) R^2 \cdot k^{-4} \cdot \text{Exp}(2kR) \cdot \rho_{\text{ech}}(\vec{r}, E_F)$$

où D_{pointe} et ρ_{ech} sont la densité électronique de la pointe et la densité d'états locale de l'échantillon. C une constante et E_F l'énergie de Fermi.

Cette relation montre que le courant I est proportionnel à la densité d'états de la pointe $D_{\text{pointe}}(E_F)$ et à la densité d'états locale de la surface à la position de la pointe r et au niveau de Fermi. Le paramètre $k = \hbar^{-1} \cdot (2m\phi)^{1/2}$ avec ϕ le travail de sortie des électrons (considéré comme étant le même pour la surface et la pointe). Un STM sonde donc la densité locale d'états électroniques de l'échantillon, à l'énergie de Fermi et à la position r de la pointe (plus exactement r est la position du centre de courbure du bout de la pointe). Il convient de prendre en compte l'influence de cette densité d'états dans l'interprétation des images.

De plus, cette théorie montre que la résolution latérale ne dépend que de la forme de la pointe. Tersoff définit cette résolution latérale et l'exprime, tous calculs faits, sous la forme finale simple : $[2k^{-1}(R+d)]^{1/2}$ où dans cette expression, R et d sont exprimés en angströms. (Fig.2)

Si l'on déplace la pointe parallèlement à la surface, on peut mesurer alors les variations spatiales de la densité d'états.

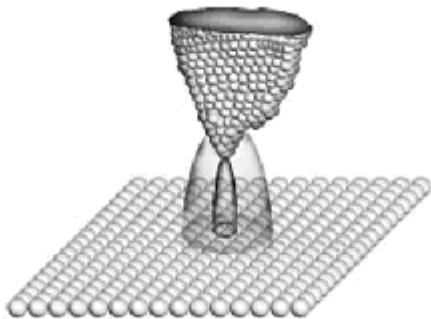


Figure 2 : résolution latérale

En fonction de la différence de potentiel V entre l'échantillon et la pointe (le potentiel de la pointe est pris comme référence), les images STM peuvent être considérablement modifiées. En polarité positive, les électrons traversent par effet tunnel la barrière de potentiel de la pointe vers les états vides de la densité d'états de l'échantillon. En polarité négative, les électrons contribuant au courant tunnel proviennent du niveau de Fermi de la surface de l'échantillon. La Figure 3 illustre l'influence de la différence de potentiel sur le courant tunnel.

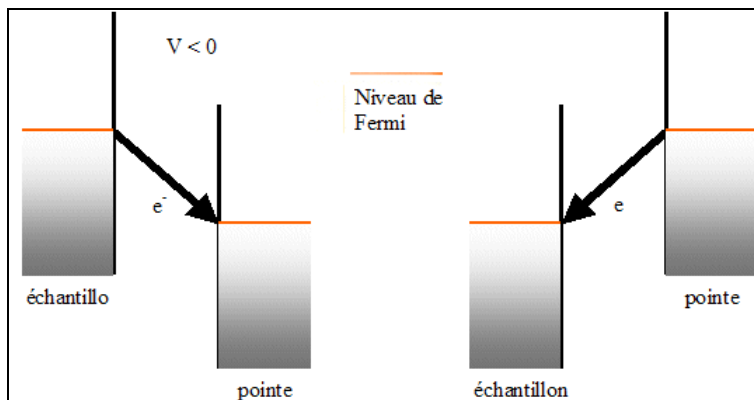


Figure 3 : influence de la différence de potentiel sur le courant tunnel.

Présentation et fonctionnement du STM...

Le microscope utilisé pour ce TP est un STM commercial de type EasyScan, vendu par la société nanosurf. De manière générale, le dispositif permettant de réaliser la microscopie à effet tunnel se décompose en 3 parties : la tête du STM, l'électronique et le logiciel de commande.

1. La tête du microscope.

La tête d'un STM comporte un corps rigide sur lequel est fixé une ou plusieurs céramiques piézoélectriques. L'effet piézoélectrique est utilisé pour les nanodéplacements de la pointe par rapport la surface.

Le STM du TP est présenté en figure . il est constitué de deux étages : porte-pointe et porte-échantillon.

Etage porte-pointe : La pointe est maintenue par une armature métallique (qui permet également de collecter le courant tunnel) et cette armature est collée sur un « tripode » piézoélectrique permettant le nanodéplacement de la pointe dans les 3 directions de l'espace.

Etage porte-échantillon : l'échantillon est collé sur un disque en inox. Ce disque est fixé à l'extrémité du cylindre « chariot ». Le système échantillon – disque - cylindre « chariot » forme donc un ensemble rigide. L'ensemble peut glisser sur deux rails cylindriques en inox, pour venir à proximité de la pointe. Pour mesurer un courant tunnel, il faut pouvoir réduire la distance pointe surface à une distance nanométrique. Pour cela un dispositif d'approche inertielle est mis en œuvre :

Le déplacement du chariot est obtenu par une succession de nanodéplacements du support S collé à une céramique piézoélectrique. Chaque nanodéplacement ou pas est décomposé en une phase rapide où le support glisse sous le chariot puis un retour lent qui entraîne le chariot le long des rails (mouvements obtenus grâce aux piézoélectriques). Au cours de ce TP ce mode d'approche sera analysé. Une succession d'un grand nombre de pas revient à obtenir un déplacement macroscopique du chariot et donc de l'échantillon. Au cours de l'approche, un éventuel courant tunnel peut être détecté, l'approche cesse alors, le régime tunnel est atteint.

2. Electronique

L'électronique associée au STM est essentielle et relativement complexe. Nous en donnons ici un bref aperçu.

Préamplificateur courant-tension : Aux tensions usuelles, le courant tunnel mesuré par STM est relativement faible (pA à nA). Cela s'explique par le caractère très local de la mesure. Pour mesurer le courant IT détecté par la pointe, celui-ci est amplifié et converti en tension VS au moyen d'un préamplificateur courant-tension.

Electronique de commande

Cette électronique, interfacée avec un ordinateur PC pentium 200 est composée de

- Carte CNA CAN 16 bits

- Amplificateurs de tension +/- 12 V pour appliquer les tensions aux céramiques piézoélectriques, à partir de rampes numériques créées par le soft et converties en signal analogique par la carte CNA
- Boucle de régulation analogique.

Boucle de régulation du courant tunnel :

Le courant tunnel I_T est converti en une tension V_S à la sortie du préamplificateur et V_S est numérisée par la carte CAN. La boucle analogique de régulation permet de comparer V_S à une valeur de consigne et d'en sortir le signal d'erreur ΔZ , reconverti par la carte CNA en signal analogique qui va être appliqué au cube piézoélectrique pour retrouver la valeur de consigne. Cette boucle de régulation fonctionne en permanence en mode imagerie. On dit qu'on travaille à COURANT TUNNEL CONSTANT. Le signal d'erreur ΔZ est enregistré au cours du balayage X, Y . L'ensemble des points $\Delta Z(X, Y)$ constitue une image STM.

3. Soft de commande : le logiciel Easyscan

Une description détaillée du logiciel USTM est disponible pendant le TP

Déroulement du TP ...

1. Utilisation du moteur inertiel

Monter une pointe en Platine/Iridium sur le porte-pointe. Déposer le cylindre sur le chariot à vide (sans échantillon). (A faire avec l'encadrant...) Reportez vous à la figure 4 pour comprendre et repérer les différents éléments qui constituent le microscope. (*gants pendant les manipulations*)

- a) Vérifiez que le moteur permet de déplacer le chariot par rapport à la pointe dans la gamme de quelques millimètres
- b) Analysez le fonctionnement du moteur inertiel (documentation nanosurf)

2. Imagerie d'une surface de graphite

- a) Préparation des surfaces de graphite – Décrivez la structure du graphite - clivez la surface à l'aide du scotch et positionnez l'échantillon sur le chariot. (A faire avec l'encadrant...).
- b) Réalisez l'approche de la pointe comme décrit sur le fascicule nanosurf – procédez à des images grand champ (400nm de côté), donnez une estimation de la taille des terrasses. Expliquez ce que c'est.
- c) Visualisation de l'arrangement atomique à la surface du graphite, décrivez le type de maille observée, mesurez ces paramètres directement sur l'image.

Quelques éléments théoriques...

L'invention de l'AFM découle du besoin de pouvoir imager tout type de surface, le STM n'étant applicable qu'à des surfaces conductrices. (ou avec des épaisseurs d'isolant suffisamment faibles pour courant tunnel).

Cette microscopie utilise les forces d'interaction qui s'exercent entre une pointe et la surface de l'échantillon.

1. La physique des forces d'interaction

La combinaison des différentes forces susceptibles de s'exercer entre pointe et surface conduit à une évolution du potentiel d'interaction $U(r)$ et de la force $F(r)$ en fonction de la distance r pointe - échantillon.

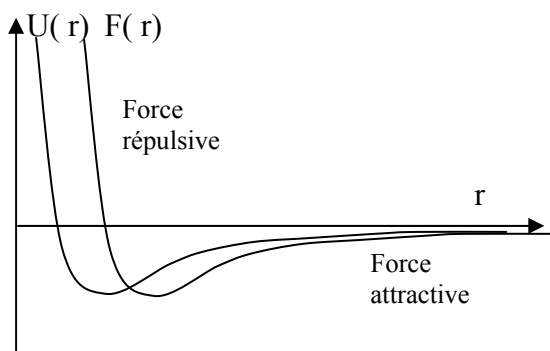


Figure 4

Plusieurs types d'interactions interviennent avec une intensité et un signe qui dépendent de la distance.

- Forces de répulsion à courte distance

Les forces répulsives résultent du recouvrement des orbitales électroniques lorsque les atomes se rapprochent à très courte distance. Elles sont liées à l'impossibilité pour les nuages électronique de deux atomes de s'interpénétrer. Cette impossibilité est décrite par le principe de Pauli qui oblige les électrons à se placer sur des états d'énergie différents. Dans la zone de recouvrement des orbitales électroniques, la densité d'électrons devient plus faible, et les noyaux qui sont chargés positivement, sont moins écrantés et se repoussent. Il en résulte des forces de répulsion à très courte portée qui croissent très rapidement lorsque la distance diminue. Elles sont assez bien décrites à partir du potentiel de Lennard-Jones :

$U(r) = \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right]$ avec r = distance noyau-noyau et σ le rayon atomique.

- Forces attractives à moyenne et longue distance

Ce sont des forces d'origines essentiellement électrostatiques. Elles comprennent les forces dipolaires ou de Van der Waals à moyenne distance, les forces d'adhésion à longue distance et les forces de capillarité .

Les forces de Van der Waals apparaissent à la suite de l'interaction entre deux molécules polaires, entre un dipôle permanent et un dipôle induit par le champ du dipôle permanent, entre atomes neutre ou molécules non polaires (moment dipolaire instantané)

$$U(r) = \frac{10^{-53}}{r^6}$$

Les forces d'adhésions sont inversement proportionnelles à la distance :

$$U(r) = \frac{A}{r} \text{ avec } A \text{ constante de Hamaker}$$

Enfin les forces de capillarité apparaissent à la suite de la condensation sur la surface d'eau et de contaminants présents dans l'atmosphère ambiante (on peut s'en affranchir sous vide).

Présentation et fonctionnement de l'AFM ...

1. Fonctionnement

L'échantillon est fixé sur un tube, dispositif composé de céramiques piézoélectriques permettant des déplacements dans les trois directions de l'espace X,Y,Z avec une précision de 0.1 Å. La sonde de l'AFM est une pointe ultrafine intégrée à l'extrémité d'un levier flexible et sensible à des forces plus faibles que les forces interatomiques. Les déflexions du levier (~ 0.1 Å) résultant des vibrations de forces ($\sim pN$) entre la pointe et l'échantillon lors du balayage sont mesurées le plus souvent par une détection optique (dans le premier AFM, la détection se faisait à l'aide d'un STM). Un faisceau laser est focalisé sur le levier puis réfléchi dans une photodiode coupée en deux ou quatre quadrants. Le signal différentiel donne la déformation du levier et donc la force d'interaction, puisque le levier obéit à la loi de Hooke ($F = -k\Delta z$) pour de petits déplacements.

Dans le mode de fonctionnement standard (en contact), la force est maintenue constante durant le balayage (XY) à l'aide d'une boucle de régulation qui ajuste la position Z de l'échantillon. La force mesurée F_m est comparée à une force de référence F_c . Un correcteur électronique permet d'annuler l'erreur $\Delta F = F_m - F_c$, en modifiant la position Z de l'échantillon pour maintenir la force d'interaction désirée. La position Z en fonction des positions XY de l'échantillon donne la topographie de la surface.

La caractéristique essentielle des leviers (en silicium ou nitrure de silicium) est la constante élastique k . Si ces leviers sont trop mous, la déflexion est trop importante, au contraire, s'ils sont trop rigides, ils risquent d'endommager l'échantillon et la sensibilité aux forces est plus faible.

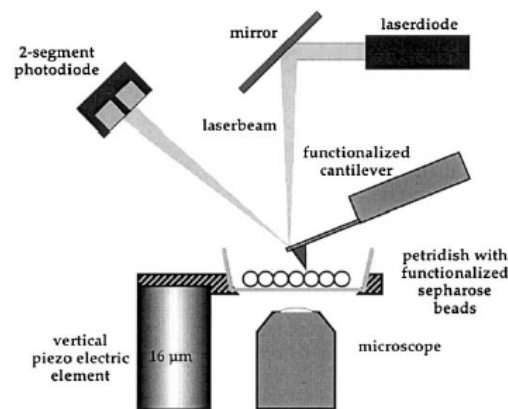


Figure 5 : Dispositif AFM

2. Différents modes de fonctionnement

Mode contact

La pointe est maintenue en contact répulsif permanent avec l'échantillon. La résolution latérale peut-être très bonne (0,1nm) mais dépend énormément du profil de la pointe, et de la rugosité de l'échantillon. La résolution verticale n'est limitée que par la qualité de la céramique piézoélectrique (<0,1nm). Les désavantages de ce mode sont : L'existence de forces de friction pointe-surface, l'existence de force de capillarité (ménisque d'eau) et l'influence de charges électrostatiques de surface.

Mode non-contact ou attractif (résonant faible amplitude)

Dans ce cas, c'est les forces attractives à moyenne et longue distance qui sont utilisées. La pointe n'est plus en contact permanent avec la surface (elle oscille à sa fréquence de résonance).

Le levier est monté sur un support piézoélectrique qui le fait vibrer à sa fréquence de résonance sur une faible amplitude. Lorsque la pointe est proche de la surface, l'action des forces attractives modifie la fréquence de vibration du cantilever. L'image est obtenue en asservissant le déplacement z de l'échantillon pour maintenir une fréquence de vibration constante.

Les avantages de ce mode : Pas de modification d'objets fragiles, possibilité d'étude de molécules faiblement liées avec leur support. Mais les résolutions latérales et verticales sont moins bonnes.

Mode résonnant forte amplitude (« tapping mode »)

Le principe est le même que le mode précédent, mais le cantilever oscille avec une amplitude supérieure.

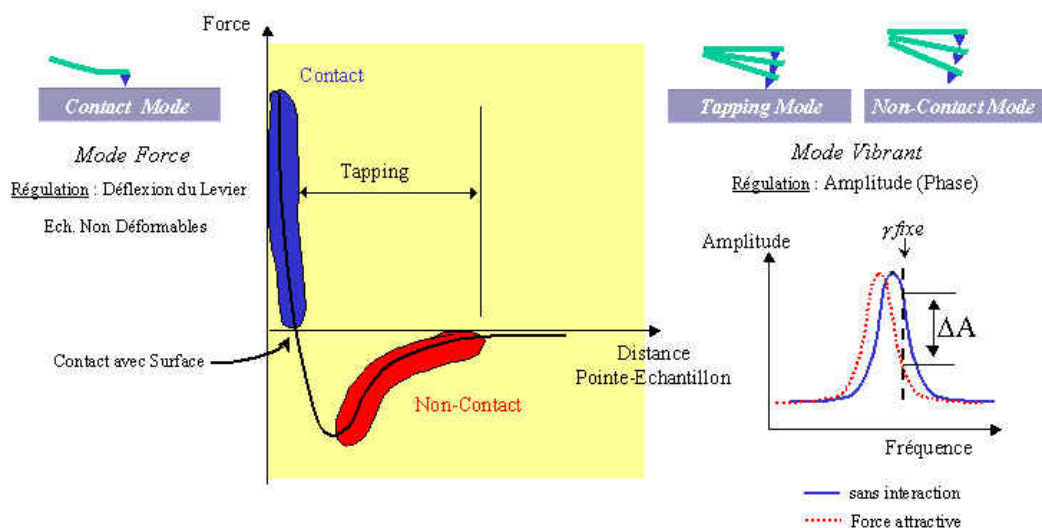


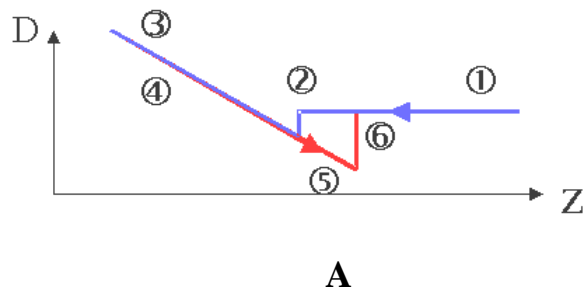
Figure 6 : Différents modes de fonctionnement AFM

2. Etude pratique de l'interaction pointe-surface.

Dans certaines conditions il est possible de faire apparaître la courbe de force du système en supprimant le balayage XY et en appliquant une tension en dent de scie sur la coordonnée z de la céramique piézoélectrique. On obtient une courbe pour laquelle

- sur l'axe des ordonnées est reportée la valeur ΔV reliée à la déflexion du cantilever.
- Sur l'axe des abscisses, est reportée la variation ΔZ_0 de Z_0 soit la variation de la position en hauteur de l'échantillon.

Cette courbe comprend une trace aller correspondant à l'approche de la pointe, et une trace retour correspondant au retrait. Il est possible d'y repérer les différents domaines d'interaction pointe-surface.



1. Quand l'échantillon est loin de la pointe, il n'y a aucune interaction, la déflexion du levier est nulle.
2. Lorsque l'échantillon est suffisamment proche de la pointe, l'interaction de van der Waals, alors attractive, peut "vaincre la raideur du levier" : il se produit ce que l'on appelle le "saut au contact".
3. En continuant à pousser l'échantillon vers le haut, on passe cette fois en interaction répulsive, la déflexion du levier augmente.
4. Lorsqu'on commence à ramener l'échantillon vers le bas, l'interaction répulsive et la déflexion diminuent.
5. En continuant à "tirer" vers le bas l'échantillon, on dépasse le point où s'était établi le contact, tandis que la déflexion continue à diminuer : c'est la manifestation des forces d'adhésion qui se sont établies entre la pointe et la surface.
6. La force exercée par le levier finit par devenir supérieure aux forces adhésives, il y a alors rupture brutale du contact et la déflexion revient à zéro comme en 1.

Le tracé de ce type de courbe permet, si on connaît le module d'Young du matériau constituant le cantilever (ou bien k , la constante de raideur), et la sensibilité du montage (V/nm), d'ajuster la valeur de la consigne d'asservissement pour que le fonctionnement se fasse avec une force dont la valeur soit adaptée à la nature de l'échantillon, à la pointe ou aux conditions d'acquisition. Dans le cas d'une acquisition à force répulsive constante (cas habituel), le point de fonctionnement doit être situé au delà de la déflexion nulle du cantilever. Mais une fois la pointe en contact, les forces attractives (VDW, capillarité) permettent de conserver le contact quand on passe à une déflexion négative. En effet, une fois l'engagement effectué, il peut être important de minimiser la force sur l'échantillon. On choisira donc dans ce cas un point de fonctionnement légèrement au dessus du point A.

3. Artefacts d'imagerie.

a. Artefacts liés aux défauts de la céramique piézo-électrique.

La déformation non-linéaire du tube piézo-électrique engendre une erreur sur le positionnement XY de l'échantillon. D'autre part le déplacement engendré se fait non pas dans un plan mais sur une portion de sphère. Ces distorsions peuvent être partiellement compensées sur certains appareils par calibrage. La dérive thermique de la céramique peut

engendrer une dérive de l'image pendant l'acquisition : celle-ci ne doit donc pas être trop longue.

b. Artefacts liés à la pointe

De loin les plus importants. La géométrie relative pointe/échantillon influe beaucoup sur la résolution qui est d'autant plus affectée que la période de la rugosité est petite devant le rayon de la pointe (Cf. Figure 1). Selon la géométrie de la pointe, les creux peuvent être sous-estimés, les bords de creux ou de protusions lissés (Cf. Fig. 2) ... La forme et dimension d'éléments peut aussi être influencée par la topographie environnante (Cf. fig.3). Il faut noter aussi que la pointe peut être dédoublée (voir plus), ce qui peut entraîner par exemple le dédoublement des motifs imagés.

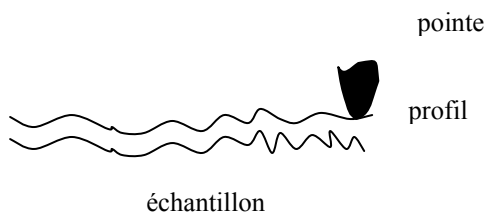


Fig. Rugosité / pointe

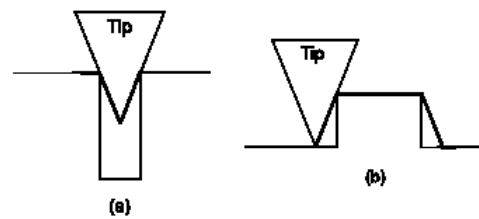


Fig. Imagerie de creux et protusions

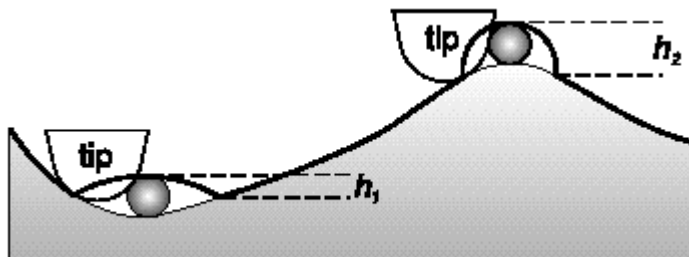


Fig. Impact de l'environnement sur la taille et forme d'éléments

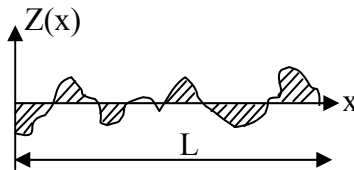
4. Analyse de la rugosité de surface.

Les microscopies en champ proche sont très bien adaptées aux analyses quantitatives de rugosité de surface depuis l'échelle atomique à l'échelle submillimétrique, du fait de l'acquisition d'une image $z(x,y)$, dont la dimension z est quantifiée. Dans le cas du balayage d'une surface par une sonde, la topographie mesurée dépend de 2 paramètres importants :

- la surface balayée $L*L$
- la longueur d'échantillonnage (distance entre deux points de mesure)

Si on considère d'abord les profils à une dimension, on peut définir les paramètres suivants :

- la ligne moyenne définie à partir de la ligne des moindres carrés, soit la hauteur moyenne.



- L'écart moyen arithmétique R_a par rapport à la ligne moyenne : $R_a = \int_0^L |z(x)| dx$
- L'écart total de rugosité : $R_{\max} = Z_{\max} - Z_{\min}$

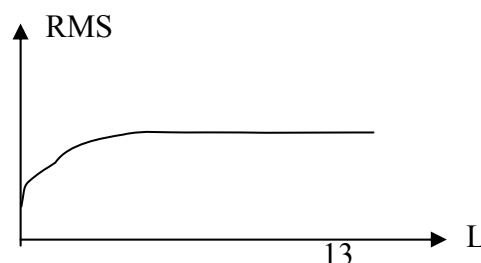
Dans le cas du traitement par microscopie à champ proche, les données sont à deux dimensions et l'image est échantillonnée. On définit les paramètres suivants :

- La densité de probabilité de la distribution des points : $prob[Z \leq z(x, y) \leq Z + dz] = p(z).dz$
- La fonction de répartition de la distribution: $P(z) = prob[z(x, y) \leq z] = \int p(z).dz$
- A partir de $P(z)$ on définit les moments $m_q = \int_{z_{\min}}^{z_{\max}} z^q p(z).dz$

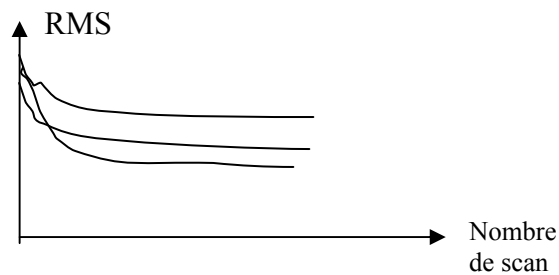
Pour $q=0$, $m_0=1$, pour $q=1$, m_1 =moyenne de la population et pour $q=2$, m_2 = variance de la population. L'écart type est obtenu en prenant la racine de m_2 . Cet écart-type correspond au paramètre R_{rms} couramment utilisé en analyse de rugosité (Root Mean Square ou déviation standard des valeurs de z).

$$R_{rms}^2 = \frac{1}{L^2} \iint_{L,L} (z(x, y) - \overline{z(x, y)})^2$$

Ce paramètre reste le plus utilisé en analyse de rugosité. Il dépend de l'étendue de l'échantillonnage L et du pas d'analyse.



Il faut noter que les mesures de rugosité dépendent fortement de la forme de la pointe (Cf. Par. Précédent). En effet, la pointe est usée au cours de son utilisation, son rayon de courbure évolue donc et les valeurs de mesure de rugosité sont perturbées. Il est possible, pour avoir une bonne idée de l'incertitude de mesure de caractériser le fonctionnement d'un certain type de pointe en effectuant différentes mesures de rugosité sur le même échantillon. On a alors une idée de la dispersion possible de résultats d'une pointe à l'autre, et d'un scan à l'autre. On voit alors que pour une valeur précise de la rugosité, il vaut mieux travailler avec des pointes « neuves ». Néanmoins, si on veut une reproductibilité de mesure il vaut mieux utiliser des pointes déjà usagées...



Déroulement du TP ...

L 1. Prise en main du microscope.

Vous allez imager en mode contact un réseau, constitué d'une succession de lignes espacées d'une distance régulière.

- A) Placez la pointe de l'AFM sur la tête du microscope et régler le faisceau laser sur son extrémité. Décrivez les étapes pour réaliser cette opération. Rappelez brièvement le principe de fonctionnement de la détection optique. Utilisez la documentation à votre disposition. (A faire avec l'encadrant...)
- B) Regardez un réseau au microscope optique, quel est le pas, quelle est la hauteur des lignes ?
- C) Placez le réseau sur l'AFM et engagez la pointe. ATTENTION, bien vérifier que la taille de scan est de 0nm. (A faire avec l'encadrant...)
- D) Une fois la pointe engagée, agrandir progressivement la taille de scan afin de voir quelques lignes du réseau. Faire varier la valeur des paramètres de régulation, des paramètres de scan, décrire les observations, mesurer les paramètres du réseau.

2. Courbe d'approche-retrait en mode contact.

Arrêtez le balayage et désengagez la pointe. Retirer le réseau du microscope. Vous allez maintenant imager un échantillon de Silicium traité HF-last. (A faire avec l'encadrant...)

- A) Placez l'échantillon sous le microscope et engagez la sonde AFM, faire une image de la surface. (1-2 μ m de scan) (A faire avec l'encadrant...)
- B) Une fois obtenue une image stable de la surface, réalisez une courbe de force. Expliquez ce qu'est une courbe de force, observez et décrivez l'influence de la valeur de différents paramètres réglables pour faire une courbe de force.
- C) Faire cinq courbes de forces en appliquant une tension continue (0,5V, 10V, -5V, -10V)

3. Imagerie en mode oscillant

Vous allez maintenant imager la même surface mais en mode oscillant.

- A) Changement de pointe, on utilise une pointe différente de celle utilisée en mode contact. (A faire avec l'encadrant...)
- B) Analysez cette image en termes de rugosité, donnez quelques éléments sur la validité de la mesure effectuée.