

Projet Tutoré 2010 - 2011

<http://chemphys.u-strasbg.fr/mpb/teach/originevie.html>

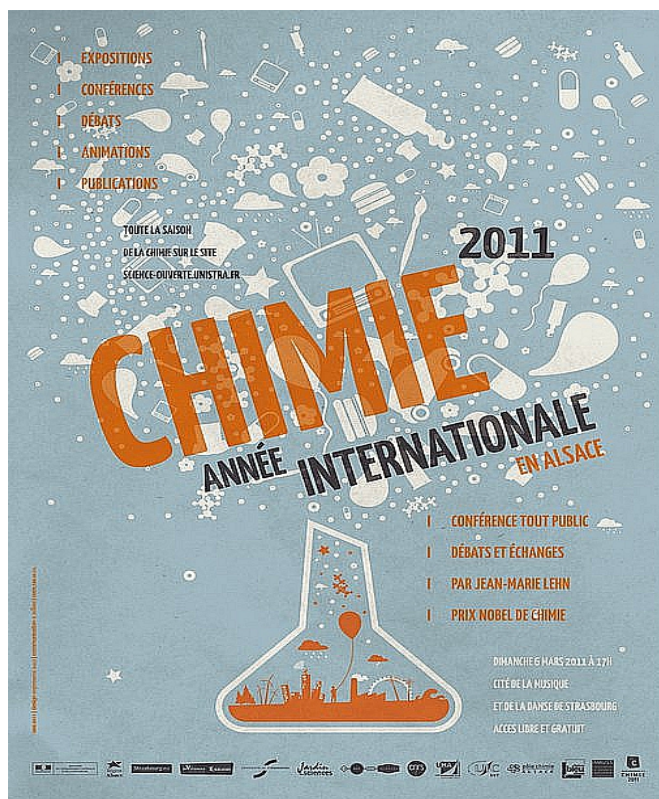


Le Microscope à Force Atomique

Julien BORTOLUZZI

Professeur:
Marie-Paule BASSEZ

Année 2011, choisie par l'ONU comme l'année internationale de la chimie



<http://chimie2011.unistra.fr/>

Sommaire

- I)** Introduction
- II)** Evolution de la microscopie
- III)** Domaine d'utilisation des techniques d'analyses microscopiques
- IV)** Le Microscope à force atomique
 - α - Les composants d'un AFM
 - β - Le fonctionnement d'un AFM
 - γ - Les avantages et les inconvénients
 - δ - Les applications d'un AFM
 - ε - Avenir de la microscopie à force atomique
- V)** Comparaison de microscopes
- VI)** Remerciements
- VII)** Références bibliographiques

I) Introduction

Dès le début du XVII^{ème} siècle, les scientifiques sont parvenus à observer des échantillons de petites tailles à l'aide de lentilles optiques. Puis après les appareils optiques et électroniques à faisceau fixe sont apparus les microscopes à balayage en réflexion et en transmission et les microscopes à champ proche: à effet tunnel et à force atomique. Aujourd'hui, ces techniques permettent d'observer des objets à l'échelle atomique.

Ce projet tutoré présente plus spécifiquement le microscope à force atomique avec lequel la topographie d'un échantillon peut être observée en 3 dimensions.

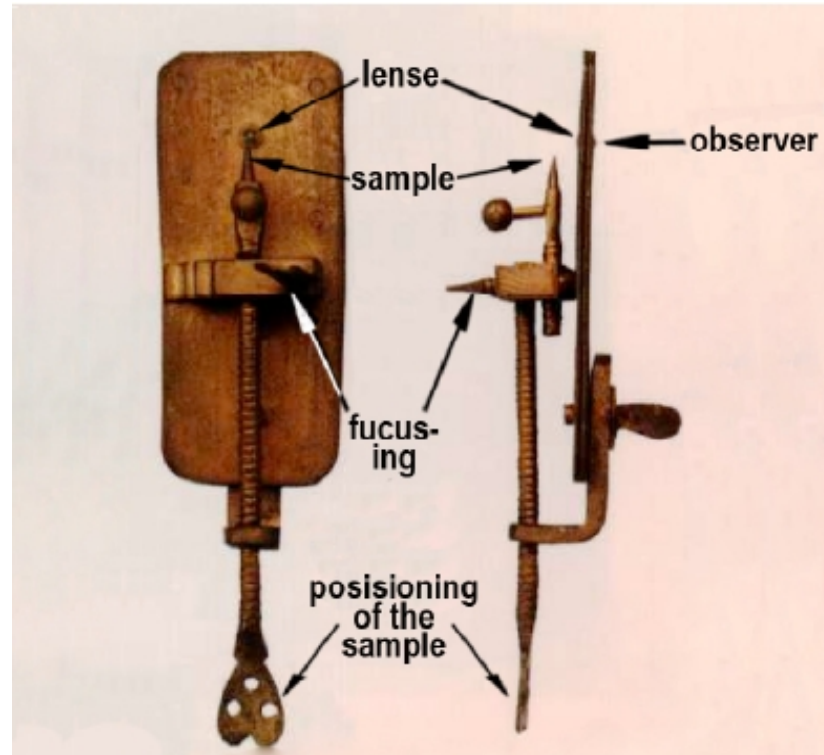


Premier Microscope à Force Atomique
(~15x15x15 cm)
(*Science Museum- Londres*)

II) Evolution de la microscopie

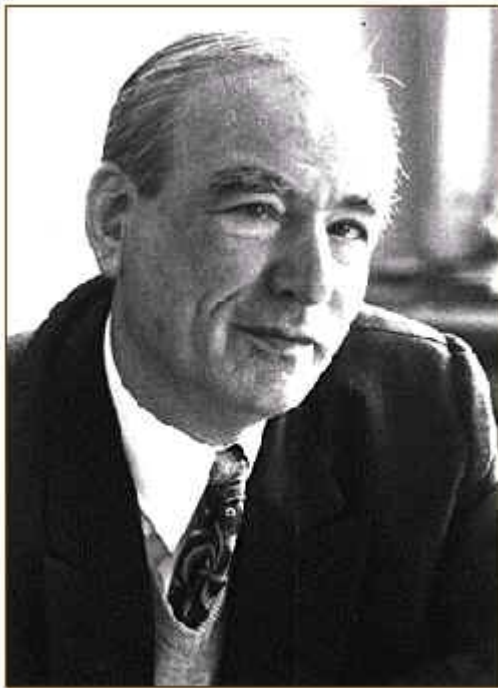


XVIIème siècle: Anton van Leeuwenhoek (Pays-Bas), reconnu comme un précurseur de la **microscopie optique** fabrique son microscope personnel. [2]



Microscope de Leeuwenhoek

[3]



1932: Ernst Ruska (Allemagne) (Nobel physique 1986) et **Max Knoll** conçoivent le premier **microscope électronique en transmission** (MET ou TEM en anglais) dont la résolution est de quelques dizaines de nm.

[4]

1er MET par
Ernst Ruska
*Deutsches
Museum-Munich*

[5]



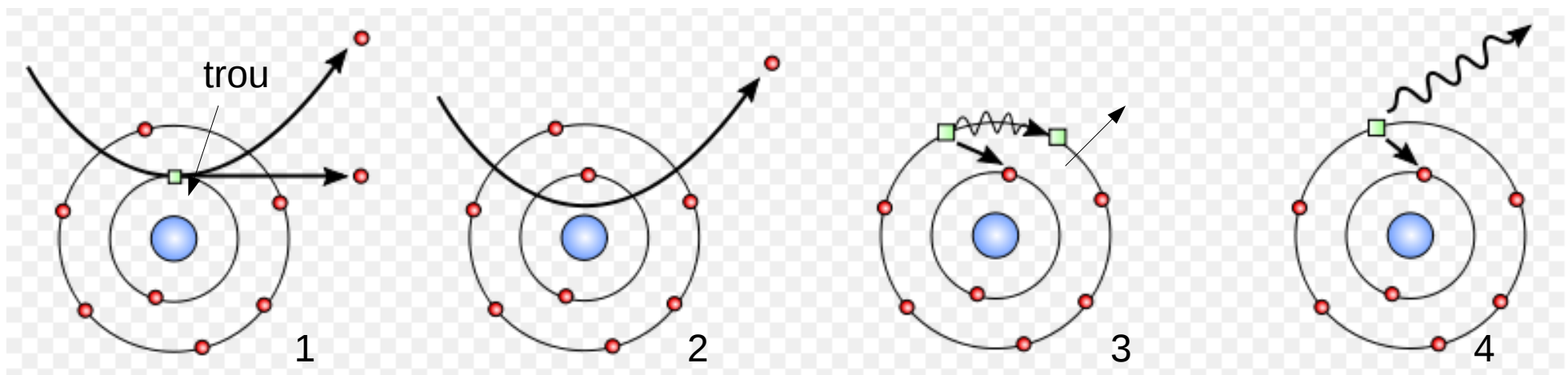
Aujourd'hui un MET atteint une résolution spatiale de 1 à 2 Å si l'échantillon est très mince: ~1µm ou moins.

Un faisceau d'électrons accéléré par une ddp de ~10 à ~400 kV traverse un échantillon.

Les images sont observées en mode diffraction ou en mode image. [6]

1938 apparaît le 1er **microscope électronique à balayage (MEB** ou **SEM** scanning electron microscope).

La lentille électronique focalise les électrons sur une zone très réduite de l'échantillon. Les électrons incidents sur la surface forment des électrons secondaires (1), rétrodiffusés (backscattered) (2), des électrons Auger (3) et des rayons X (4).



d'après [7]

1968 apparaît le **microscope à balayage en transmission (STEM)** qui exige des échantillons très minces ($0,5\mu\text{m}$ à 100kV pour les matériaux légers)

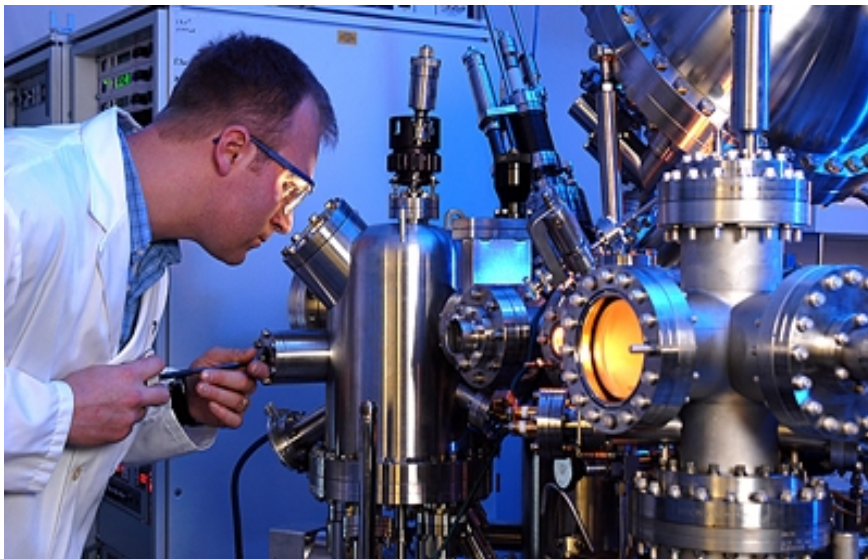
Actuellement, les microscopes à balayage peuvent fonctionner avec des tensions d'accélération très basses, parfois $<1\text{kV}$, pour étudier des surfaces.

En **1981**, **Gerd Binnig** (Allemagne) et **Heinrich Rohrer** (Suisse) (Nobel Physique 1986) conçoivent le **microscope à effet tunnel** (STM pour Scanning Tunneling Microscope).

Une pointe métallique conductrice de dimension monoatomique se déplace à une distance de $\sim 1\text{nm}$, au dessus d'un échantillon conducteur d'électricité. Les nuages électroniques de la pointe et de la surface se mélangent et selon les explications de l'effet tunnel en mécanique quantique, les électrons traversent une barrière de potentiel. L'application d'une tension de $\sim 1\text{V}$ permet le passage par effet tunnel des électrons et d'un courant électrique, courant tunnel ($\sim 1\text{nAmp}$) d'autant plus intense que la distance est petite.

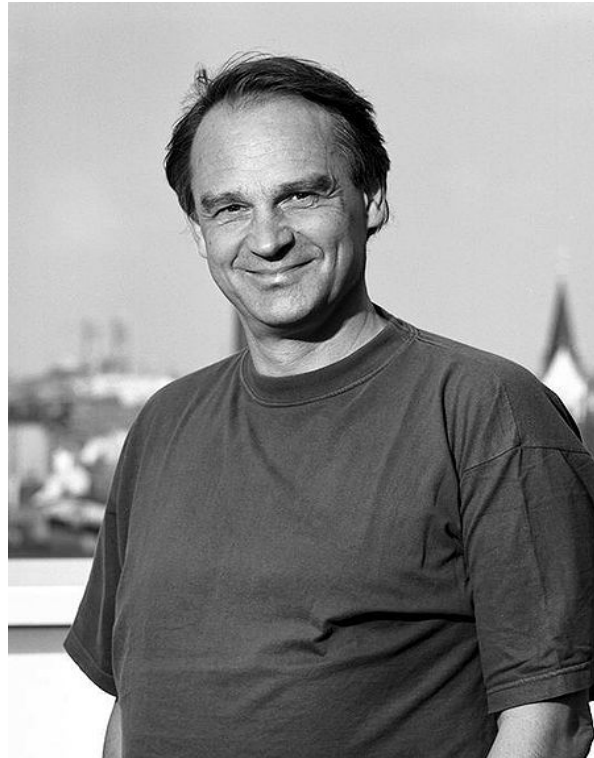
Ce microscope permet de connaître atome par atome, la topographie d'une surface en conservant une intensité constante du courant et donc une distance constante entre la pointe et l'échantillon. Il appartient à la catégorie des microscopes à champ proche.

[8]



Microscope à effet tunnel
source de la photo: *Centre National de Recherches du Canada*
[9]

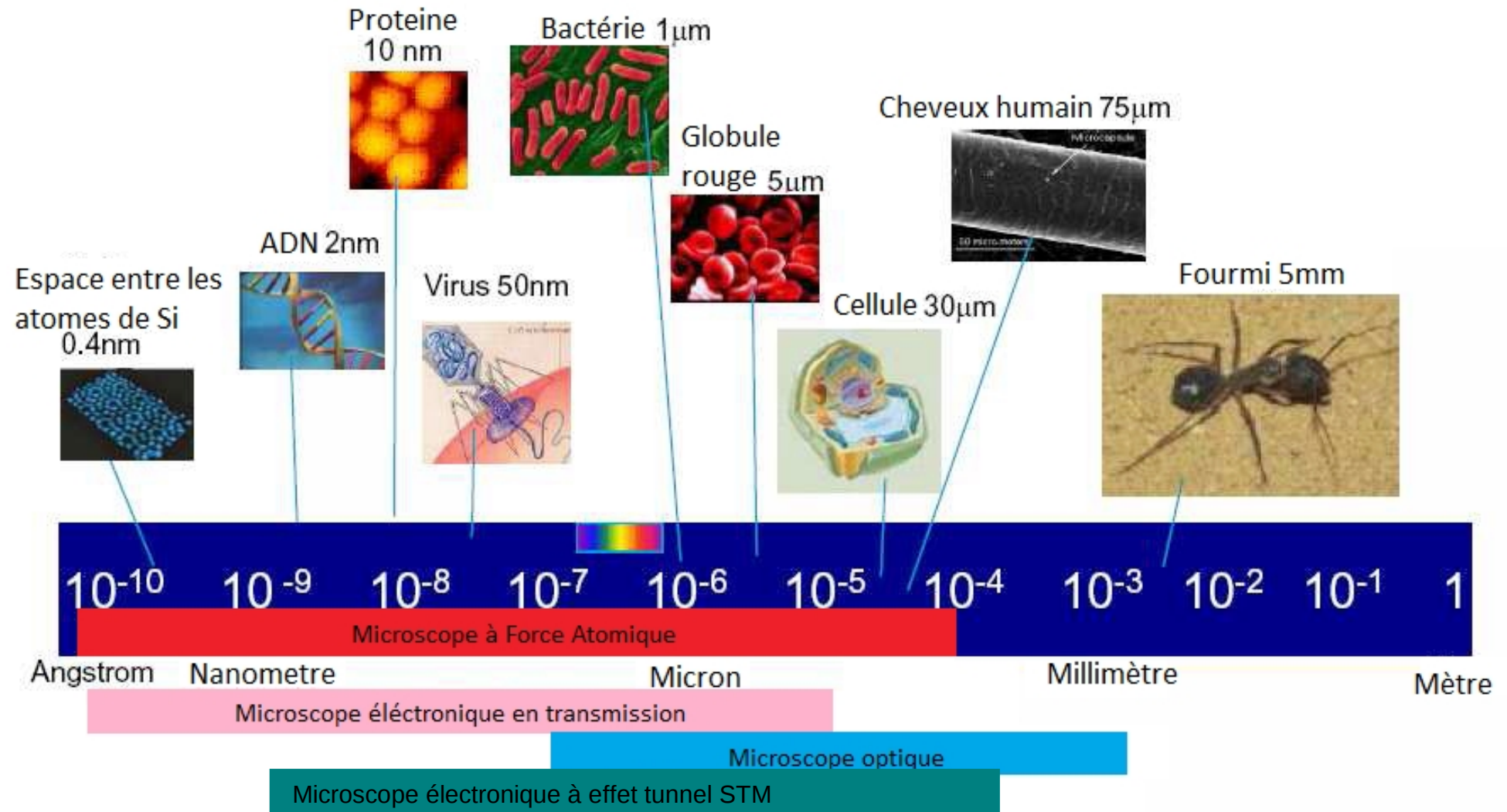
En **1986**, une méthode dérivée du STM apparaît: le **microscope à force atomique** (AFM) de Gerd BINNIG, Calvin QUATE et Christoph GERBER (BINNIG et al. 1986 [10]). Il permet d'étudier les surfaces non conductrices de courant à l'aide d'une microscopie de forces mesurant les forces d'interaction entre la pointe et la surface de l'échantillon. La détection du relief se fait à l'aide d'un rayon laser réfléchi sur le levier qui supporte la pointe. L'AFM est un microscope à champ proche.



[11]

Gerd BINNIG, physicien ayant participé à l'élaboration des STM et AFM et Prix Nobel de Physique 1986 avec Heinrich ROHRER et Ernst RUSKA

III) Domaine d'utilisation des techniques d'observations par microscopies



1Å = 0,1 nm

[d'après 12]

α - Les composants

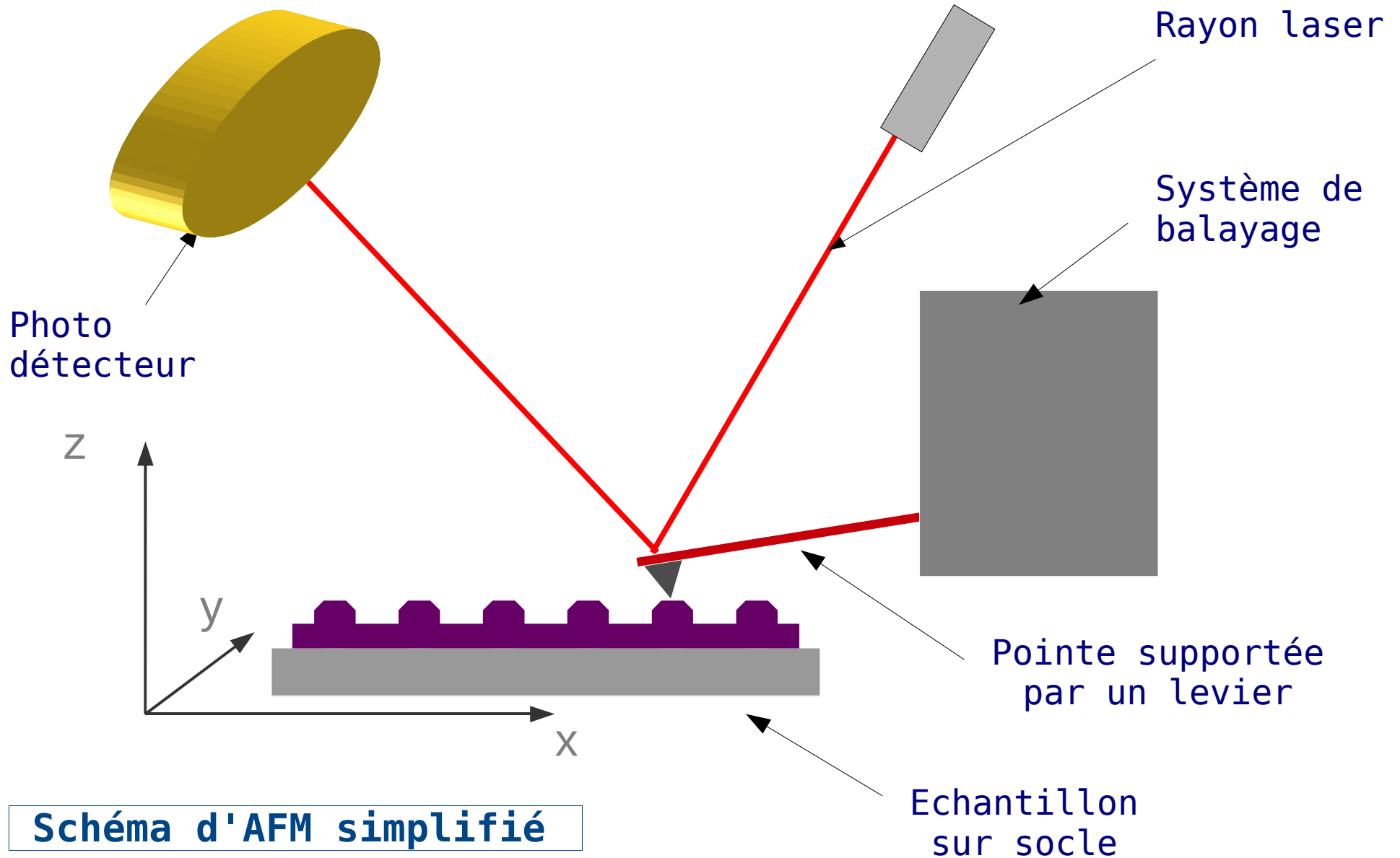
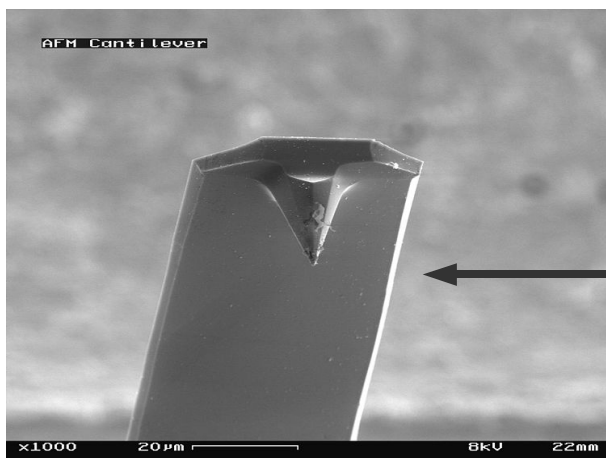


Schéma d'AFM simplifié

L'AFM est constitué de plusieurs éléments:

-Un **support** pour l'échantillon (socle), souvent fabriqué en **mica** qui permet d'obtenir une **surface plane** pour une bonne analyse. Cette surface de mica permet la fixation d'un échantillon liquide. Ceci permet d'éviter que la pointe emporte une partie de l'échantillon à analyser lors d'une mesure.

-Un **levier** (*cantilever* en anglais), fabriqué généralement en silicium, qui se déplace au dessus de l'échantillon à analyser. Il est souple et **se déforme** selon les forces de très faible intensité qui lui sont appliquées par l'échantillon (interaction de type Van der Waals ou électrostatiques).

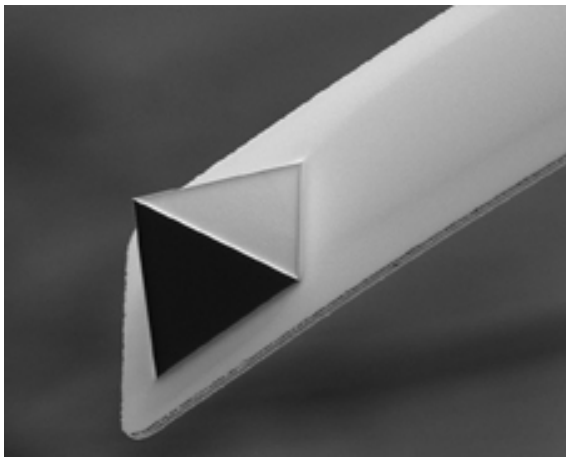


Levier d'AFM de largeur **40µm**
observé au microscope électronique
à effet tunnel

la largeur peut varier de 10 à 50 µm,
l'épaisseur de 0,3 à 2 µm et
la longueur de 100 à 300 µm.

-Un rayon **laser** envoyé sur l'extrémité du levier est réfléchi vers une photodiode qui détecte la **variation de flexion** du levier. La position verticale de l'échantillon est changée de façon à ce que les **forces restent constantes pendant la mesure**. La topographie de l'échantillon peut ainsi être déterminée.

-La **pointe** est l'élément clé du microscope à force atomique. Fabriquée généralement en silicium, cette dernière est attachée au levier. Sa taille varie selon les échantillons à analyser. Elle peut être arrondie ou pyramidale.



Exemple d'**une pointe AFM** pyramidale fixée sur le levier

- La dernière composante de l'AFM est le **système de déplacement ou de balayage**. Ce dernier, permet le déplacement du support d'échantillon dans les **directions x et y** pour sonder la surface. Ensuite, étant relié à la photodiode, il permet d'**ajuster la hauteur z** de l'échantillon pour garder une valeur de force constante entre la pointe et l'échantillon.

Ces déplacements sont ainsi enregistrés et transmis au système informatique pour permettre une analyse et **une représentation en trois dimensions** de la surface analysée.

Le microscope à force atomique, permet une visualisation de l'échantillon avec une résolution de 10 nm en x et y. Selon z la résolution est d'environ 1 Å.

Les microscopes à force atomique peuvent être utilisés selon différents modes.

- **Mode contact:**

Dans le mode contact, le levier muni de la pointe détectrice **appuie sur l'échantillon** en analyse.

Une **force répulsive** entre la surface et la pointe se crée car il y a répulsion des électrons de l'échantillon et de la pointe. Dans ce cas, l'interaction faible entre l'échantillon et la pointe est maintenue **constante** en changeant la hauteur de l'échantillon dans l'appareil. La variation de la hauteur donne la **hauteur de la surface** à l'endroit étudié.

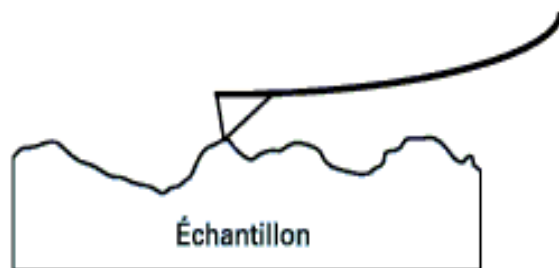


Illustration du mode contact
[21]

- **Mode contact intermittent ou *tapping***

Dans ce mode, le levier est mis en **oscillation** à une fréquence donnée d'une centaine de kilohertz (kHz) et à une **amplitude fixe**. Dans ce cas, l'échantillon exerce une **force d'attraction** (type van der Waals) de courte portée sur le levier et la pointe. L'amplitude de l'oscillation change. Elle est maintenue constante par déplacement de la hauteur z de l'échantillon.

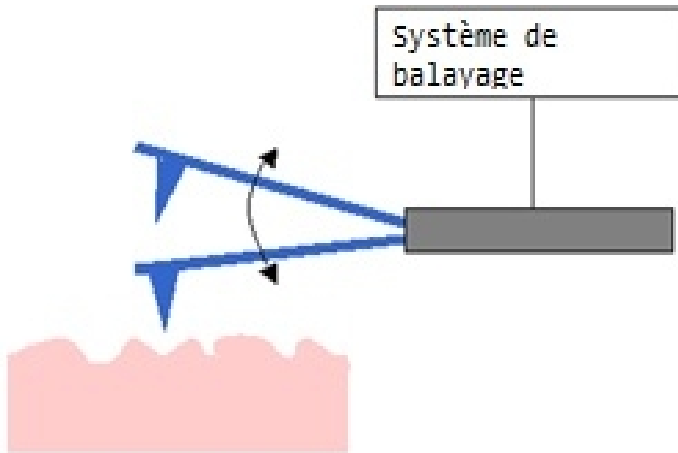


Illustration du mode tapping

[22]

- **Mode non-contact**

Ce mode est analogue au mode contact, mais en **fixant la distance pointe-échantillon** de 50 à 150 Å.

Dans ce cas, on utilise aussi les forces attractives exercées par l'échantillon sur l'ensemble levier-pointe.

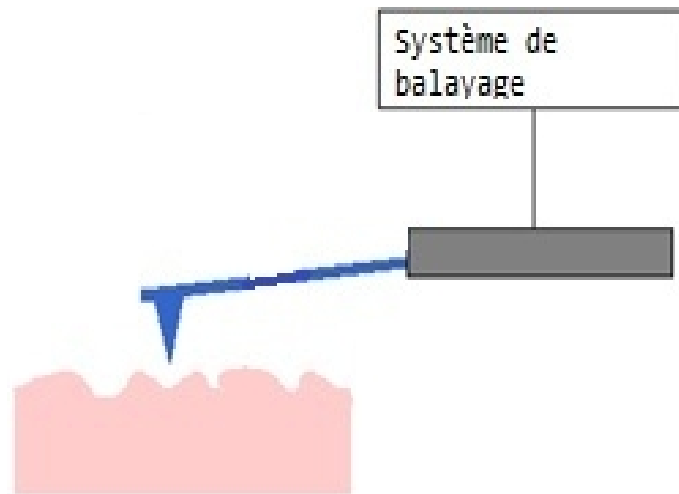


Illustration du mode non contact

γ- Avantages et inconvénients de l'AFM

La technique d'imagerie par force atomique, permet de descendre au plus bas de l'échelle d'observation actuellement réalisable. Cette technique comporte des avantages et des inconvénients.

- L'AFM permet la **visualisation en 3D** de l'échantillon.
- Elle permet l'observation d'échantillons conducteurs ou non du courant électrique ainsi que celle de **surfaces molles** (en mode tapping).
- Les conditions d'utilisation ne nécessitent pas un important temps de préparation.
- L'AFM peut fonctionner **dans l'air** contrairement à la STM qui doit fonctionner dans le vide.
- Cette technique permet aussi d'observer des échantillons et de suivre leur évolution au cours du temps. C'est une méthode très utilisée en biologie.

- Un inconvénient est que l'échantillon peut parfois **être dégradé** par la pointe d'analyse, surtout en mode contact où la pointe **se désagrège** assez rapidement.
- Les **hauteurs** déduites de l'analyse par le système de balayage peuvent parfois être **faussées** (surtout en mode tapping) en fonction du type de pointe utilisée.
- Pour le mode non-contact, de nombreuses exigences sont requises pour éliminer toute **interférence dans l'analyse**.
- Enfin, l'AFM, permet de descendre à très basse échelle, mais nécessite un **temps d'analyse plus long**, non négligeable par rapport aux autres techniques de microscopie.

δ Exemple d'utilisation d'un AFM:

- **Evolution d'un échantillon au cours du temps.**

Par l'association de nombreuses images scannées, une « vidéo » d'une dizaine de secondes a pu être réalisée à partir de 5h20 d'analyse sur échantillon. Elle représente le phénomène de cristallisation du polypropylène fondu par abaissement de la température de 160°C à 105°C.



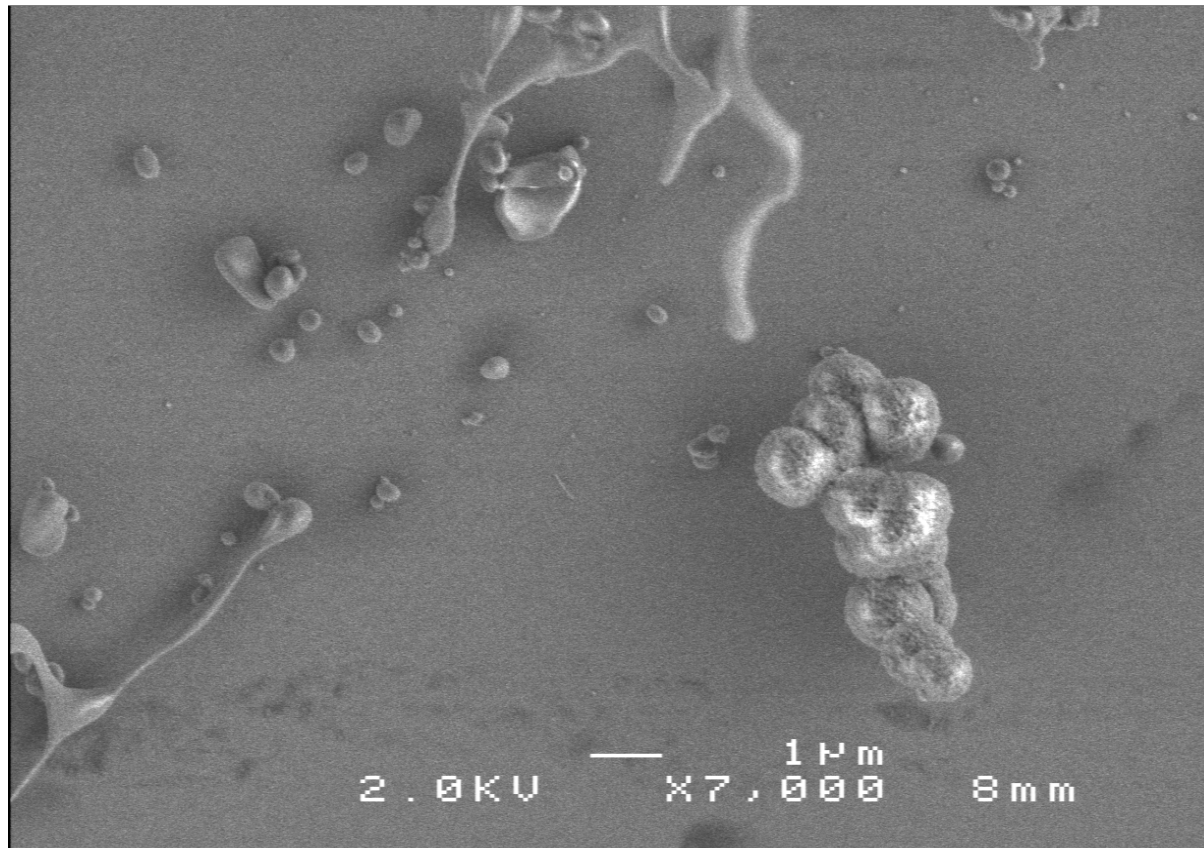
Lien vidéo

Vidéo de la cristallisation du polypropylène

communiquée par le Dr. REVENKO
d'Asylum Research [23]
Echantillon 80µm x 80µm

- Etude de la surface de structures organiques micrométriques

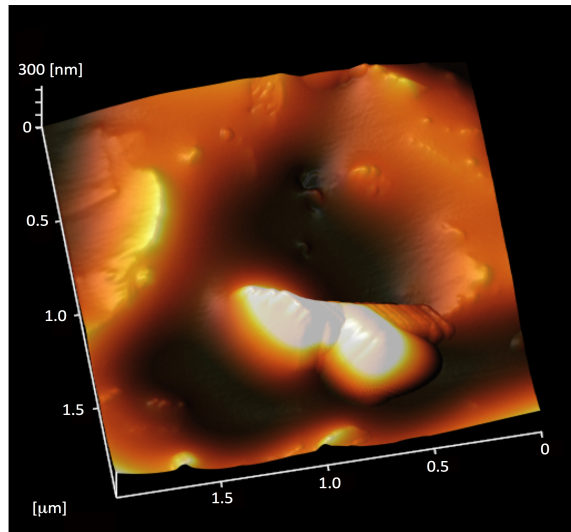
a) Observation au microscope électronique à balayage (SEM) du produit organique synthétisé lors de l'irradiation par protons de haute énergie (3 MeV) d'un mélange gazeux de CO, N₂ et H₂O.



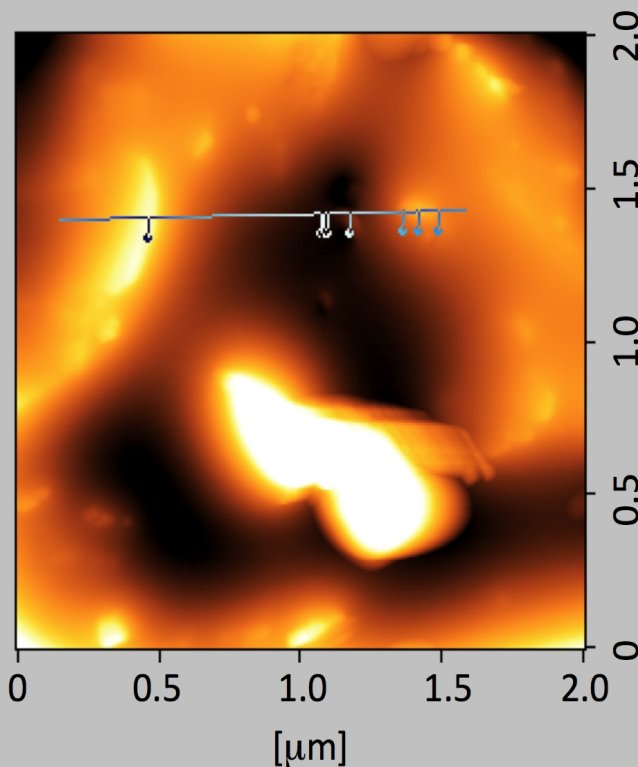
tension d'accélération, 2,0 kV
grossissement, x7 000
distance d'observation, 8mm



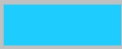

[24]

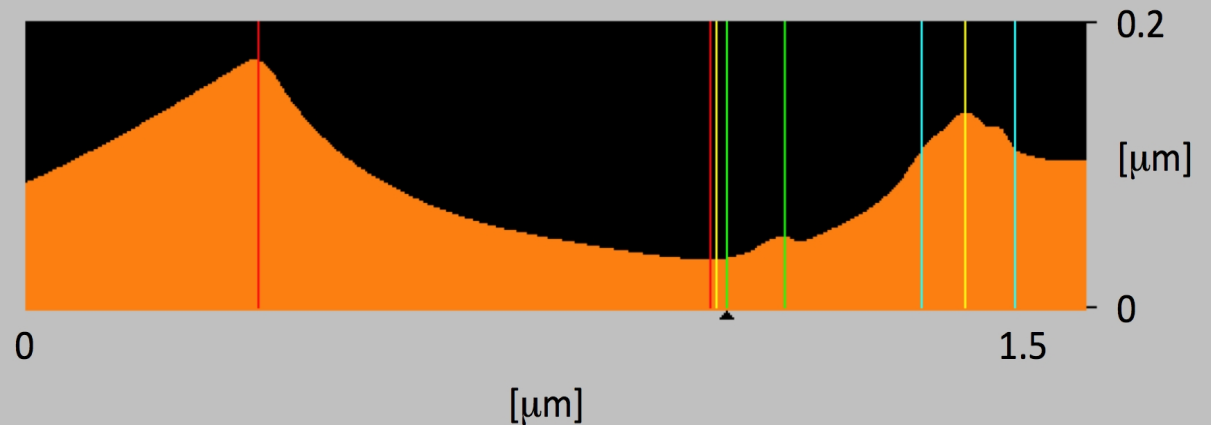
b) Observation au microscope à force atomique



Un creux de profondeur 140 nm et de diamètre 1 μm est observé. Les bords de ce creux sont couverts de protubérances de formes irrégulières. Ce creux est suffisamment grand pour dire que l'image AFM obtenue décrit bien la surface de la structure et n'est pas un artéfact de la pointe.



position	Z1-position [nm]	Z2-position [nm]	height difference [nm]	distance [nm]
	175.35	36.24	139.11	612.83
	36.47	138.52	102.04	337.34
	112.69	113.44	0.75	126.5
	37.51	52.56	15.05	126.5



ε- Avenir de la microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique permet la manipulation d'échantillons de taille nanométrique, telle que l'ajout d'atomes sur une surface matérielle (dopage) ou la déformation de cette surface par l'action de la pointe (voir ci-dessous).



**Dessin du logo de la société
Asylum Research sur du silicium à
l'aide de la pointe d'un AFM.**

(Observation à l'AFM
Échantillon $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$)

V) Comparaison de microscopes

Pouvoir de résolution

C'est la distance minimale entre 2 points séparés.

Les performances des microscopes sont limitées par leur pouvoir de résolution. Les détails de l'objet ne sont plus observables en dessous d'une dimension spécifique dont la valeur est du même ordre de grandeur que celle de la longueur d'onde utilisée.

- **Microscope optique ou photonique:**

taille minimale de l'objet observable: **$\sim 0,2 \mu\text{m}$** , les rayons X et γ ne pouvant pas être utilisés.

- **Microscope électronique:**

La limite de résolution est donnée par: $d = 0,6\lambda / \sin\theta$

avec $\lambda = h/mv =$ longueur d'onde associée aux électrons

et $\theta =$ angle maximum que peut capter l'objectif.

$\lambda = 4 \text{ pm}$ pour des électrons d'énergie 100 keV; et la résolution pratique est de **$\sim 0,1 \text{ nm}$** soit 25λ , en raison de la faible valeur de θ . **[26]**

Microscopie optique:

Dans ce cas d'étude, les échantillons doivent subir une préparation. Ils doivent être **plan** et de **faible épaisseur**. Une lame mince d'un échantillon de roche peut avoir une épaisseur de 30 μm . Cette technique permet d'atteindre un grossissement $\sim x10000$ et une résolution de $\sim 0,2 \mu\text{m}$. L'observation n'est possible que dans 2 dimensions.



[27]

Observation en lumière polarisée d'une **lame mince d'échantillon rocheux lunaire** provenant de la mission Apollo 12, Nov.1969. (Échantillon: 1cm x 1cm)

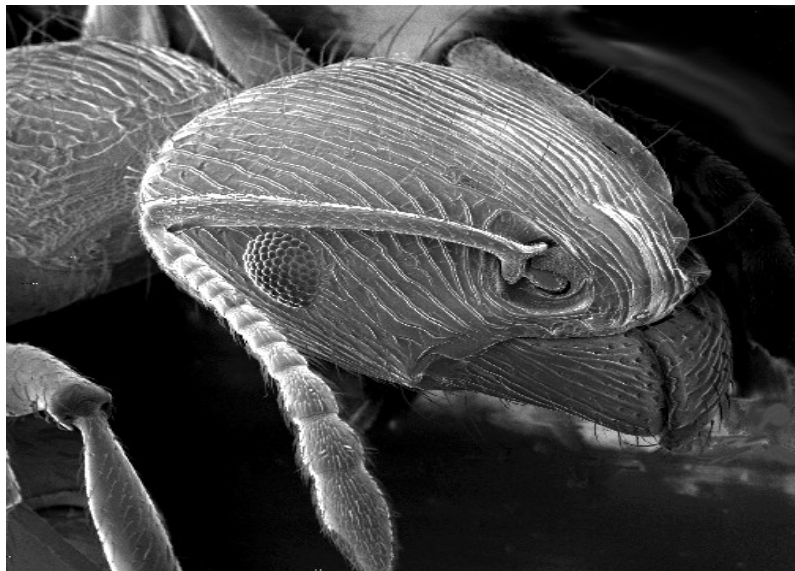
Les minéraux de couleur lavande sont des pyroxènes; les noirs sont de l'ilménite, les marrons et blancs sont du feldspath et les autres de l'olivine.

Microscopie électronique à balayage: [7]

L'échantillon doit subir une préparation minutieuse afin de garantir une **qualité d'image** suffisante. Il doit être **propre, sec et conducteur** du courant électrique.

La résolution d'un MEB varie entre **0,1 et 20 nm**, la taille de l'échantillon pouvant être au maximum de **1 à 2 cm**.

Cette technique se caractérise par l'envoi d'un faisceau d'électrons sur l'échantillon. Ce faisceau se déplace en ligne sur la surface. Cette technique permet de connaître les différents **éléments chimiques présents** dans l'échantillon ainsi que sa **surface**. Elle est effectuée sous **vide**.



La tête d'une fourmi observée au microscope électronique à balayage.

Intérêt de la microscopie à force atomique?

- Plus basse échelle possible
- Facilité vis-à-vis des autres types de microscopies

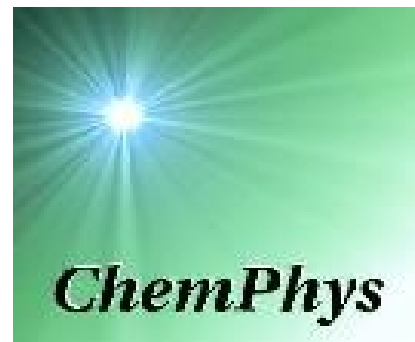
VI) Remerciements

Pour la réalisation de ce dossier, je tiens à remercier le docteur Irène REVENKO, biologiste chez **Asylum Research**, société spécialisée dans les *Microscopes à Force Atomique*. Le Dr. Revenko m'a transmis des documents relatifs aux AFM ainsi que des vidéos d'échantillons pour illustrer ce dossier.



[23, 25]

Je tiens également à remercier Marie-Paule BASSEZ, Professeur à l'Université de Strasbourg, pour son aide tout au long de la réalisation de ce dossier et pour avoir permis une amélioration de mon texte.



[28]

VII) Références bibliographiques

- [1] Gerd BINNIG, F. QUATE et Christoph GERBER, *Premier microscope à force atomique*, Science Museum of London. Wikipedia [Lien](#)
- [2] J.VERKOLJE, 1686, *Anton van Leeuwenhoek*. Wikipedia [Lien](#)
- [3] *Microscope de Leeuwenhoek*, dans *Origin of Life*, Hernâni L.S. Maia, Keith G. Orrell and Ilda V.R. Dias, 2010. [Lien](#)
- [4] Ernst RUSKA. [//ernst.ruska.de/daten_e/mainframe_e.html](http://ernst.ruska.de/daten_e/mainframe_e.html)
- [5] *Microscope Electronique en Transmission*. Wikipedia [Lien](#)
- [6] * Biophy Research, *MET-TEM*. www.biophyresearch.com/pdf/tem.pdf
- * J. GHANBAJA, *TEM*, 2008. www.scmem.uhp-nancy.fr/
- * C.DANG NGOC CHANG, *MET*. [//deuns.chez.com/sciences/matiere/met.html](http://deuns.chez.com/sciences/matiere/met.html)
- * Nicolas BOISSET, *MET, CryOMET 3D*, 2009. Canal-u [Lien](#)
- [7] * *MEB*. wikipedia, [Lien](#)
- * *SEM-image gallery*. Denver [Lien](#)
- * *MEB*, www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html
- [8] * Gerd BINNIG, Heinrich ROHRER. [Lien](#)
- * CNDP, *Microscopes électroniques*.
www2.cndp.fr/themadoc/micro3/rep_mcp.htm
- * CEA [Lien](#)
- * *Le microscope à effet tunnel*. vidéo,
www.dailymotion.com/video/xko9yj_le-microscope-a-effet-tunnel_tech
- * *Au coeur des nanosciences*. dailymotion, vidéo [Lien](#)
- [9] Conseil National de Recherches du Canada(CNRC), *Microscope à Effet Tunnel*.
www.nrc-cnrc.gc.ca/fra/multimedia/microscope-effet-tunnel.html
- [10] Gerd BINNIG, C.F. QUATE, Christoph GERBER, *AFM*, Phys. Rev. Lett. 56, 930-933, 1986.

- [11] Gerd BINNIG, un des créateurs de l'AFM. inventors [Lien](#)
- [12] Nicolas BATTAGLINI, *Microscopie en champ proche, Le Microscope à force atomique*, Université Paris-Diderot-7, 2010. [Lien](#)
- [13] Irène REVENKO, Asylum Research, *Biological Imaging and Mechanical Measurements with AFM*, 2011. [Lien](#)
- [14] Richard ARINERO, *Microscope à force atomique*, Université de Montpellier II, 2005. [Lien](#)
- [15] INSA Lyon, *Microscope à force atomique*. [Lien](#)
- [16] *How an Atomic Force Microscope Works*.
<http://www.tech-faq.com/how-does-an-atomic-force-microscope-work.htm>
- [17] *Levier d'AFM observé au microscope électronique à balayage*. [Lien](#)
- [18] *Pointe d'AFM pyramidale en diamant*. [Lien](#)
- [19] Laurent BREUIL, *Formation de nano-domaines dans les monocouches mixtes d'alkylsilanes sur silicium*, Thèse de doctorat, Université de Lille-Flandres-Artois, p.50-67, 2000.
- [20] HONG-QIANG Li, *The common AFM modes*, 1997.
www.chembio.uoguelph.ca/educmat/chm729/afm/details.htm
- [21] Ghislaine COULON, *Imagerie de surface de polymères: microscopie à force atomique*, 2000. [Lien](#)
- [22] Mauro CIAPPA, *Appl. of AFM for Surface Characterization*, 2005.
www.iis.ee.ethz.ch/research/physchar/microscopy.en.html
- [23] Asylum Research, *Cristallisation du Polypropylene*.
www.asylumresearch.com/Gallery/Movies/Movie10.shtml
- [24] Marie-Paule BASSEZ, Yoshinori TAKANO, Kensei KOBAYASHI, *Organic prebiotic microstructures*, submitted, 2011.
et comm. affichée, Int. Conf. ORIGINS, Montpellier, 3-9/07/2011.³¹

[25] Logo de la société Asylum Research.

www.asylumresearch.com/Gallery/FeaturedScience/CUIBMDNA.shtm

[26] Peter HAWKES, *Electrons et Microscopes vers les nanosciences*, Belin, CNRS ed.1995.

[27] - Ministère de l'éducation nationale, de l'enseignement supérieur et de la recherche, *Lames minces et analyses d'échantillons lunaires*, 2007.

www.educnet.education.fr/planeto/res/spectroplanetosite/microsc.htm

- NASA, Apollo 12 Image Library, lunar sample n° 12057.27 under polarized light.

www.hq.nasa.gov/alsj/a12/images12.html#Post

[28] Logo de ChemPhys: la lumière qui perce les ténèbres de l'ignorance. [://chemphys.u-strasbg.fr/](http://chemphys.u-strasbg.fr/)