

Microscopie de force dynamique: éléments (Première partie)

Laurent Nony

▶ To cite this version:

Laurent Nony. Microscopie de force dynamique: éléments (Première partie). DEA. 2006, pp.36. cel-00588297

HAL Id: cel-00588297 https://cel.hal.science/cel-00588297v1

Submitted on 22 Apr 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Microscopie à Force Atomique (AFM) en mode dynamique : éléments Première partie

Laurent Nony laurent.nony @im2np.fr Séminaire interne, Juin 2006

Université Paul Cézanne Aix-Marseille III IM2NP - UMR CNRS 6242 Marseille





Qu'est-ce qu'un AFM?

• Microscope à **sonde locale** (nano-pointe au voisinage d'une surface) : pointe à la fin d'un microlevier (100 x 20 x 3 μ m³) : rayon de courbure ~ 5 nm (meilleur des cas)

• Balayage de la surface de l'échantillon (piezos x, y, z) : signal d'asservissement dépend du mode dynamique

- Mesure de la déflection du levier (raideur k) par un système de détection optique ⇒ mesure indirecte de forces :
 - Electrostatiques (charges localisées) : attractives, (très) longue portée (> 100 nm), en général compensées expérimentalement par un potentiel pointe-échantillon
 - Van der Waals (London (dispersion), Debye, Keesom)
 : attractives, longue portée (> 1 nm)
 - Chimiques (interatomiques) : attractives ou répulsives, courte portée, (quelques Å)
 - Magnétiques
- Par opposition au STM, **processus classique** (moyenne sur un grand nombre d'atomes : toute la pointe compte)









Qu'est-ce qu'un AFM?

• Microscope à **sonde locale** (nano-pointe au voisinage d'une surface) : pointe à la fin d'un microlevier (100 x 20 x 3 μ m³) : rayon de courbure ~ 5 nm (meilleur des cas)

• Balayage de la surface de l'échantillon (piezos x, y, z) : signal d'asservissement dépend du mode dynamique

- Mesure de la déflection du levier (raideur k) par un système de détection optique ⇒ mesure indirecte de forces :
 - Electrostatiques (charges localisées) : attractives, (très) longue portée (> 100 nm), en général compensées expérimentalement par un potentiel pointe-échantillon
 - Van der Waals (London (dispersion), Debye, Keesom)
 : attractives, longue portée (> 1 nm)
 - Chimiques (interatomiques) : attractives ou répulsives, courte portée, (quelques Å)
 - Magnétiques
- Par opposition au STM, **processus classique** (moyenne sur un grand nombre d'atomes : toute la pointe compte)









Non-contact Tapping Modélisation Introduction

Spécificités de l'AFM en mode dynamique

- Excitation du levier à une fréquence proche ou égale à sa fréquence de résonance ($f_0 \sim 150$ kHz, $A_0 \sim 10$ nm) au voisinage de la surface :
 - Intérêts :
 - 1. réduire la force de cisaillement à l'interface
 - 2. sensibilité accrue par rapport au mode contact
 - 3. non-contact (cartographie des seules forces attractives)
 - Difficultés :
 - 1. modélisation de la dynamique non-linéaire
 - détection de l'oscillation (bande-passante du système de détection > MHz)
 - 3. complexité de l'électronique de contrôle
 - 4. avec la sensibilité accrue, origine du contraste (notamment en **dissipation**)?
- Mesures en fonction de la distance pointe-surface:
 - 1. fréquence des oscillations
 - 2. amplitude des oscillations
 - 3. amplitude de l'excitation
 - 4. déphasage entre excitation et réponse du levier
- Système mécanique (poutre encastrée) **strictement analogue à un oscillateur harmonique** amorti en régime forcé (précautions expérimentales requises, mais nécessaire pour la modélisation)









Illustration : AFM ultra-vide (UHV)







Le levier: un oscillateur harmonique





Modes dynamiques

 5 variables : <u>Amplitude d'excitation</u>, <u>fréquence d'excitation</u>, <u>amplitude</u> <u>d'oscillation</u>, <u>phase</u> (excitation et oscillation) et <u>distance pointe-surface</u>
 Les variables fixées définissent le mode de fonctionnement :

Tapping (ou Amplitude Modulation AFM)

Amplitude d'excitation et fréquence d'excitation fixées (modulation d'amplitude)

Mesures : Amplitude d'oscillation phase en fonction de la distance pointe-surface *non-contact AFM* (ou Frequency Modulation AFM)

Phase fixée (=-90° : résonance) et amplitude d'oscillation (résonance) fixée (modulation de fréquence)

Mesures : décalage de la fréquence de résonance et amplitude d'excitation requise pour conserver l'amplitude d'oscillation constante en fonction de la distance pointesurface







Les courbes d'approche-retrait

Elles sont la signature de la dynamique de l'oscillateur en interaction Elles définissent les conditions (point de fonctionnement) pour acquérir l'image Analogues I=f(D) en STM





Pourquoi une dynamique non-linéaire?



¹.Pérez et al., Phys Rev. B 58:10835 (1998)





Instabilités en z, bifurcations : hystérésis \Rightarrow modélisation requise





Pourquoi une dynamique non-linéaire?

Linéariser le problème ? Utilisation de petites amplitudes d'oscillation

Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction





Pourquoi une dynamique non-linéaire?

Linéariser le problème ? Ordres de grandeur

Expérimentalement : A ~ 10 nm

• Petites amplitudes : alternative intéressante, mais difficultés expérimentale et signal / bruit défavorable (requiert l'utilisation de leviers raides \Rightarrow bande passante élevée)



CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIPOUE

isen

polytechnique



UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var

Modélisation analytique

Méthode variationnelle basée sur le principe de moindre action :

$$\delta S = \delta \left[\int_0^{1/f} L(z, \dot{z}, t) \right] = 0$$

$$\begin{aligned} \left[z(t), z(t) \right] &= T - V + W \\ &= \frac{1}{2} \frac{k_c}{(2\pi f_0)^2} z(t)^2 - \left[\frac{1}{2} k_c z(t)^2 - z(t) k_c A_x \cos(2\pi f t) + V_c^{int}(z(t)) \right] \\ &- \left[\frac{\Gamma_0 k_c}{(2\pi f_0)^2} z(t) \underline{z(t)} + V_d^{int}(z(t), \underline{z(t)}) \right] \end{aligned}$$

Fontion d'essai harmonique : $z(t) = A \cos\left(2\pi f t + arphi
ight)$

$$\delta A \leqslant \cos(\varphi) = \frac{A}{A_x} \left(1 - \frac{f^2}{f_0^2} \right) + \frac{2}{kA_x} \langle F_c \rangle$$
termes de couplage
$$\delta \varphi \leqslant \sin(\varphi) = -\frac{f}{f_0} \times \frac{A}{QA_x} - \frac{2}{k_cA_x} \langle F_d \rangle$$
termes de couplage

Les deux modes dynamiques sont deux façons distinctes d'observer l'oscillateur





L

•

Modélisation analytique









Le mode Tapping



isen

fen polytechnique



Formation des images en Tapping



Im2np



Lien avec la modélisation







Modélisation vs. expérience







Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var

1m2np



L'oscillateur en champ attractif et répulsif Non-contact Situations de contact intermittent : $z(t) = Acos(\omega t + \varphi)$ 1.5 $V_{int}(z) = k_s(z(t)-D)^2/2$ Tapping Surface 1 0.5 D $V_{int}(z) = -HR/6(D-z(t))$ Résolution du système Modélisation $\{\cos(\varphi), \sin(\varphi)\}$ avec A_x et f fixes 0 Α $A(\omega, D), \varphi(\omega, D)$ -0.5 Introduction $^{-1}0$ $2\pi/\omega$ π/ω temps(u.a.)





Modélisation vs. expérience



CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

isen

In polytechnique

• ϕ > -90° caractérise un régime répulsif dominant

Im2np



CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

im polytechnique

isen



Tapping : réponse mécanique ou topographie?

L'oscillateur en champ purement répulsif : la limite des grandes amplitudes ($\kappa_a \rightarrow 0$) Pente théorique : $p = \frac{\delta a}{\delta d} \approx \frac{1}{1 + \frac{5}{(Q\kappa_s)^{2/3}}}$ Avec : $\kappa_s = \frac{k_s}{1}$ « Réponse mécanique



polytechnique

isen



Non-contact

Tapping

Modélisation

Introduction

Illustration expérimentale

<u>ADN sur SiO₂ silanisée</u> : évolution du contraste en variant l'amplitude (200x200 nm²) :





L.Nony et al. Biomacromolecules 2, 827 (2001)











Illustration expérimentale

<u>ADN sur SiO₂ silanisée</u> : évolution du contraste en variant l'amplitude (200x200 nm²) :



Travail à pointe ~constante!

L.Nony et al. Biomacromolecules 2, 827 (2001)

CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Illustration expérimentale

<u>ADN sur SiO₂ silanisée</u> : évolution du contraste en variant l'amplitude (200x200 nm²) :

Travail à pointe ~constante!

Im2np

Régimes accessibles en "Tapping"

isen

polytechnique

Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var

Im2np

Limitations du mode tapping

Facteur de qualité:

− **Q** ~ **300** (air, dissipation par écoulement fluide) \Rightarrow t_{stat} ~ 6Q/f₀ ~ 12 ms (f₀=150 kHz).

Temps d'acquisition d'une ligne de 256 pixels:

 t_l = 256 x (12.10⁻³) = 3 s - **Q ~ 30000** (UHV, dissipation intrinsèque) $\Rightarrow t_{stat} \sim 6Q/f_0 \sim 1,2$ s t_l = 300 s (!)

Sensibilité : pente de la mesure pour l'asservissement

Dans le meilleur des cas, la précision du contrôle en z détermine la sensibilité de l'appareil.

Introduction au non-contact AFM

nc-AFM vs. "Tapping" ou modulation de fréquence vs. modulation d'amplitude

Réelle méthode de non-contact

Sensibilité verticale très supérieure au "Tapping"

- Méthode de découplage efficace des forces conservatives et dissipatives
- Affranchissement de la constante de temps liée au facteur de qualité

Technique essentiellement UHV (requiert Q élevé)

MAIS : contribution potentielle de l'électronique aux signaux de mesure : 3 contrôleurs en série (1 en Tapping)

Le non-contact AFM (ou Frequency Modulation AFM)

Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var

Im2np

isen polytechnique

Lien avec la modélisation

Im2np

Lien avec la modélisation

polytechnique

isen

Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var

Lm Lnp

Exemples expérimentaux

CaF₂

C. Barth et al. J. Phys.: Condens. Matter 13, 2061(2001)

NaCl islands on

R. Bennewitz et al. Phys. Rev. B 13, 2061 (2001)

KBr + e⁻

R. Bennewitz et al. Surf. Sci. 474, L197 (2001)

Cu(100)

C. Loppacher et al. Phys. Rev. B 62, 16944 (2000)

NiO(100) @7K

R. Hoffmann et al. Phys. Rev. B 67, 085402 (2003)

InAs(110) @14K

A. Schwarz et al. Phys. Rev. B 61, 2837 (2000)

Si(111)7x7 @RT et 7K

M. Lantz et al. Phys. Rev. Lett. 84, 2642 (2000)

F. Giessibl Science 267, 68 (1995)

Exemples expérimentaux

- Informations structurales locales
- Mesure de forces localisées (conservatives dissipatives) :

Applied Surface Science 188 (2002) 238-244

applied surface science	

www.elsevier.com/locate/apsusc

Atomic resolution imaging and force versus distance measurements on KBr (0 0 1) using low temperature scanning force microscopy

R. Hoffmann^{*}, M.A. Lantz¹, H.J. Hug, P.J.A. van Schendel, P. Kappenberger, S. Martin, A. Baratoff, H.-J. Güntherodt

• Identification chimique :

VOLUME 92, NUMBER 14

PHYSICAL REVIEW LETTERS

week ending 9 APRIL 2004

Sublattice Identification in Scanning Force Microscopy on Alkali Halide Surfaces

R. Hoffmann,^{1,2,*} L. N. Kantorovich,³ A. Baratoff,¹ H. J. Hug,^{1,4} and H.-J. Güntherodt¹ ¹National Center of Competence in Research on Nanoscale Science, Institute of Physics, University of Basel, Klingelbergstrasse 82, CH-4056 Basel, Switzerland ²Physikalisches Institut, Universität Karlsruhe, 76128 Karlsruhe, Germany ³Department of Physics, School of Physical Sciences and Engineering, King's College London, London WC2R 2LS, United Kingdom ⁴Swiss Federal Laboratory for Materials Testing and Research, CH-8600 Dübendorf, Switzerland (Received 17 March 2003; published 9 April 2004)

Exemples expérimentaux

• Manipulation d'atomes et de molécules :

VOLUME 90, NUMBER 17

PHYSICAL REVIEW LETTERS

week ending 2 MAY 2003

Mechanical Vertical Manipulation of Selected Single Atoms by Soft Nanoindentation Using Near Contact Atomic Force Microscopy

Noriaki Oyabu,¹ Óscar Custance,^{2,*} Insook Yi,² Yasuhiro Sugawara,^{1,2} and Seizo Morita^{1,2} ¹Graduate School of Engineering, Osaka University, 2-1 Yamada-Oka, Suita, 565-0871, Japan ²Handai Frontier Research Center (FRC), 2-1 Yamada-Oka, Suita, 565-0871, Japan (Received 27 December 2002; published 2 May 2003)

VOLUME 90, NUMBER 6

PHYSICAL REVIEW LETTERS

week ending 14 FEBRUARY 2003

Direct Determination of the Energy Required to Operate a Single Molecule Switch

Ch. Loppacher,^{1,*} M. Guggisberg,¹ O. Pfeiffer,¹ E. Meyer,¹ M. Bammerlin,² R. Lüthi,² R. Schlittler,² J. K. Gimzewski,^{2,†} H. Tang,³ and C. Joachim³
 ¹Institute of Physics, University of Basel, Klingelbergstrasse 82, CH-4056 Basel, Switzerland
 ²IBM Research Division, Zurich Research Laboratory, CH-8803 Rüschlikon, Switzerland
 ³CEMES/CNRS, 29, rue Jeanne Marvig, 31055-Toulouse Cedex, France (Received 11 October 2002; published 14 February 2003)

• Molécules organiques sur <u>métaux</u>, <u>SC</u> : peu de résultats

• Molécules organiques sur oxydes ou isolants : très peu de résultats

