



Microscopies en champ proche ou à sonde locale

Gilles Parent

Nancy, 26 avril 2012

Introduction, historique

STM (Scanning tunneling Microscope, microscope à effet tunnel électronique) :
Binnig et Rohrer : Brevet 1979, premières expériences 1982, premières images
1983, prix Nobel 1986

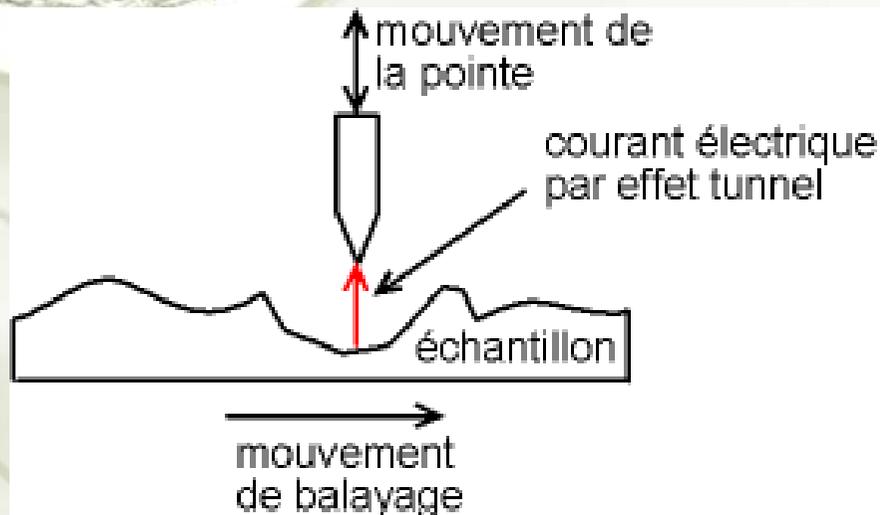
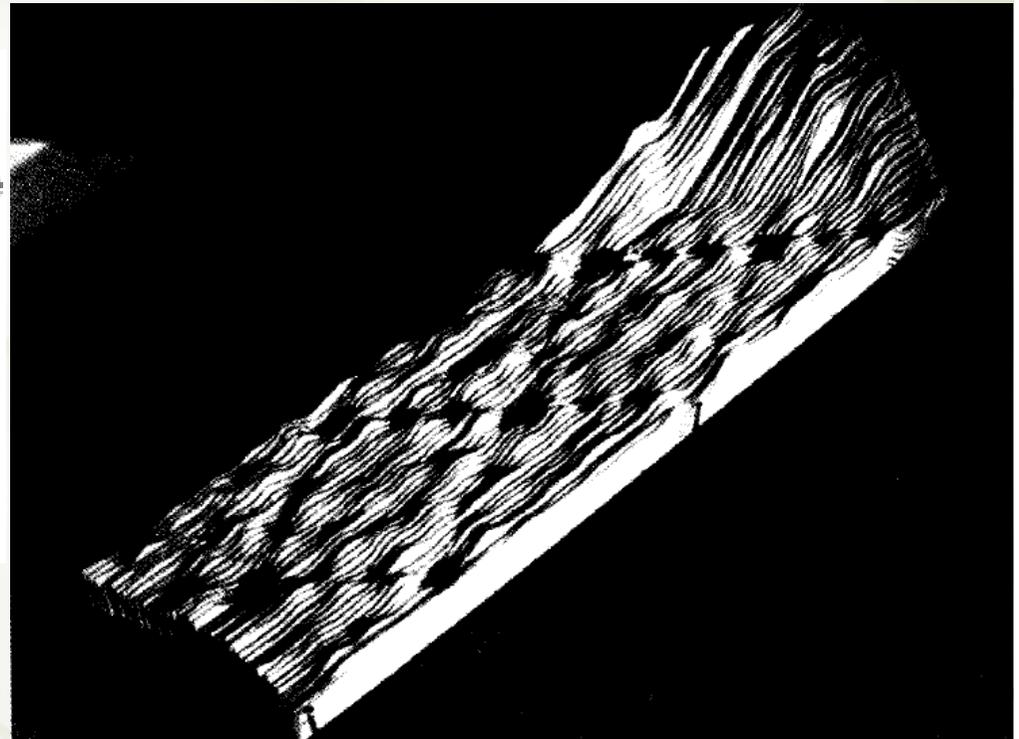


Schéma de principe
du microscope à effet tunnel

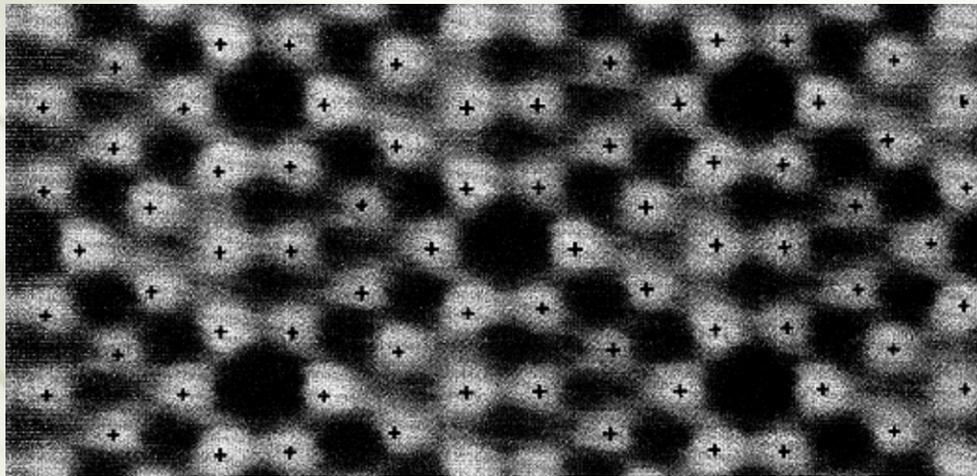
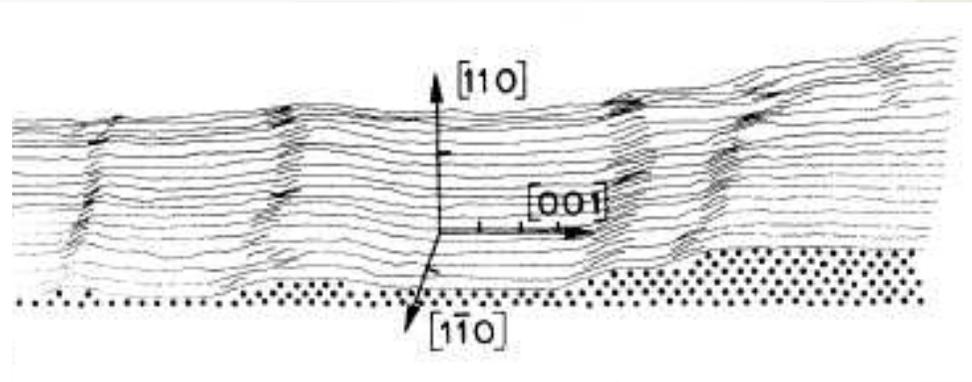


Surface de Si 111 (Binnig et Rohrer
Phys. Rev. Lett janvier 1983)

Premières images STM

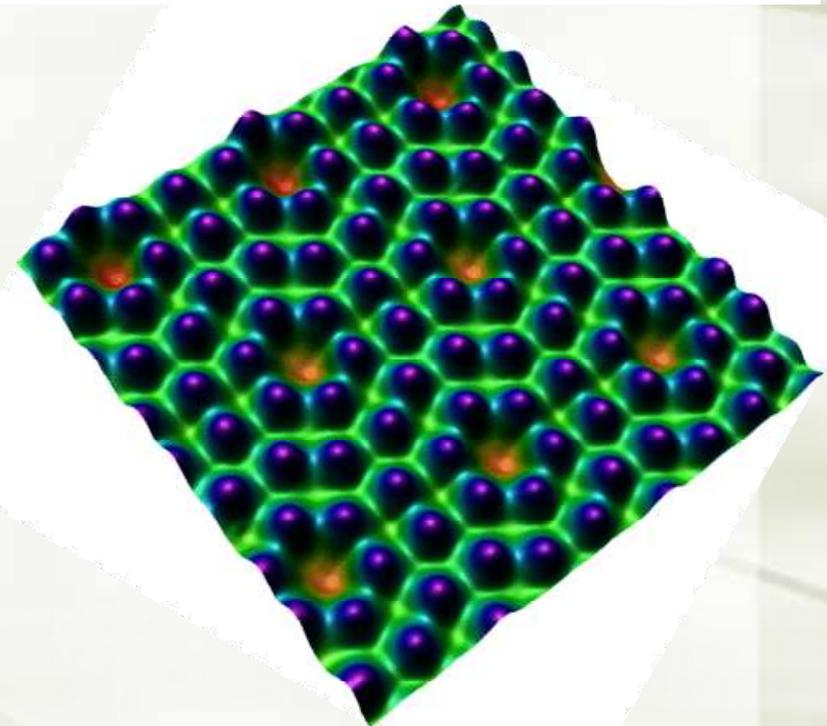
Couches monoatomiques sur surface d'or 110 (résolution atomique verticale)

(Binnig et Rohrer Phys. Rev. Lett juillet 1982)



Surface de Si 111 (résolution atomique latérale)

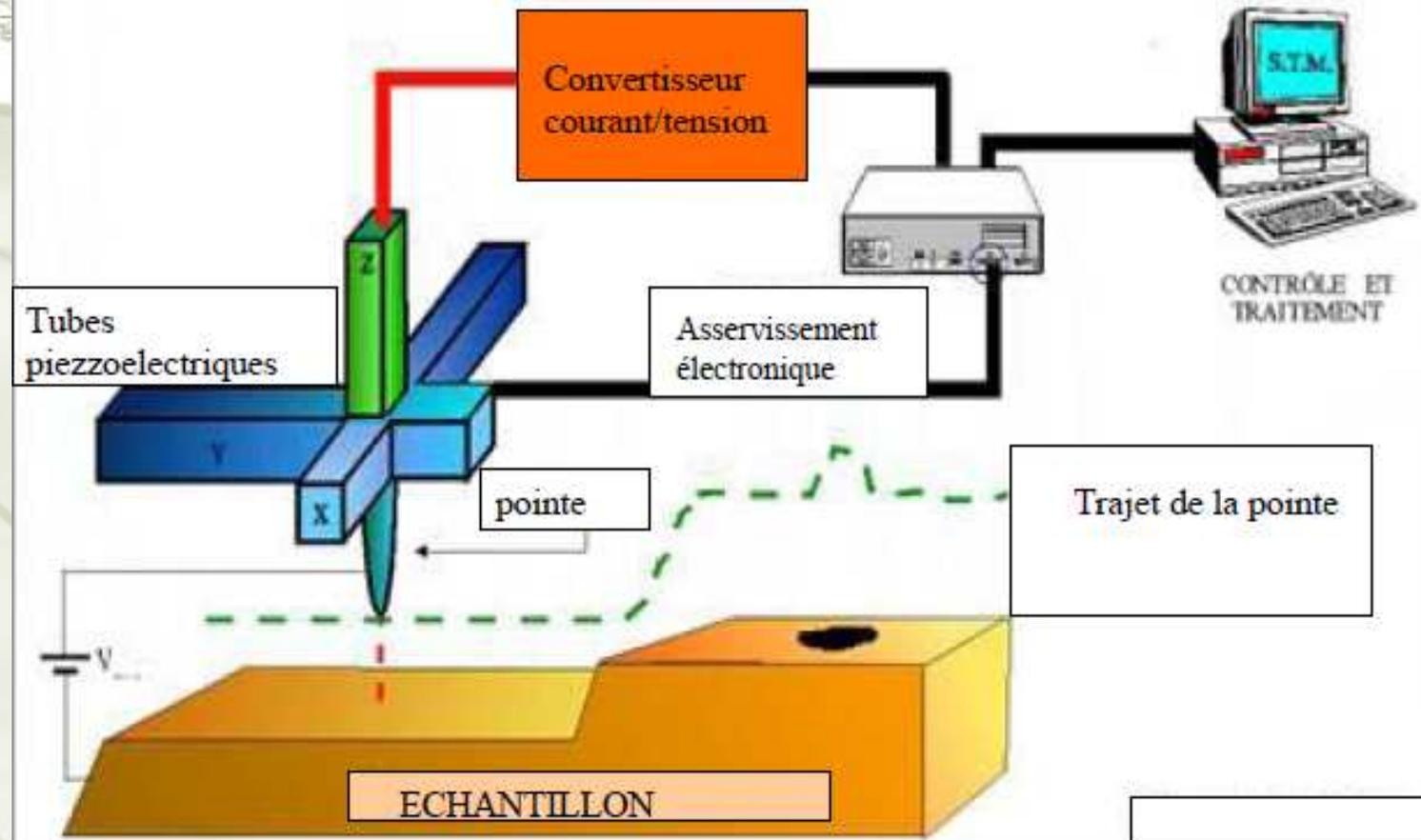
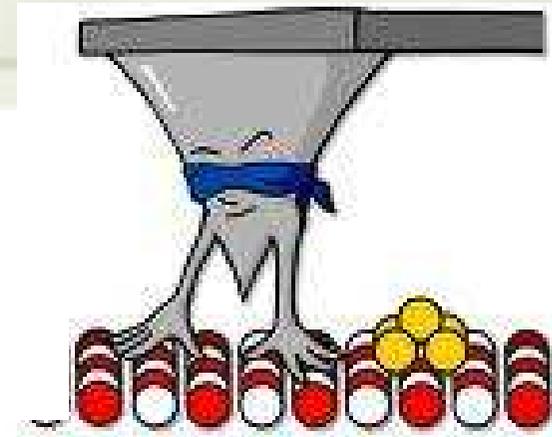
(Binnig et Rohrer Phys. Rev. Lett janvier 1983)



Surface de Si 111 : simulation

Principe général

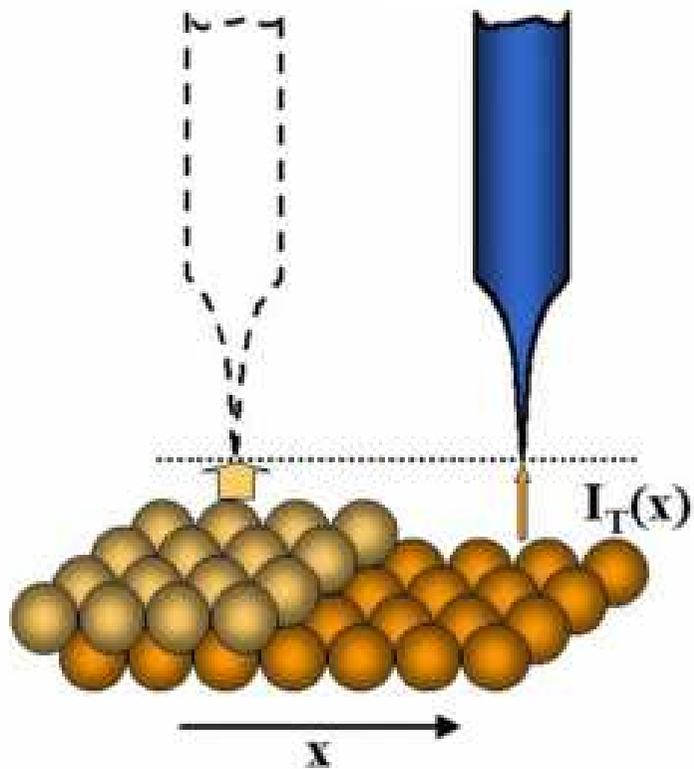
- Pointe sensible à une grandeur G (intensité électrique, température, force, etc)
- Balayage (scan) de la surface de l'échantillon
- Image : $G(x,y)$ à $h=cte$ ou $h(x,y)$ à $G=cte$



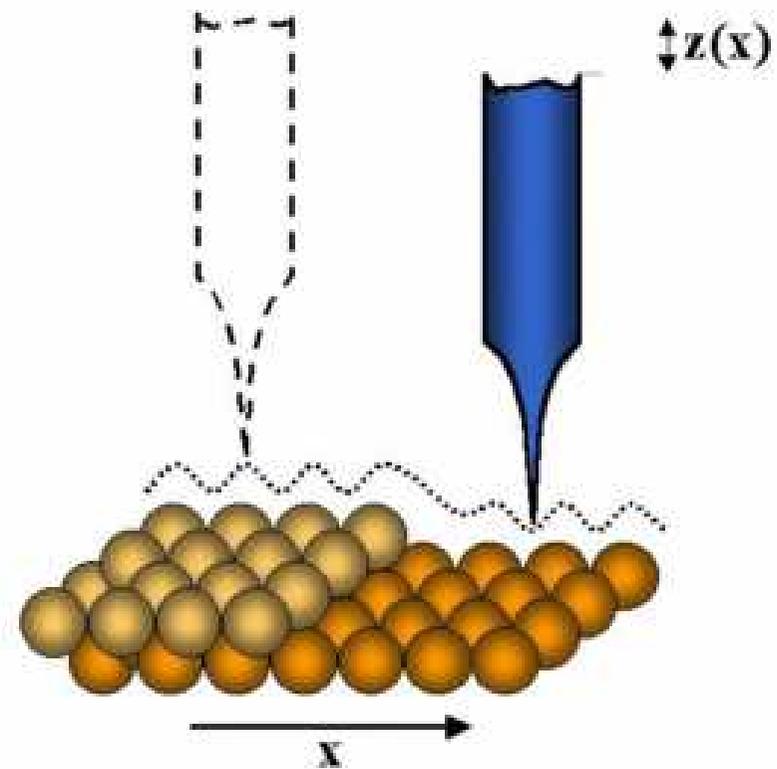
Les deux principaux modes de fonctionnement :

Mode à hauteur constante

Mode à grandeur mesurée constante



(a)

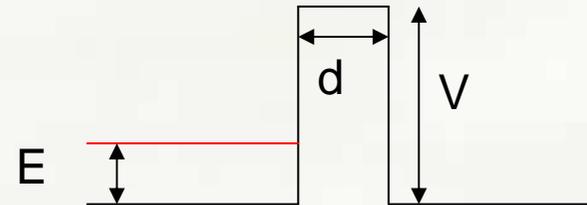
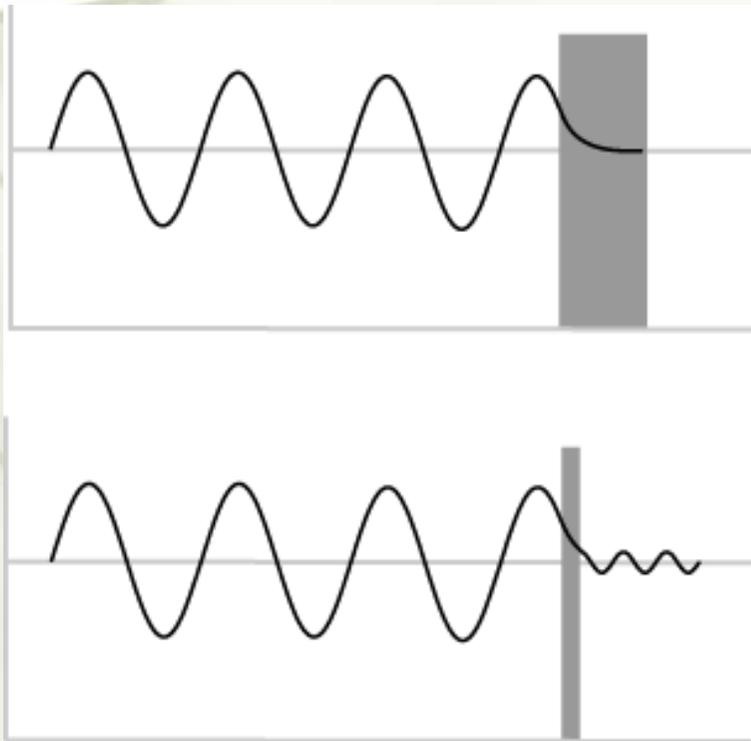


(b)

Courant tunnel

En mécanique classique une particule ne peut pas franchir une barrière de potentiel si l'énergie de la particule n'est pas supérieure à la barrière

En mécanique quantique, à une particule est associée une onde. Dans la barrière l'amplitude de l'onde diminue exponentiellement (onde évanescente). La particule a une probabilité non nulle de traverser la barrière si celle-ci n'est pas trop large. C'est l'effet tunnel.



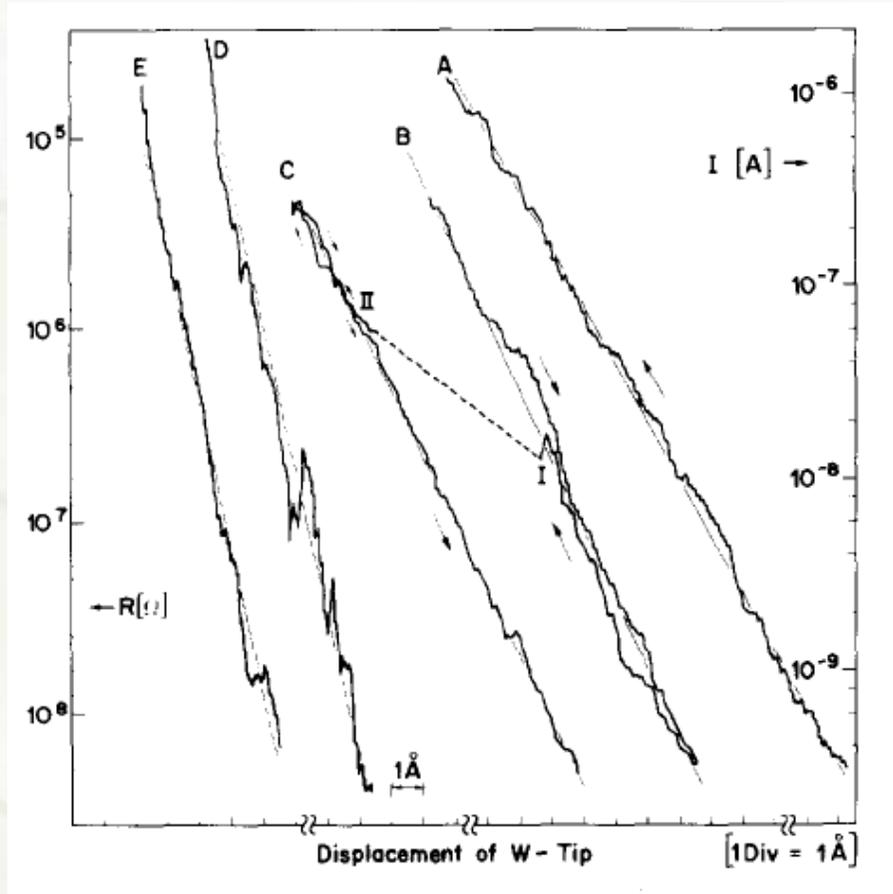
Coefficient de transmission :

$$T(E) \approx \frac{16E(V - E)}{V} \exp(-2\kappa d)$$

$T(E)$ décroît de $1/e^2 = 1/7,4$ quand d varie de

$$\frac{1}{\kappa} \approx \frac{\hbar}{\sqrt{2m(V - E)}} \approx 1 \text{ \AA}$$

➔ Très forte sensibilité avec d

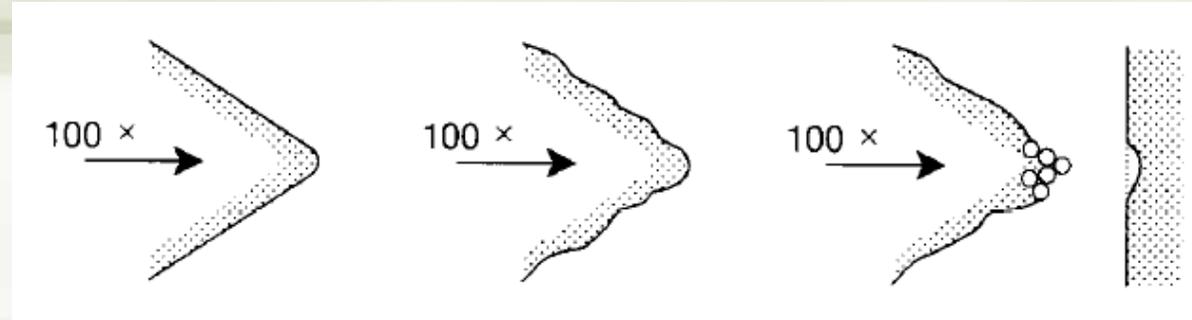


(Binnig et Rohrer Appl. Phys. Lett. janvier 1982)



Pratiquement tout le courant tunnel passe pratiquement par l'atome le plus bas

➔ Résolution latérale atomique



Tunnel Tip

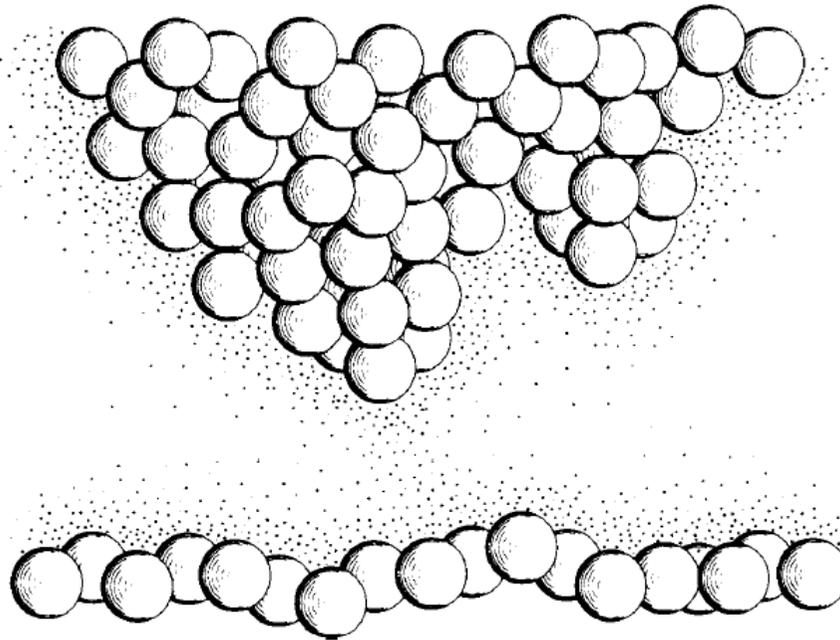


Fig. 2. The principle. The tunneling transmittivity decreases exponentially with the tunneling distance, in vacuum about a factor 10 for every Å. In an oxide tunnel junction, most of the current flows through narrow channels of small electrode separation. With one electrode shaped into a tip, the current flows practically only from the front atoms of the tip, in the best case from a specific orbital of the apex atom. This gives a tunnel-current filament width and thus a lateral resolution of atomic dimensions. The second tip shown is recessed by about two atoms and carries about a million times less current.

Les autres microscopes champ proche ou à sonde locale

Les principes utilisés dans le STM (sonde à proximité de l'échantillon et balayage de celui-ci par des éléments piezo-électriques) ont été étendus à des sondes sensibles à d'autres grandeurs physiques :

- *Forces : Atomic Force Microscope (AFM) G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Geber (1986)*

Microscopes dérivés :

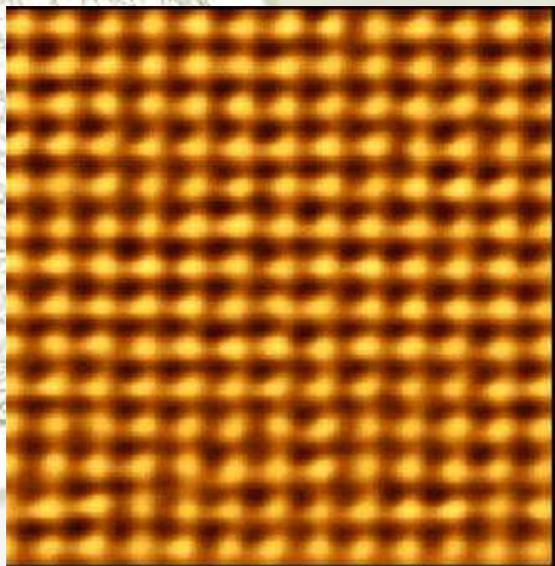
- *Microscope à force magnétique (MFM)*

- *Microscope à force électrique (EFM)*

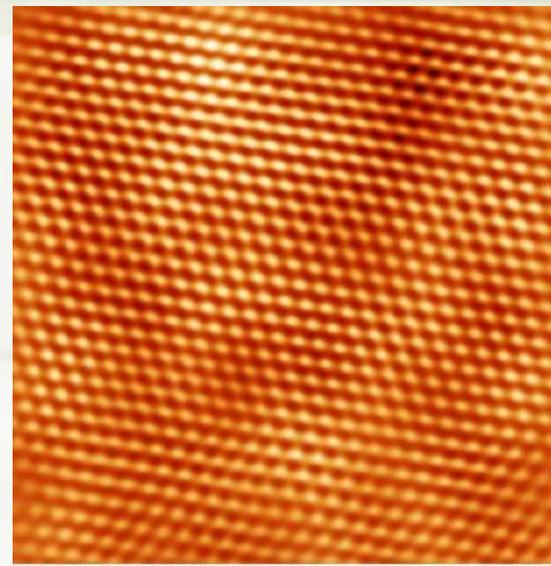
- *Température : Scanning Thermal Microscope (SThM)*

- *Signal lumineux : Scanning Near-Field Optical Microscope (SNOM)*

6. Exemples d'images STM

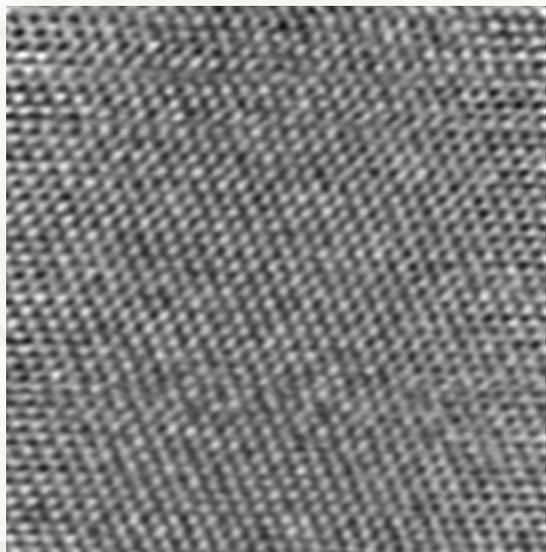


Surface de cuivre 100

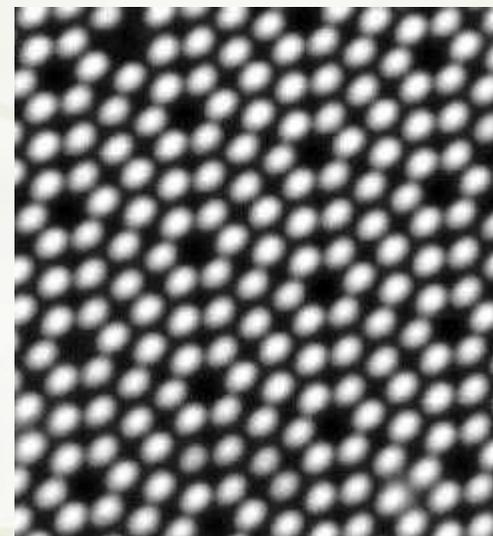


© CNRS-IRC - Deranlot

Résolution atomique observée sur un monocrystal d'or (111) sous 100 Torr de CO.



Highly Oriented Pyrolytic Graphite (HOPG)



Surface de Si 111

SFM Scanning Force Microscope

Atomic Force Microscope (AFM) G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Geber (1986)

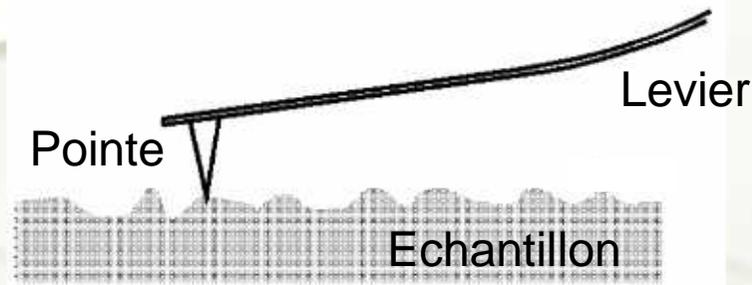


Image AFM

Une pointe très fine à l'extrémité d'un levier vient sonder la surface

Les forces qui s'exercent entre la pointe et la surface conduisent à une déflexion du levier

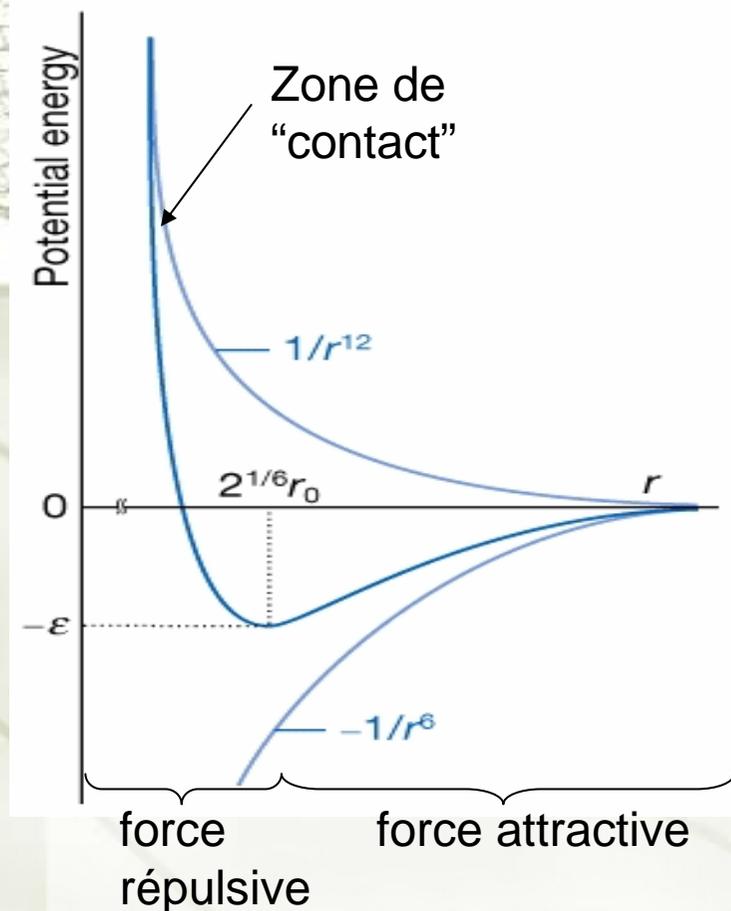
La déflexion du levier est mesurée et on en déduit la force

La surface de l'échantillon est balayée en déplaçant soit la pointe, l'échantillon restant fixe, soit en déplaçant l'échantillon, la pointe restant fixe

Microscopes dérivés :

- Microscope à force magnétique (MFM)*
- Microscope à force électrique (EFM)*

Interaction pointe-surface

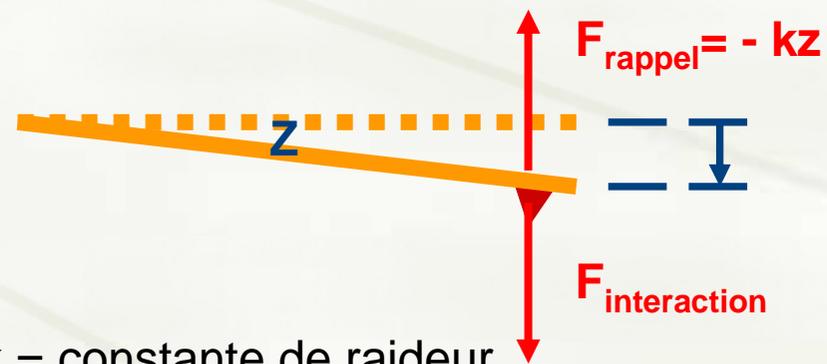


L'interaction pointe-surface peut être décrite par un potentiel de Lennard-Jones

La force d'interaction est obtenue par

$$F_{\text{interaction}} = \frac{dV}{dr}$$

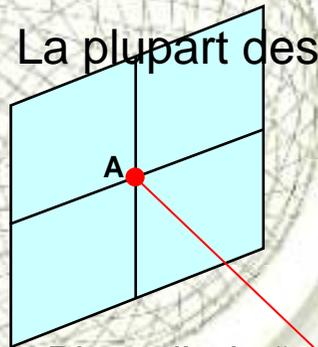
Sous l'effet de cette force le levier se déforme jusqu'à ce que la force de rappel du levier s'oppose à la force d'interaction



k = constante de raideur
(typiquement qq N/m)

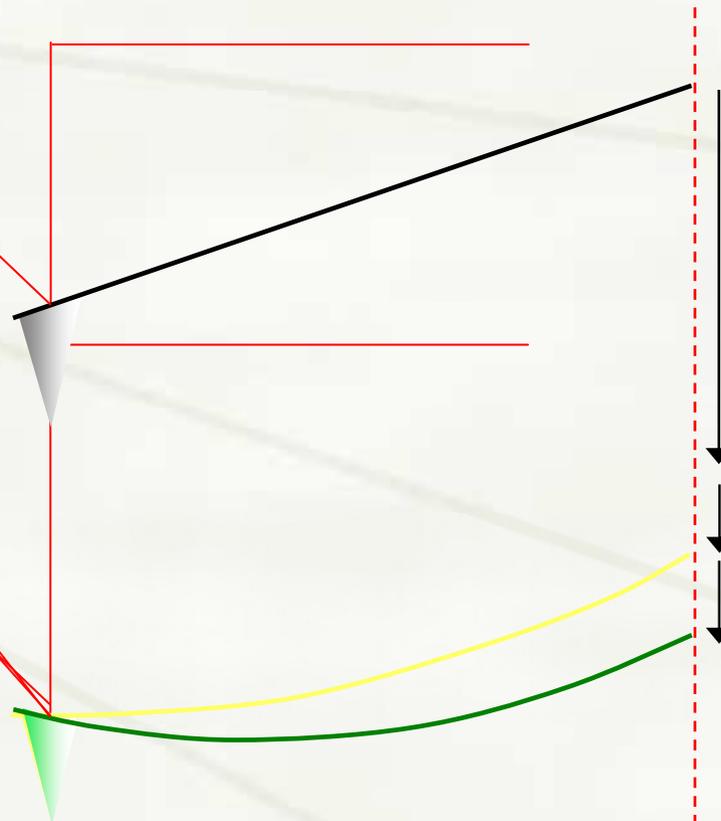
Détection de la déflexion du levier

La plupart des AFM utilisent une détection optique de la déflexion du levier



Photodiode "4 quadrants"

C
B
A



La sensibilité de la photodiode associé à l'effet amplificateur du faisceau conduit à une sensibilité de $\sim 0,1$ nm sur la déflexion du levier

$$F = k z \quad (k \sim 0,01 - 1 \text{ N.m}^{-1})$$

➡ sensibilité en force
 $\sim 10^{-12} - 10^{-10}$ N

Echantillon

2 principaux mode de fonctionnement

Mode contact (statique)

La sonde est en contact avec la surface (force fortement répulsive)

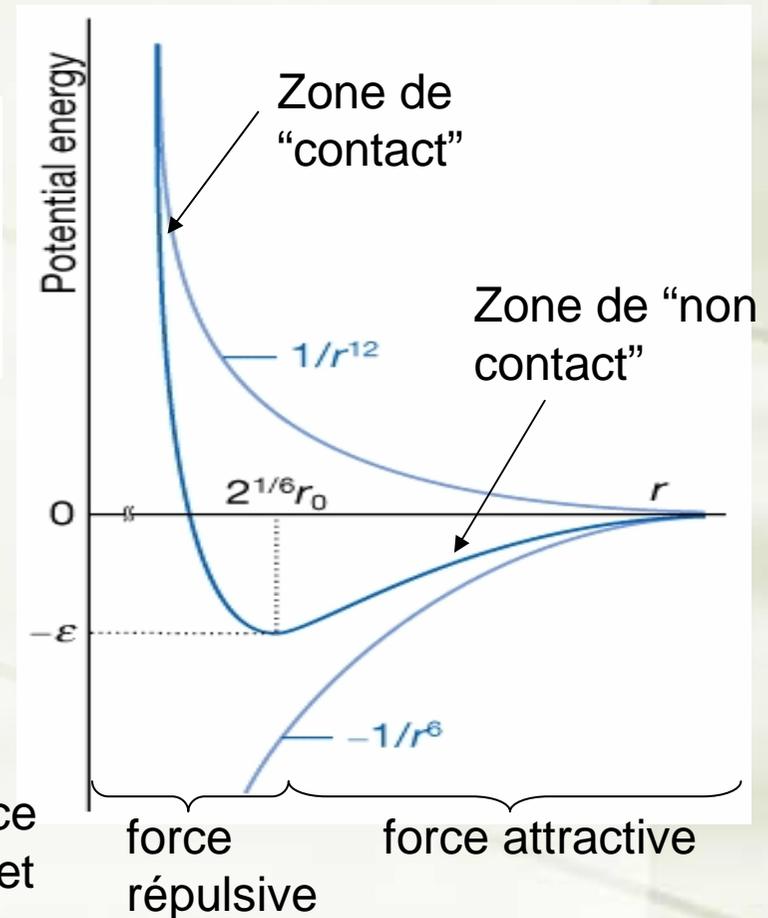
Le scanner déplace verticalement la pointe pour rester à force fixée (flexion fixée du levier)

Mode non contact (dynamique)

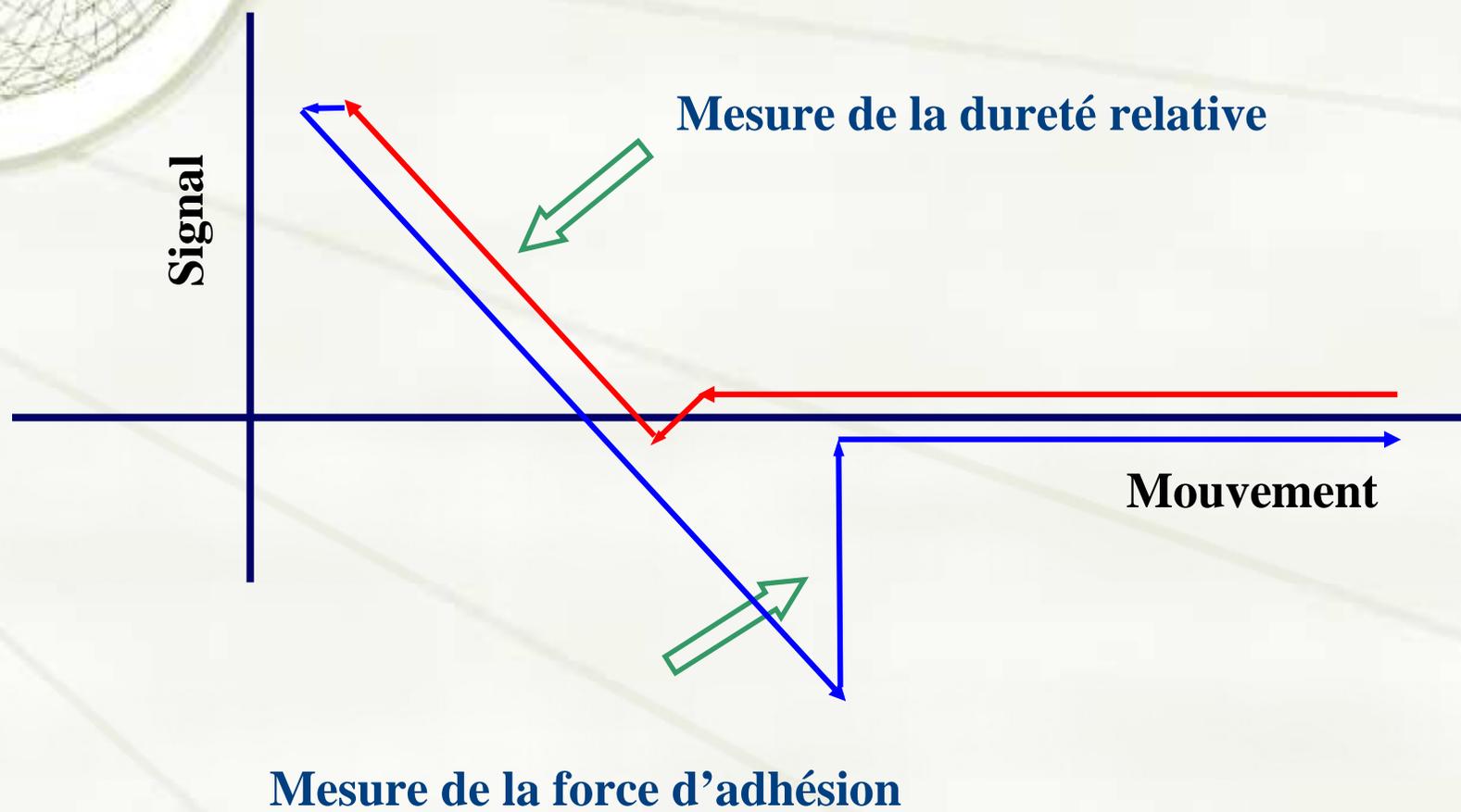
La sonde n'est pas en contact avec la surface (force légèrement attractive)

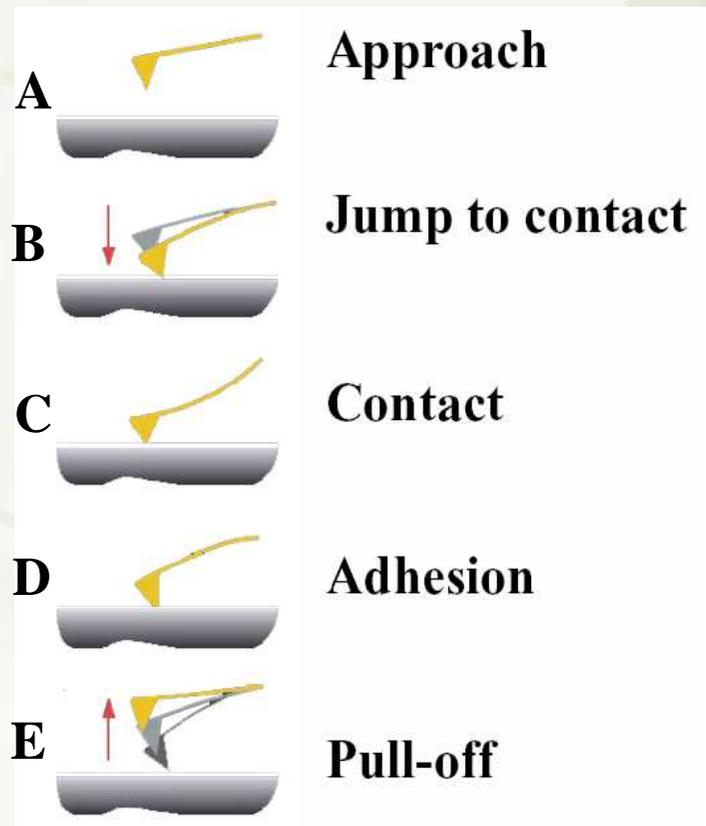
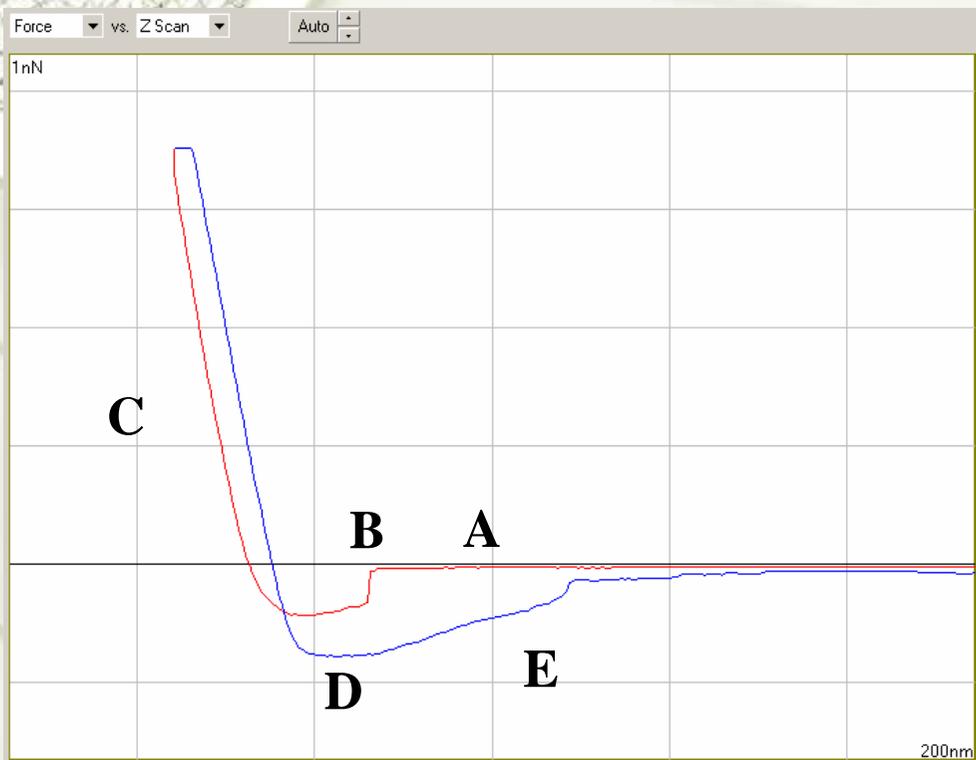
On impose une vibration du levier à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. Sous l'effet de la force l'amplitude de vibration change

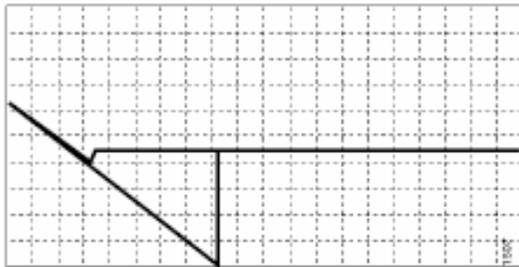
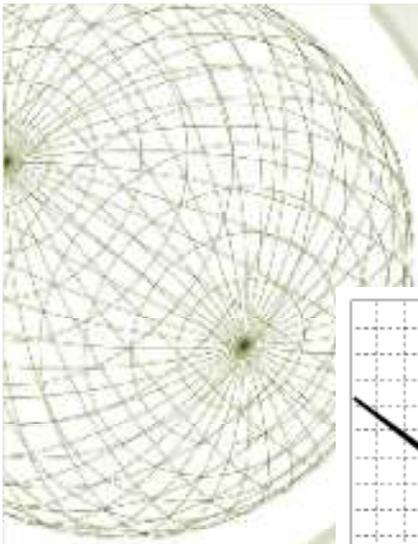
Le scanner déplace verticalement la pointe pour rester à amplitude de vibration constante



Courbes force - distance







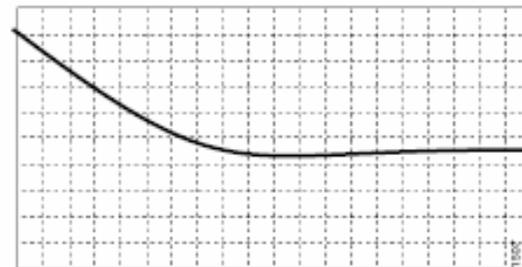
Large adhesion



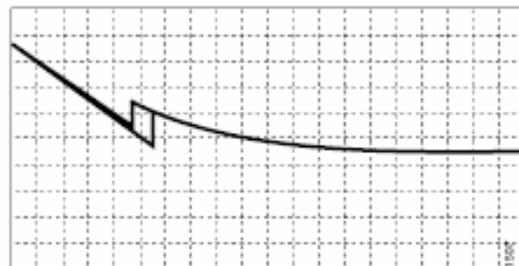
Small adhesion



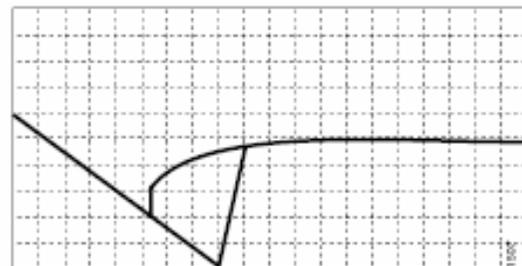
Hard sample



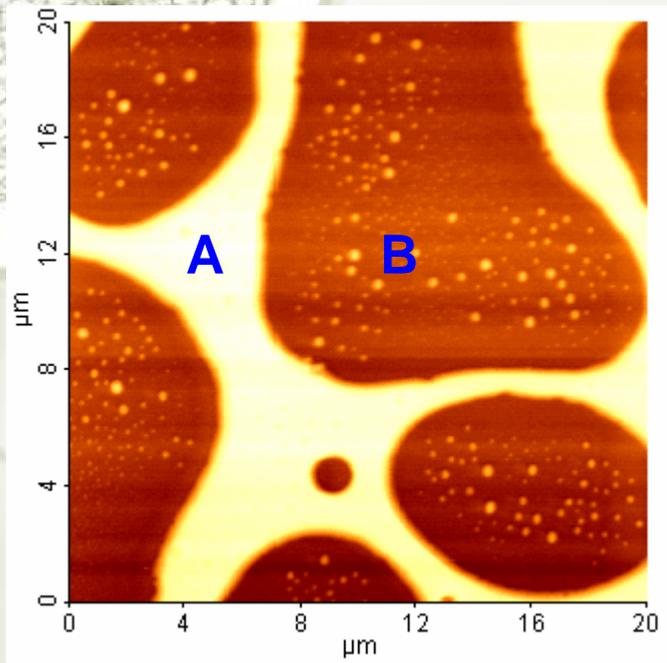
Soft sample



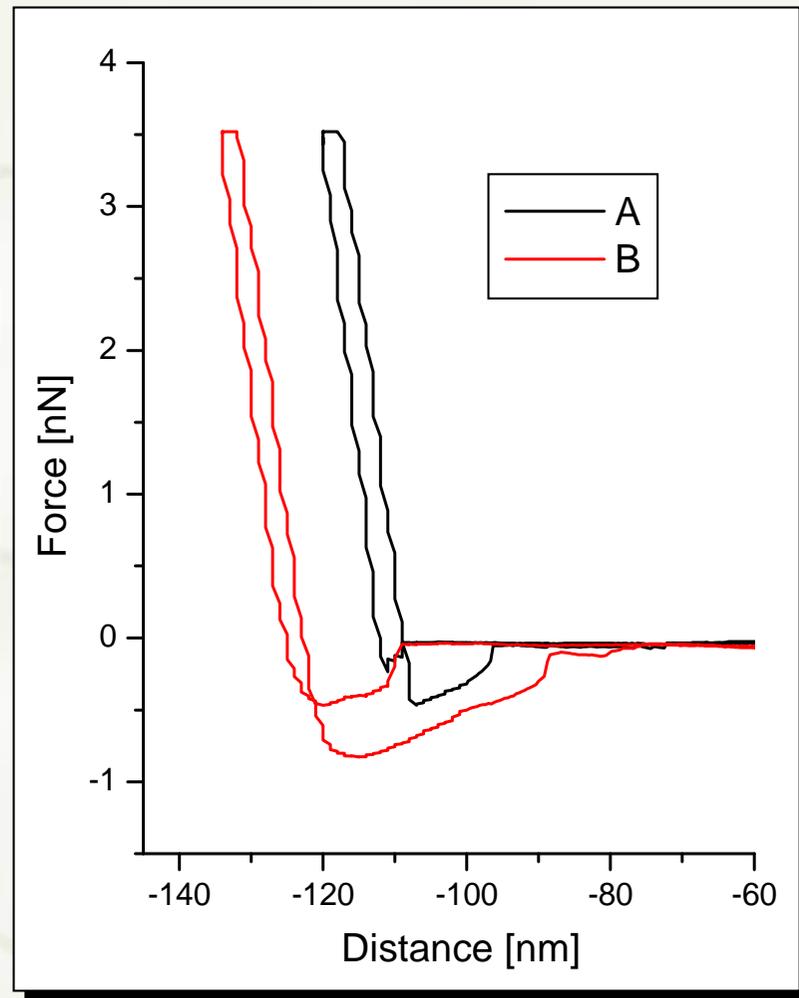
Long-range repulsion



Long-range attraction

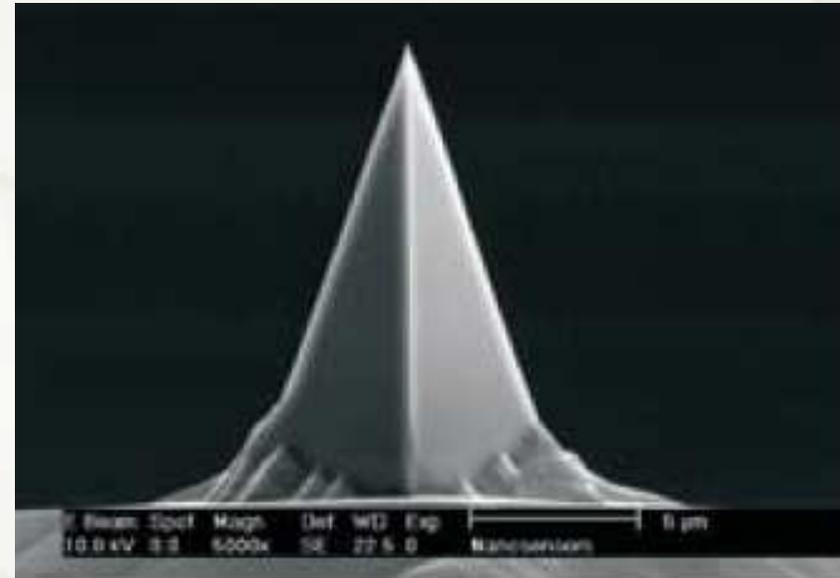
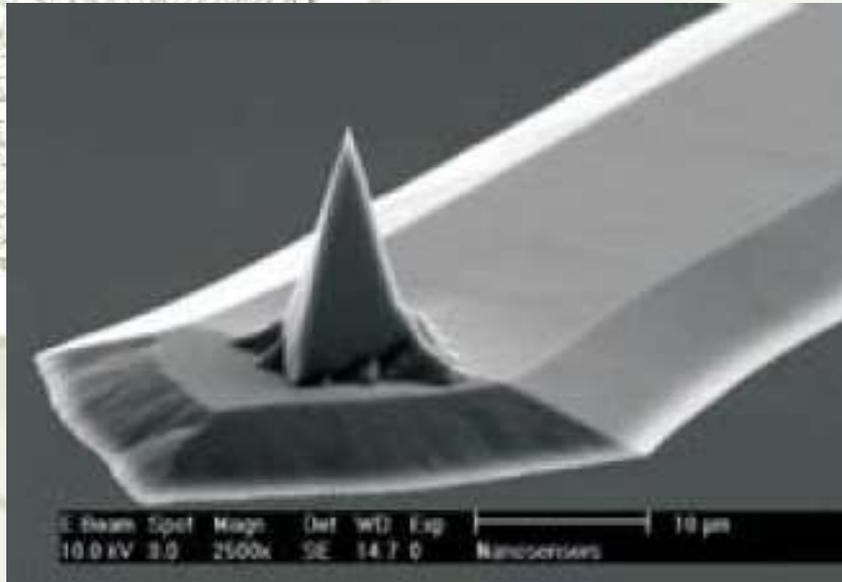


A (Silicium)
B (Polymère)



Pointes

Pointes "classiques"



Valeurs typiques :

- hauteur 10-15 μm
- rayon de courbure de l'extrémité $\sim 10\text{ nm}$

Pointes "supersharp"

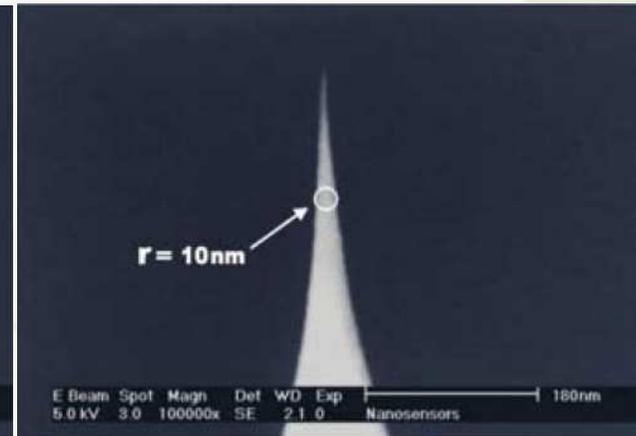
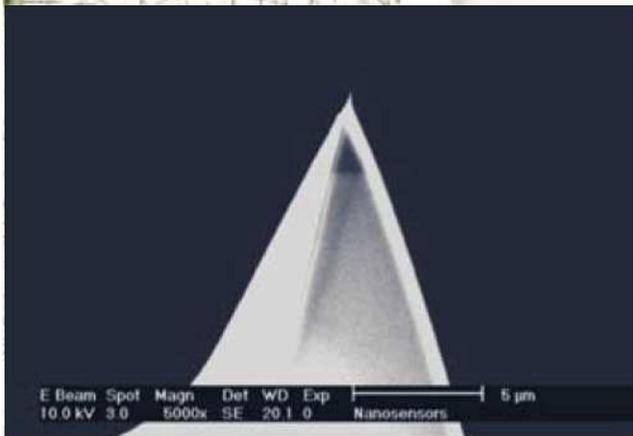
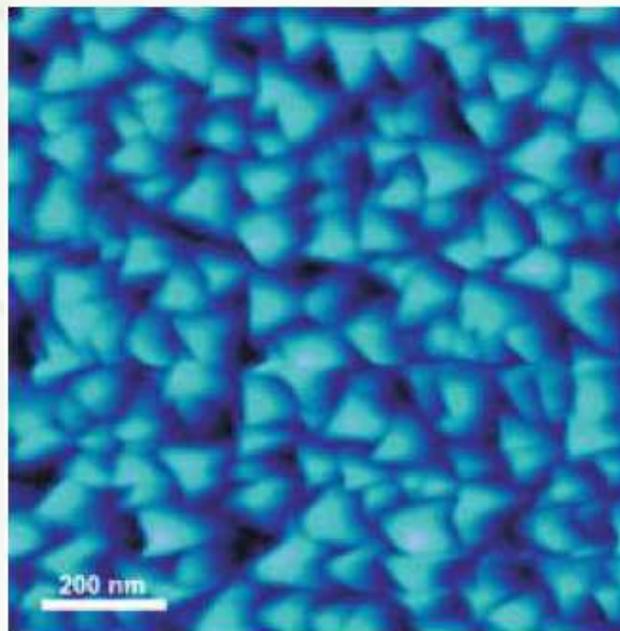
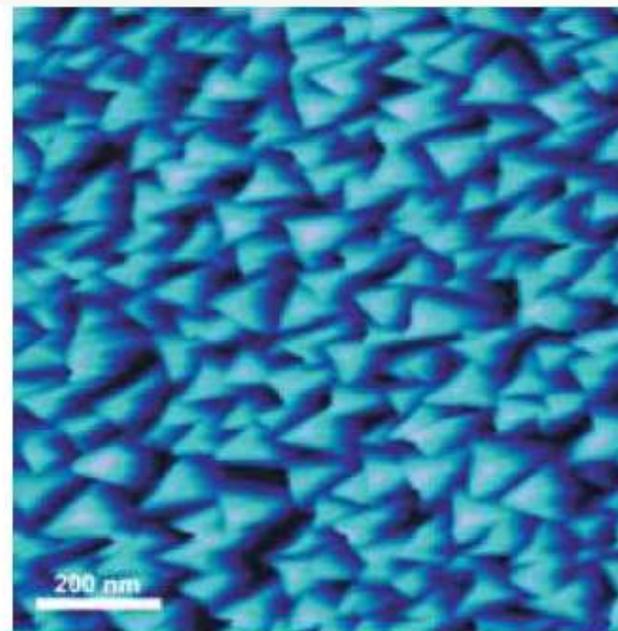


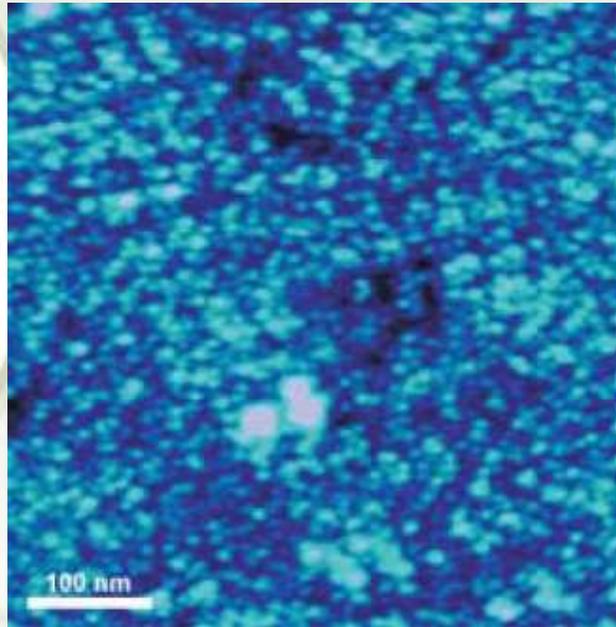
Image de nanocristalites



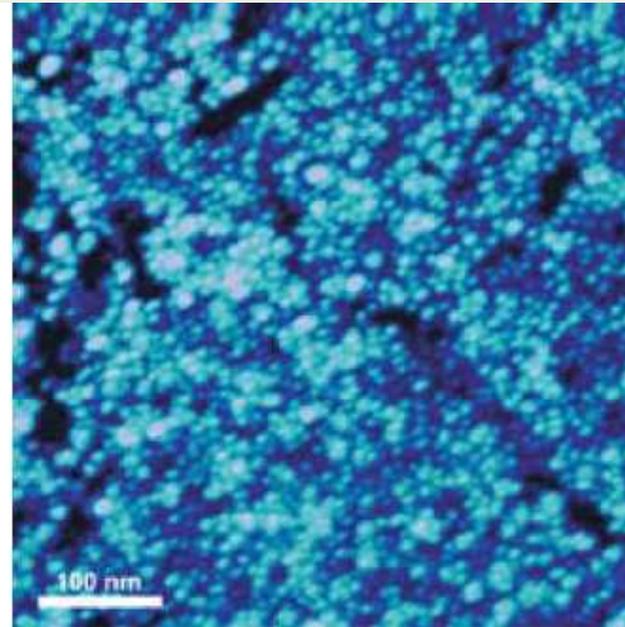
pointe "classique"



pointe "supersharp"

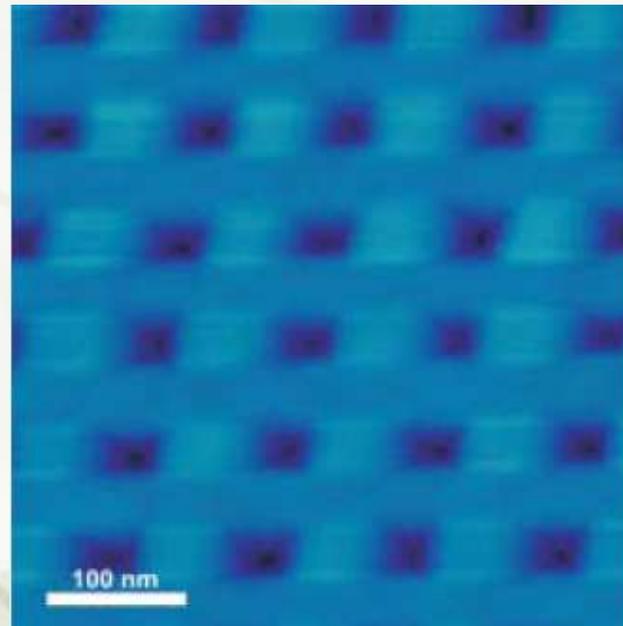


pointe "classique"

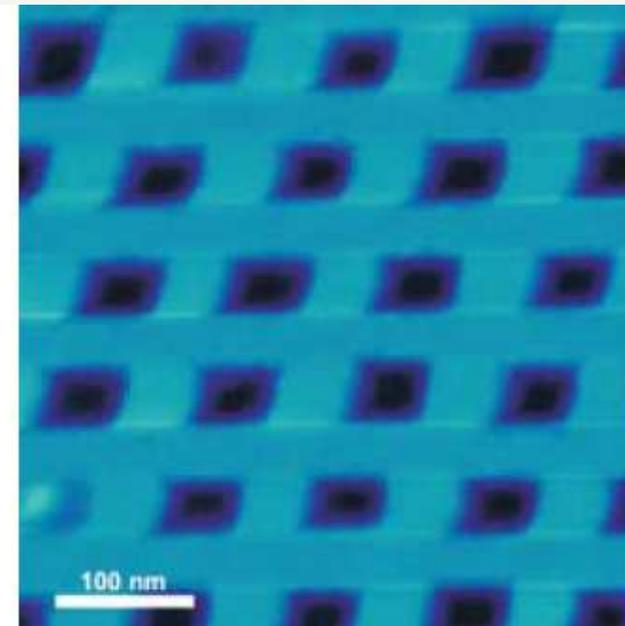


pointe "supersharpe"

Image d'un réseau de calibration

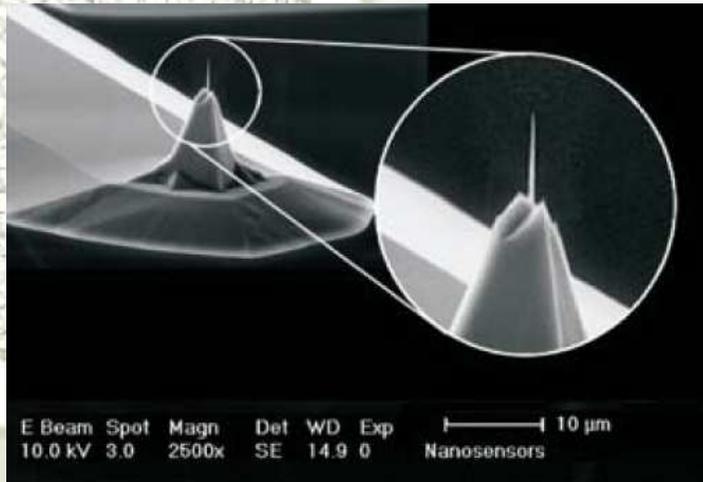


pointe "classique"

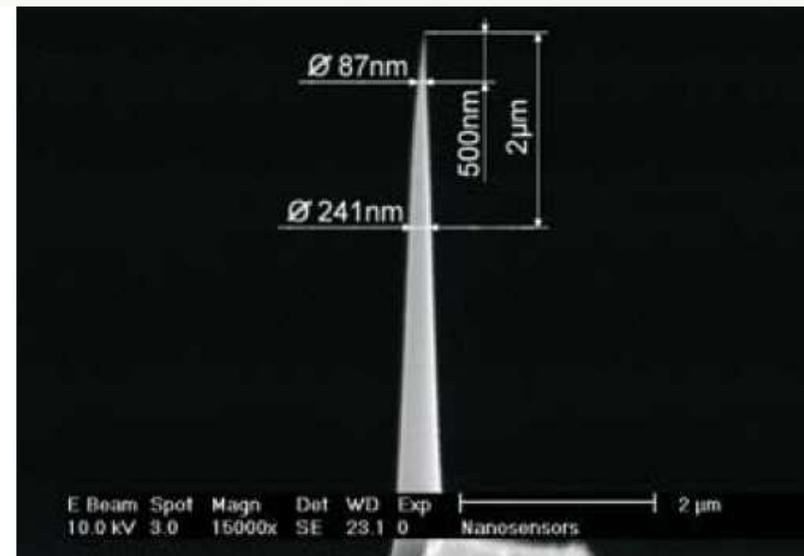


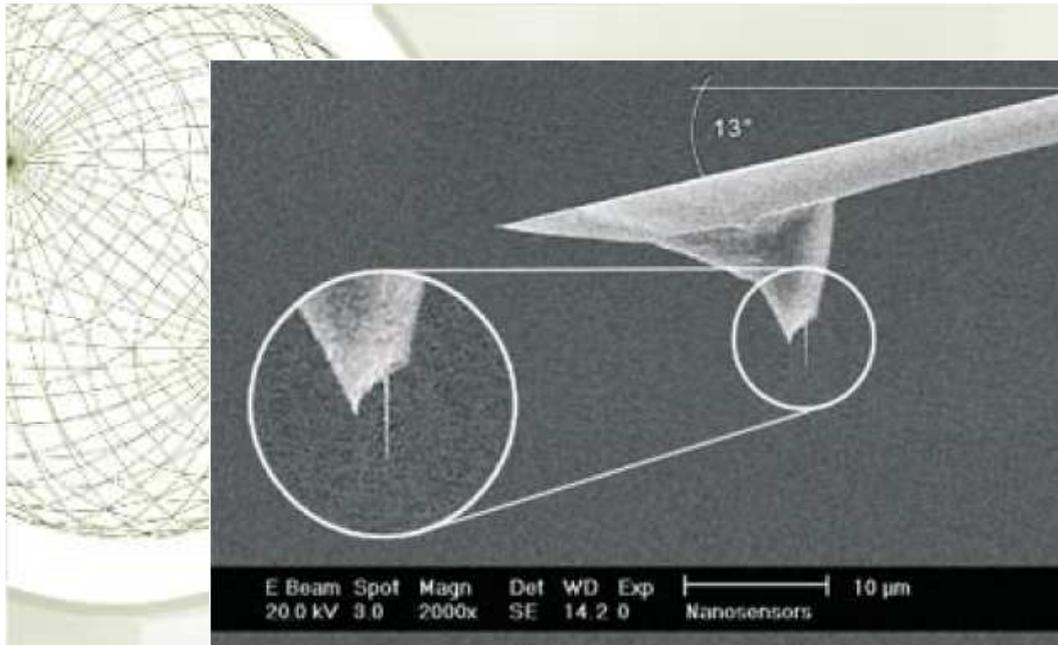
pointe "supersharpe"

Pointes à rapport d'aspect élevé

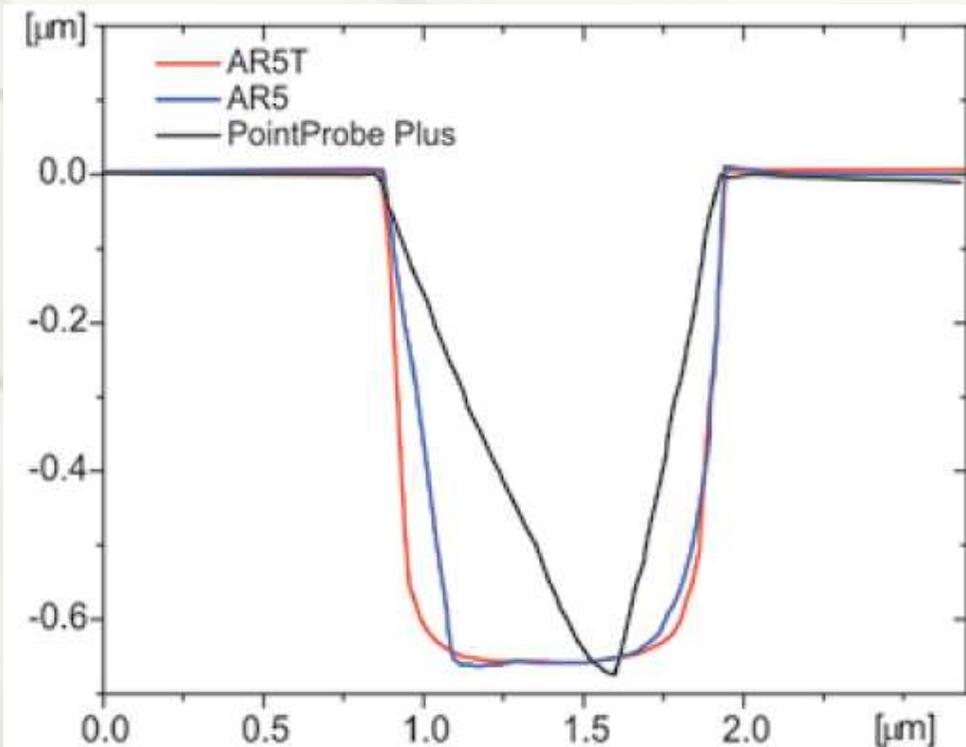


Ces pointes sont particulièrement utiles pour les structures à fort rapport d'aspect (hauteur/largeur) et pour des fronts verticaux





Pointe “tiltée” pour compenser l’inclinaison du levier

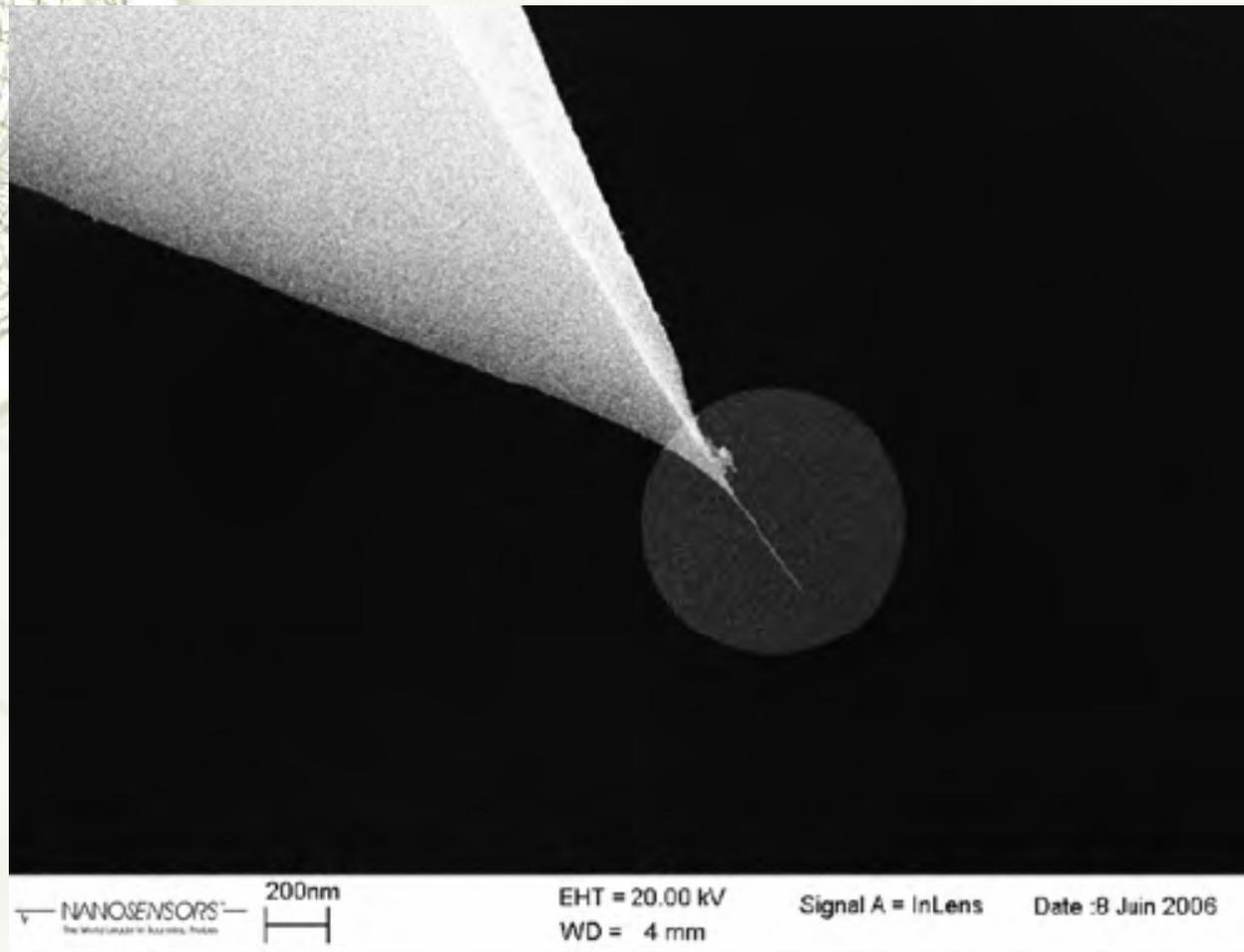


Pointe classique : front non verticaux + dissymétrie due à l’inclinaison à 13° du levier

Pointe à fort rapport d’aspect : fronts plus verticaux mais dissymétrie

Pointe à fort rapport d’aspect tiltée : fronts quasi verticaux sans dissymétrie

Pointes à nanotube de carbone



- Très grande résolution
- Souplesse de la pointe d'où forces appliquées à l'échantillon très faibles

Pointes "coated"

Les pointes peuvent être recouvertes :

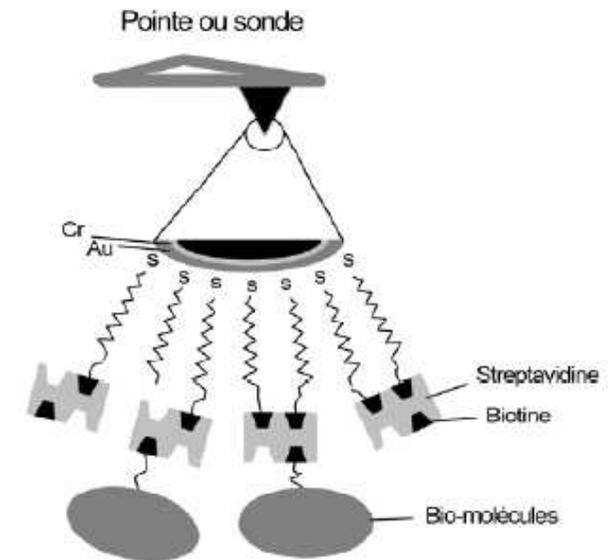
- d'or pour permettre une fonctionnalisation de la pointe (mesure de forces chimiques, reconnaissance antigène – anticorps)

- de platine-iridium, métal ne s'oxydant pas, pour permettre un meilleur contact électrique avec l'échantillon (mesures de conductivité électrique)

- de diamant pour les contacts durs entre pointe et échantillon : mesure de friction, indentation

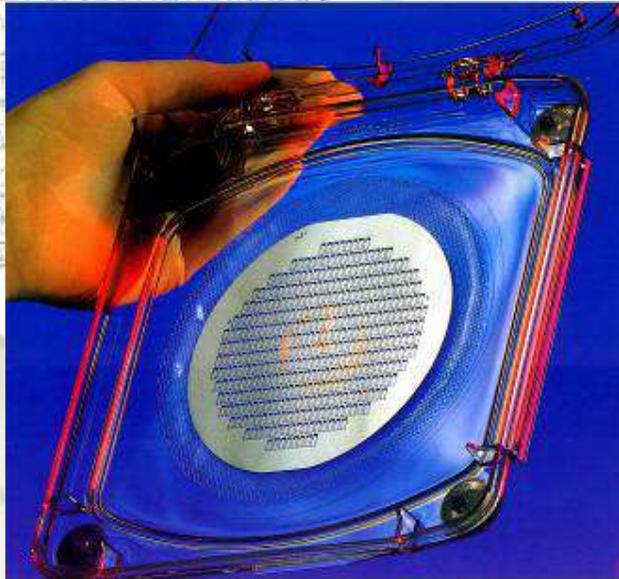
- d'un milieu magnétique pour les mesures de forces magnétiques

Bio-molécules



Fabrication des pointes

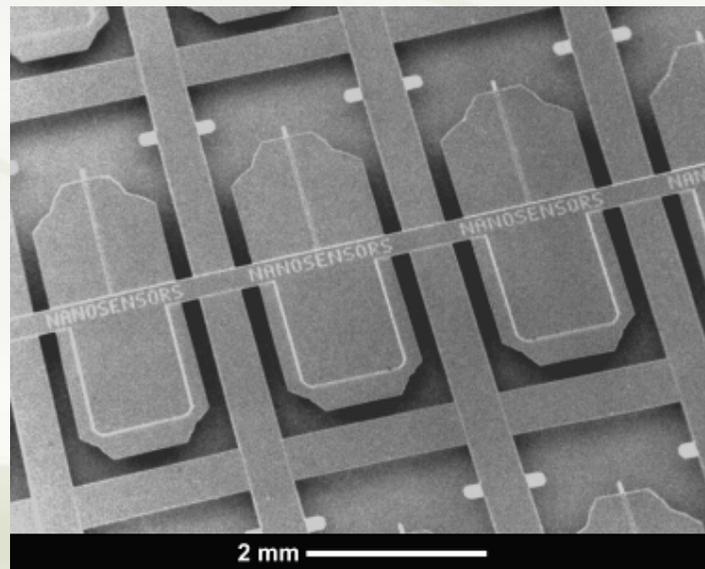
Les sondes sont réalisées à partir de wafers de silicium en utilisant les techniques issues de la microelectronique



4-inch wafer
with 388 probes

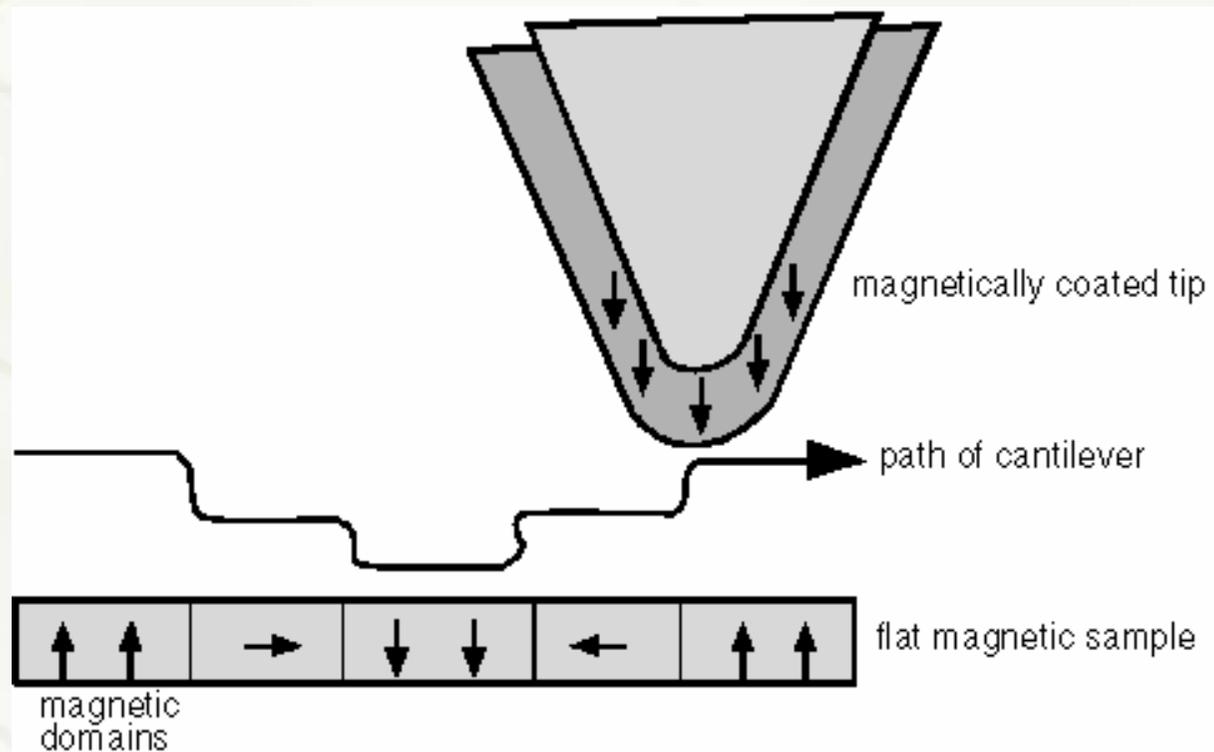


6-inch wafer with more
than 1000 probes



Microscopie à force magnétique

La pointe est recouverte d'un matériau magnétique et on mesure la force magnétostatique entre la pointe et l'échantillon



Exemples de microscopie à force magnétique

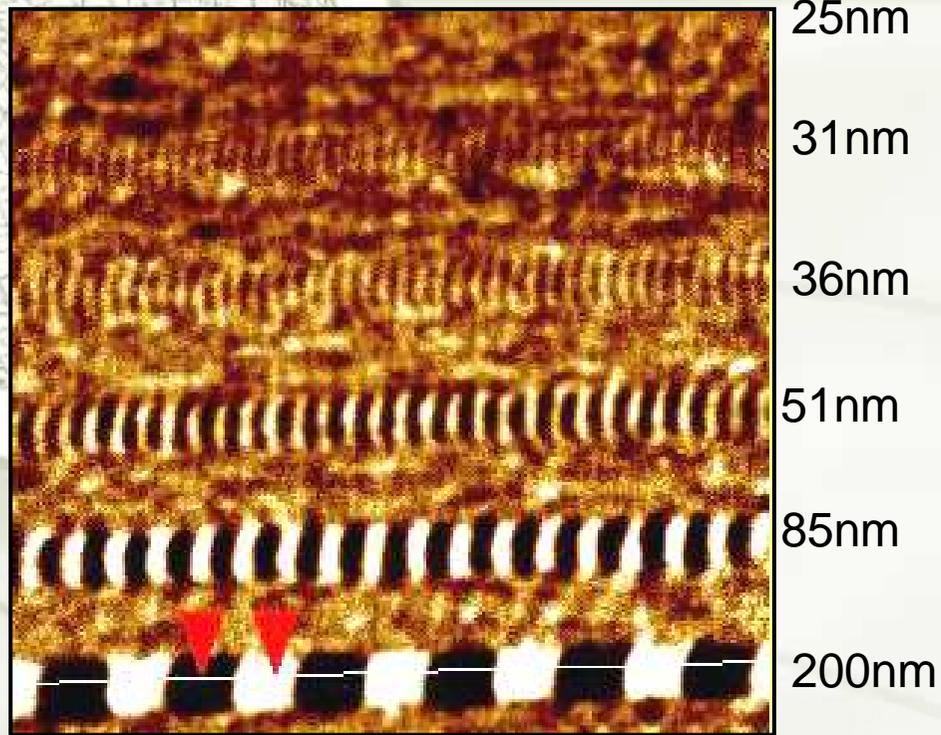
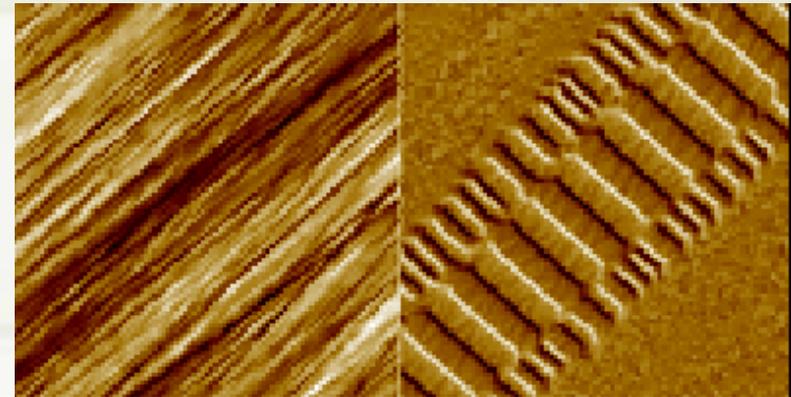


Image MFM de pistes de test sur disque dur Maxtor

Des sondes MFM commerciales permettent d'obtenir des résolutions de l'ordre de 30 nm



Topographie (gauche) et image MFM (droite) d'une piste de disque dur (scan de 25 μ m)

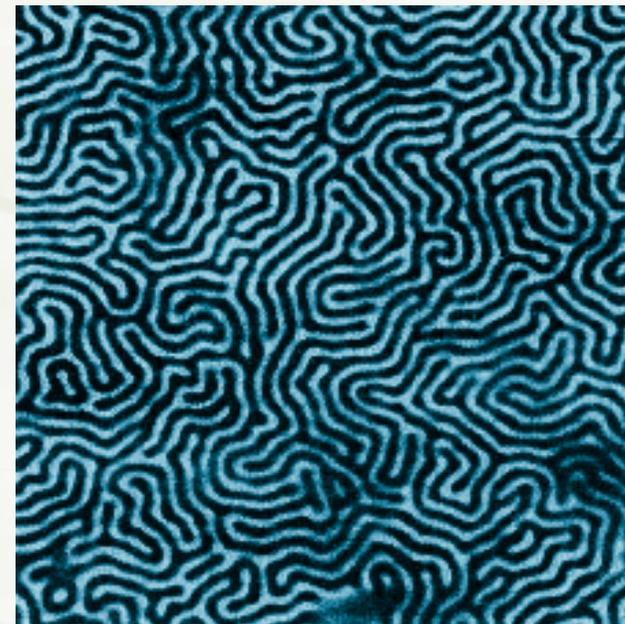
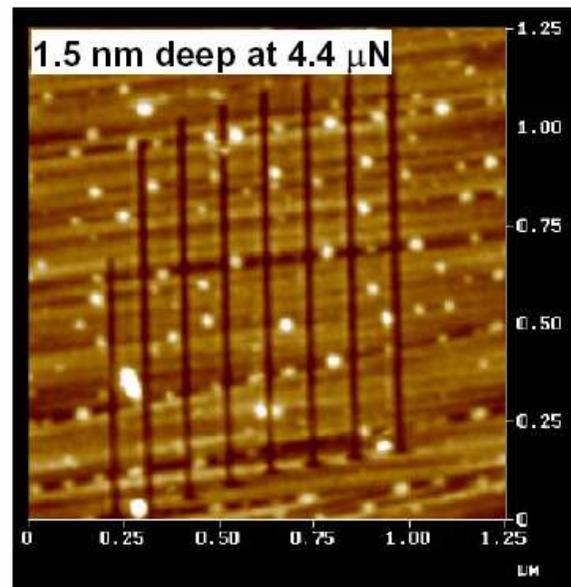
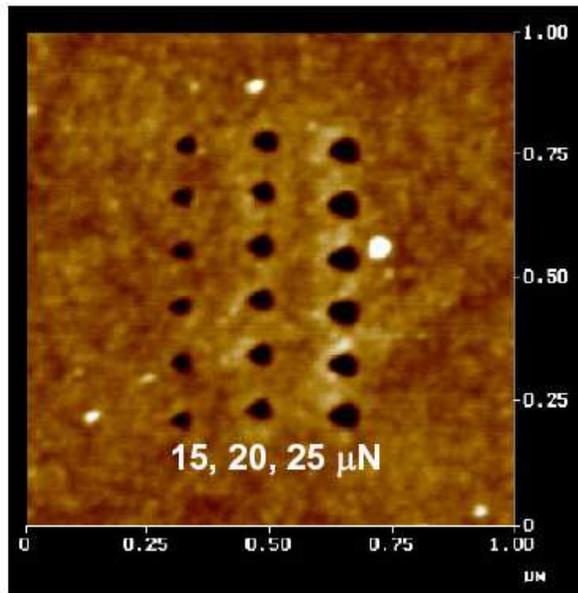
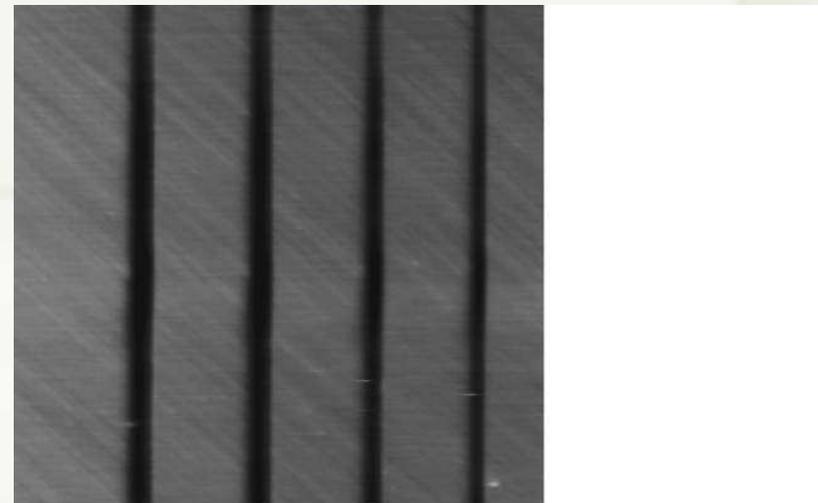
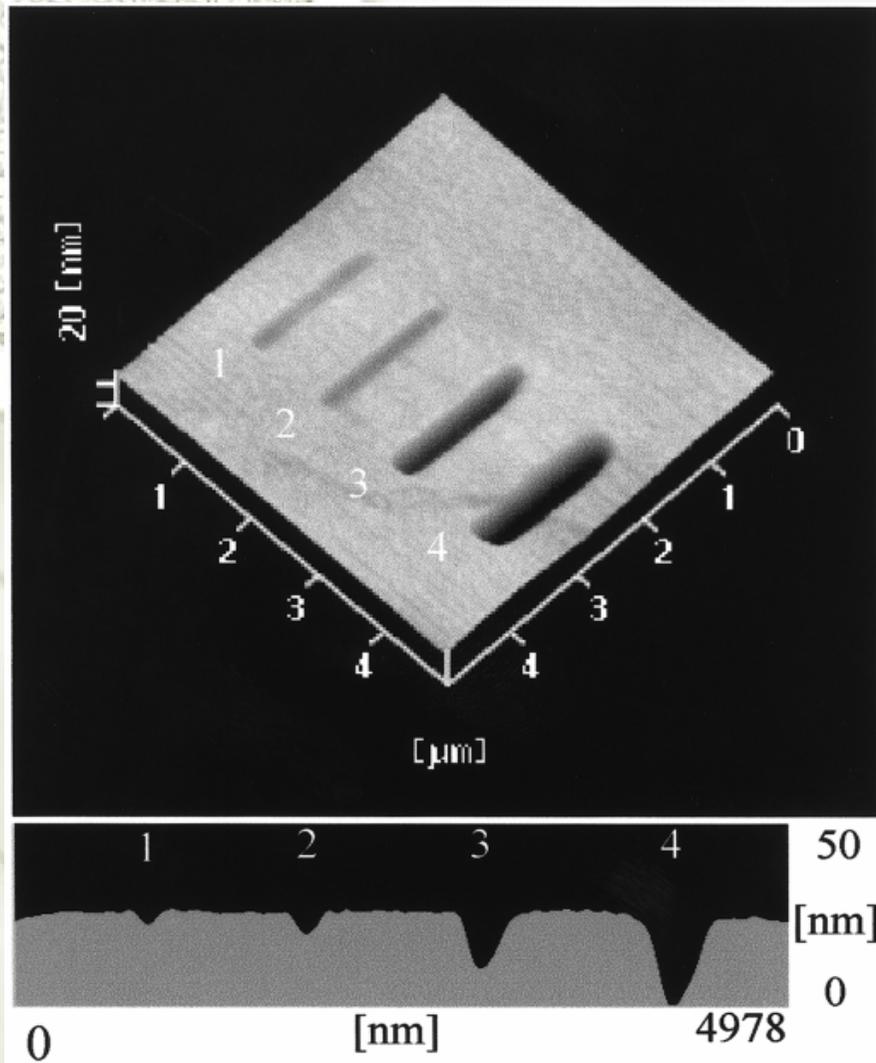


Image de domaines magnétiques

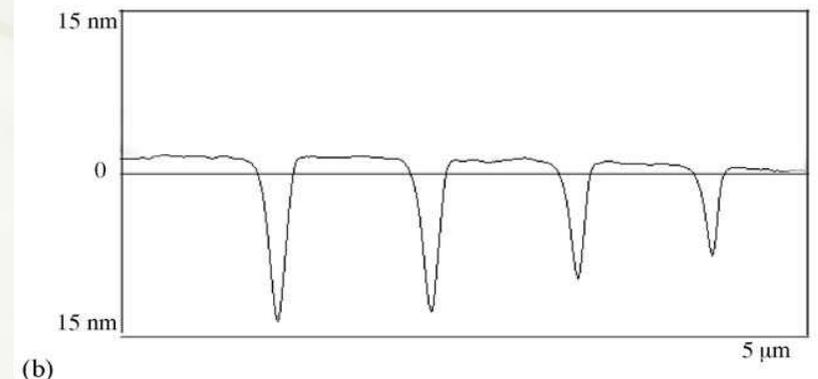
Nanolithographie

Nanoindentation et scratching





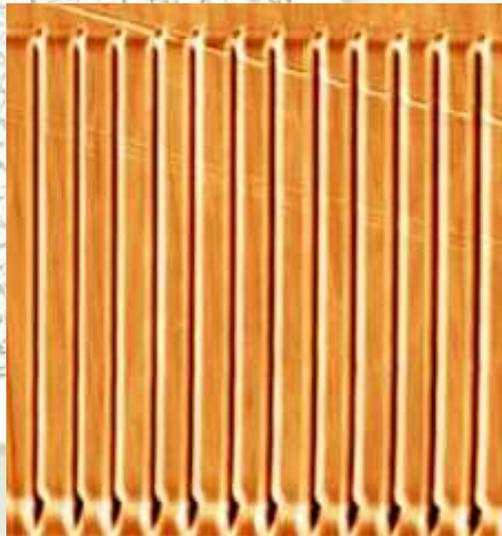
(a)



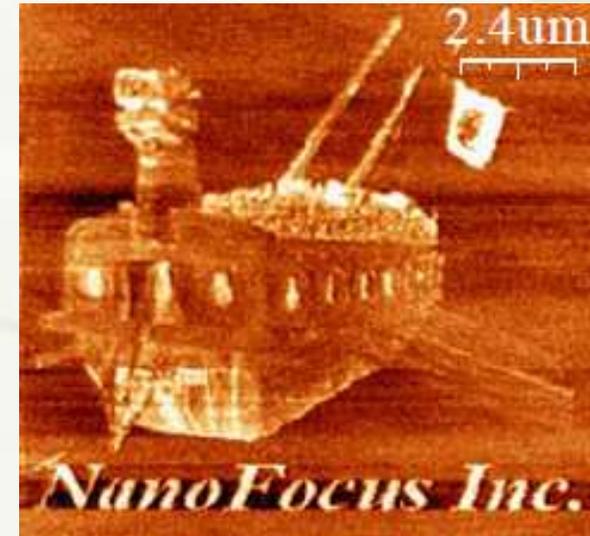
(b)

scratch

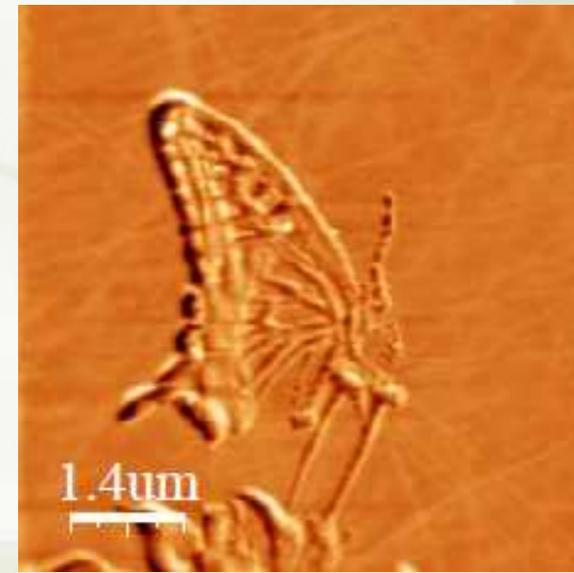
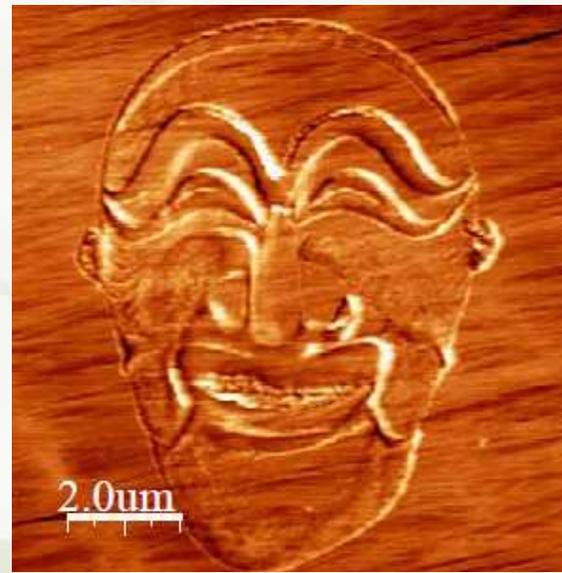
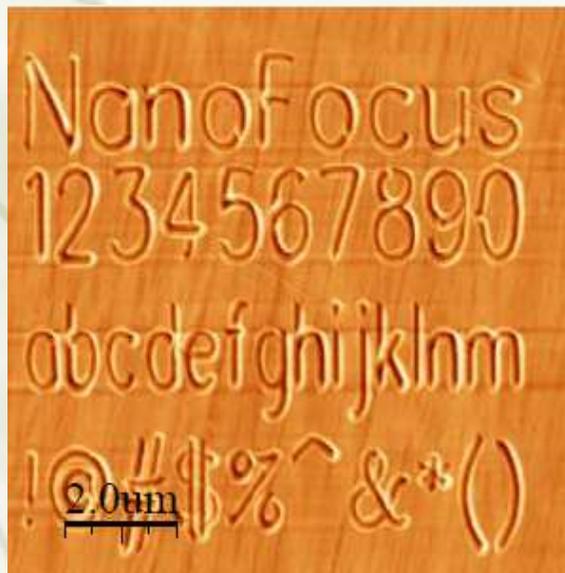
Exemples de nanolithographie



Scratching sur polycarbonate

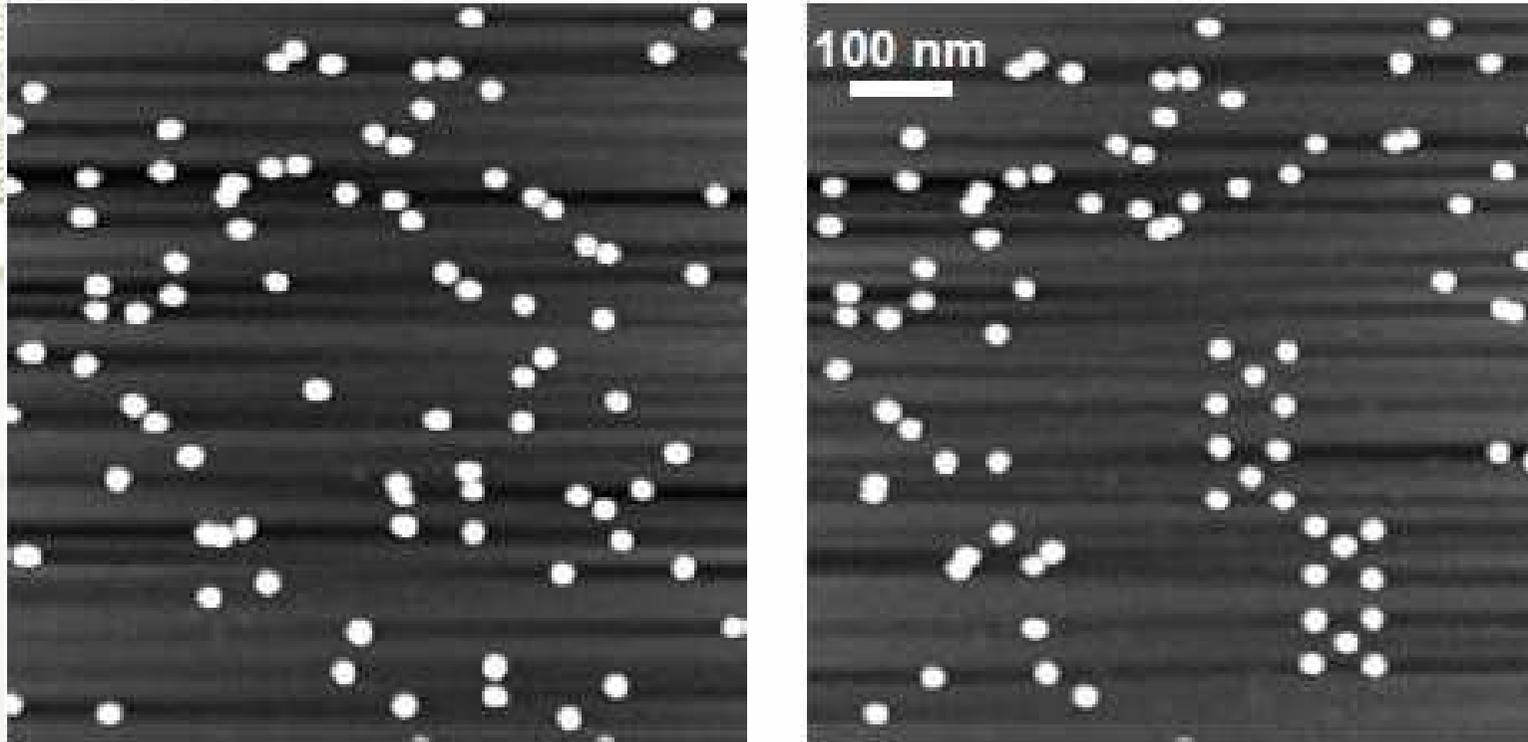


Oxydation sur Titane



Nanoindentation sur polycarbonate

Nanomanipulation



Manipulation de particules d'or de 15 nm

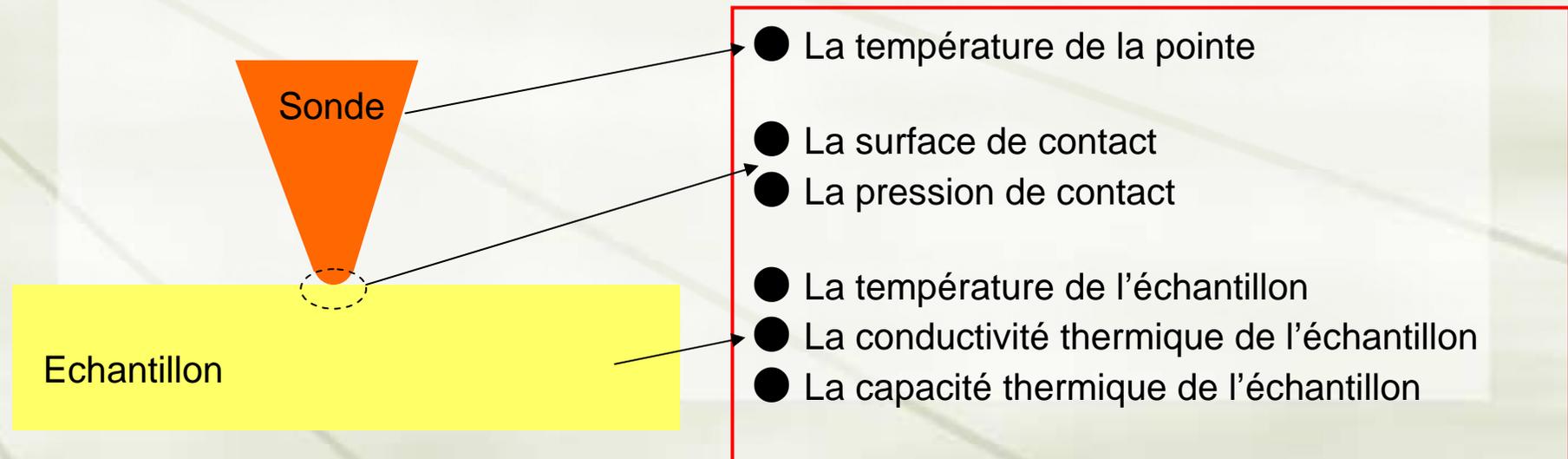
Microscopie thermique

SThM : principe

On utilise une pointe sensible à la température

- Lorsque la sonde est en contact avec l'échantillon, il y a transfert de chaleur entre la pointe et l'échantillon
- La pointe scanne la surface et les variations de flux de chaleur entre la pointe et l'échantillon se traduisent par des modifications de la température de la sonde

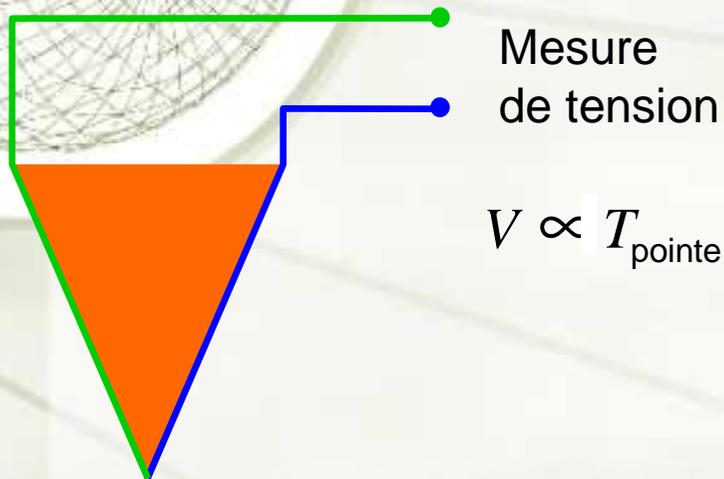
Le flux de chaleur dépend de



2 types de sondes

Thermocouple

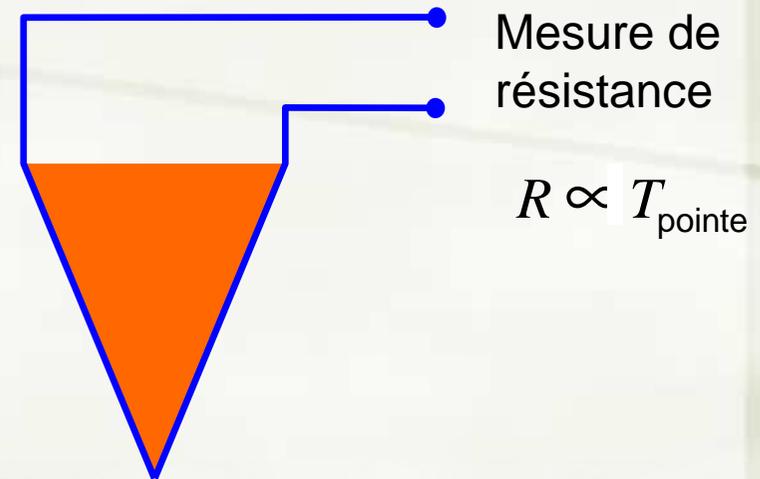
La température de la sonde est mesurée par un thermocouple à l'extrémité de la sonde



tension = mesure directe de la température

Thermistance

La température de la sonde est mesurée par un fin film d'un matériau thermorésistif

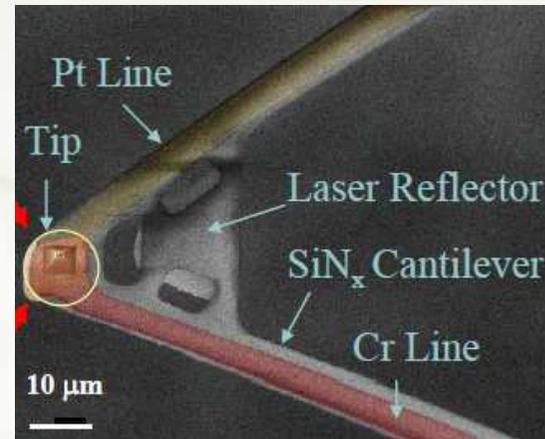
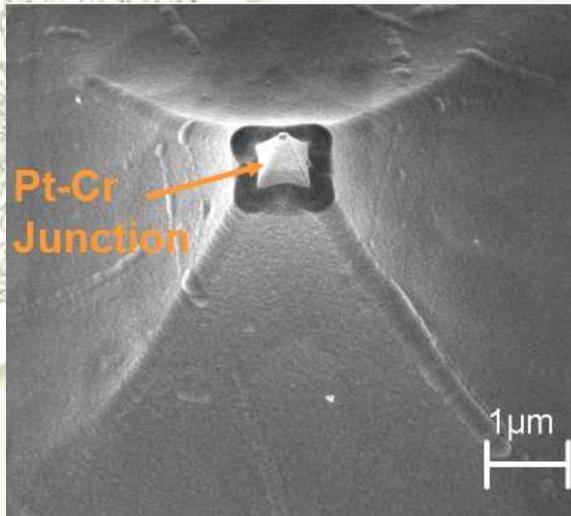


Résistance : mesure de la température et échauffement possible de la sonde

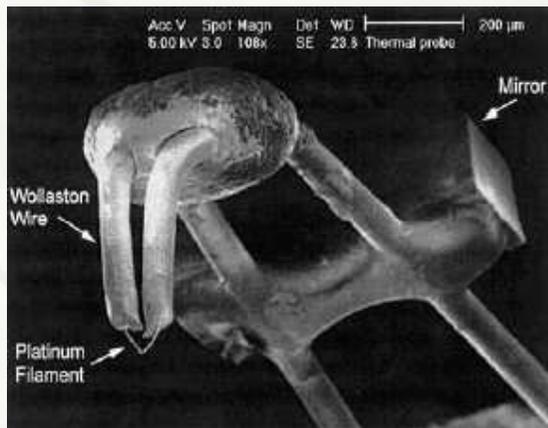
- ➡ 2 modes d'opérations possibles
- *passif* : courant très faible, mesure de la température de l'échantillon
 - *actif* : courant élevé, mesure de conductivité et de capacité thermique

Exemples de sondes thermiques

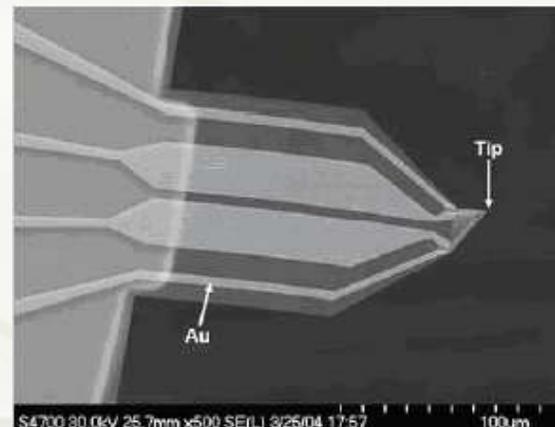
Sonde de type thermocouple



Sonde de type thermorésistance



Filament de Pt (diamètre 5μm)



Sonde microfabriquée

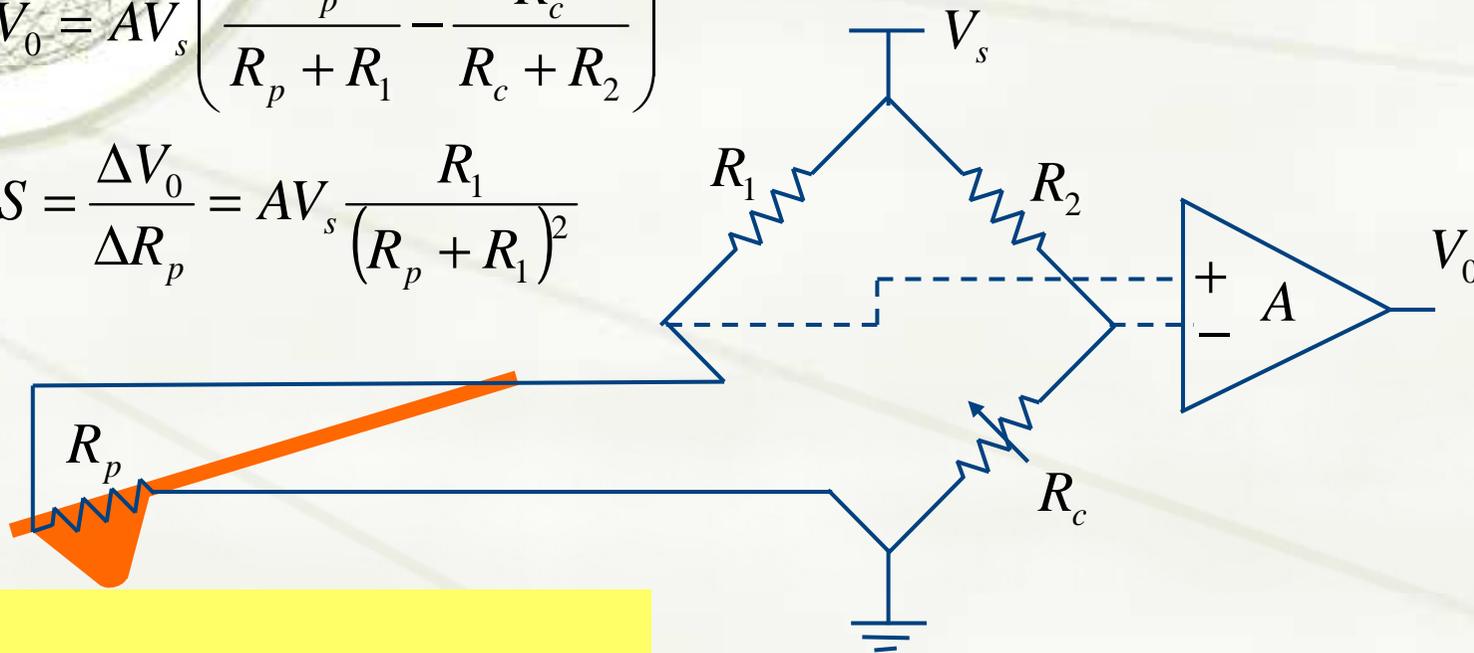
Détection du signal avec une sonde de type thermorésistance

La variation de résistance de la sonde est mesurée en utilisant un pont de Wheatstone

Mesure à puissance fixée

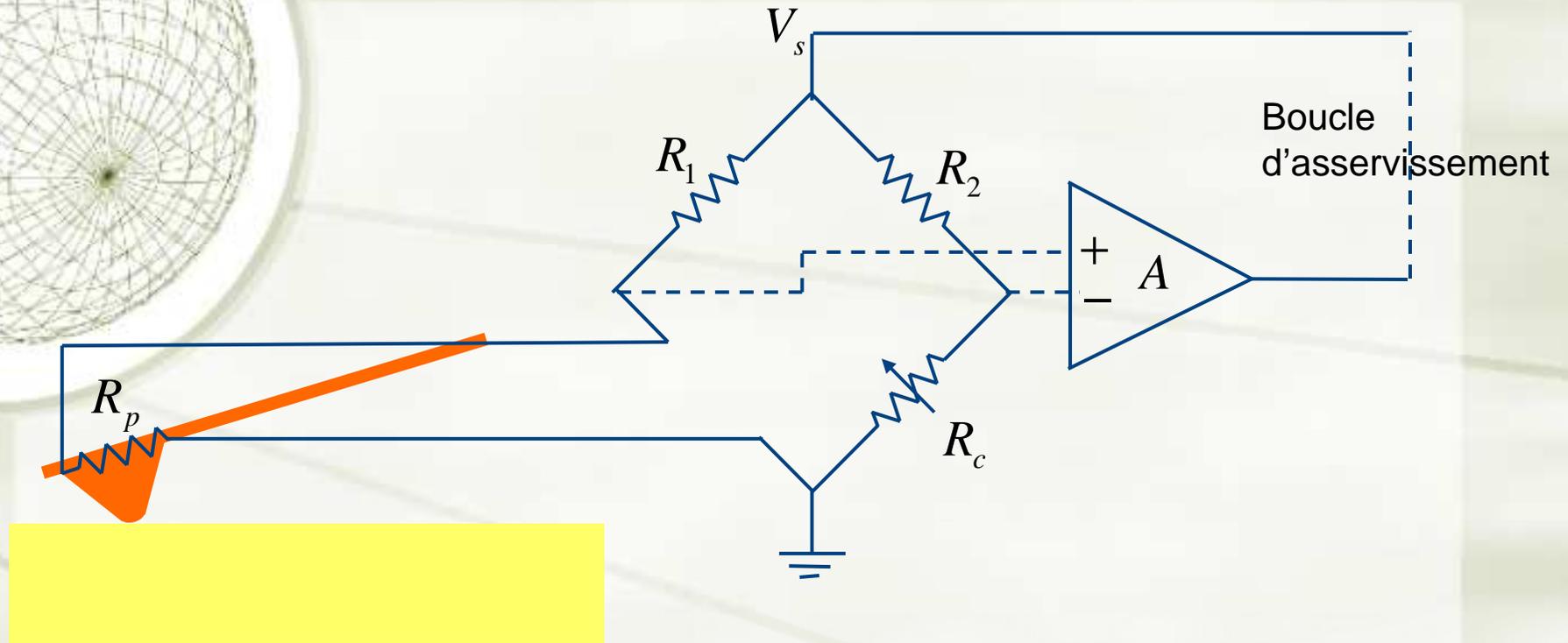
$$V_0 = AV_s \left(\frac{R_p}{R_p + R_1} - \frac{R_c}{R_c + R_2} \right)$$

$$S = \frac{\Delta V_0}{\Delta R_p} = AV_s \frac{R_1}{(R_p + R_1)^2}$$



- La puissance électrique est déterminée par V_s fixée
- Le circuit est sensible à la variation de R_p donc de la température de la sonde

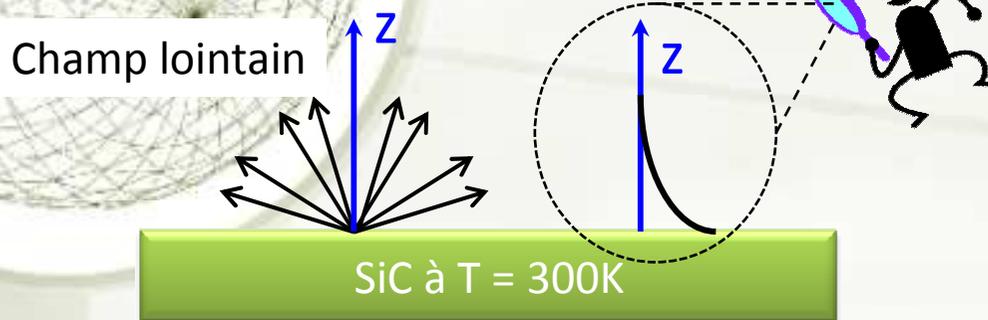
Mesure à température fixée



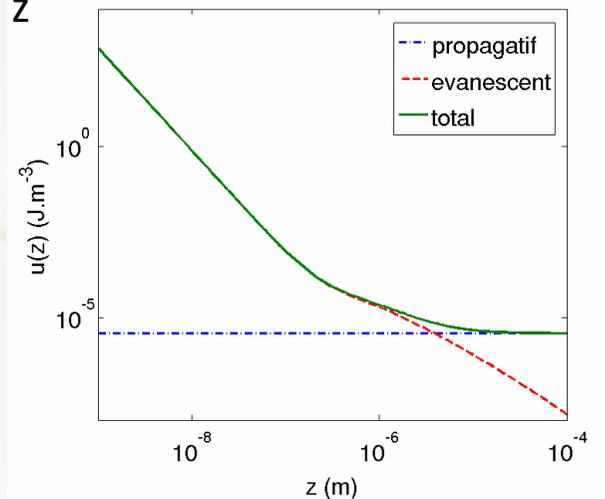
- La boucle d'asservissement ajuste la tension V_s pour maintenir la température de la sonde constante
- La puissance apportée par effet Joule augmente si
 - La conductivité de l'échantillon augmente
 - La température de l'échantillon diminue

Transferts thermiques radiatifs en champ proche

Contexte : Le rayonnement en champ proche ?!?

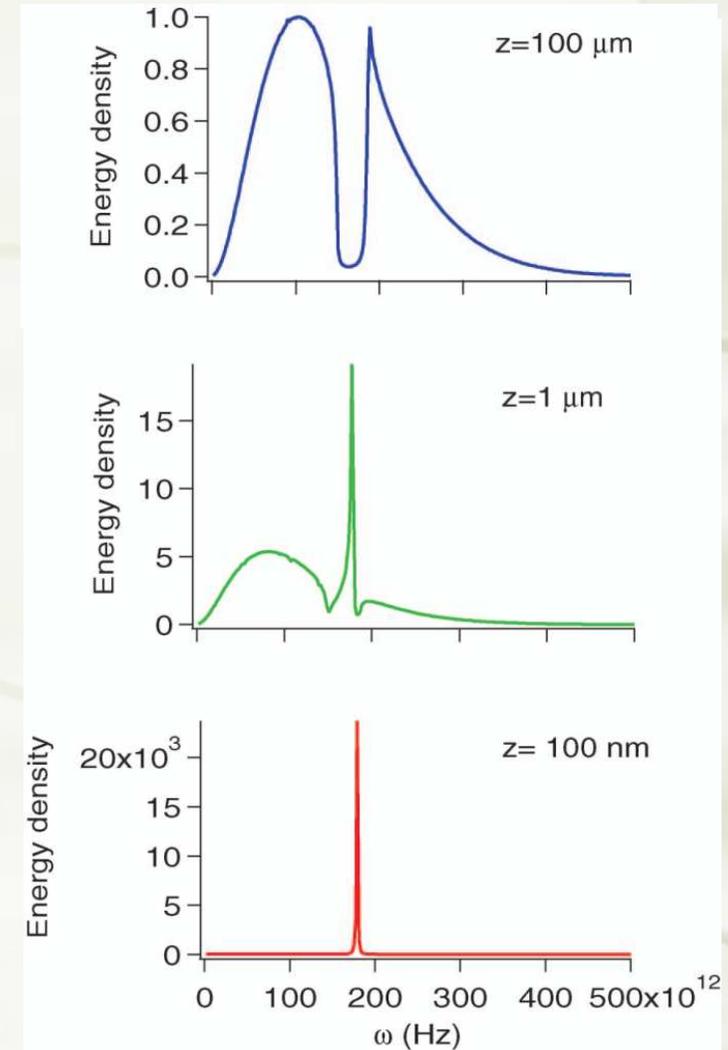


Densité totale d'énergie rayonnée en fonction de z



Idée : détecter le rayonnement en champ proche par **diffusion** en champ lointain

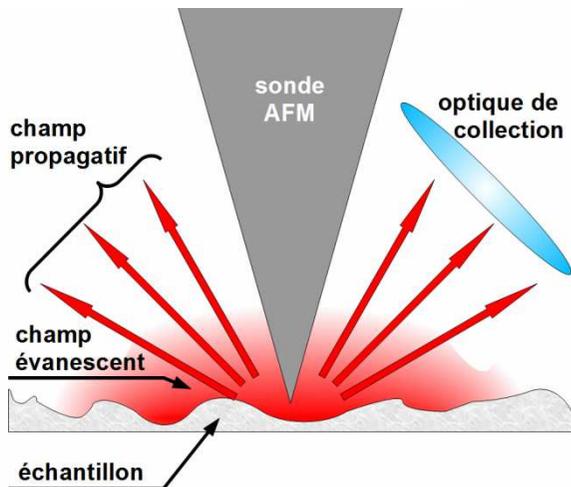
Densité spectrale d'énergie rayonnée



A.V. Shchegrov et al. PRL 85 (2000)

Transferts thermiques radiatifs en champ proche

Sonde AFM au voisinage immédiat d'une surface



Utilisation d'une pointe AFM :

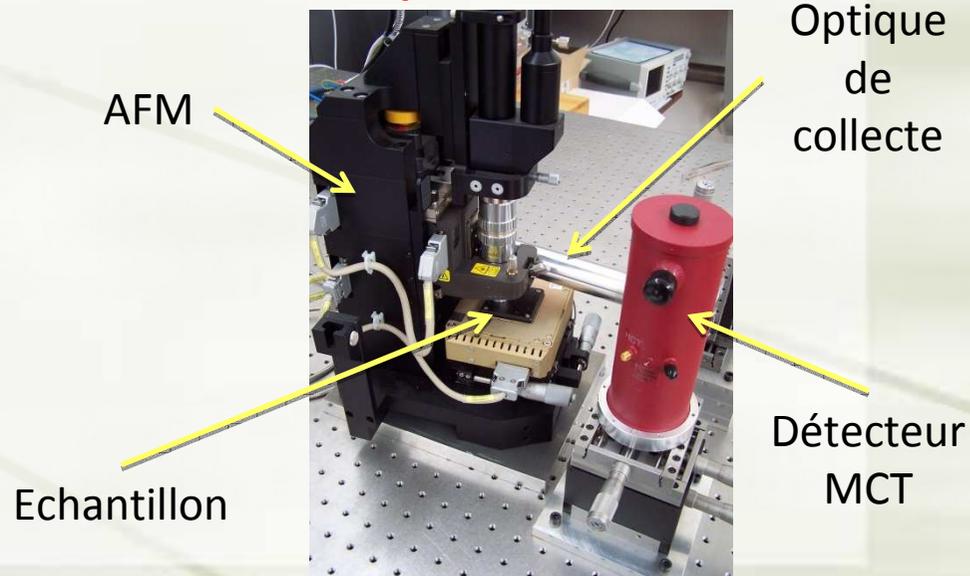
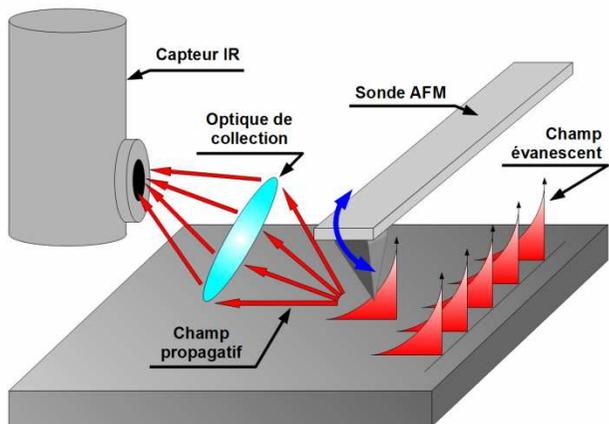
- diffusion des ondes de surface
- détection en champ lointain

Origine des ondes de surface :

- sources thermiques incohérentes

Intérêt : thermographie infrarouge avec une meilleure résolution spatiale

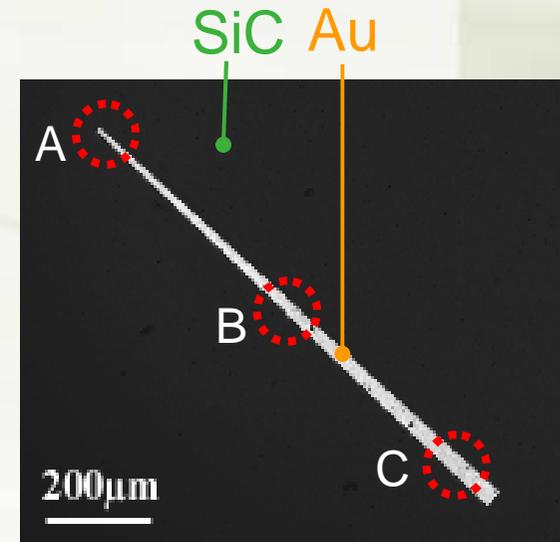
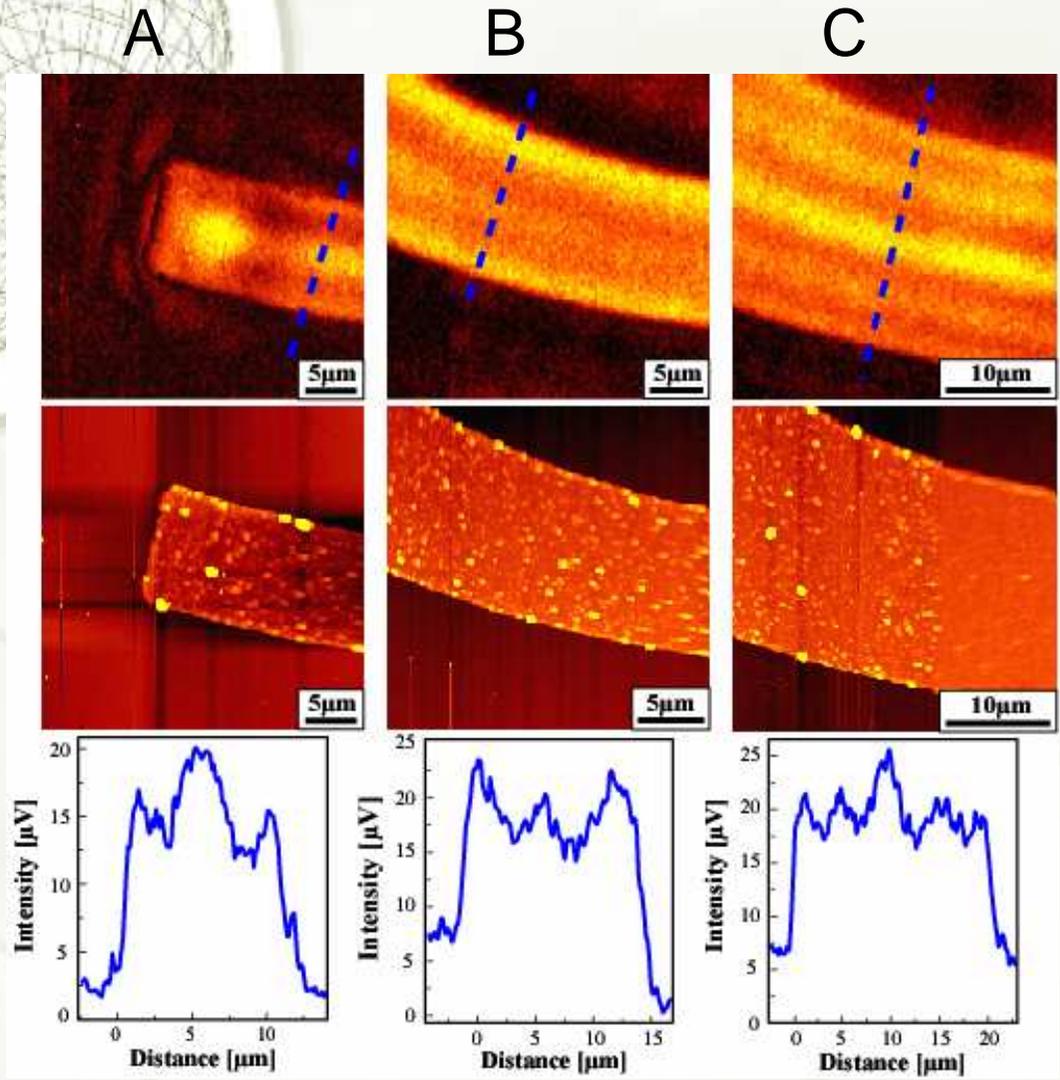
Montage TRSTM



Exemple (ESPCI Paris)

TRSTM

Topography
(AFM)



« Démocratisation » des systèmes de microscopies à sonde locale

Les systèmes de microscopie à sonde locale deviennent :

- De plus en plus faciles à utiliser (approche de la surface par la sonde, changement de sonde, logiciel d'acquisition)
- De moins en moins chers (à partir de 30 k€)

Ces systèmes deviennent donc accessibles pour

- Le monde industriel (contrôle et analyse de surface par ex)
- Le monde de l'enseignement



AFM « Nanosurf »

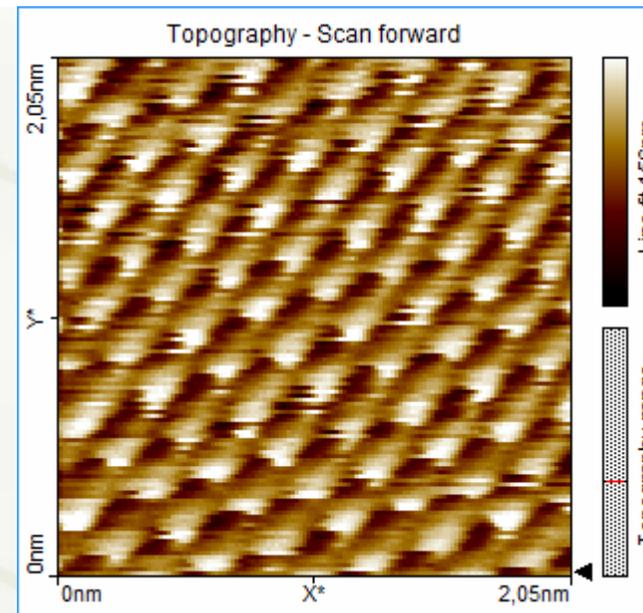


Image 2 nm x 2 nm d'une surface de graphite HOPG obtenue avec un STM « Nanosurf »