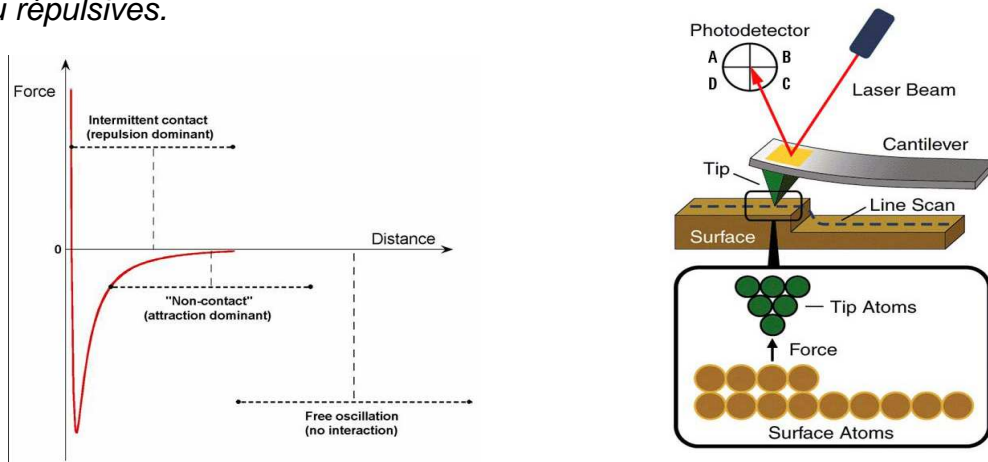
	Responsables : C.Charvillat
	Fiche d'utilisation du microscope AFM AFM/STM modèle 5500 (PicoPlus)
	Site : CIRIMAT/ENSIACET

I - Description

Domaine d'application : Le **microscope à force atomique** est un type de **microscope à sonde locale** qui sert à visualiser la topographie de la surface d'un échantillon. Le principe se base sur les interactions à faibles distances entre l'échantillon et une pointe montée sur un micro levier. Ces interactions pouvant être attractives (force de Van der Waals) ou répulsives.



La pointe balaie la surface à représenter, et l'on agit sur sa hauteur selon un paramètre de rétroaction. Un ordinateur enregistre cette hauteur et peut ainsi reconstituer une image de la surface.

Responsables scientifiques : Claire TENDERO (CIRIMAT) ; Philippe TORDJEMAN(IMFT) ; Zarel VALDEZ (LAPLACE);
 Responsable technique et formation : Cédric CHARVILLAT (CIRIMAT, tel : 0534323457)),

Documents : Les documents techniques de l'appareil sont accessibles sous forme informatiques sur le PC d'acquisition.

Condition, modalités d'utilisation : Le microscope AFM est un appareil accessible aux différents laboratoires de la fédération FERMAT. Son utilisation ne peut se faire qu'après avoir suivi une formation, soit assurée par la société SCIENTEC, soit assurée par le responsable technique de l'appareil. Les pointes utilisées étant des consommables, chaque utilisateur doit se présenter avec ses pointes.

Les utilisateurs doivent remplir le cahier de suivi à la fin de chaque utilisation du microscope, enlever sa pointe et remettre l'appareil dans la configuration matériel et logiciel d'origine.

Une analyse se fait préférentiellement sur des matériaux ayant une faible rugosité de surface et ayant été préalablement dégraissé avec un solvant.

Hygiène et sécurité : Le système utilise une diode laser de type 2. Ne pas regarder directement le faisceau laser. Nettoyer le poste de travail après utilisation.

Méetrologie : Dans les conditions de la salle (mesures 'à l'air' chargé d'humidité, bruits thermique, acoustique et électromagnétique, état de la pointe), la résolution du microscope et de plusieurs nanomètres en x,y et inférieur au nanomètre en z. Les piézoélectriques sont calibrés deux fois par an à l'aide d'une grille de calibration.

II - Procédure d'utilisation

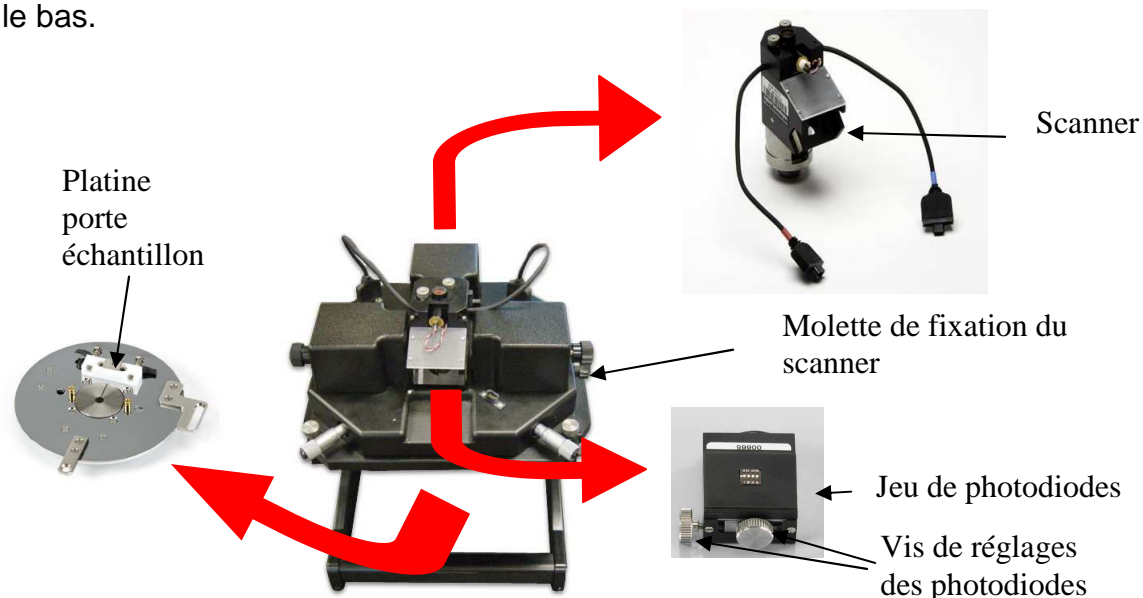
1. Mise en place de la pointe.

Il existe différents types de pointes selon les mesures que l'on compte effectuer :

- pointes contact
- pointes AFM résonnant 'tapping'
- pointes métallisées pour mesures de champ électrique ou magnétique
- pointes fonctionnalisées

Quel que soit le type de pointe utilisée, elles se montent de la même façon sur le microscope en suivant les recommandations suivantes :

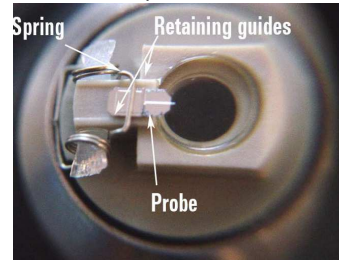
1. Allumer le système (un bouton derrière le contrôleur AFM sous la table, puis un bouton derrière le contrôleur électronique sur la table puis le PC d'acquisition et le logiciel PicoView).
2. Eteindre le laser, retirer la platine porte échantillon.
3. Débrancher le jeu de photodiodes (prise verte) et le retirer en le faisant glisser par le bas.



4. Débrancher le scanner du microscope (prises rouge et bleu) et le dévisser avec la molette à droite à ne pas confondre avec les axes du moteur pas à pas.
5. Retirer délicatement le scanner par le haut et le disposer sur son support métallique.

Fiche d'utilisation du microscope AFM AFM/STM modèle 5500 (PicoPlus)

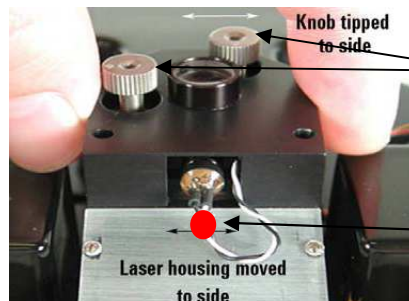
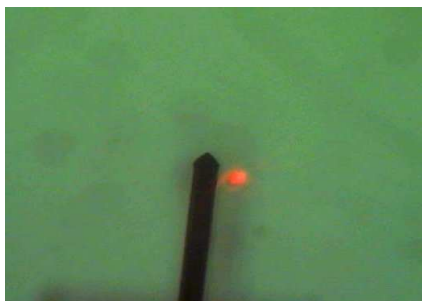
6. A l'aide du petit outil, relever le ressort de la pointe et introduire une nouvelle pointe dans la même position que celle de la boîte (pointe dirigée vers le haut).



7. Relâcher le ressort.
8. Replacer le scanner dans le microscope, resserrer la molette et rebrancher les prises rouge et bleu.


2. Réglages du laser.

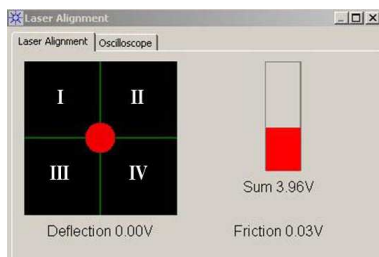
1. A l'aide de la caméra optique placée sur le microscope, focaliser vous sur la pointe en s'assurant qu'il ne s'agisse pas d'une réflexion.
2. Allumer le laser et déplacer le jusqu'à ce qu'il vienne se réfléchir sur le cantilever de la pointe. Le réglage est optimum lorsque l'on observe le réflexion du laser sur le verre dépoli du microscope sous la forme d'une tâche vive et nette.



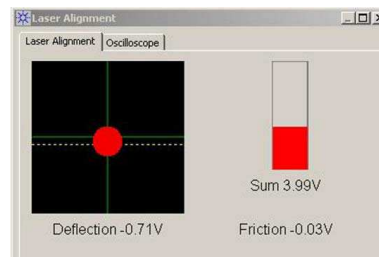
Vis de réglages du laser

Empreinte du laser sur le verre dépoli

3. Monter le jeu de photodiodes et le brancher (prise verte)
4. Dans le logiciel d'acquisition PicoView, choisir son mode d'acquisition puis ouvrir la fenêtre laser alignement .



Mode 'tapping'



Mode contact

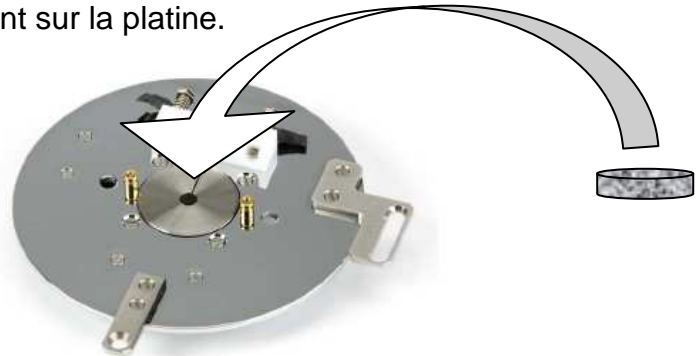
5. Ajuster les vis de réglages des photodiodes jusqu'à ce que l'empreinte du laser soit au milieu des 4 zones dans le cas d'une mesure en mode 'tapping' et au milieu sur

	Responsables : C.Charvillat
	Fiche d'utilisation du microscope AFM AFM/STM modèle 5500 (PicoPlus)
	Site : CIRIMAT/ENSIACET

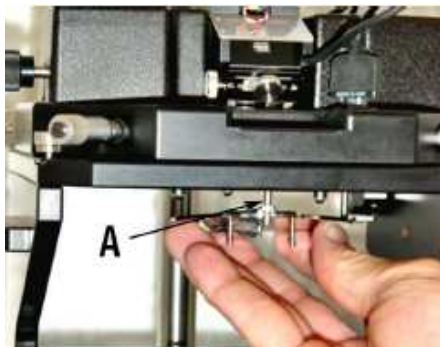
la ligne pointillé jaune dans le cas d'une mesure en mode contact.

3. Approche de la pointe sur l'échantillon.


1. Placer votre échantillon au milieu de la platine. Pour un échantillon stable, il n'est pas nécessaire de le coler. La platine étant magnétique, il est également possible de coller l'échantillon sur un disque métallique fourni et de placer l'ensemble sur la platine. Ne pas coler directement sur la platine.




2. Placer la platine sous le microscope en s'assurant qu'il y est suffisamment d'espace pour que l'échantillon ne touche pas la pointe. Le cas échéant, descendre la platine motorisée en appuyant sur 'OPEN' sur le contrôleur.



Contrôle de la hauteur de la platine porte échantillon

3. Dans le logiciel PicoView, choisir Controls et camera view.
4. A l'aide de la camera, focalisez vous sur le cantilever puis sur l'échantillon et choisir sa zone d'analyse avec les vis micrométriques a l'avant du microscope. Réglez vous à nouveau sur le cantilever mais légèrement défocalisé en dessous de celui-ci. Montez la platine porte échantillon jusqu'à ce que l'échantillon apparaisse net.
5. Si l'acquisition se fait en mode 'tapping', choisir dans controls: AC Mode Tune puis cliquer sur Auto Tune. Le logiciel fait vibrer la pointe et trouve la fréquence de résonance de celle-ci. Si l'acquisition se fait en mode contact, régler le setpoint à 0 dans la fenêtre Servo.
6. Cliquer sur le bouton d'approche de la pointe .

	Responsables : C.Charvillat
	Fiche d'utilisation du microscope AFM AFM/STM modèle 5500 (PicoPlus)
	Site : CIRIMAT/ENSIACET

4. Lancement et acquisition d'une mesure.

La pointe est désormais en contact, la fenêtre affichant la course de déplacement en hauteur du porte échantillon a disparue ainsi que la fenêtre faisant apparaître la position du laser sur les photodiodes.

1. Dans scan and motor, régler la fenêtre de scan sur 1 micron pour commencer et la vitesse de scan à 1 ligne/seconde. Mettre les offsets à 0.
2. Dans Servo, régler les valeurs des gains intégral et proportionnel. Par défaut, choisir

	Mode contact	Mode 'tapping'
Gain intégral (Ig)	5	1
Gain proportionnel (Pg)	20	3


3. Lancer le balayage du scan vers le haut ▲ ou vers le bas ▼.
4. Dans controls, choisir trace/retrace et vérifier que la pointe suit bien la même topographie à l'aller et au retour. Le cas échéant, modifier **légerement** les valeurs de setpoint: pour appuyer plus fortement la pointe sur l'échantillon, augmenter cette valeur en mode contact ou baisser la en mode tapping.
5. Toujours dans la fenêtre Trace/Retrace, sélectionner 'Déflexion' en mode contact ou 'Amplitude' en mode 'tapping'. Ces signaux sont les signaux d'erreurs de la boucle d'asservissement du piezoélectrique Z: il doivent être le plus bas possible et sont influencés par les valeurs de gains rentrés.
6. Enfin, dans 'controls' choisir imaging. Une large fenêtre s'ouvre sur l'écran de droite dans laquelle on peut choisir la visualisation des différents signaux issus du balayage de la pointe. Il est possible de soustraire à ces signaux un polynôme de n ordre et de visualiser le signal à l'aller ou au retour de la pointe. Pour actualiser les échelles, cliquer sur 🔍.
7. Pour enregistrer les images, il existe différentes possibilités:
 - 'save' enregistre les images à la fin du balayage dans un fichier précédemment établi.
 - 'save as' enregistre les images à la fin du balayage dans un fichier à définir.
 - 'save now' enregistre les images en court dans un fichier précédemment établi.
 - 'save now as' enregistre les images en court dans un fichier à définir.
 - 'auto save' enregistre automatiquement les images à la fin de chaque balayage dans un fichier précédemment établi.
8. Les images peuvent être traités avec différents logiciels afin de les mettre en forme et de récupérer des informations comme l'extraction de profils ou de rugosité. Les logiciels sont PicoImage (dans 'controls', utilisable seulement avec la clé USB de protection de licence), Gwyddion et WsxM, téléchargeables gratuitement sur internet.

Fiche d'utilisation du microscope AFM AFM/STM modèle 5500 (PicoPlus)

6.Spectroscopie.

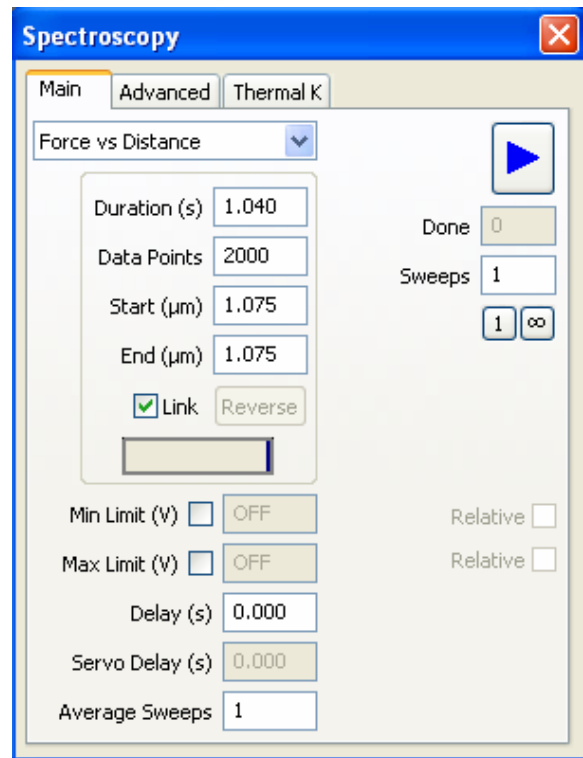
Il est possible de faire, à un endroit précis de l'échantillon, une mesure de spectroscopie:


- force en fonction de la distance pointe échantillon (en mode contact)
- amplitude en fonction de la distance (en mode 'tapping')
- courant en fonction de la distance (en mode STM).
- courant en fonction de la tension entre la pointe et l'échantillon (en mode STM).

1. Faire un balayage de votre échantillon et arrêtez la mesure. Dans le menu Scan and Motor, cliquez sur 'advanced' et cochez 'Tip Lift' puis cliquez sur le menu spectroscopie .

2. Dans le menu spectroscopie, rentrez:

- le type de spectroscopie que vous voulez faire.
- le temps de la mesure (duration).
- le nombre de points de mesure.
- le début et la fin de course du piezzoélectrique Z
 - la case à cocher 'link' permet de maintenir constant le différence entre le début et la fin de course du piezzoélectrique Z.
 - les limites en volt de la détection pour que la mesure s'arrête.
 - le temps de relaxation avant que le piezzoélectrique Z commence sa course (delay).
 - le nombre d'aller-retour du piezzoélectrique Z pour faire une courbe de mesure moyennée (sweep average).
 - le nombre de mesures consécutives (sweep).
 - la case à cocher 'relative' permet de faire des mesures successives avec la même échelle en Y (position du piezzoélectrique Z).



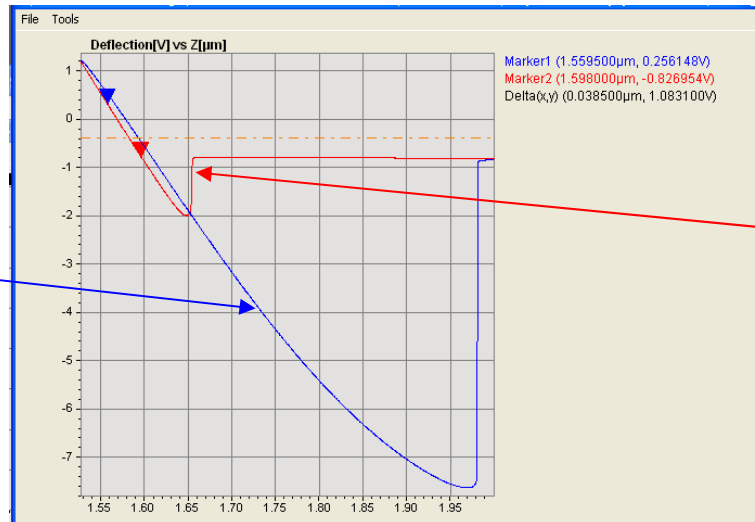
3. Après avoir placé la pointe à l'endroit voulu de l'échantillon en déplaçant la croix rouge sur la fenêtre d'acquisition, lancez une mesure en cliquant sur .

4. Si la courbe n'apparaît pas directement, cliquez sur 'tools' et sur 'zoom extents'.

5. Pour les mesures de force en mode contact, la courbe donne la déflexion du levier en volt en fonction du déplacement du piézoélectrique Z. Pour convertir cette valeur en nN, il faut passer par les étapes suivantes :

- faire une mesure de spectroscopie sur une zone très dur, incompressible.
- déplacer les curseurs (cliq droit) sur la partie linéaire de la courbe d'approche de la pointe.

Forces d'adhésion lors du retrait de la pointe



Forces attractives lors de l'approche de la pointe

- dans la fenêtre de spectroscopie, cliquez sur 'advanced' puis sur déflexion sensitivity. Le logiciel converti la tension lue sur les photodiodes en déplacement du cantilever en nm.
- désengagez ensuite la pointe puis faire une mesure du bruit thermique en cliquant sur thermal K dans la fenêtre spectroscopie. En cliquant sur apply, le logiciel converti le déplacement du cantilever en une force.

7. Modes électriques dérivés.

7.1 Le Mode KFM.

Le mode KFM est un mode de microscopie sensible aux potentiels de surface de l'échantillon observé. L'utilisation de ce mode nécessite l'utilisation d'une pointe spécifique dont il faut préalablement trouver la fréquence de résonance, comme lors du mode 'tapping'.

- dans mode, choisir KFM am modulation
- dans AC Mode Tune, cliquer sur Auto Tune afin de trouver la fréquence de résonance
- dans la fenêtre ACAFM Controls, la fréquence de résonance est sélectionnée dans Main.
- Dans l'onglet KFM, la fréquence d'excitation électrique doit être éloignée de la fréquence de résonance (ex:10 kHz).
- Choisir au départ les paramètres de régulation suivant:
 $I = 3\%$ et $P = 3\%$
- Engagez la pointe sur la surface. Une fois celle-ci en contact, cliquez sur OPTIMIZE.
- Pour visualiser le signal KFM, ouvrir une fenêtre de visualisation et sélectionner le signal SP.

	<i>Responsables : C.Charvillat</i>
	Fiche d'utilisation du microscope AFM AFM/STM modèle 5500 (PicoPlus)
	<i>Site : CIRIMAT/ENSIACET</i>

- Lancer le balayage de la pointe et ajuster le drive (KFM), la vitesse de balayage et si nécessaire les paramètres PID (ACAFM et KFM), et le setpoint dans SERVO.