

ACHETER

Un microscope à force atomique (AFM)

David ALBERTINI¹
Agnès PIEDNOIR²

¹ Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL UMR CNRS 5270)
david.albertini@insa-lyon.fr

² Institut Lumière Matière (ILM UMR CNRS 5306)
agnes.piednoir@univ-lyon1.fr

Dans la grande famille de la microscopie champ proche, le microscope à force atomique (AFM pour *atomic force microscope*) est le plus communément utilisé. La facilité actuelle de mise en œuvre a démocratisé cet outil autant dans les laboratoires de recherche que dans l'industrie. Il permet de faire la cartographie d'une surface en 3 dimensions avec une mesure absolue des hauteurs mais aussi d'obtenir des informations précieuses sur certaines propriétés physiques des échantillons.

Historique

La microscopie champ proche est née au début des années 1980 et a révolutionné la physique des surfaces en permettant l'accès dans l'espace direct à l'arrangement des atomes de la surface. La première image de résolution atomique de la reconstruction 7×7 du silicium (111) fut obtenue par un microscope à effet tunnel (STM pour *scanning tunneling microscope*) dans le laboratoire d'IBM à Zurich. Le principe de fonctionnement est basé sur la détection du courant tunnel entre une pointe métallique très fine placée à quelques angströms d'une surface conductrice. Dès qu'une différence de potentiel entre les deux objets est appliquée, un courant tunnel s'établit. L'intensité de ce courant dépend exponentiellement de la distance pointe-surface et donc de la topographie. La pointe est déplacée par rapport à la surface (balayage) et l'intensité du courant est enregistrée, le microscope reconstruit ligne par ligne la cartographie de la surface.

Pour observer tous types de surface, surtout les isolantes, la microscopie à force atomique fut développée en 1985. Le principe est semblable à celui du STM mais il ne s'agit plus de détecter un courant mais les forces existant entre la sonde et l'échantillon.

La puissance et la démocratisation des AFM résident dans l'obtention de cartographies en 3 dimensions de tous types de surface et potentiellement dans tous types d'environnement.

Principe de fonctionnement d'un microscope à force atomique

Techniquement, pour réaliser le balayage de la sonde par rapport à l'échantillon, l'idée de génie des inventeurs fut d'utiliser les céramiques piézoélectriques qui se déforment proportionnellement à la tension qui leur est appliquée. Elles permettent de réaliser les déplacements micrométriques et nanométriques parfaitement contrôlés. Le deuxième élément-clé des AFMs est le système de détection des forces par la pointe dont la taille (ou rayon de courbure) détermine la résolution spatiale des images.

Les mouvements de la pointe par rapport à l'échantillon doivent être effectués selon les trois axes nommés X, Y et Z. Les céramiques piézoélectriques permettent d'atteindre la résolution atomique mais également d'obtenir des images sur plusieurs dizaines de microns. X et Y, correspondant à la taille de l'image, sont habituellement compris

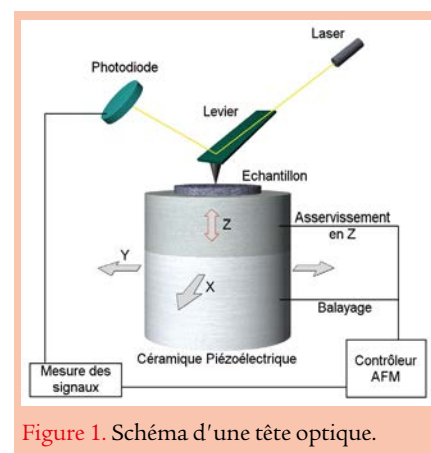


Figure 1. Schéma d'une tête optique.

entre 0,01 et 100 μm et Z, la hauteur des rugosités de surface, est classiquement comprise entre 0,1 et 1000 nm.

La détection des forces d'interaction entre pointe et échantillon se fait par l'intermédiaire de la mesure de la flexion d'un levier (ou *cantilever*) long de quelques centaines de microns au bout duquel se trouve la sonde. Ce levier est fixé à une puce millimétrique pour permettre la manipulation.

La topographie de la surface, révélée lors du balayage de la pointe, est accessible par la détection des mouvements du levier qui se fait via un système optique (laser et photodiode). Le laser est focalisé au bout du levier, réfléchi vers une photodiode à quatre quadrants. Lorsque la pointe balaie la surface et

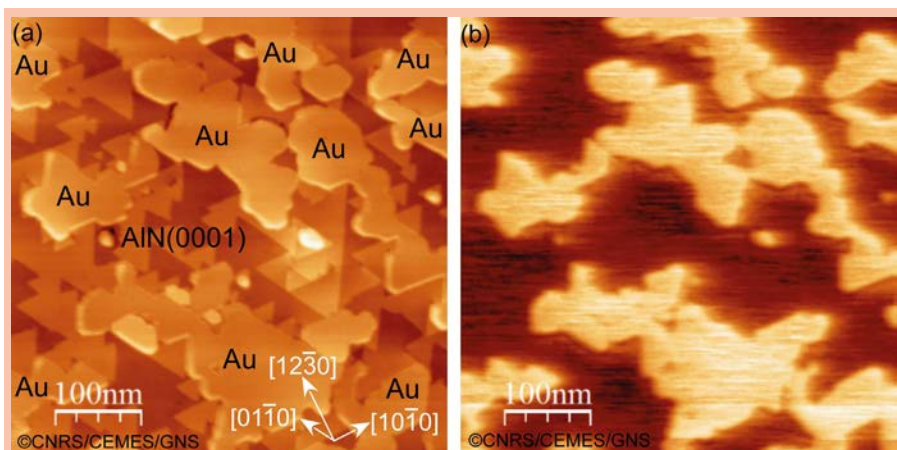


Figure 2. Images de nano-îlots d'or sur AlN(0001) obtenue à température ambiante par un AFM ultravide ScientaOmicron. (a) Topographie en AFM non contact (NC AFM). (b) Potentiel Kelvin (KPFM). D'après B. Eydoux et al., *Phys. Rev. Applied* **8**, 044002 (2017).

rencontre de la rugosité, le système pointe/levier bouge verticalement et/ou latéralement, la photodiode retranscrit ces informations. Sans ce système optique, un microscope à force atomique est aveugle. Tous les réglages à effectuer sur ce que l'on appelle la tête AFM (le système pointe, laser, photodiode, piézo Z, ...) ainsi que le positionnement de la pointe sur la zone d'intérêt à étudier sont suivis via une caméra grossissante.

Pour l'imagerie classique, un AFM peut travailler en **mode contact** ou en mode oscillant. En mode contact, la pointe est posée sur la surface, appuyée plus ou moins fort et ressent les forces coulombiennes entre elle et la surface. Même lorsque la force d'appui est faible, quelques dizaines ou centaines de piconewton, ce mode peut occasionner une dégradation de la surface des échantillons mous. Une dégradation de la pointe n'est pas à exclure, surtout sur des surfaces rugueuses et/ou dures car les forces de frictions en jeu dans ce mode sont importantes. Cependant, c'est un mode très utilisé en imagerie classique, dans le domaine de la biologie (travail en solution et même sur de la matière vivante) et des semi-conducteurs (récupérer aussi un signal électrique). Le **mode oscillant** permet de s'affranchir des forces de friction ou de cisaillement entre la pointe et l'échantillon et d'améliorer la résolution latérale. Pour cela, le levier est maintenu en oscillation à une fréquence proche de sa fréquence de

résonance et la pointe effleure (mode non contact - NC AFM) ou touche par intermittence (mode contact intermittent) la surface. Ce mode donne également accès à un signal de phase précieux car dépendant également des propriétés mécaniques de la surface.

L'AFM est une microscopie à balayage, c'est-à-dire qu'il faut un certain temps pour acquérir une image. La pointe balaye la surface suivant un axe rapide (X) à une certaine fréquence (si on choisit 1 Hz, il lui faut 1 seconde pour faire un aller-retour suivant X : l'AFM aura enregistré la topographie en un certain nombre de points par ligne) et suivant un axe lent (Y). Pour une image carrée, il y aura autant de lignes qu'il y a de points par ligne. Typiquement il faut compter plus de 4 minutes pour réaliser une image de 256 points \times 256 lignes à 1 Hz.

La qualité de l'électronique de l'AFM est cruciale. Une boucle de contre-réaction agit en permanence pour maintenir constante la consigne (force ou amplitude d'oscillation) entre la pointe et l'échantillon. La céramique piézoélectrique qui gère la direction Z est sollicitée pour approcher ou éloigner la pointe de la surface et ses déplacements sont proportionnels aux dénivelés de la surface, le contrôleur traduit donc les informations de la photodiode en images topographiques.

En plus de l'imagerie classique, l'AFM donne accès à la spectroscopie de force. Dans ce mode-là, la pointe

est utilisée pour sonder localement des propriétés de surface. Il s'agit d'enregistrer les variations de déflexion ou d'amplitude d'oscillation du levier lors de l'approche et du retrait du levier de la surface. Les informations disponibles sont nombreuses : indentation, adhésion, force, gradient de force...

Choix d'un microscope

Le choix d'un microscope est guidé par les applications visées. Tous les AFM proposent les 2 modes d'imagerie (contact et oscillant) et le mode force. Au fil des années, selon l'avancée des recherches et les demandes des utilisateurs, les efforts des constructeurs se sont portés sur le développement technique et la mise au point de nouveaux modes permettant d'accéder, en plus des topographies, à certaines propriétés physiques des matériaux à l'échelle micro et nanométrique. C'est ainsi que les modes électriques, mécaniques et magnétiques ont vu le jour. Les signaux à détecter sont en général très faibles, aussi les plus grands progrès ont été réalisés sur l'électronique de contrôle et d'acquisition. Les constructeurs ont travaillé sur l'échantillonnage des images, l'augmentation du nombre de canaux enregistrés simultanément, l'amélioration des gains et du rapport signal/bruit... Pour une gamme donnée d'AFM, en termes de résolution, de bruit et de stabilité, les microscopes actuels sont comparables et permettent la réalisation d'images de très bonne qualité.

Sans considérer le facteur prix, un des premiers critères de choix d'un microscope est la taille des échantillons à étudier et l'environnement réclamé pour les études. Pour des échantillons de grande taille (comme les *large wafers* ou des échantillons épais), on privilégiera les AFM offrant un grand espace sous la pointe. Dans cette configuration, le déplacement en Z est effectué par la pointe, elle peut également effectuer les déplacements X et Y , la tête est dite *stand-alone*). Les échantillons de grande taille peuvent être étudiés sans découpe. L'autre avantage de ces microscopes est la grande liberté qu'ils

laissent pour adapter des dispositifs spécifiques autour du couple pointe/échantillon.

Les études en milieu liquide ajoutent une complexité, l'eau ne faisant bon ménage ni avec l'électronique ni avec les céramiques piézoélectriques. Le type de porte-échantillon (la cellule liquide) demandé par les expériences aidera à choisir l'AFM. Par exemple pour des observations dans une boîte de Petri ou dans un volume important de solution, les têtes *stand-alone* sont privilégiées. Les cellules liquides fermées permettent également de travailler en atmosphère très humide. Pour des échantillons biologiques ou demandant une observation optique conjointe, de nombreux constructeurs proposent des AFMs adaptables sur un microscope optique inversé (mais dans ce cas, il faut prévoir aussi le prix du microscope optique).

Pour ceux qui désirent aller plus loin que la simple cartographie de surface, un autre critère à considérer dans le choix du microscope est l'accès aux signaux bruts. En effet, pour des mesures quantitatives, il faut le signal complet en sortie de la photodiode en vertical et latéral et avoir un accès au potentiel de la pointes et/ou de l'échantillon... C'est surtout vrai pour les expériences en nanomécanique, pour les modes électriques particuliers comme la *piezo force microscopy* (PFM), le multifréquence, le *Kelvin probe force microscopy* (KPFM) en une passe...

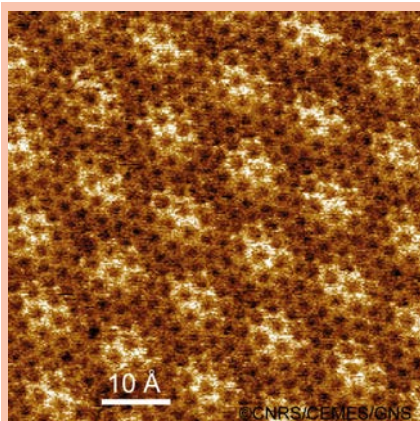


Figure 3. Résolution atomique sur un nano-îlot d'or obtenue par NC AFM à 5 K par un AFM ultravide ScientaOmicron. D'après H. Khoussa *et al.*, *Phys. Status Solidi B*, 1700482 (2017).

Cependant, lorsque les constructeurs proposent ces modes, ils les intègrent directement dans le logiciel de pilotage, et, même si les paramètres sont modifiables, les résultats sont tributaires de l'électronique du constructeur qui est alors une boîte noire.

Points critiques

Une vision à long terme des sujets d'étude est indispensable pour sélectionner un AFM. Le modèle de base ne peut pas tout faire, il faut prévoir les options. Les constructeurs en proposent de nombreuses et elles diminuent le prix de base d'un AFM classique si elles sont choisies à l'achat.

Il est important de connaître la bande passante de la photodiode du microscope afin de ne pas être contraint pour certaines études. Plus celle-ci est large et plus les modes de vibration élevés du levier seront accessibles : études KPFM sur harmonique, études PFM avec leviers raides etc.

L'AFM étant sensible à son environnement, la plupart des microscopes sont livrés avec un système antivibratoire actif ou passif et/ou dans un caisson acoustique. Il est possible de mettre un AFM dans une boîte à gant pour contrôler l'atmosphère. Il faut cependant savoir que les manipulations ne se feront pas aisément. De plus, les systèmes de pompage et de filtration provoqueront des vibrations dont il faudra s'affranchir.

Les pointes sont le consommable de cette microscopie. De très nombreuses pointes sont disponibles sur le marché et s'adaptent à tous les AFM (à l'air, en solution comme sous ultravide). Le choix se fait en fonction de l'étude et de son budget (compter au minimum 20€ la pointe classique). Pour tous les modes possibles, les fabricants proposent des pointes de géométrie particulière ou avec un revêtement particulier : conducteur, très dur, magnétique, réfléchissant, etc. Le prix de ces pointes est plus élevé (entre 40 et 150€ la pointe). Il est possible d'acheter des pointes fonctionnalisées chimiquement ou biologiquement, mais le faire soi-même est tout à fait possible, et moins cher.

Équipements de protection individuelle



Équipements de Protection Laser Collective



Fenêtres et Films de Protection Laser



SECURITE LASER

Panneaux de Protection et de Signalisation Laser



Systèmes Interlock



Cabines de Protection Laser



Vêtements de Protection Laser



Produits CE et sous les normes EN 207, EN 208, EN 12254, EN 12477 et EN 388.

www.ardop.com

Les systèmes en évolution

Comme toutes les techniques d'analyse de pointe, les AFM évoluent chaque année. La progression actuelle s'oriente principalement vers une augmentation de la vitesse d'acquisition des images : la microscopie rapide. Elle est idéale pour les biologistes qui demandent à suivre sur des échelles de temps très courtes des phénomènes biologiques sans pour autant avoir besoin d'une très haute résolution spatiale. Il est possible d'atteindre les 25 images par seconde (boucle de contre-réaction ouverte), la qualité et la résolution de ces images, quoique non optimales, sont néanmoins suffisantes pour suivre la cinétique du ou des phénomènes.

Le deuxième effort de développement instrumental concerne les traitements en temps réel des courbes de force pour remonter aux propriétés nanomécaniques de surface. Des courbes de force réalisées en chaque point de l'image sont extraites de nombreuses informations, plus qualitatives que quantitatives car la calibration exacte de la pointe n'est pas possible. Un AFM peut donc fournir, en plus des images topographiques, des images de l'adhésion, du module d'Young ou du module élastique, de la dissipation, de l'indentation...

Il est à noter qu'une solution open source de pilotage d'un AFM existe sur le marché. Elle permet de mettre à jour et d'augmenter les fonctionnalités des anciens systèmes ou de développer son propre microscope.

Globalement, chaque année, un ou plusieurs modes d'imagerie, de spectroscopie, de couplage sont ajoutés au panel important des modes déjà disponibles en microscopie à force atomique. Acheter un microscope à force atomique requiert de bien cibler ses besoins, de se renseigner sur l'évolution possible du microscope car l'accès aux signaux bruts permet d'implémenter de nombreux modes, et enfin de penser à l'usage qui lui est destiné : plateforme ou dédié.

POUR EN SAVOIR PLUS

[1] Réseau Microscopie à Sondes Locales (RéMiSoL) : réseau technologique du CNRS. <http://remisol.cnrs.fr>

[2] Site de la communauté champ proche francophone : <http://www.sondeslocales.fr>

FABRICANTS ET DISTRIBUTEURS D'AFM

MARQUES	INFORMATIONS	FOURNISSEURS / CONTACTS
Asylum Research	https://www.oxford-instruments.com/ AFM.info@oxinst.com	Oxford Instruments / Tél : 06 66 67 73 32 Julien Lopez : Julien.Lopez@oxinst.com
Bruker	www.bruker.com/products/surface-analysis.html productinfo.emea@bruker.com	Bruker Nano / Tél : 01 72 86 61 00 Emmanuel Paris : Emmanuel.Paris@bruker.com
CSInstruments	http://www.csinstruments.eu/ contact@csinstruments.eu	CSI ScienTec / Tél : 01 64 53 36 30 Louis Pacheco : L.pacheco@csinstruments.eu
JPK Instruments	http://www.jpk.com/ nanowizard@jpk.com	JPK Instruments / Tél : 06 48 45 05 19 Frédéric Eghiaian : eghiaian@jpk.com
Keysight Technologies	http://www.keysight.com/ contactcenter_france@keysight.com	Keysight Technologies France / 06 37 68 81 93 Ervin Mile : ervin.mile@keysight.com
Nanosurf	http://www.france-scientifique.fr/ info@france-scientifique.fr	FranceScientifique / Tél : 04 26 46 01 60
NT-MDT	http://www.ntmdt-si.com/ http://www.spectrum-instr.com/	Spectrum Instruments Ltd, Irlande Ivan Bykov : ivan_bykov@ntmdt-si.com
Park Systems	http://www.elexience.fr/departement-physique/produits/psc@parkAFM.com	Milexia / Tél : 01 69 53 80 20 Camille Soukhavong : camille.soukhavong@milexia.fr
Schaefer	http://schaefer-tec.com - info@schaefer-tech.com	Schaefer Techniques sarl / Tél : 01 64 49 63 50
ScientaOmicron	http://www.scientaomicron.com/en/products/scanning-probe-microscopy Services-SPM@scientaomicron.com	ScientaOmicron, Allemagne

FABRICANTS ET DISTRIBUTEURS DE POINTES

MARQUES	INFORMATIONS	FOURNISSEURS / CONTACTS
AppNano	http://www.scientec.fr/	Scientec / Tél : 01 64 53 27 00 afm.probes@scientec.fr
Asylum Resarch	https://afmprobes.asylumresearch.eu/	Oxford / Tél : 49 (0) 6122-937 180 afm.probestore.eu@oxinst.com
BrukerNano	http://www.brukerafmprobes.com/	Bruker / Tél : 44 (0) 27 7685 5344 productinfo@bns.bruker.com
Mikromasch	https://www.spmtips.com/afm-probes.afm	NanoAndMore France / Tél : 01 42 88 29 67 Gilbert Gillmann : sales@nanoandmore.fr
Nanosensors Nanoworld BudgetSensor	http://www.nanoandmore.fr/	NanoAndMore France / Tél : 01 42 88 29 67 Gilbert Gillmann : sales@nanoandmore.fr
Olympus	http://probe.olympus-global.com/en/product/	Oxford / Tél : 49 (0) 6122-937 180 afm.probestore.eu@oxinst.com