

ECOLE D'ETE GN-MEBA

Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses

Microscopie à Force Atomique Dominique Deresmes IEMN

Organisation :



GEOSYSTEMES

Supports techniques :



Autres supports :



Plan

- Principe des microscopes en champ proche
- Description d'un AFM
- Imagerie d'une surface (SiC/Graphene)
- Spectroscopie de force
- Imagerie EFM/KFM

Principe des microscopies à sonde locale

- Effet Tunnel déjà connu (1920)
- Progrès des transducteurs piézoélectriques
- STM 1981 (Binnig, Rohrer IBM Zurich), Nobel 1986

Tunneling through a controllable vacuum gap

G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel
IBM Zurich Research Laboratory, 8803 Rüschlikon-ZH, Switzerland

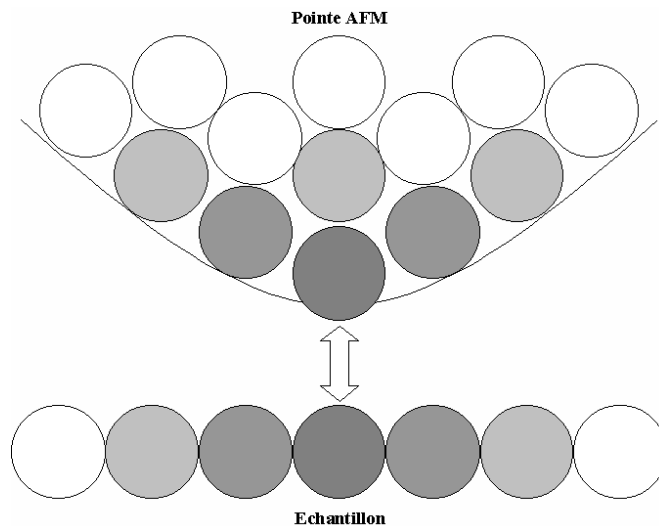
(Received 30 September 1981; accepted for publication 4 November 1981)

We report on the first successful tunneling experiment with an externally and reproducibly adjustable vacuum gap. The observation of vacuum tunneling is established by the exponential dependence of the tunneling resistance on the width of the gap. The experimental setup allows for simultaneous investigation and treatment of the tunnel electrode surfaces.

- Effets parasites en stm ->
 - Forces atomiques (Binnig 1986, Pethica 1986)
 - Etude de matériaux non conducteurs
- AFM 1986 par la même équipe

Comparaison des Microscopies

Microscope	Distance sonde-échantillon	Energie	Résolution
Champ lointain Optique Electronique	$\gg \lambda$	qq eV qq keV	λ \sim nm
Champ proche (sonde locale)	\sim nm	< 1 eV	\sim nm



Sonde = pointe
interaction \searrow si $d \nearrow$

Analogie

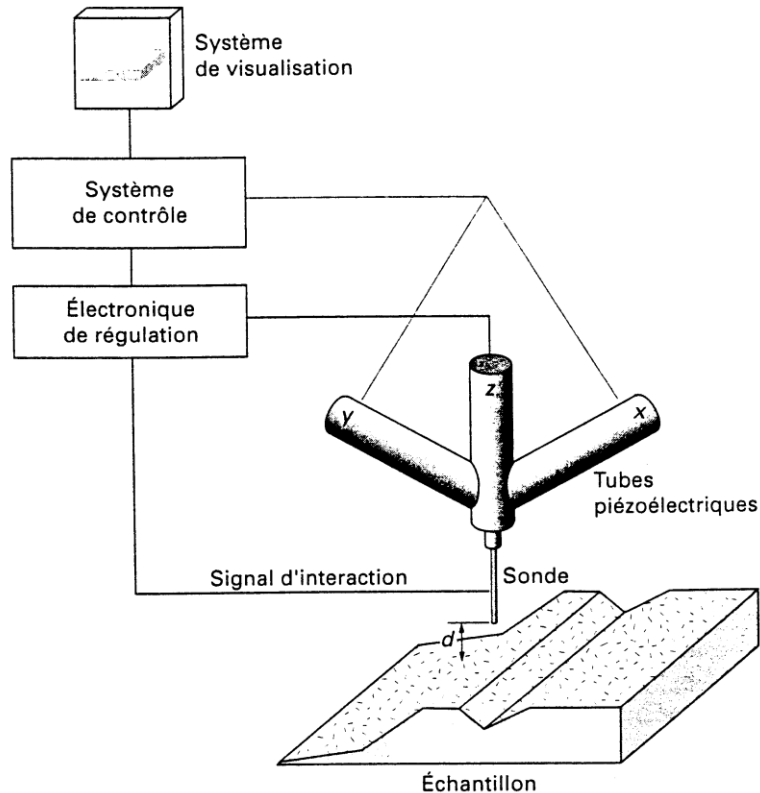


Le non voyant : illustration

- Le touché:
Mesure d'une interaction à l'aide d'une « sonde »
- La force musculaire:
Action sur le système pour respecter la contrainte.
- Le balayage et le suivi du profil de la surface permet à un aveugle de reconstituer l'image.



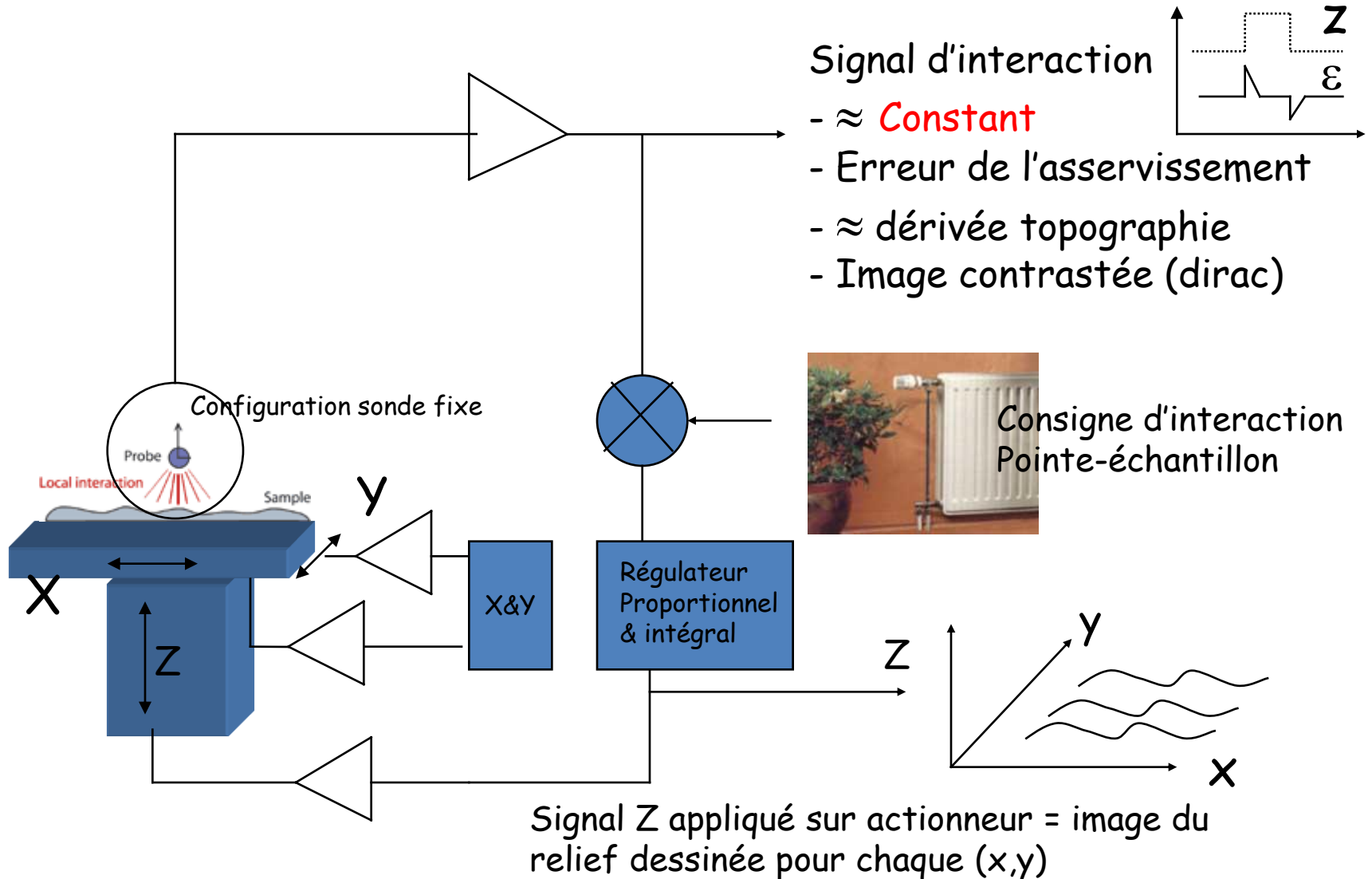
Principe des microscopes à sonde locale



(Configuration pointe balayante
et scanner en « tripode »)

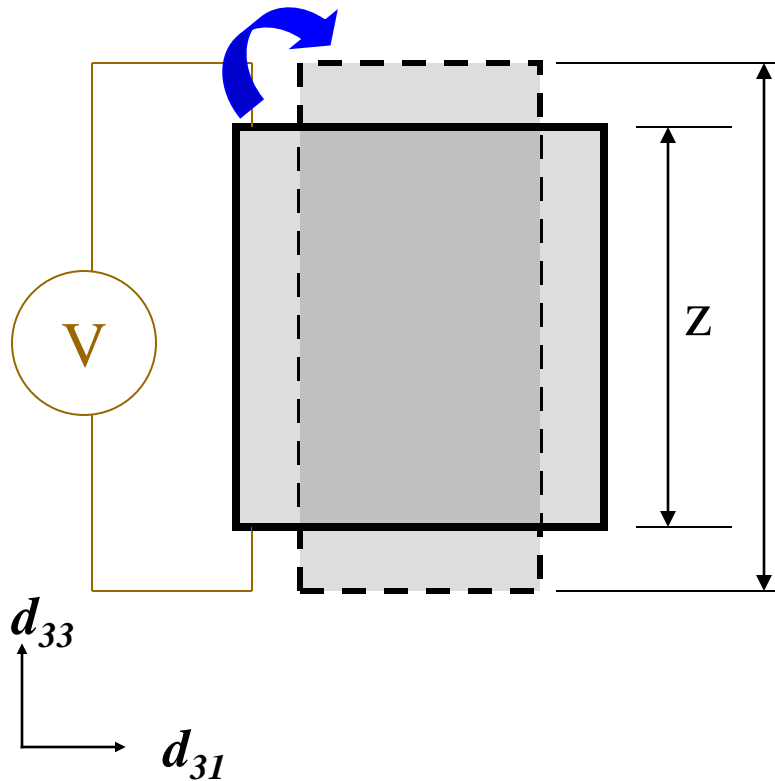
- **Interaction Sonde-Echantillon:**
électrique, optique, mécanique,
magnétique, capacitive, thermique,
acoustique, chimique...
- **Actionneur:**
 - céramique piézo-électrique
 - tension -> déformation mécanique de très faible amplitude.
- **Asservissement**
 - correcteur PID analogique ou numérique à DSP
- **Micro-contrôleur:**
 - balayage de la surface
 - acquisition de l'image

Principe de l'Asservissement et du balayage



Le métrologue: c'est le « piézo » !

L'effet piézoélectrique



Champ électrique:

$$E = V/z$$

Coefficient piézoélectrique:

$$\delta z/z = d_{33} E$$

$$d_{33} = \delta z/V \quad (\text{nm/V}) \approx 2.9 \text{ \AA/V}$$

$$d_{31} \approx 1.3 \text{ \AA/V}$$

$$z + \delta z$$

Le tube piézoélectrique

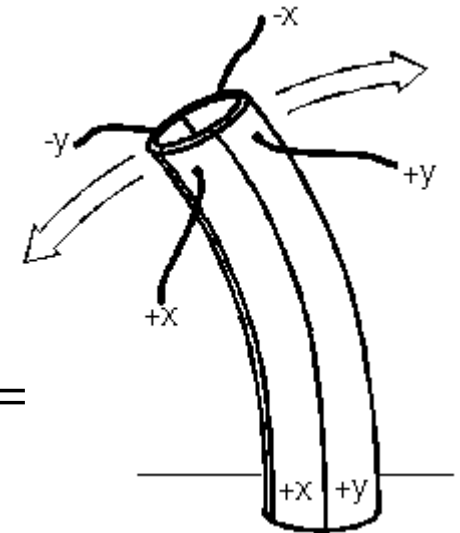
$$K_Z = d_{31} L/w = 40 \text{ \AA/V}$$

L: longueur du tube

w: épaisseur de la paroi du tube

D: Diamètre du tube

$$K_{X,Y} = d_{31} L^2 / (w \pi D) = 200 \text{ \AA/V}$$



Principe de l'AFM

Comment mesurer une force? Utilisation d'un ressort ou d'une poutre élastique semi encastrée (cantilever)

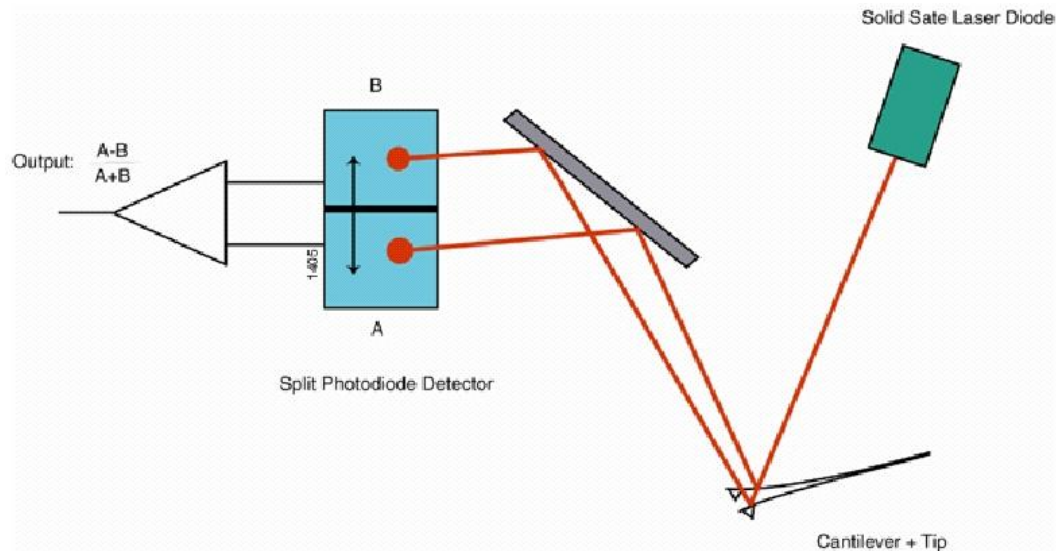
Conversion Force-déplacement

$$F = -k \Delta z$$

(Loi de Hooke)

Comment mesurer le déplacement ?

Système de détection optique à diode laser-Photodiodes



Pointprobe™

NanoWorld AG Products
NanoandMore France

General Information

Holder

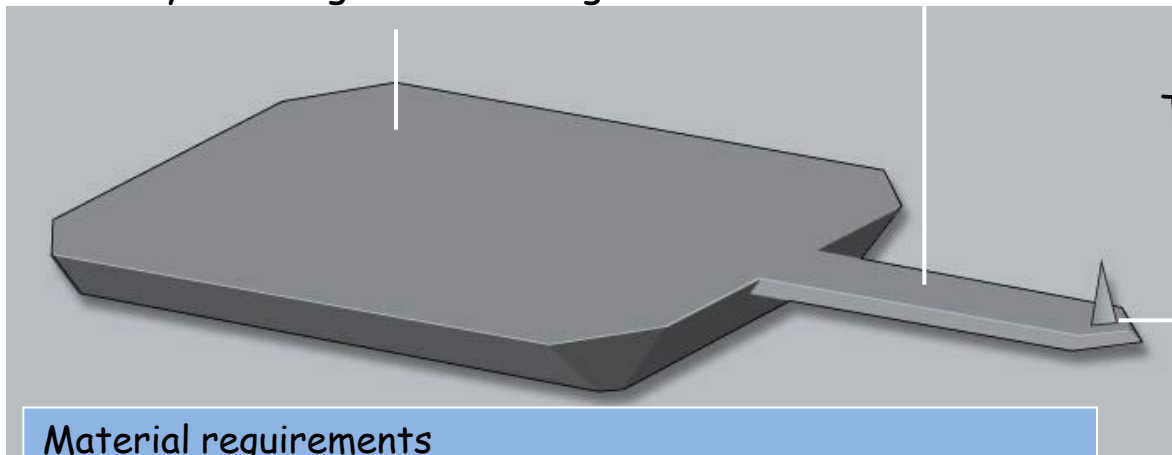
Macroscopic dimensions: $1.6 \times 3.4 \text{ mm}^2$
for easy handling and mounting into the SPM

Cantilever beam

Force constant range: 0.1 to 50 N/m
Resonance frequency: 1 kHz to 1 MHz

Typical geometry

Length: 100 to 500 μm
Width: 30 to 50 μm
Thickness: 1 to 8 μm



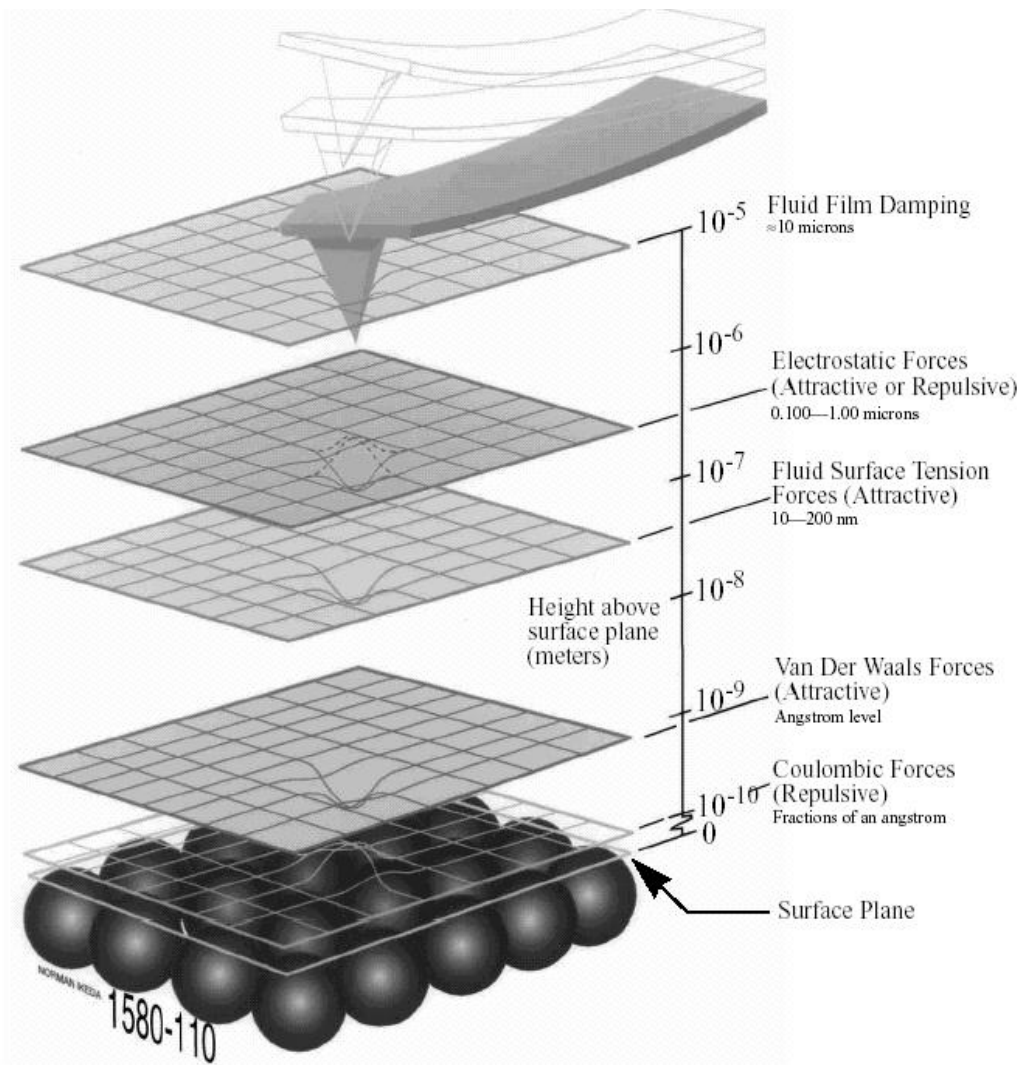
Tip

Small radius $< 15 \text{ nm}$
Tip height $> 10 \mu\text{m}$
High aspect ratio

Material requirements

Monolithic design to avoid intrinsic stress and uncontrolled bending
Conductivity to avoid electrostatic charging
Chemical inertness for operation in fluids.

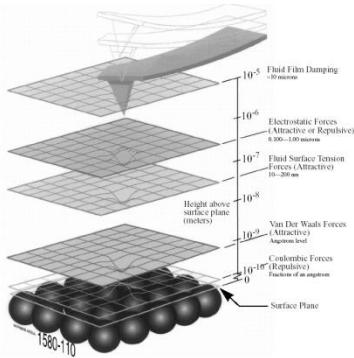
Les différentes Forces



- Amortissement fluide
- Electrostatique, Magnétique
- Capillaire (film)
- van der Waals
- Atomique(Contact)

Les différentes forces

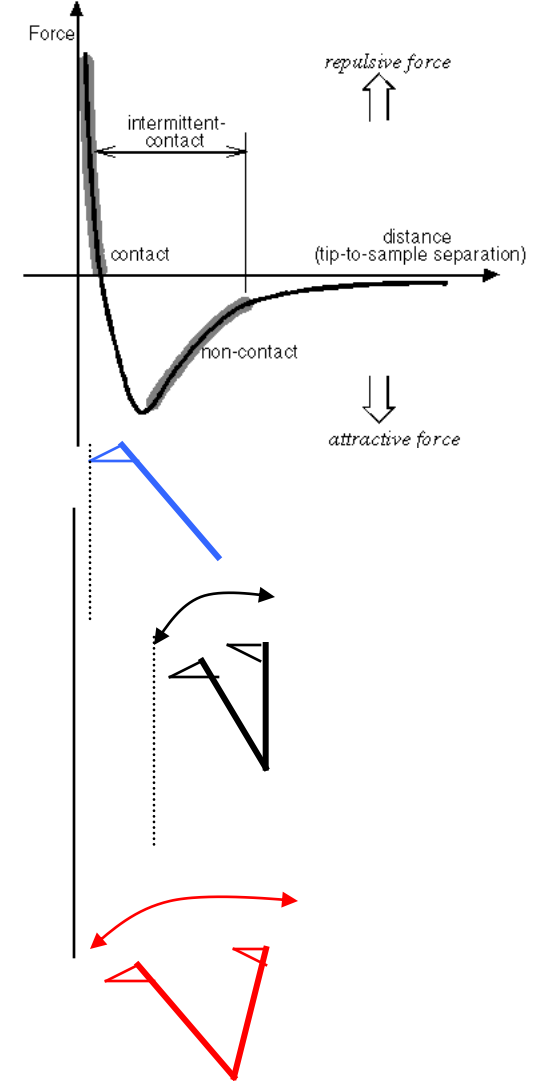
Conclusions



- Gradient de force
- Dynamique de mesure importante
- Comportements variés
- effet de l'environnement
- \Rightarrow développement et évolution vers plusieurs modes de fonctionnement

Mode de fonctionnement

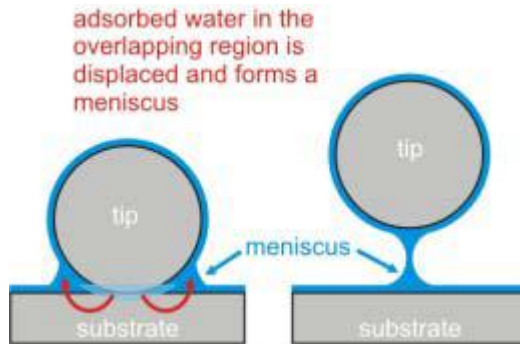
- Mode CONTACT (statique)
La pointe interagit avec les forces de contact ou d'adhésion
- Mode NON CONTACT (dynamique)
La pointe interagit avec les forces de VDW (faibles)
- Mode Contact Intermittent (amplitude large 10-100nm)



Mode contact

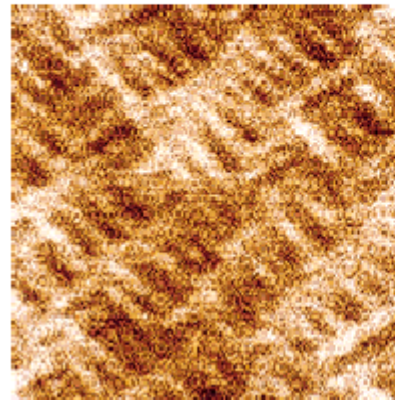
Limitations:

- Force latérale (shear) (balayage)
- Force normale (ménisque)
- > dégradation (scrapping)

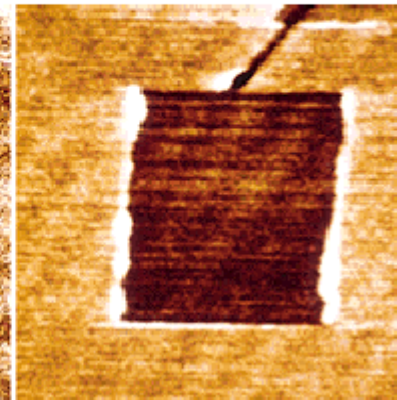


Semiconductor surface

1 μm scan

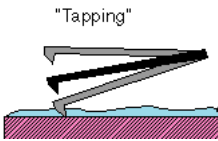


2 μm scan



-> mode liquide

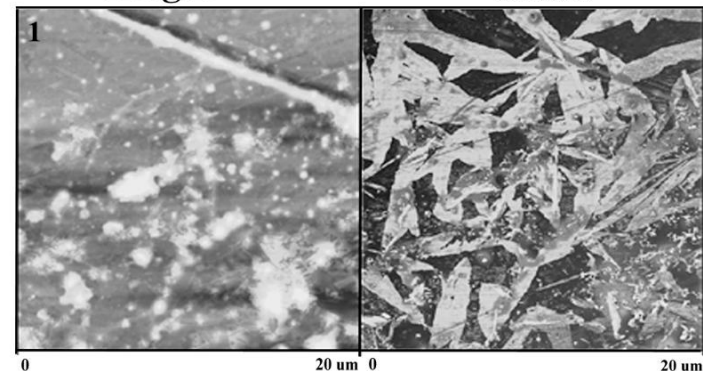
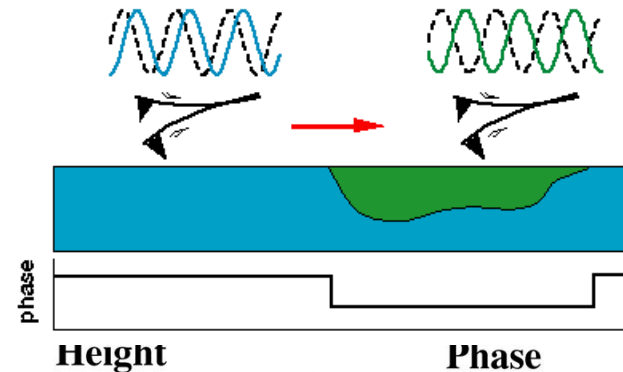
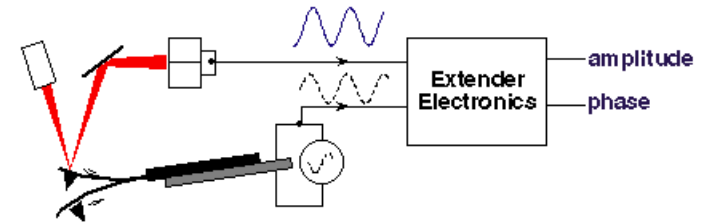
-> Spectro et mesure localisé en contact



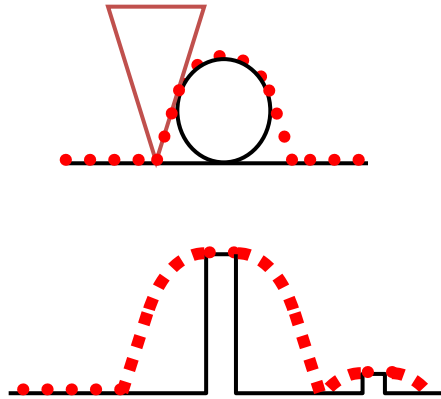
Mode contact intermittent

Principe et mesure de la phase

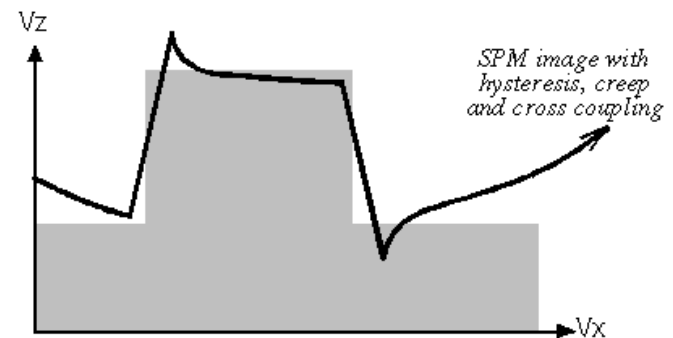
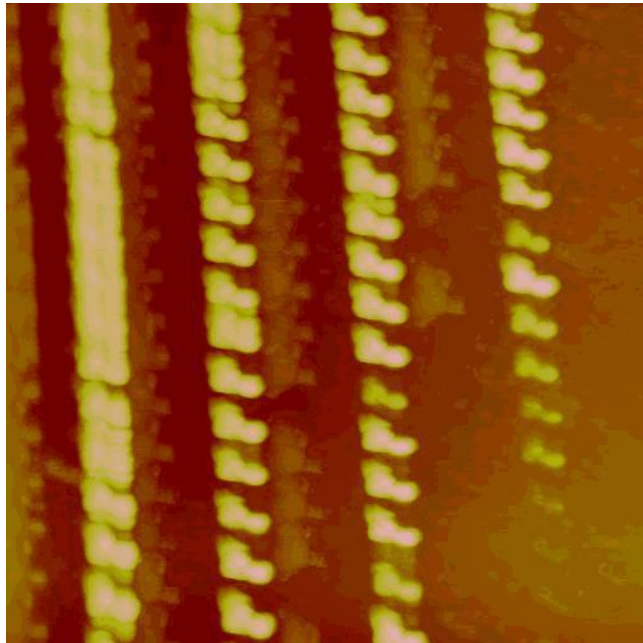
- Asservissement → l'amplitude d'oscillation du cantilever → topographie
- autres informations à partir du déphasage : **mesure de la dissipation d'énergie pointe-surface**
adhésion, visco-élasticité, contamination



Limitations

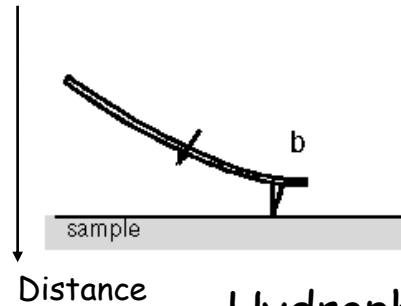
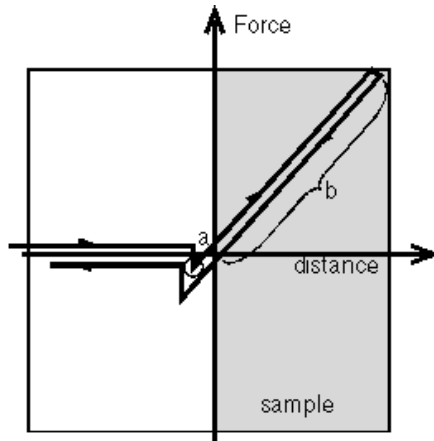


- Convolution de la pointe
 - Limitation de la résolution
 - Double pointe, Contamination de la pointe
 - Défauts du piezo: hystérésis, trainage, couplage X,Y,Z, Linéarité, Vieillessement



Spectroscopie

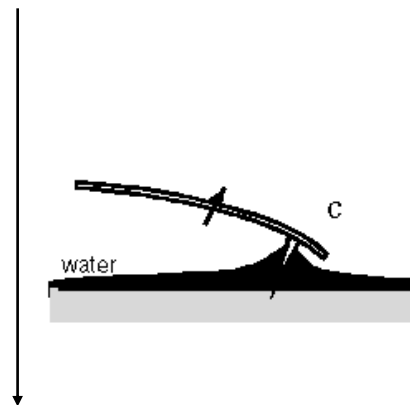
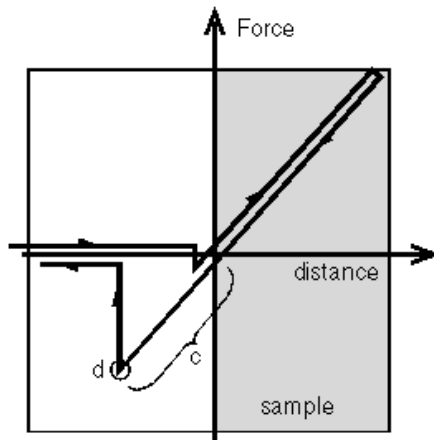
Courbe de Force



Hydrophobe

- Pendant l'approche on observe sur le diagramme force-distance $F(z)$ une première phase horizontale qui indique qu'il n'y a pas de contact.

Suivant l'état de surface il y a attraction de la pointe (VdW) avant le contact et adhésion après.
 ⇒ mesure force d'adhésion

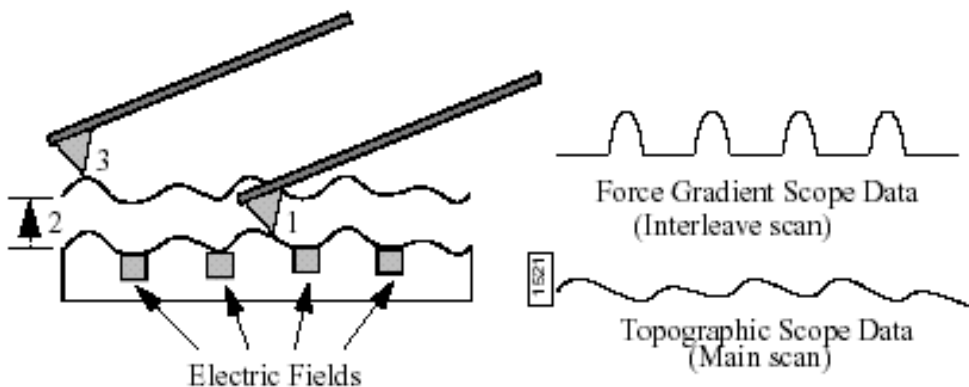


Hydrophile

- Ensuite le cantilever touche la surface et dévie le faisceau de façon linéaire

Mesure EFM

- Balayage en 2 passes:
- 1: Acquisition topo (main scan)
- 2: passage à hauteur constante, le cantilever est toujours excité mécaniquement sur son mode propre et on relève **la phase et donc le gradient de force** -> mode EFM et mode MFM (Magnetic)
- Autre possibilité -> Le mode KFM (idem NCAFM mais on excite électrostatiquement sur le mode propre du levier: $\omega_{ES} = \omega_0$)



À la résonance:

$$\tan \varphi \approx \varphi = Q \frac{\Delta \omega}{\omega} = -Q/k \text{ grad} F$$