

INTRODUCTION :

Le microscope à force atomique (AFM pour Atomic Force Microscopy) a été Inventé par G. Binnig et H. Rohrer [43] en 1985 (prix Nobel de physique en 1986). C'est une technique de microscopie sonde locale qui sert à visualiser la topologie de la surface d'un échantillon, son utilisation est universelle puisque l'on peut étudier tous types de matériaux tels que les conducteurs, les semi-conducteurs et les isolants dans divers environnements (air, liquide, vide). Cette technique permet des mesures ou même des manipulations des nano-objets.

La résolution exceptionnelle que le microscope à force atomique procure, sa simplicité de mise en œuvre, la possibilité d'explorer des objets très variés allant de faces cristallines reconstruites à des circuits intégrés en passant par des molécules complexes comme l'ADN, sont à l'origine de ce succès dans l'histoire de l'instrumentation et expliquent qu'à l'heure actuelle, plusieurs milliers d'appareils soient installés non seulement dans les laboratoires de recherche, mais également en milieu industriel.

Au cours de ce chapitre, nous présenterons le principe de fonctionnement du microscope à force atomique en donnant son architecture générale et les différents types de microleviers et de pointes utilisés. Nous parlerons ensuite des forces pointe-échantillon mises en jeu. Nous aborderons également les modes de mesure de l'AFM. Dans ce dernier la détection est en général externe, de type optique. Actuellement, de nouvelles techniques de détection intégrées sont développées. Le plus souvent, ces détections sont piézoélectrique ou piézorésistive. L'intégration de la détection permet non seulement de réduire l'encombrement du système mais également d'envisager l'utilisation de microleviers en parallèle ce qui augmente les bandes passantes lors de l'acquisition du signal.

III.1. Principe de fonctionnement :

Le principe de fonctionnement du microscope à force atomique trouve ses racines dans les travaux de Tabor et Israelachvili [44]. Il se base sur la mesure des différentes forces d'interaction entre les atomes de la surface d'un matériau et une pointe atomique fixée à l'extrémité d'un bras de microleviers qui balaie (scanne) la surface à représenter.

Dans la technique AFM, l'interaction est décrite alors par une force [45]. N'importe quelle surface peut donc être imagée.

Le principe de fonctionnement du microscope à force atomique est donné sur la figure suivante :

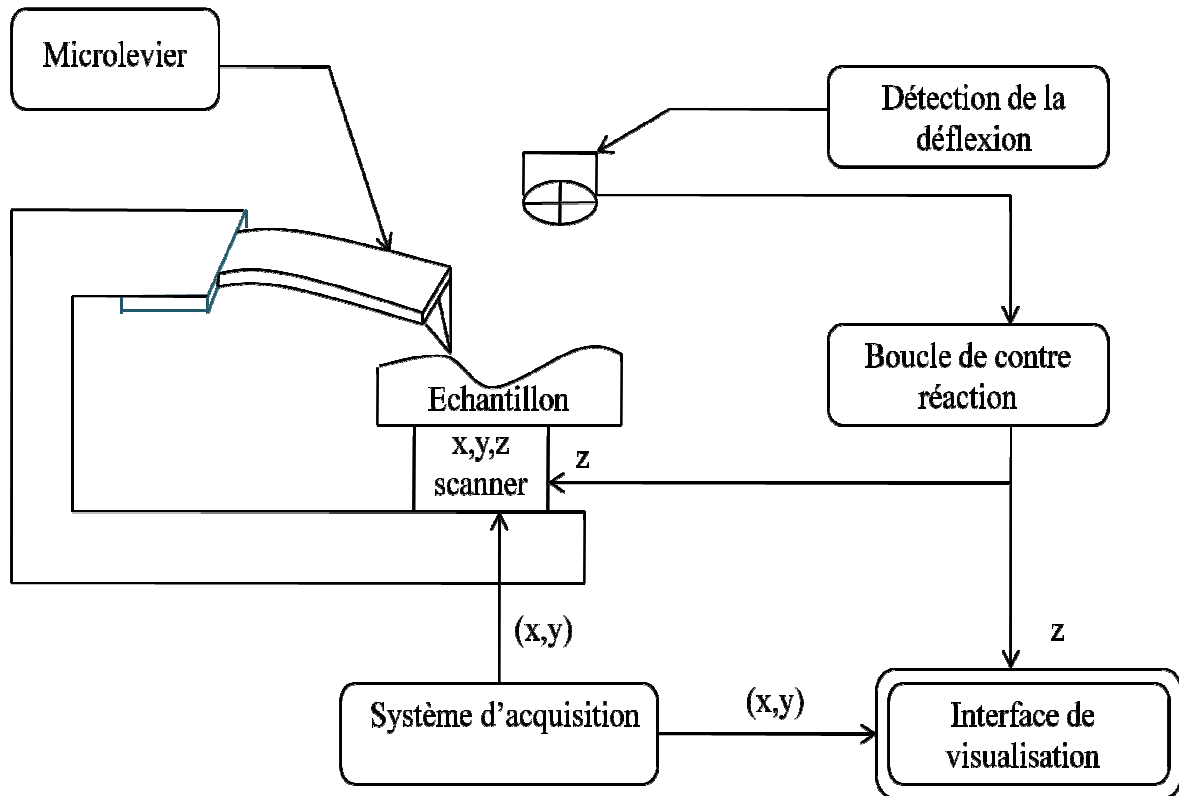


Figure III.1 : Schéma de principe d'un AFM [46].

Comme pour de nombreux AFM commerciaux, L'appareillage est constitué (**Figure III.1**) :

- d'une sonde qui est un microlevier de faible constante de raideur sur lequel est accrochée une pointe très fine permettant une mesure locale.
- d'un dispositif de détection de la déflexion du microlevier.
- d'un système mécanique permettant de déplacer l'échantillon par rapport à la pointe. Ce sont en fait des éléments piézoélectriques de haute précision qui assurent le mouvement en z et le balayage en x et y de l'échantillon.
- d'un système de rétroaction, soit pour maintenir la force d'interaction constante ou bien pour fixer la position de l'échantillon en z. C'est une boucle d'asservissement.
- D'un système d'acquisition et de visualisation pour acquérir les mesures et les convertir en images.

III.2. Différents moyens de détection du AFM :

Les méthodes de détection du microscope à force atomique peuvent être scindées en deux groupes : la détection externe et la détection intégrée.

Nous allons dans une première partie aborder les différentes techniques de détection externe. Nous insisterons sur les avantages et les inconvénients de ces différentes techniques. Nous décrirons dans une deuxième partie les différentes techniques de détection intégrée qui sont actuellement utilisées dans le domaine de la microscopie à force atomique et nous justifierons notre choix concernant la détection piézorésistive en positionnant la problématique dans un contexte plus général englobant non seulement la microscopie à force atomique mais également le domaine des nanocapteurs.

III.2.1. Détection externe :

Trois types de détection existent : la détection par effet tunnel, la détection capacitive et la détection optique par déflexion optique laser ou interférométrie. Nous verrons cependant que, dans la plupart des configurations, seule la détection optique est utilisée et plus particulièrement la détection par déflexion optique laser notamment dans les microscopes à force atomique commerciaux.

III.2.1.1. Détection par effet Tunnel :

C'est le premier moyen de détection qui fut utilisé pour la microscopie à force atomique [43]. Historiquement, cette technique s'est imposée tout naturellement puisque la microscopie à effet tunnel avait été inventée quelques années auparavant. La face supérieure du microlevier est électriquement conductrice. Il s'agissait, dans les premières versions de microscope à force atomique, de pointes métalliques courbées à leur extrémité (**Figure III.2 (a)**). L'utilisation de microleviers à base de silicium n'étant apparue que quelques années plus tard, une pointe conductrice, semblable à celle utilisée en microscopie à effet tunnel, est positionnée au dessus du microlevier. En imposant une tension entre la pointe et la face supérieure du microlevier, un courant tunnel apparaît lorsque la distance pointe-surface du microlevier est de l'ordre de quelques angströms. Ce courant varie de façon exponentielle avec la distance pointe-surface. Sa mesure permet de déterminer la déflexion du microlevier avec une précision quasiment comparable à celle d'un microscope à effet tunnel. En utilisant cette méthode, les premières images de surfaces avec une résolution atomique ont été obtenues [43].

Cette méthode présente néanmoins trois inconvénients majeurs :

- Le premier est que la mesure d'un courant tunnel est critique notamment si une couche de contamination est présente sur la surface conductrice du microlevier. C'est la raison pour laquelle cette méthode de détection reste utilisée seulement pour des mesures effectuées sous ultravide.
- Le deuxième inconvénient est lié au fait que la variation exponentielle du courant tunnel avec la distance ne permet pas de mesurer de fortes déflexions du microlevier. Le courant devient indétectable pour des distances supérieures à quelques nanomètres. En outre, de fortes variations d'amplitudes peuvent conduire à un endommagement de la pointe tunnel voire à sa destruction.
- Le troisième inconvénient est que le microscope à effet Tunnel ne peut être utilisé que pour des échantillons conducteurs.

III.2.1.2. Détection capacitive :

Le microlevier constitue ici un des deux armatures d'un condensateur. L'autre étant placée parallèlement au dessus du bras de levier (**Figure III.2 (b)**). La capacité de ce condensateur ainsi constitué est fonction de la distance entre les deux plans et varie donc avec la déflexion du microlevier [47-48-49]. Cette méthode de détection a été rapidement abandonnée car elle est très complexe à mettre en œuvre. Elle nécessite en effet un positionnement très précis d'un plan du condensateur par rapport à l'autre. Une approche plus élaborée a été développée pour réaliser ce condensateur de manière monolithique en utilisant les techniques de microfabrication. Cette approche a l'avantage de permettre un contrôle actif de la raideur du microlevier en faisant varier la tension appliquée entre les plans du condensateur. Cependant, elle a été relativement peu développée car les résolutions maximales que l'on peut atteindre ne sont pas compatibles avec la microscopie à force atomique [50].

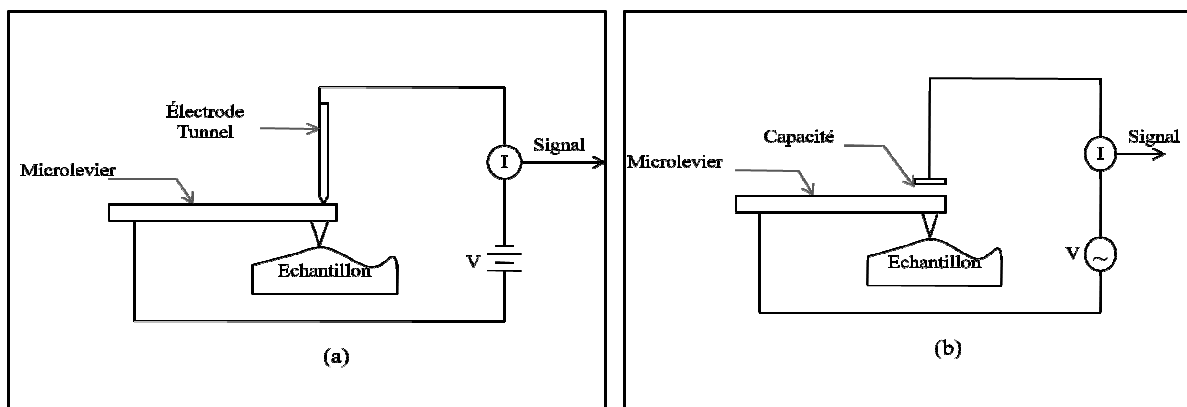


Figure III.2 : Méthodes de détection externe : (a) par effet tunnel, (b) par détection capacitive

III.2.1.3. Détection optique :

Il s'agit de la méthode de détection externe la plus utilisée pour la microscopie à force atomique, dont les deux variantes sont la détection par déflexion optique laser ou par interférométrie [51].

a- Déflexion optique laser :

Le principe est simple et consiste à focaliser un faisceau laser issu de la diode sur la surface du microlevier (**Figure III. 3 (c)**). Ce faisceau est réfléchi sur un photodétecteur quatre-quadrants (quatre photodiodes). La déflexion du microlevier induit une variation du photocourant détecté [52-53]. Un réglage précis permet de focaliser le faisceau laser sur l'extrémité du microlevier, qui est recouvert d'une fine couche réfléchissante. Ce dépôt réfléchit le faisceau vers les quatre photodiodes via le miroir. Comme les déflexions du levier sont les plus importantes à son extrémité, il est primordial d'optimiser le réglage du faisceau afin d'obtenir une sensibilité maximale. En fonction de la rugosité de la surface différentes déflexions du levier seront observées : il sera défléchi vers le haut si la surface présente des bosses, et vers le bas si elle présente des creux. Ces déflexions du microlevier provoquent des déviations du faisceau laser réfléchi, ce qui se traduit par des différences d'éclairement entre les photodiodes. Elles sont alors converties en différence de tension, puis en unités de longueur après de délicats réglages de calibrages. Une topographie de la surface peut ainsi être obtenue.

Les variations en torsion sont également mesurables et permettent d'accéder aux forces de friction.

Cependant, cette technique peut conduire à un échauffement du microlevier qui induit des déflexions thermomécaniques parasites du microlevier préjudiciables à la précision de la mesure [54]. D'autre part, il est nécessaire d'aligner très précisément le faisceau laser sur le microlevier.

b- Interférométrie (**Figure III.3 (d)**) :

Cette technique est un peu plus complexe à mettre en œuvre que la déflexion optique laser. Elle nécessite en effet un positionnement plus précis des différents composants optiques afin d'obtenir la meilleure sensibilité de détection possible [55-56]. Il existe différents types d'interféromètres. On parle d'interférométrie laser, homodyne, hétérodyne ou par polarisation [57].

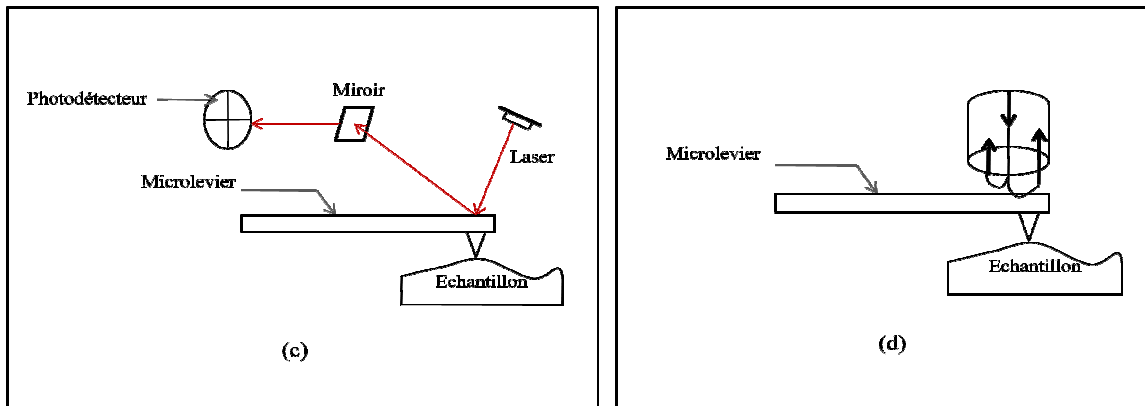


Figure III. 3 : Méthodes de détection externe : (c) par réflexion optique, (d) par interférométrie

De manière générale, le problème majeur que l'on rencontre avec toutes ces méthodes de détection externes réside dans le fait qu'elles font intervenir un ou plusieurs éléments physiques extérieurs au bras de levier afin de mesurer sa déflexion. Suivant la méthode utilisée, cet élément extérieur sera une pointe tunnel, le plan d'un condensateur, une fibre optique... La réduction de l'encombrement du système complet peut donc s'avérer problématique et n'est en aucune façon compatible avec les tendances actuelles dans le domaine de la miniaturisation et de l'intégration des microsystèmes.

De plus, pour certaines de ces méthodes, la variation du signal de sortie n'est pas proportionnelle à la déflexion : elle varie de manière exponentielle dans le cas de la détection capacitive. Ces problèmes peuvent être résolus en partie en utilisant un système en boucle de contre-réaction pour maintenir la déflexion du microlevier constante. Néanmoins, un système dont le signal de sortie est directement proportionnel à la déflexion est préférable.

III.2.2. Détection intégrée :

Comme nous l'avons souligné précédemment, les microleviers pour la microscopie à force atomique sont en silicium ou en matériaux dérivés. Le développement des microtechnologies compatibles avec les procédés de fabrication de la technologie CMOS a donc permis d'envisager tout naturellement l'intégration de fonctions de détection et d'actionnement sur des microstructures mécaniques de type microlevier. Dans le cas de la détection, cette approche présente plusieurs avantages. Elle permet d'une part de supprimer l'élément de détection externe ce qui réduit considérablement l'encombrement du système et évite les problèmes d'alignement entre le microlevier et le détecteur que l'on rencontre notamment avec les méthodes de détection optique externe. D'autre part, l'utilisation d'un ensemble de microleviers en réseau parallèle devient envisageable dans la mesure où un signal électrique propre à chaque levier sera

exploitable, les techniques de multiplexage permettant dans ce cas d'optimiser les temps de réponse du système.

Dans le domaine de la microscopie à force atomique, il existe deux grands types de détection intégrée : la détection piézoélectrique et la détection piézorésistive.

III.2.2.1. La détection piézoélectrique :

L'effet piézoélectrique direct représente la propriété de certains matériaux diélectrique de traduire en signal électrique une contrainte mécanique qui leur est appliquée. Lorsqu'il est utilisé pour des microlevier dédiés à la microscopie à force atomique, cet effet permet de détecter des déplacements de l'ordre du nanomètre ou des gradients de force de l'ordre du nanonewton/mètre.

III.2.2.2. La détection piézorésistive:

Notre choix s'est porté sur la détection piézorésistive (**Figure III.4**). L'approche réside ici dans l'intégration d'une résistance à l'intérieur du bras de levier en silicium [58-59]. La déformation du microlevier engendre une contrainte qui se traduit par une variation de résistance.

Comme nous avons montré dans le chapitre précédent, la contrainte est maximale en surface au niveau de l'encastrement. Pour augmenter la sensibilité de notre microlevier piézorésistif, il faudra donc réaliser une jonction la plus fine possible et de préférence positionner au niveau de l'encastrement de notre microstructure. La détection piézorésistive a été adaptée avec succès au domaine des capteurs à structure mobile notamment en intégrant la piézorésistance servant à la mesure dans un pont de Wheatstone (**Figure III.4**).

Même si le choix de la détection piézorésistive intégrée se fait encore de nos jours au détriment de la sensibilité par rapport à une détection optique externe, les avancées récentes dans le domaine des microtechnologies et des nanotechnologies tendent à réduire sensiblement cet écart. De plus, la réduction des microleviers vers des dimensions submicroniques et leur utilisation en parallèle impose l'utilisation d'une détection intégrée car les détections optiques externes deviennent difficilement exploitables dans ce cas [59].

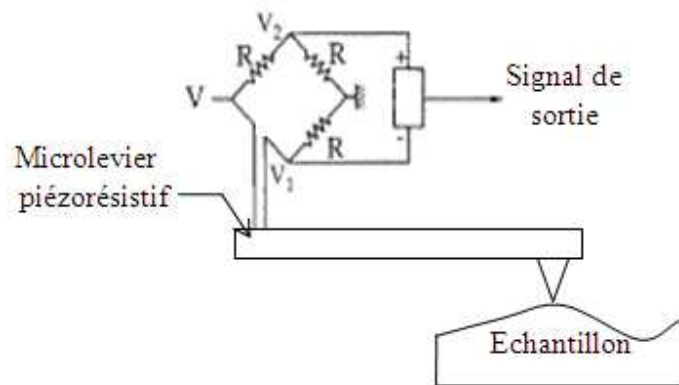


Figure III.4 : Détection piézorésistive

III.3. Système microlevier - pointe :

Le système microlevier - pointe peut être grossièrement assimilé à un système masse-ressort. La force de rappel du ressort, égale au produit de la raideur en flexion du microlevier K_z par sa déflexion δ_z , est en équilibre avec la force d'interaction pointe-échantillon (**Figure III.5**).

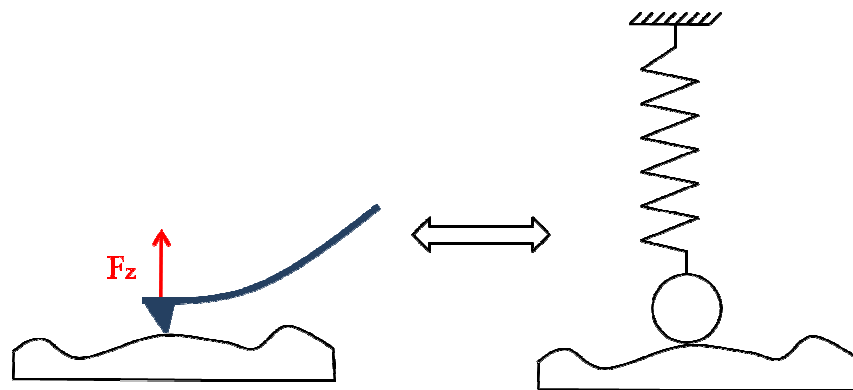


Figure III.5 : Le système microlevier - pointe en AFM est assimilable à un ressort dont l'allongement est fonction de la force d'interaction pointe - surface

III.3.1. Microlevier:

Le microlevier (cantilever en anglais) est le principal élément de l'AFM. Ses propriétés mécaniques sont largement responsables de son exécution. Les microleviers commerciaux sont conçus selon des procédés issus de la microélectronique (gravure, attaque chimique, photolithographie...). De ce fait, ils sont généralement en silicium ou en nitrure de silicium, puisque ce sont les principales matières premières de ces techniques de fabrication.

Le microlevier est un produit consommable et commercialisé avec différentes longueurs et formes. Il est caractérisé par sa constante de raideur et sa fréquence de résonance calculée à partir de ses paramètres mécaniques et de ses dimensions. La forme de la pointe et la constante de raideur du microlevier sont des paramètres importants pour les mesures d'AFM.

Pour le bon fonctionnement du microscope à force atomique, le microlevier doit remplir plusieurs conditions :

- Pour avoir une grande déflexion à une petite force, les microleviers doit être longs et minces.
- La constante de raideur du microlevier doit être faible pour avoir une bonne sensibilité aux faibles forces d'interaction entre la pointe et l'échantillon (10^{-9} N \sim 10^{-12} N) [43].
- la fréquence de résonance du microlevier doit être élevée pour minimiser la sensibilité aux vibrations extérieures.

Les deux géométries de microlevier présentées si-dessous sont les plus utilisées dans le microscope à force atomique :

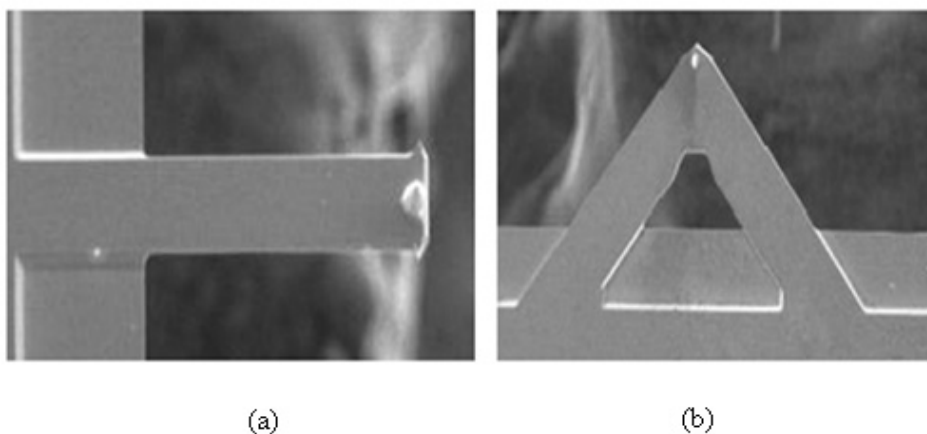


Figure III.6 : images des microleviers d'AFM obtenues par microscopie électronique : (a) de forme rectangulaire, (b) en forme de V [47].

III.3.1.1. Microlevier à géométrie rectangulaire :

La figure III.7 montre la géométrie d'un microlevier de type uniforme et de section rectangulaire utilisé dans l'AFM et un échantillon qui est en contact avec le sommet tranchant de la pointe fabriqué près de l'extrémité libre du microlevier. Le corps de ce dernier est placé le long de la direction x . Sa pointe est fixée au niveau de l'extrémité libre du microlevier et pointée suivant la direction $-z$. La surface de l'échantillon à imager est placée dans le plan x - y . La longueur, la largeur, l'épaisseur du microlevier et la hauteur de la pointe sont représentées respectivement par L , l , e et ht .

Le microlevier est monté généralement légèrement incliné vers le bas suivant un angle de 12.5° relatif à l'échantillon pour empêcher le contact entre sa base et la structures élevée à travers la surface de l'échantillon. L'effet de cet angle n'est pas significatif et pourra être donc ignoré dans les calculs.

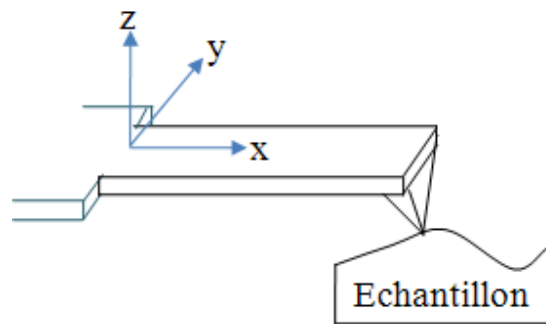


Figure III. 7 : Schéma d'un microlevier uniforme, de section rectangulaire et sa pointe en contact avec la surface de l'échantillon.

Pendant le processus d'analyse dans le microscope à force atomique, la pointe du microlevier balaye la surface de l'échantillon dans la direction x ou y . Il y a trois forces qui agissent sur la pointe :

La première force, F_z suivant la direction z est commune aux deux directions analysées (x et y). Elle est associée à la montée et à la descente de la pointe. Cette force engendrera une flexion du microlevier.

Pour analyser dans la direction x , il y a aussi une force de friction pointe-échantillon, F_x . Quand la pointe analyse la surface de l'échantillon dans la direction y , elle ne rencontre pas seulement la force topographiquement apparente F_z mais aussi la force de friction F_y .

Dans le microscope à force atomique la réponse du microlevier dépend de la pente $\theta_Z(x)$ de ce dernier.

C'est important de savoir qu'il y a interaction entre la pointe et l'échantillon à travers un certain nombre de forces.

Dans cette partie, nous étudierons l'exemple numérique traité dans le chapitre précédent. Il s'agit d'un microlevier rectangulaire en silicium avec une pointe fixée à son extrémité libre. Ses paramètres physiques et géométriques sont :

- **Dimensions :**

$$L = 400 \mu\text{m},$$

$$l = 100 \mu\text{m}$$

$$e = 1 \mu\text{m}$$

$$h_t = 6 \mu\text{m}$$

- **Paramètres mécanique :**

$$E = 169 \text{ GPa}$$

$$\nu = 0,064$$

$$\text{Rho} = 2330 \text{ kg/m}^3$$

Pour l'exemple présenté dans ce chapitre, les figures décrivent des courbes associées à $F_{i1} = 100 \text{ nN}$ (*ligne pleine*), $F_{i2} = 200 \text{ nN}$ (*ligne tirée*) et $F_{i3} = 300 \text{ nN}$ (*ligne pointillée*), où $i = x$ ou y .

a- Déflexion due à F_z :

Les équations générales décrivant la déflexion du microlevier due à la force F_z sont présentées au niveau du chapitre précédent.

Nous ajoutons à ce que nous avons vu précédemment que $\xi_Z(x)$ représente le rapport entre la constante angulaire $K_{\theta_Z(x)}$ et la constante linéaire K_Z de raideur. Cette fonction est utilisée par le logiciel de l'AFM pour calibrer la force pointe-échantillon F_z . Elle est donnée par :

$$\xi_Z(x) = \frac{K_{\theta_Z(x)}}{K_Z} \quad (\text{III.1})$$

En remplaçant chaque terme par son expression (II.16) et (II.18), nous obtenons :

$$\xi_Z(x) = \frac{3 \cdot (2L-x) \cdot x}{2 \cdot L^3} \quad (\text{III.2})$$

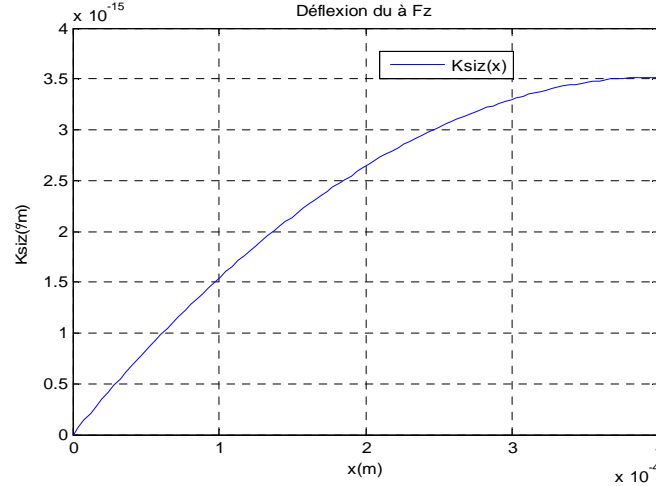


Figure III.8 : $\xi_Z(x)$ en fonction de la distance x , pour une force normale F_z .

Sur la *Figure III.8*, nous avons représenté les variations de $\xi_Z(x)$ en fonction de x . Nous remarquons que $\xi_Z(x)$ prend sa valeur maximale en $x = L$.

b- Bouclage dû à F_x :

- Equations générales :

Nous considérons maintenant la pointe d'un microlevier qui analyse la surface d'un échantillon dans la direction x et ignorons la force pointe - échantillon F_z . L'analyse produit une force de friction F_x suivant la direction x . L'équation de bouclage est donnée par [24] :

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} \delta_x(x) = \frac{M_x}{\bar{E} \cdot I_x} \quad (\text{III.3})$$

M_x représente le moment de bouclage induit par la force F_x . Il est donné par :

$$M_x = h_t F_x \quad (\text{III.4})$$

Où : h_t est la hauteur de la pointe.

L'expression du moment quadratique d'inertie I_x est la même que l'expression de I_z vu précédemment :

$$I_x = \frac{le^3}{12} \quad (\text{III.5})$$

En Insérant les deux dernières équations dans l'équation (III.3) nous obtenons une équation différentielle liant le déplacement du microlevier à la force F_x :

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} \delta_x(x) = \frac{h_t \cdot F_x}{\hat{E} \cdot I_x} \quad (\text{III.6})$$

- **Pente :**

La pente du microlevier $\theta_x(x)$ en un point x , est obtenue en intégrant l'équation (III.6),

$$\theta_x(x) = \frac{h_t \cdot x}{\hat{E} \cdot I_x} \cdot F_x \quad (\text{III.7})$$

D'où :

$$\theta_{xmax}(L) = \frac{h_t \cdot L}{\hat{E} \cdot I_x} \cdot F_x \quad (\text{III.8})$$

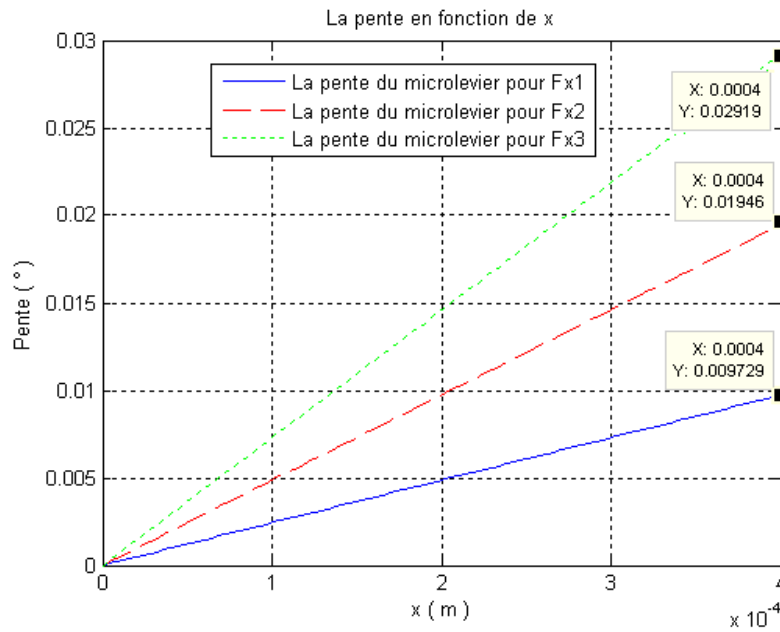


Figure III.9 : La pente du microlevier $\theta_x(x)$ en fonction de x , pour une force $F_{x1} = 100$ nN, $F_{x2} = 200$ nN et $F_{x3} = 300$ nN.

De la Figure III.9, nous constatons que la pente maximale prend des valeurs très faibles et inférieures à 0.03° . Cet angle est nul dans le cas d'un microlevier en forme de V.

- **Constante angulaire de raideur :**

Nous définissons la constante angulaire de raideur $K_{\theta_x}(x)$, comme le rapport de la force F_x et la pente du microlevier au point x :

$$K_{\theta_x} = \left| \frac{F_x}{\theta_x(x)} \right| = \frac{\hat{E}I_x}{h_t x} \quad (\text{III.9})$$

- **Déplacement :**

Le déplacement du microlevier suivant la direction x est obtenu en intégrant la pente $\theta_x(x)$:

$$\delta_x(x) = \frac{x^2}{2 \cdot \hat{E} \cdot I_x} \cdot h_t \cdot F_x \quad (\text{III.10})$$

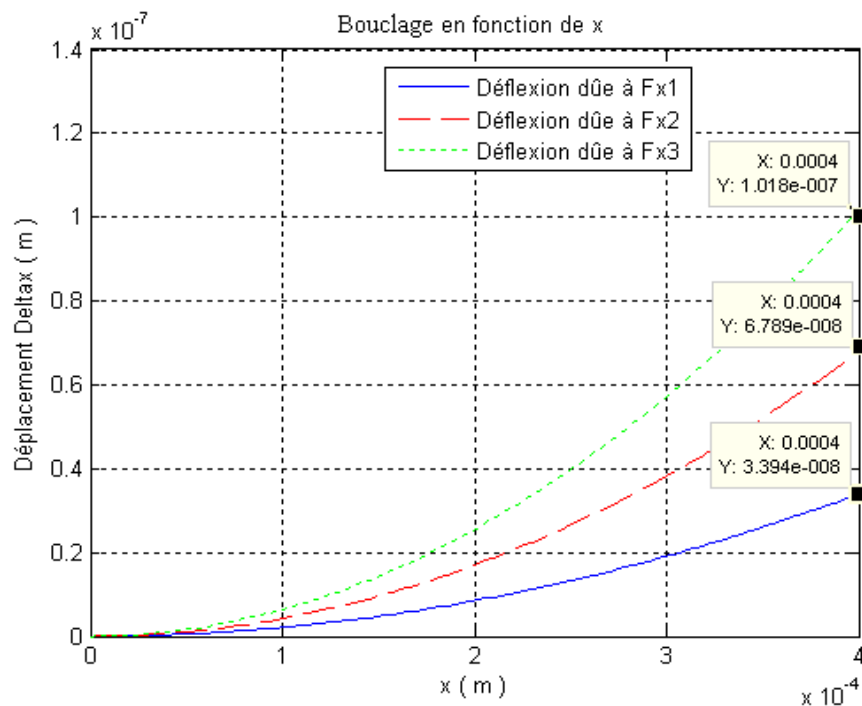


Figure III.10 : Déplacement du microlevier en fonction de x , pour une force $F_{x1} = 100\text{nN}$, $F_{x2} = 200\text{nN}$ et $F_{x3} = 300\text{nN}$.

Nous constatons que les déplacements suivant x sont très faibles et de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.

- **Constante linéaire de raideur :**

La constante linéaire de raideur du microlevier K_x , est définie comme le rapport de la force agissant sur sa pointe et le déplacement en $x = L$,

$$K_x = \left| \frac{F_x}{\delta_{x_{max}}(L)} \right| = \frac{2 \cdot \hat{E} \cdot I_x}{h_t \cdot L^2} \quad (\text{III.11})$$

Pour le microlevier étudié dans ce mémoire $K_x = 2,94 \text{ N/m}$.

Le rapport des constantes de raideur angulaire et linéaire est donné par :

$$\xi_x(x) = \frac{K_{\theta x}}{K_x} = \frac{2 \cdot x}{L^2} \quad (\text{III.12})$$

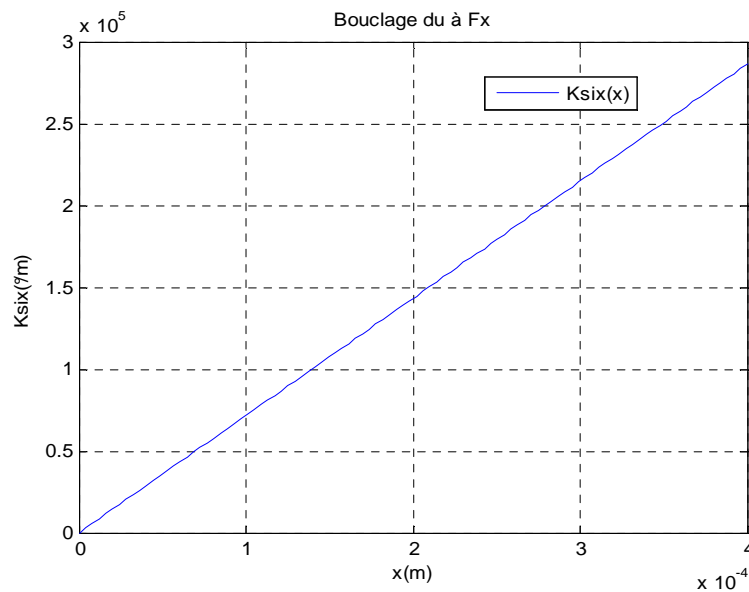


Figure III.11 : le rapport des constantes de raideur angulaires et linéaires du microlevier $\xi_x(x)$ en fonction de x pour une force F_x .

Nous constatons que ce rapport varie linéairement en fonction de x .

c- Torsion dû à F_y :**- Equation générale :**

Le moment de flexion T_y induit par la force F_y est donné par :

$$T_y = h_t \cdot F_y \quad (\text{III.13})$$

Pour des microleviers très minces, à savoir pour $e \ll l$, le moment polaire d'inertie J peut être écrit sous la forme suivante [24] :

$$J = \frac{l \cdot e^3}{3} \quad (\text{III.14})$$

- Pente

La pente $\theta_y(x)$ du microlevier en un point x , est donnée par [24]:

$$\theta_y(x) = \frac{T_y \cdot x}{Y \cdot J} \quad (\text{III.15})$$

Avec Y représente le module de cisaillement du matériau donné par :

$$Y = \frac{\hat{E}}{2 \cdot (1 + \nu)} \quad (\text{III.16})$$

ν est le coefficient de Poisson.

En insérant les équations (III.13) et (III.16) dans l'équation (III.15); nous obtenons:

$$\theta_y(x) = \frac{2 \cdot h_t \cdot x \cdot (1 + \nu)}{\hat{E} \cdot J} \cdot F_y \quad (\text{III.17})$$

Ce qui donne pour $x = L$:

$$\theta_{y\max}(L) = \frac{2 \cdot h_t \cdot L \cdot (1 + \nu)}{E \cdot J} \cdot F_y \quad (\text{III.18})$$

- **Constante angulaire de raideur :**

La constante angulaire de raideur du microlevier est définie comme le rapport de la force F_y et la pente du microlevier au point x :

$$K_{\theta_y} = \left| \frac{F_y}{\theta(L)} \right| \quad (\text{III.19})$$

En insérant l'équation (III.18) dans l'équation (III.19) nous obtenons :

$$K_{\theta_y} = \frac{E.J}{2.h_t.L.(1+\nu)} \quad (\text{III.20})$$

Nous pouvons maintenant présenter l'exemple du microlevier étudié durant ce mémoire pour sa réponse à une force qui agit suivant la direction y .

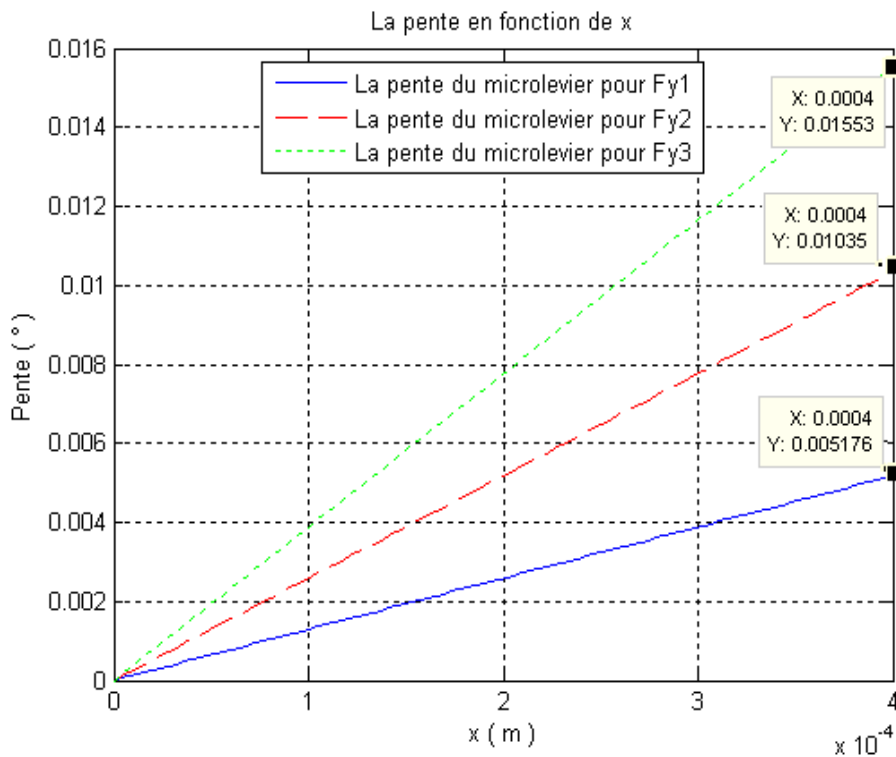


Figure III.12 : la pente du microlevier, $\theta_y(x)$ en fonction de x pour une force $F_{y1} = 100$ nN, $F_{y2} = 200$ nN et $F_{y3} = 300$ nN.

De la *Figure III.12*, nous constatons que la pente suivant la direction y prend des valeurs inférieures que celles suivant la direction x bien que nous avons utilisé les mêmes valeurs des forces. Nous remarquons aussi que les valeurs de la pente maximale sont très faibles et inférieure à 0.016° . Cet angle est nul dans le cas d'un microlevier en forme de V.

III.3.1.2. Microlevier en forme de V :

La *figure III.13* montre un microlevier en forme de V ayant une épaisseur constante. L'avantage d'utiliser des microleviers en forme de V, plutôt que ceux de section rectangulaire est de réduire au minimum les déformations transversales.

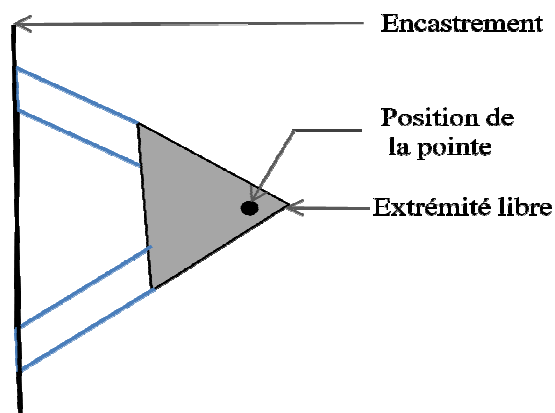


Figure III.13 : Microlevier en forme de V.

Un microlevier en forme de V peut être regardé comme une combinaison d'un triangle attaché par deux bras uniformes à une base. Une telle description permet d'arriver à la solution approximative de la réponse du microlevier. Cette solution est obtenue en combinant les résultats pour un microlevier de forme triangulaire avec ceux pour les deux bras uniformes (de forme rectangulaire). Les équations générales décrivant la réponse de ce type de microlevier est présentées dans l'**annexe D**.

Remarque :

Les microleviers en forme de V utilisés pour le microscope à force atomique ont pour dimensions [60-61-62]:

- La longueur L varie de 100 à 200 μm .
- La largeur l varie de 20 à 40 μm .
- L'épaisseur e varie de 0,5 à 1 μm .

Et ses fréquences de résonance varient entre 20 KHz et 200 KHz.

III.3.2. Pointe :

III.3.2.1. Principales caractéristiques :

Généralement, les pointes sont intégrées aux microleviers. Elles doivent être aussi fines que possible puisque c'est d'elles que dépend la résolution. Les méthodes de microfabrication permettent de concevoir des pointes d'un rayon de courbure à l'apex de quelques nm à plusieurs dizaines de nm. Les pointes peuvent être de forme conique ou pyramidale (**Figure III.14**). Certaines sont longues et pointues. Celles-ci permettent une imagerie bien résolue mais elles cassent facilement, puisqu'elles sont à base de silicium. Les autres pointes, en silicium nitruré, sont moins longues et leur rayon de courbure plus important.

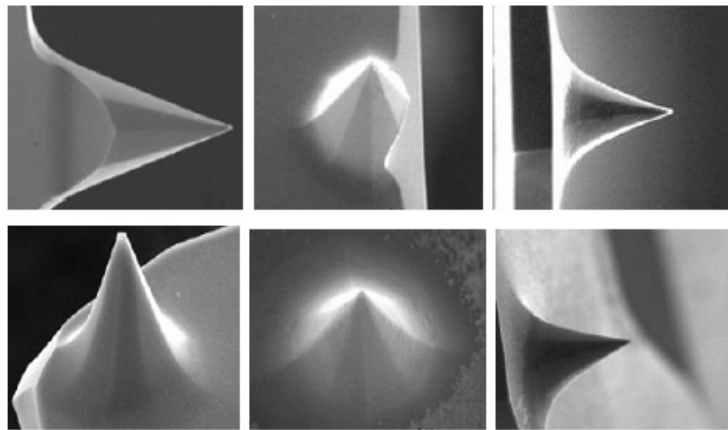


Figure III.14 : vue d'ensemble de différents types de pointes par microscopie électronique [47].

III.3.2.2. L'usure des pointes :

Les deux opérations qui peuvent favoriser l'usure d'une pointe sont la phase "d'atterrissage" sur la surface, et le balayage. Un exemple de pointes usées est présenté sur la figure III.15. Nous observons souvent une troncature et la présence de débris.

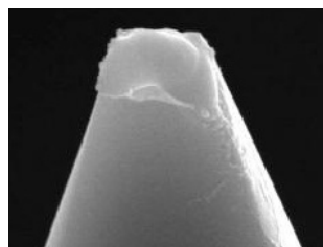


Figure III.15 : pointe usée observée à la microscopie électronique [47].

Au contact, un aplatissement de la pointe peut survenir par déformation plastique si l'intensité des forces mises en jeu est trop forte. La contrainte maximale σ_{max} , d'après la théorie de Hertz [63], est telle que :

$$\sigma_{max} = \left(\frac{6F_z \hat{E}^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (\text{III.21})$$

F_z est la force appliquée, \hat{E} le module d'Young effectif et R le rayon de courbure de la pointe.

Lorsque σ_{max} dépasse la contrainte limite σ_{lim} , la déformation devient plastique.

A titre d'exemple, voici une comparaison entre une pointe en silicium et une pointe en nitrure de silicium (Si_3N_4) dans le cas d'un contact avec une surface de silicium. On suppose que la pointe est neuve, $R = 10$ nm. Dans la référence [64], les résultats obtenus sont:

- $\sigma_{lim Si} \approx 6$ GPa
- $\sigma_{lim Si_3N_4} \approx 12$ GPa.

Les paramètres mécaniques sont:

Pour le Si (<100>) :

- $E_{Si} = 110$ GPa
- $\nu_{Si} = 0,33$

Pour le Si_3N_4 :

- $E_{Si_3N_4} = 310$ GPa
- $\nu_{Si_3N_4} = 0,27$

D'après l'expression (III.21), la force critique de plastification est d'environ :

- 30 nN pour la pointe en silicium
- 110 nN pour la pointe en Si_3N_4

Lorsqu'une surface est balayée par une pointe d'un microscope à force atomique, plusieurs mécanismes d'usure peuvent intervenir :

- Le premier mécanisme évoqué est l'abrasion. Si la pointe ou la surface de l'échantillon présentent des protubérances, on parle d'abrasion à deux corps. Le corps le moins dur est rayé. Si un corps (poussière, particule...) se trouve sur la surface de l'échantillon, on parle d'abrasion à trois corps. Dans ce cas, si le troisième corps est plus rigide que la pointe, cette dernière peut être rayée voire creusée.
- La fatigue est un processus qui peut aussi conduire à des dommages ou à des ruptures au niveau de la pointe au cours du balayage. Elle désigne une évolution locale et progressive, mais irréversible, des caractéristiques mécaniques d'une structure soumise à des contraintes et des déformations variables et répétées. Il en résulte une accumulation de défauts sur la surface de la pointe.
- Enfin, on peut mentionner l'usure par adhésion. La référence [64] utilise un modèle (Archard 1953) dans lequel le volume de matière arrachée sur le corps le plus fragile au cours d'un glissement est proportionnel à la distance parcourue. L'application de ce modèle au cas d'une pointe AFM balayant un corps rigide donne un volume arraché de l'ordre de 10^{-19} m^3 pour la prise d'une seule image. Ce volume semble amplifié puisqu'il correspond environ à une réduction de $1 \mu\text{m}$ de la longueur de la pointe. L'usure par adhésion en AFM peut plutôt s'expliquer par un processus de rupture molécule par molécule.

III.4. Les forces en microscopie à force atomique :

Une première approche pour décrire les forces mises en jeu en microscopie à force atomique consiste à considérer l'énergie d'interaction qui existe entre deux atomes (ou molécules) non liés. Cette énergie est très souvent exprimée sous la forme d'un potentiel par paire de Lennard-Jones. Ce potentiel est la combinaison d'une interaction attractive qui prédomine à "grande distance" de séparation et d'une interaction répulsive qui intervient de façon prépondérante à "faible distance" lorsque les orbitales atomiques tendent à s'interpénétrer (principe d'exclusion de Pauli). La force interagissant entre les deux atomes et qui dérive de ce potentiel est illustrée sur la **figure III.16** :

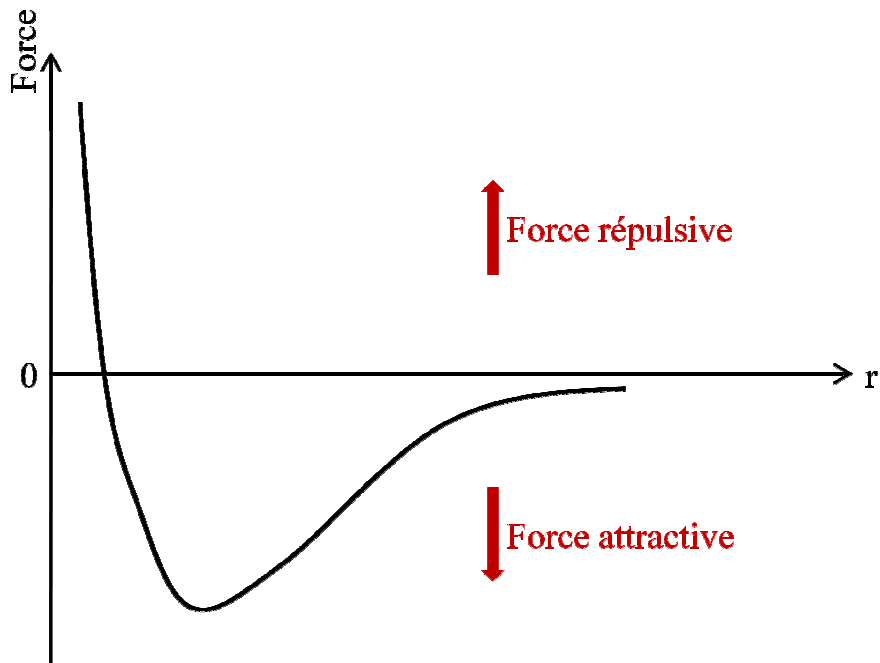


Figure III.16 : Représentation de la force d'interaction interatomique selon un potentiel de Lennard - Jones en fonction de la distance de séparation des noyaux r .

Différents types de forces peuvent entrer en jeu :

- a- Pour de grandes distances de séparation entre la pointe et l'échantillon (quelques dizaines à quelques centaines d'angströms), les forces sont attractives (il s'agit de force de Van der Waals). À l'inverse, lorsqu'ils sont très proches, les forces sont répulsives d'où les atomes se repoussent du fait de la soumission des électrons du cortège électronique au principe d'exclusion de Pauli. Il y a donc une sorte de «distance d'équilibre» : si les atomes s'éloignent, une force les rappelle, et s'ils se rapprochent, une force les repousse, comme montre la figure ci-dessous :

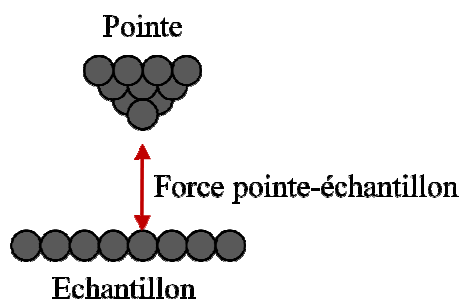


Figure III.17 : Les forces entre les atomes de la pointe et ceux de l'échantillon.

La force attractive de Vander Waals entre une sphère et un plan séparés d'une distance d , donnée par l'expression :

$$F_{vdw}(d) = -\frac{H.R}{6.d^2} \quad (d \ll r) \quad (\text{III.22})$$

où H est la constante de Hamaker (l'ordre de grandeur de H est de 10^{-19} J)

et r est le rayon de courbure de la pointe à son apex.

Dès lors que la sphère et le plan arrivent au contact, cette force attractive atteint une valeur maximale qui sera assimilée à la force d'adhésion F_{adh} . La frontière entre le non-contact et le contact n'est pas simple à définir. En effet, il est difficile d'affirmer à partir de quelle distance de séparation d peut-on dire que la pointe et la surface sont en contact ?

Si d représente l'espace vide entre la pointe et la surface, supposées constituées de sphères dures, alors la valeur $d = 0,16nm$ semble convenir de façon quasi-universelle [65]. C'est environ la moitié du diamètre d'un atome (**Figure III.18**)

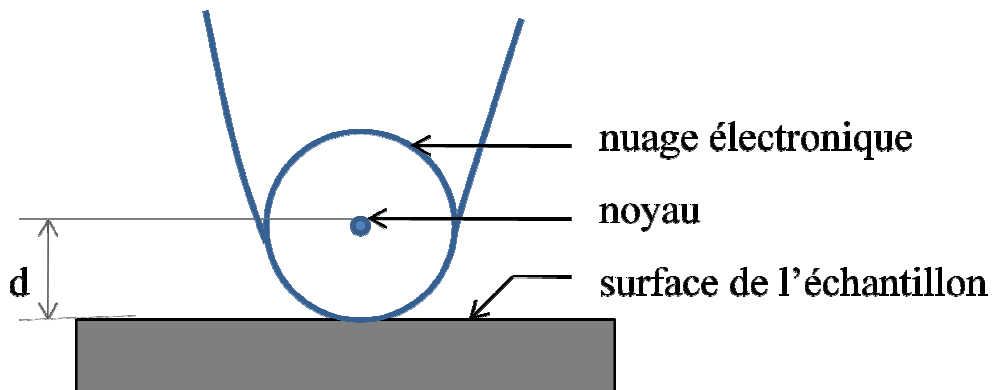


Figure III.18 : La pointe et la surface de l'échantillon en contact

A titre d'exemple, lorsque le microscope est sous vide, on a au contact $r = 20 \text{ nm}$ alors pour $d = 0,16 \text{ nm}$, $F_{adh} \approx 12 \text{ nN}$.

- b- Des forces électrostatiques et magnétiques peuvent également entrer en jeu. Des forces de tension superficielles attribuées à la présence d'une fine couche de contamination (couche d'eau par exemple) sont responsables de la forte adhésion de la pointe sur la surface.

- c- Des forces ioniques peuvent être également présentes lors de la caractérisation d'échantillons biologiques par exemple.

En fait, le microscope à force atomique ne mesure pas directement l'ensemble de ces forces mais il donne une image à travers les variations de la déflexion du microlevier. Les forces mesurées sont typiquement comprises entre 10^{-12} N et 10^{-8} N [66].

III.5. Différents modes de fonctionnement :

Un microscope à force atomique opère suivant trois régimes de fonctionnement principaux, à savoir le **mode contact**, le **mode non contact** et le **mode de contact intermittent**.

III.5.1. Mode contact :

Correspond à des distances pointe-surface faibles de l'ordre de quelques Å, pour lesquelles les forces de contact sont répulsives (quelques nm au maximum). Le choix du microlevier pour ce mode est celui ayant la constante de raideur variant de 0,01 N/m à 1 N/m. Les forces qui interviennent varient de quelques nN à quelques µN [67].

III.5.1.1 Modes d'imagerie en mode contact :

En mode contact, deux modes d'imagerie sont possibles : le mode hauteur et le mode force.

III.5.1.1.1. Mode hauteur :

Appelé aussi mode à force constante, est le plus couramment utilisé. Dans le mode hauteur la force de consigne est maintenue constante au cours du déplacement grâce au système d'asservissement. Toute variation de la hauteur rencontrée sur l'échantillon se traduit par un déplacement vertical du scanner piézoélectrique de façon à maintenir constante la déformation du microlevier et donc la force de contact. L'enregistrement de l'ensemble de ces variations donne une image de la topographie de la surface de l'échantillon. Cette méthode permet de mesurer des variations en z de l'ordre de 10 pm [67].

III.5.1.2.2. Mode force :

Appelé aussi mode à hauteur constante : la hauteur de l'échantillon est maintenue constante et la déflexion du microlevier est enregistrée. Ce mode donne également des informations topographiques mais il introduit une limite dans le choix de l'échantillon : il doit être très peu rugueux de manière à ce que le microlevier puisse suivre la surface sans être

endommagé. Ici le contraste de l'image est uniquement dû aux variations locales de forces. Ce mode est généralement utilisé pour obtenir des images à l'échelle atomique.

Lors de la mesure en mode contact, le balayage de la pointe sur la surface fait intervenir des forces de friction, correspondant au glissement et/ou à l'adhésion de la pointe sur l'échantillon. La détection de ces forces est possible à partir de la mesure des déflexions latérales du bras de levier lorsqu'on balaie perpendiculairement à son axe.

La mesure des forces de friction est utilisée pour imaginer des zones de duretés différentes.

En mode contact, il est possible d'obtenir des courbes de force, c'est à dire de mesurer la déflexion du microlevier en fonction du déplacement en z de l'échantillon par rapport à la pointe. L'obtention d'une courbe de force se fait en appliquant une tension en dents de scie au scanner piézo-électrique ; celui-ci s'étend jusqu'au contact puis se rétracte, approchant et éloignant l'échantillon de la pointe. En contrôlant l'amplitude et la fréquence de la tension, on fait varier la distance parcourue par la pointe et sa vitesse d'oscillation en z .

Le principe du mode contact est le suivant :

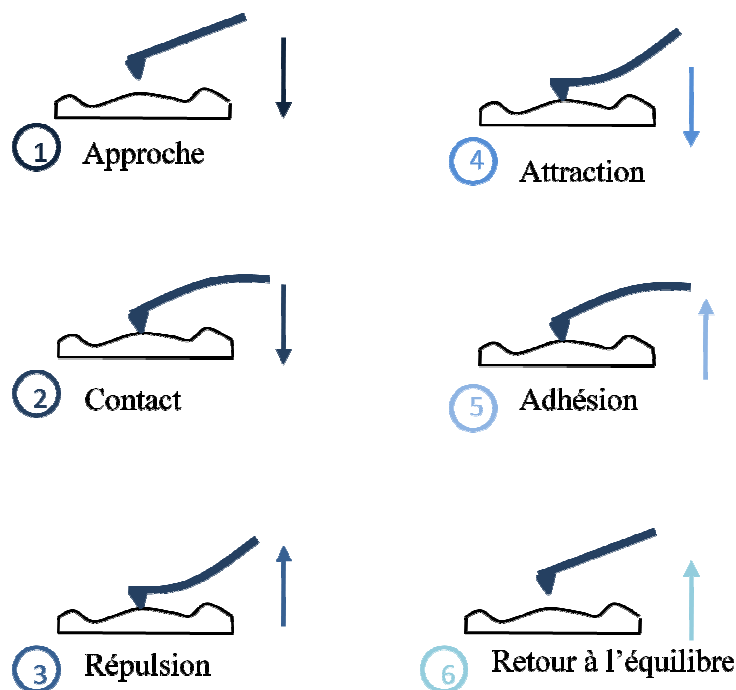


Figure III.19 : Principe du mode contact

Une courbe de force typique est donnée par :

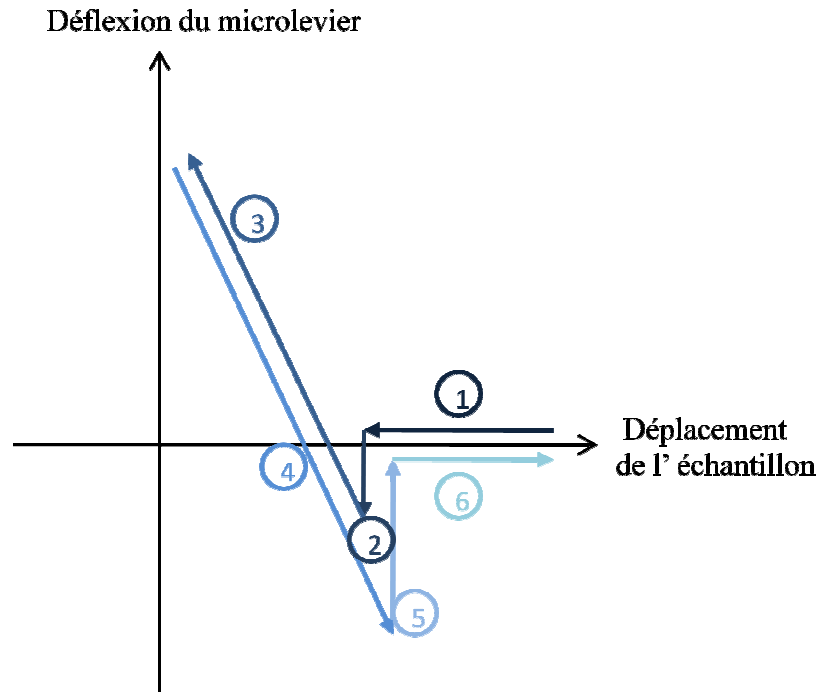


Figure III.20 : courbe de force obtenue en mode contact

Les différentes parties de la courbe sont :

1 : Le microlevier est loin de la surface ; la déflexion est nulle. Il subit les interactions à longue distance attractives comme les forces électrostatiques et les forces de Van der Waals.

2 : A ce point apparaît un brusque saut de la pointe au contact provoquant une légère déflexion du levier vers le bas d'où la distance pointe-surface est égale à zéro. Ce phénomène est lié à une instabilité du levier lorsque sa constante de raideur devient plus faible que le gradient de force attractive.

3 : Les forces répulsives provoquent une déflexion plus importante vers le haut du microlevier déflexion du cantilever.

4 : le mouvement s'inverse : alors que la pointe s'éloigne de la surface, les forces d'adhésion produisent une déflexion plus importante du cantilever que celle qui existait lors du contact à l'aller. La déflexion redevient négative

5 : lorsque la constante de raideur du levier devient supérieure au gradient de force attractive une seconde instabilité apparaît et le microlevier revient brusquement à sa position d'équilibre

6 : Le microlevier est libéré de la surface et de toute interaction.

III.5.2. Effets modifiant l'image enregistrée en mode contact :

III.5.2.1. Effets de la géométrie de la pointe :

Le rôle de la forme de la pointe est évident. Une pointe conique avec un grand angle d'ouverture ne peut en effet pénétrer dans un trou trop étroit. Ce qui conduit à une sous estimation de la profondeur de ce trou (**Figure III.21**). De plus, bien que la hauteur d'une marche puisse être correctement mesurée, ses dimensions latérales sont forcément surestimées. L'image enregistrée est le résultat d'une "dilatation" aux endroits où le relief de l'échantillon ne peut être totalement suivi par la pointe. Ce point constitue une limite évidente des mesures AFM lorsqu'il est nécessaire d'observer des profils aux reliefs accidentés de type fissure ou trou.

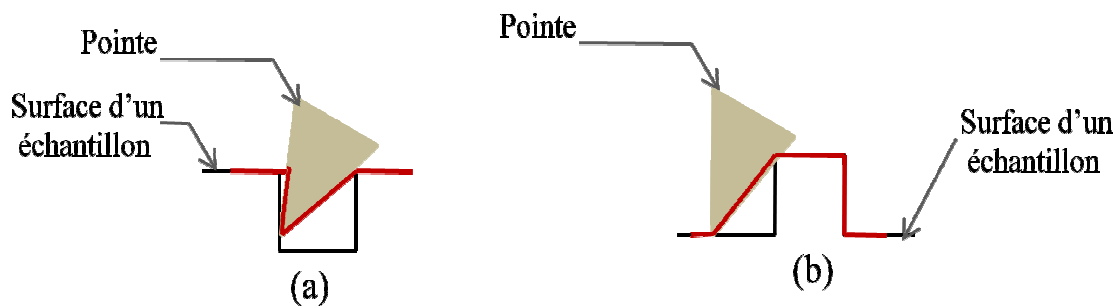


Figure III.21 : effets de la géométrie de la pointe sur l'image enregistrée (rouge) ; a) au passage d'un creux, b) au passage d'une marche.

III.5.2.2. Effets du rayon de courbure de la pointe et de la topographie locale :

La taille des particules peut être faussée par la topographie environnante à ces particules. Par exemple, si on étudie des particules adsorbées sur un substrat rugueux, leur forme est partiellement déterminée par la forme de la pointe mais aussi par la topographie environnante. La figure III.22 schématise cette distorsion : même si les deux particules sont identiques, elles seront imagées différemment selon qu'elles se trouvent sur une protubérance ou dans une vallée.

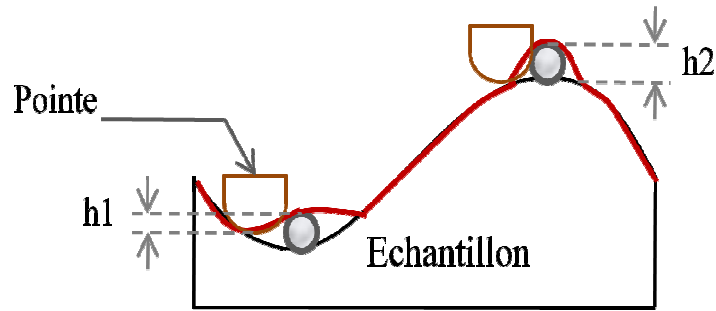


Figure III.22 : Dessin démontrant la taille d'une particule, mesurée par l'AFM. La particule située dans une vallée apparaît plus aplatie que la particule située sur une bosse ($h_1 < h_2$) [47].

Un autre effet pouvant survenir est ce qui est lié aux phénomènes physiques locaux. Par exemple, en mode contact, les surfaces souples peuvent se déformer sous la pression imposée par la pointe, et ce, différemment d'une zone à l'autre de la surface. L'adhésion, plus ou moins forte sur un même échantillon, peut aussi entraîner des erreurs sur le relief des nanoobjets.

Remarque :

Le mode contact permet d'obtenir la meilleure résolution, mais les forces adhésives (forces de capillarité et électrostatiques surtout) et les forces de friction augmentent la force totale. Ceci peut endommager la pointe et l'échantillon, lorsqu'on travaille sur des matériaux fragiles. On peut éviter ces inconvénients en travaillant en milieu liquide. Les forces de capillarité sont alors supprimées mais il existe toujours l'influence des forces de friction. Pour palier à cet inconvénient, des modes résonants ont été développés.

III.5.3. Mode non contact :

Correspond à des distances pointe-surface importantes de l'ordre de quelques Å à quelques 100 Å, pour lesquelles les forces sont attractives (Van der Waals...). Dans la plupart des cas, le choix du microlevier pour ce mode est celui ayant la constante de raideur élevée de 20 à 100 N/m [68] de sorte qu'il ne colle pas à la surface de l'échantillon de petites amplitudes. Ce mode consiste à positionner le microlevier au dessus de la surface et le faire vibrer à une fréquence proche de sa fréquence de résonance (mode fondamental). Le gradient de force entre la pointe et l'échantillon va ainsi modifier la raideur du microlevier induisant un changement de sa fréquence de résonance et de son amplitude de vibration. La mesure des variations de l'amplitude et de la phase ou de la fréquence de résonance permet alors d'obtenir la topographie de la surface.

III.5.4. Mode contact intermittent :

(En anglais Tapping mode :TM), correspond à une combinaison des deux modes précédents. En mode tapping, le levier est soumis à une oscillation forcée à la fréquence de résonance du système "pointe + levier" de sorte à assurer, en position basse, un contact physique intermittent de la pointe avec la surface. Dans ce mode, on se débarrasse des forces latérales de friction du mode contact et l'endommagement de la surface étudiée ainsi que celui de la pointe est moindre. Ce mode est assez "doux" pour pouvoir visualiser des polymères et des molécules organiques sans trop les abimer.

Remarque :

Les microscopes à champ proche de type STM (Scanning tunneling microscopy) et AFM trouvent leur existence au développement des céramiques piézoélectriques. L'utilisation de ces céramiques permet le contrôle de déplacements latéraux et verticaux du microlevier par rapport à la surface de l'échantillon avec une précision de l'ordre de l'angström voire inférieure.

De plus, ces céramiques peuvent être utilisées pour mettre le microlevier en vibration lors de la mesure en mode non contact. Il s'agit dans ce cas d'une excitation rapportée externe. Il y a aussi une autre possibilité qui consiste à intégrer l'excitation sur le microlevier (le dépôt d'une couche mince piézoélectrique directement effectuée sur le microlevier est une des solutions possibles) [69-70].

Le tableau III.1 est un récapitulatif des principales caractéristiques des trois modes présentés ci-dessus. Dans ces modes, nous pouvons travailler dans différents environnements : air, liquide et vide. En mode contact la pointe touche la surface de l'échantillon, qui mène à une force élevée et permet la manipulation de l'échantillon. L'inconvénient est que la pointe d'AFM peut être souillée par l'échantillon. L'opposé se produit dans le mode non contact, où la pointe reste à une distance au-dessus de l'échantillon. Dans le mode tapping la pointe touche la surface périodiquement donc la manipulation de l'échantillon, comme la contamination de la pointe est possible.

| Mode d'opération | Mode contact | Mode non-contact | Mode Tapping |
|--|---------------------|-------------------------|---------------------|
| Force de chargement de la pointe | Petite → grande | petite | petite |
| Contact avec la surface de l'échantillon | Oui | Non | périodique |
| Manipulation de l'échantillon | Oui | Oui | Oui |
| Contamination de la pointe | Oui | Non | Oui |

Tableau III.1 : Propriétés des différents modes d'opération dans l'AFM.

III.6. Avantages et inconvénients des modes d'AFM :

III.6.1. Mode contact :

Avantages :

- Grande vitesse de balayage.
- La résolution atomique est possible
- Un balayage plus facile de l'échantillon

Inconvénients :

- Les forces latérales peuvent tordre l'image.
- Les forces capillaires d'une couche liquide peuvent causer de grandes forces normales à l'interaction échantillon-pointe.
- La combinaison de ces forces réduit la résolution spatiale et peut endommager les échantillons mous.

III.6.2. Mode non-contact :

Avantage :

- Une petite force est exercée sur la surface de l'échantillon et aucun dommage n'est causé aux échantillons mous.

Inconvénients :

- la résolution latérale est faible, limitée par la séparation pointe-échantillon.
- une vitesse plus lente de balayage pour éviter le contact avec la couche liquide.

III.6.3. Mode tapping :

Avantages :

- Une résolution latérale plus élevée (1 nm à 5 nm).
- Forces faibles et moins de dommages aux échantillons doux.
- presque aucunes forces latérales.

Inconvénient :

- Une vitesse de balayage plus lente qu'en mode contact.

III.7. Résolution :

La résolution de l'appareil correspond essentiellement à la dimension du sommet de la pointe (le rayon de courbure). Si la résolution latérale que l'on peut atteindre avec un microscope à force atomique est directement liée au contrôle des déplacements en x et y, la résolution verticale quant elle dépend du contrôle du déplacement en z mais également de la sensibilité avec laquelle on détecte la déflexion z à l'extrémité du microlevier.

La résolution latérale est de l'ordre de la dizaine de nanomètres, mais la résolution verticale est par contre de l'ordre de l'Angstrom.

Enfin, la surface visualisable dépend de la céramique piézoélectrique utilisée, et peut aller de 100 nanomètres à environ 150 micromètres.

III.8. Applications des AFM :

La résolution atomique avec le microscope à force atomique s'obtient pour les semi-conducteurs mais aussi pour les métaux. Cependant, un champ d'application privilégié de la microscopie à force atomique concerne la biologie, car les objets biologiques de taille relativement importante, de l'ordre du micromètre, sont en général isolants. On a pu, par exemple, imager un globule rouge, un globule blanc, un cristal d'acide aminé et des molécules de collagène.

L'évolution actuelle de ces microscopies, après qu'un certain nombre d'obstacles techniques aient été surmontés, tend vers la dynamique. Faire une image topographique d'un semi-conducteur ou d'un métal par déplacement d'une pointe au-dessus de la surface nécessitait environ une minute pour tous les microscopes existant à la fin des années 1990. Il faut en effet relever la valeur d'un courant ou mesurer pour chaque position de la pointe la force au-dessus de la surface. En 1991, les nouveaux microscopes tunnels ou à force atomique construits dans les laboratoires de recherche sont beaucoup plus rapides et permettent désormais de faire une image en moins d'une seconde. Si un phénomène relativement lent se produit sur la surface examinée, il pourra donc être pratiquement filmé en prenant des images successives toutes les secondes par exemple. On peut ainsi filmer les déplacements d'objets microscopiques sur les surfaces.

Par exemple, avec un microscope à force atomique, on a pu filmer l'entrée d'un virus dans une cellule. Avec un microscope tunnel, on a pu filmer le mouvement de grosses molécules déposées sur la surface de graphite, etc.

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté une des applications du microlevier : le microscope à force atomique à détection piézorésistive. Avant de justifier notre choix de détection nous avons montré à travers les différentes approches concernant les techniques de détection utilisées pour l'AFM comment l'idée d'une structure de type microlevier a pu être utilisée.

Dans le cadre de l'étude théorique de l'AFM, nous avons parlé de son principe de fonctionnement en discutant les différentes géométries de microlevier utilisées. Nous avons donné en détail la réponse du microlevier étudié durant ce mémoire.

Pour comprendre mieux le fonctionnement de l'AFM, nous avons discuté les différentes forces du microscope et les différents modes de fonctionnement. Enfin nous avons terminé ce chapitre par quelques applications du microscope à force atomique.