

CARTOGRAPHIE ET SPECTROSCOPIE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES À L'ÉCHELLE DU NANOMÈTRE PAR SPECTROMÉTRIE ACOUSTIQUE LOCALE À FRÉQUENCE VARIABLE

THÈSE N° 2278 (2000)

PRÉSENTÉE AU DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE

POUR L'OBTENTION DU GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

PAR

Emmanuel DUPAS

Ingénieur physicien diplômé EPF
de nationalité française

acceptée sur proposition du jury:

Dr G. Gremaud, directeur de thèse
Prof. W. Benoit, rapporteur
Dr J.-L. Loubet, rapporteur
Prof. F. Lévy, rapporteur
Dr P. Richard, rapporteur

Lausanne, EPFL
2000

*«Les faits ne sont pas importants.
Cherche plutôt ce qui les relie.»*

Merci papa!

VERSION ABRÉGÉE

Ce travail a pour but de compléter le développement du spectromètre mécanique local entamé par F. Oulevey lors de sa thèse. Plus précisément, il s'agit ici de mettre au point la mesure de l'amplitude et du déphasage de la déformation en fonction de la fréquence de la contrainte appliquée. Parallèlement au développement des aspects techniques rendant possible l'acquisition de tels spectres, le modèle utilisé pour l'analyse des quantités mesurées est également modifié afin de rendre compte de façon plus réaliste du système étudié.

Le spectromètre mécanique local est réalisé à partir d'un microscope à force atomique (AFM) utilisant la méthode de détection optique de la déflexion du levier. La contrainte est appliquée localement sur l'échantillon à l'aide d'un transducteur fixé à la base du levier. La bande passante de l'électronique du microscope ne permettant d'enregistrer les mouvements du levier que pour des fréquences inférieures au MHz, deux approches différentes ont été suivies pour étendre cette plage fréquentielle.

La première approche exploite la non-linéarité du contact pour réaliser, par mixing mécanique, la conversion des signaux haute fréquence vers des signaux basse fréquence. Ce travail démontre la faisabilité de cette approche, ainsi que ses limites, qui tiennent principalement à la difficulté d'analyser de manière fiable les résultats obtenus.

La deuxième approche fait appel à la détection stroboscopique du mouvement du levier. L'intensité du faisceau laser utilisé pour détecter la déflexion du levier est modulée par un signal de fréquence proche de celle de la contrainte appliquée. L'amplitude du signal enregistré à la différence des deux fréquences est alors l'amplitude du mouvement haute fréquence du levier. La gamme fréquentielle accessible au moyen de cette méthode n'est limitée que par la bande passante du transducteur utilisé pour l'excitation.

Le modèle permettant de relier les quantités mesurées (amplitude et phase de la déformation) aux propriétés mécaniques souhaitées (élasticité et amortissement) est celui d'une poutre encastrée à une extrémité, munie d'une pointe attachée en un point quelconque du levier. Cette pointe est en interaction avec l'échantillon via un ressort et un amortisseur en parallèle décrivant l'interaction normale et deux éléments semblables décrivant l'interaction dans le plan de l'échantillon.

Combiné à la détection stroboscopique, ce modèle permet la détermination quantitative de l'élasticité d'échantillons durs. De nombreux résultats obtenus sur une large gamme d'échantillons exhibant des propriétés mécaniques très variées sont présentés, et démontrent le bien-fondé de l'approche stroboscopique qui allie simplicité et efficacité.

THESIS ABSTRACT

This work aims at completing the development of local mechanical spectroscopy as initiated by F. Oulevey during his thesis. More precisely, the measurement of the amplitude and phase lag of the strain as a function of the applied stress frequency has to be settled. Parallel to the development of the technical aspects making such an acquisition possible, the model used to analyze the measured quantities is modified in order to describe the studied system more realistically.

The local mechanical spectrometer is based on an Atomic Force Microscope (AFM) using an optical method to detect the deflection of the lever. The stress is applied locally on the sample by a transducer fixed at the base of the cantilever. The bandwidth of the microscope's electronics does not allow one to detect the cantilever movement at frequencies higher than the MHz. Two different approaches are followed to overcome this limit.

The first approach exploits the nonlinearity of the contact to down-convert, via mechanical mixing, the high-frequency signals into low-frequency ones. This work demonstrates the feasibility of this technique, as well as its limits, mainly due to the difficulty to analyze confidently the obtained results.

The second approach takes advantage of the stroboscopic detection of the movement of the cantilever. The intensity of the laser used to detect the deflection of the cantilever is modulated at a frequency close to the applied stress frequency. The amplitude of the signal recorded at the difference frequency corresponds then to the high-frequency amplitude of the cantilever movement. The frequency range attainable with this method is only limited by the bandwidth of the transducer providing the excitation.

The model connecting the measured quantities (strain amplitude and phase lag) to the desired mechanical properties (elasticity and damping) consists in a beam clamped at one end, with a tip attached at some point along its length. The tip itself is connected to the sample via a spring and a dashpot in parallel, representing the normal interaction, and a spring and a dashpot in parallel representing the interaction in the plane of the sample.

Combined with the stroboscopic detection, this model enables one to quantitatively determine the elastic modulus of stiff samples. Many results obtained on a wide range of samples exhibiting very diverse mechanical properties are presented. They demonstrate the validity of the stroboscopic approach, which combines simplicity of use and efficiency.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|--|----|
| I. INTRODUCTION | 13 |
| 1. Importance de la technique de spectrométrie mécanique | 13 |
| 2. Comment réaliser une mesure locale? | 14 |
| 3. Buts de ce travail | 14 |
| II. LES MICROSCOPIES À CHAMP PROCHE | 15 |
| 1. Généralités | 15 |
| 2. Le microscope à effet tunnel | 16 |
| 3. Le microscope à force atomique | 18 |
| 4. Le microscope optique à champ proche | 21 |
| 5. Autres microscopes à champ proche | 22 |
| 6. Les microscopies acoustiques à champ proche | 22 |
| 6.1 L'Ultrasonic Force Microscope (UFM) | 22 |
| 6.2 Le Scanning Microdeformation Microscope (SMM) | 23 |
| 6.3 Le Microscope Acoustique à Force Atomique (AFAM) | 24 |
| 6.4 Le Microscope Hétérodyne à effet de Force (HFM) | 25 |
| 6.5 Le Microscope à Balayage à Accélération Locale (SLAM) | 25 |
| III. LA MÉCANIQUE DU CONTACT | 27 |
| 1. Généralités | 27 |
| 2. Les différentes mécaniques du contact | 27 |
| 2.1 La mécanique Hertzienne | 27 |
| 2.2 Les théories modernes | 30 |
| a) Derjaguin-Muller-Toporov (DMT) | 30 |
| b) Johnson-Kendall-Roberts (JKR) | 31 |
| c) Maugis | 31 |
| 2.3 Comparaison des différentes théories | 32 |
| 3. Non linéarité de la courbe charge-indentation | 33 |
| 3.1 Approximation linéaire | 33 |
| 3.2 Prise en compte de la non linéarité, concept de mixing mécanique | 34 |

| | |
|--|----|
| IV. LE SPECTROMÈTRE LOCAL, MESURES À TEMPÉRATURE VARIABLE | 37 |
| 1. Principe | 37 |
| 2. Montage expérimental | 38 |
| 3. Modèle | 38 |
| 4. Résultats principaux | 41 |
| 4.1 Imagerie | 41 |
| 4.2 Spectroscopie | 41 |
| 5. Limites de cette approche | 43 |
| 5.1 La poutre | 43 |
| 5.2 La mécanique du contact | 45 |
| 5.3 L'échantillon | 45 |
| 5.4 La plage de température | 45 |
| 5.5 La plage de fréquence | 46 |
| 6. Buts du présent travail | 46 |
| | |
| V. LE SPECTROMÈTRE LOCAL, MESURES À FRÉQUENCE VARIABLE | 47 |
| 1. Pourquoi développer un nouvel appareil? | 47 |
| 2. Le mixing mécanique, une approche non-linéaire | 48 |
| 2.1 Modélisation | 48 |
| 2.2 Montage expérimental | 51 |
| 2.3 Résultats | 52 |
| a) <i>Effet de l'amplitude d'excitation</i> | 53 |
| b) <i>Effet de la charge appliquée sur le contact</i> | 57 |
| c) <i>Effet du taux d'humidité</i> | 58 |
| d) <i>Effet de la raideur du levier</i> | 60 |
| 2.4 Détection du déplacement quasi-statique de la pointe | 61 |
| a) <i>Montage expérimental</i> | 61 |
| b) <i>Modèle</i> | 61 |
| c) <i>Résultats</i> | 61 |
| 2.5 Discussion | 62 |
| 3. La détection stroboscopique, une approche linéaire | 63 |
| 3.1 Principe | 63 |
| 3.2 Développement théorique de la détection homo- et hétérodyne | 64 |
| 3.3 Montages expérimentaux | 66 |
| a) <i>Schémas de principe</i> | 66 |
| i) Détection homodyne | 66 |
| ii) Détection hétérodyne, sans détection synchrone | 68 |
| iii) Détection hétérodyne, avec détection synchrone | 69 |

| | |
|---|-----|
| b) <i>Montages détaillés</i> | 70 |
| i) Introduction de la modulation optique | 70 |
| ii) Excitation acoustique | 72 |
| iii) Détection des signaux | 75 |
| c) <i>Comparaison des trois méthodes</i> | 76 |
| 3.4 Résultats | 78 |
| a) <i>Imagerie</i> | 78 |
| b) <i>Spectroscopie</i> | 78 |
| 3.5 Applications possibles de la technique | 79 |
| | |
| VI. LE MODÈLE | 81 |
| 1. Pourquoi un nouveau modèle? | 81 |
| 2. Description du modèle | 81 |
| 3. Influence des divers paramètres sur la réponse | 85 |
| 3.1 Le levier libre | 86 |
| a) <i>Effet de ε, la position du laser sur le levier</i> | 86 |
| b) <i>Effet de l'angle α</i> | 87 |
| c) <i>Effet de β, la position de la pointe sur le levier</i> | 88 |
| d) <i>Effet de k_p, le ressort à l'origine</i> | 88 |
| e) <i>Effet de l_{tip} et m_{tip}, la longueur et la masse de la pointe</i> | 89 |
| f) <i>Effet des dimensions du levier, a, b et L</i> | 89 |
| g) <i>Remarques générales</i> | 91 |
| 3.2 Le levier en interaction avec une surface | 91 |
| a) <i>Effet de la longueur de la pointe</i> | 93 |
| b) <i>Effet de β, la position de la pointe le long du levier</i> | 94 |
| c) <i>Effet de α, l'angle entre le levier et l'échantillon</i> | 94 |
| d) <i>Effet de k_p, le ressort à l'origine</i> | 98 |
| e) <i>Remarques générales</i> | 98 |
| 3.3 Effet de l'amortissement | 99 |
| 4. Exploitation du modèle | 101 |
| 5. Confrontation à l'expérience | 103 |
| 6. Justification de la mesure haute fréquence | 105 |
| | |
| VII. QUELQUES ÉCHANTILLONS | 107 |
| 1. PVC-PB | 107 |
| 1.1 Spectrométrie | 108 |
| 1.2 Imagerie | 110 |
| 1.3 Résumé des observations | 114 |

| | |
|---|-----|
| 2. WC-Co | 114 |
| 2.1 Spectrométrie | 115 |
| 2.2 Imagerie | 117 |
| 2.3 Résumé des observations | 120 |
| 3. Composite Carbone-Carbone | 120 |
| 3.1 Spectrométrie | 121 |
| 3.2 Imagerie | 123 |
| 3.3 Résumé des observations | 135 |
| 4. HDP (High Density Plasma) | 135 |
| 4.1 Spectrométrie | 137 |
| 4.2 Imagerie | 140 |
| 4.3 Résumé des observations | 144 |
| 5. NiTi-époxy | 144 |
| 5.1 Spectrométrie | 145 |
| 5.2 Imagerie | 146 |
| 5.3 Résumé des observations | 147 |
| | |
| VIII. DISCUSSION GÉNÉRALE | 149 |
| 1. Remarques générales | 149 |
| 2. Grandeurs accessibles | 151 |
| 2.1 Elasticité | 151 |
| 2.2 Amortissement | 152 |
| 3. Imagerie de surface ou sous-surfacique? | 152 |
| 4. Contraste LFM induit par la vibration du levier | 153 |
| 5. Le microscope stroboscopique: autres applications possibles | 153 |
| | |
| IX. CONCLUSION | 155 |
| | |
| ANNEXES | 157 |
| 1. Propriétés mécaniques | 157 |
| 1.1 Les modes de déformation | 157 |
| <i>a) Définitions</i> | 157 |
| <i>b) Interprétation phénoménologique</i> | 157 |
| 1.2 L'amortissement | 158 |
| 1.3 Techniques courantes de mesure des propriétés mécaniques | 159 |
| <i>a) L'essai de traction</i> | 159 |
| <i>b) L'essai de fluage</i> | 160 |
| <i>c) Autres essais</i> | 160 |

| | |
|--|------------|
| 1.4 Mesure dynamique, le spectromètre mécanique | 161 |
| 2. Liste complète des appareils utilisés | 162 |
| 2.1 Microscopes à Force Atomique | 162 |
| 2.2 Générateurs | 162 |
| 2.3 Détecteurs Synchrones | 162 |
| 2.4 Filtres | 162 |
| 2.5 Unité d'acquisition | 162 |
| 2.6 Mixer | 162 |
| 2.7 Thermo-hygromètre | 162 |
| 3. Fonction décrivant le comportement du modèle | 163 |
| | |
| BIBLIOGRAPHIE | 167 |
| | |
| LISTE DES PUBLICATIONS | 175 |
| | |
| REMERCIEMENTS | 177 |
| | |
| CURRICULUM VITAE | 179 |

Ce chapitre introductif expose l'état de la technique de mesure locale des propriétés mécaniques avant le début de ce travail. Les motivations pour une amélioration de cette technique sont présentées, ainsi que les moyens d'y parvenir. Enfin, le plan de ce travail est également exposé.

1. Importance de la technique de spectrométrie mécanique

Le spectromètre mécanique est un outil permettant l'étude non-destructive des propriétés mécaniques d'un matériau donné. Plus précisément, la réponse d'un échantillon soumis à une contrainte cyclique est mesurée en fonction de la fréquence de la contrainte appliquée, de son amplitude, ou d'un autre paramètre externe (température par exemple). Les mécanismes microscopiques responsables de la déformation macroscopique sont ensuite identifiés grâce à leur signature sur les spectres obtenus (voir annexe-1.4, page 161).

L'importance de la spectrométrie mécanique en physique métallurgique ne se discute plus, en raison des nombreux succès obtenus dans l'explication de la déformation anélastique de matériaux très divers, allant des métaux ultra-purs¹ aux composites², en passant par les alliages³.

Néanmoins, dès lors que le matériau n'est plus homogène, il devient difficile de séparer les contributions des différentes phases présentes. Dans le cas des composites par exemple, il est important de connaître à la fois les propriétés mécaniques de chacune des phases, mais également des interfaces entre celles-ci, afin de pouvoir améliorer les propriétés du matériau complet⁴. Dans cette optique, le développement d'un spectromètre mécanique local apparaît comme une suite logique de celui du spectromètre mécanique global.

Afin d'accéder aux propriétés mécaniques individuelles des diverses phases, il faut disposer d'un outil qui permette d'imager la surface de l'échantillon avant et après la mesure spectrométrique de façon à pouvoir choisir l'endroit précis où la mesure va être faite. Un spectromètre mécanique local sera donc obligatoirement un microscope en même temps qu'un spectromètre. Deux modes d'acquisition de données découlent de ceci, la prise d'images à paramètres extérieurs constants, et l'acquisition de spectres à position fixée.

La possibilité d'imager la surface des échantillons pour différentes valeurs de la température, de la fréquence d'application de la contrainte, de l'amplitude de celle-ci notamment, permet de vérifier

l'homogénéité d'une transition de phase par exemple⁵, et également de relier la structure aux propriétés mécaniques de l'échantillon.

2. Comment réaliser une mesure locale?

La technique d'imagerie choisie pour réaliser le spectromètre mécanique local est basée sur un microscope à force atomique (AFM). Celui-ci présente principalement deux avantages: d'une part, sa très haute résolution permettra l'étude de phases sub-microniques dans des matériaux multiphasés; d'autre part, son principe de fonctionnement, détaillé au chapitre II, rend évident le mode d'application de la contrainte localisée sur l'échantillon, ainsi que la mesure de sa déformation. En contrepartie, l'échelle extrêmement réduite du contact (rayon de contact de l'ordre du nanomètre) complique beaucoup l'interprétation des résultats obtenus, et nécessite le recours à une mécanique du contact microscopique.

3. Buts de ce travail

Instrumentalement, la mise au point du spectromètre mécanique local a été effectuée en deux temps, avec tout d'abord le développement de la mesure à température variable⁶, et ensuite de la mesure à fréquence variable, dans ce travail. L'intégration de ces deux développements dans un seul appareil complète la mise au point.

Ainsi, ce rapport présentera, au chapitre II, les différents types de microscopes à champ proche, à la base du développement du spectromètre mécanique local. Le chapitre III exposera les principales théories décrivant la mécanique microscopique du contact, qui serviront à l'analyse des spectres mécaniques locaux. Dans le chapitre IV, le principe de fonctionnement du spectromètre mécanique local à température variable et les principaux résultats obtenus grâce à celui-ci seront présentés. Le chapitre V détaillera les deux approches suivies pour mettre au point la mesure à fréquence variable, et le chapitre VI le modèle développé pour décrire la réponse du système levier-pointe-échantillon à la contrainte. Le chapitre VII présentera les résultats de spectrométrie et d'imagerie à fréquence variable obtenus sur une variété d'échantillons, qui seront discutés au chapitre VIII. Finalement, les conclusions principales de ce travail et les applications futures possibles de la spectrométrie mécanique locale seront résumées au chapitre IX.

CHAPITRE II **LES MICROSCOPIES À CHAMP PROCHE**

Ce chapitre introduit la notion de champ proche et présente les types de microscope à champ proche les plus courants. Les grandeurs accessibles à la mesure dans chacun des cas seront définies, ainsi que les avantages et inconvénients respectifs de chacune des méthodes.

1. Généralités

Le chercheur désirant obtenir une image de la surface de son échantillon dispose aujourd'hui d'une palette de microscopies très large. La plus simple et la plus rapide reste la microscopie optique, mais elle est limitée par sa résolution latérale, de l'ordre de 500 nm au mieux. Ceci est lié à la limite de diffraction, qui veut qu'il soit impossible de séparer deux objets distants de moins d'une longueur d'onde du rayonnement utilisé pour l'observation. Dès lors qu'une résolution latérale meilleure que 500 nm est nécessaire, les techniques de microscopies sont lourdes (microscopie électronique à transmission, à balayage,...) et requièrent une préparation spécifique de l'échantillon.

Les microscopies à champ proche permettent d'augmenter la résolution, sans nécessiter une préparation aussi longue des échantillons que pour la microscopie électronique. L'augmentation de la résolution, au-delà de la limite de diffraction, provient de la diminution drastique de la taille de la sonde. Le facteur limitant la résolution devient non plus la longueur d'onde du rayonnement, mais bien le diamètre de la sonde. Cet effet de super-résolution a déjà été proposé théoriquement pour le microscope optique en 1928⁷, mais sa réalisation pratique n'est effective que depuis le début des années 70⁸. Depuis une vingtaine d'années, la famille des microscopes à champ proche a réellement pris son essor avec le développement d'un grand nombre de microscopes différents tant dans leur mode de fonctionnement que dans les propriétés accessibles à chacun d'eux. Les principaux membres de cette famille sont présentés aux paragraphes suivants.

2. Le microscope à effet tunnel

En 1981, des chercheurs du laboratoire IBM de Rüslikon annoncèrent la mise au point d'un nouveau microscope dont la résolution est suffisante pour imager directement les atomes d'une surface^{9,10}. Ce microscope fonctionne sur un principe connu et prédit depuis le début du siècle par la mécanique quantique, l'effet tunnel¹¹.

Dans une vision classique du monde, un électron se trouvant dans un puits de potentiel ne pourra en sortir que si on lui fournit une énergie suffisante pour vaincre la barrière de potentiel. Cette énergie peut être d'origine thermique, mécanique, électrique... mais doit nécessairement valoir au moins la valeur de la barrière de potentiel.

Dans la vision quantique, un électron piégé dans un puits de potentiel a une probabilité non-nulle d'en sortir, quelle que soit son énergie. Cette particularité est due à la nature double, à la fois ondulatoire et particulaire de l'électron. Les chercheurs d'IBM ont utilisé cette propriété des électrons pour mettre au point leur microscope. Celui-ci consiste simplement en une pointe très effilée (rayon de courbure de l'ordre de 10 nm) que l'on approche de la surface de l'échantillon, jusqu'à ce que des électrons de la pointe "tunnellent" à travers l'espace séparant la pointe de l'échantillon, ou vice-versa. Il faut en effet considérer le milieu séparant la pointe de l'échantillon comme une barrière de potentiel entre les niveaux de conduction des deux matériaux en présence (figure II-1). Dans le cas simplifié où les niveaux de Fermi de l'échantillon et de la pointe sont égaux, le nombre d'électrons passant de la pointe à l'échantillon est égal au nombre d'électrons effectuant le saut opposé. Il n'y a donc pas de courant tunnel résultant. Celui-ci n'apparaît qu'en présence d'une tension appliquée, qui a pour effet d'augmenter la probabilité de tunneler dans un sens par rapport à l'autre.

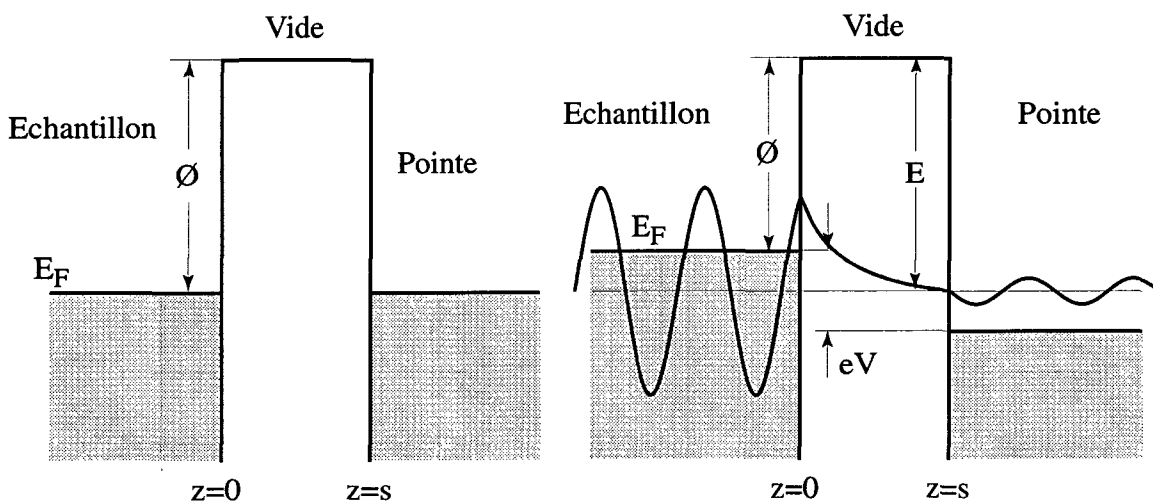


Figure II-1 : Modèle uni-dimensionnel de jonction tunnel. Lorsque deux conducteurs sont en présence l'un de l'autre, séparés d'une distance de l'ordre de l'Å, des électrons peuvent tunneler d'un conducteur à l'autre. Si les niveaux de Fermi (E_F) des deux matériaux sont égaux, et qu'aucune tension V n'est appliquée sur la jonction, alors le courant total est nul. En présence d'une tension appliquée ($V \ll \phi$), il apparaît un courant total non nul.

La très forte dépendance du courant tunnel en fonction de la distance pointe-surface (figure II-2) en fait un paramètre idéal pour l'imagerie. En effet, le courant tunnel décroît d'un facteur 10 pour un éloignement d'environ 1Å. Il sera donc relativement facile de réguler la distance pointe-échantillon, avec une précision d'une fraction d'Å, en gardant constante la valeur du courant tunnel. Ceci

est réalisé (figure II-3) en disposant l'échantillon sur une céramique piézoélectrique, qui assure les déplacements dans les trois directions xyz ^{12, 13}. Celle-ci est alimentée par une boucle de régulation qui compare la valeur du courant tunnel mesuré à la valeur de consigne et augmente ou diminue la tension appliquée au scanner afin de maintenir le courant constant. Cette tension est utilisée pour reconstruire les images de la surface.

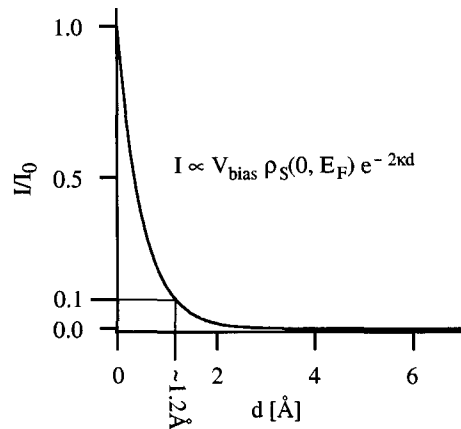


Figure II-2 : Caractéristique courant-déplacement pour une jonction tunnel. La dépendance est exponentielle en fonction de la distance d , et linéaire en fonction de la densité d'états électroniques (ρ_S) et de la tension appliquée (V_{bias}).

Il faut garder à l'esprit que l'image obtenue représente la densité locale des états électroniques, et non pas seulement la position des atomes de la surface¹⁴. Ainsi, une surface qui ne présente pas de marches (figure II-4) peut malgré tout apparaître sur l'image comme une surface non-plate, si, par exemple, deux espèces atomiques différentes sont présentes à la surface.

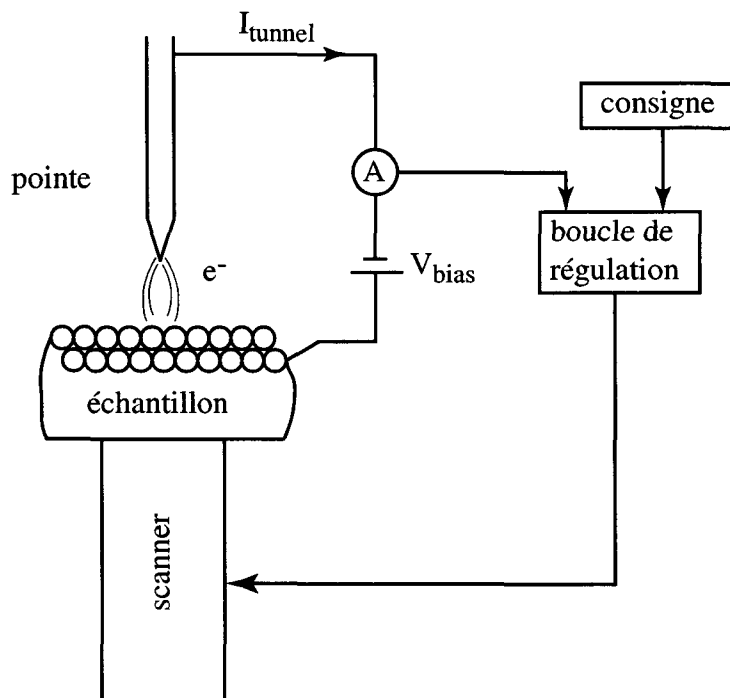


Figure II-3 : Schéma de principe du microscope à effet tunnel. Une pointe est mise en présence d'un échantillon posé sur un scanner. Une tension est appliquée entre les deux matériaux, et le courant tunnel résultant est mesuré. La boucle de régulation gère la tension appliquée au scanner afin de maintenir le courant tunnel constant.

En raison même de son principe de fonctionnement, ce microscope est limité à l'étude des échantillons conducteurs ou semi-conducteurs. Pour pallier à cette limitation, les mêmes chercheurs ont

développé un autre microscope à sonde locale, le microscope à force atomique, présenté au paragraphe suivant.

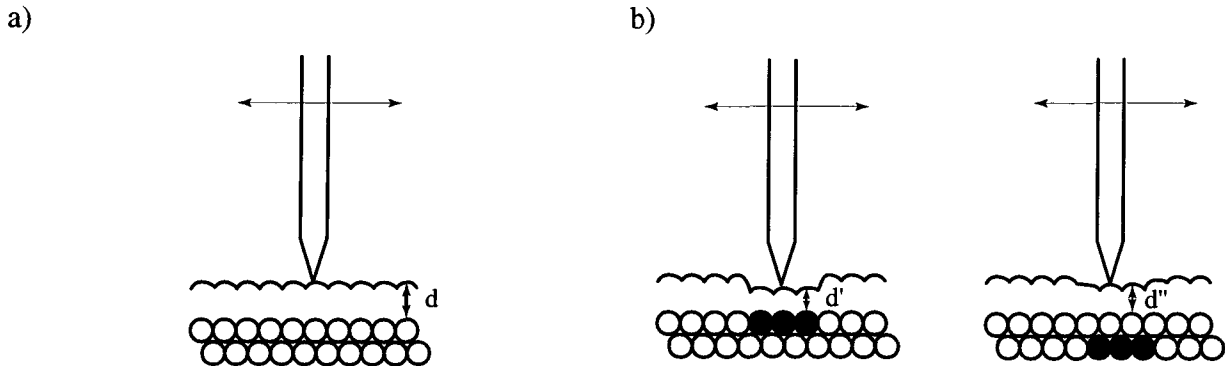


Figure II-4 : a) Trajet de la pointe au-dessus d'une surface plate homogène. b) Trajet de la pointe au-dessus d'une surface plate présentant deux espèces atomiques différentes. Leur densité locale d'états électroniques étant différente, la variation du courant tunnel induite est compensée par une modification de la distance pointe-échantillon. Cet effet est sensible pour les premières couches atomiques seulement.

3. Le microscope à force atomique

Le développement du microscope à force atomique (AFM) a suivi de près celui du microscope à effet tunnel^{15, 16}. L'utilisation de leviers très flexibles a rendu possible la mesure de l'interaction entre une surface et un objet qui s'en approche. La forme de cette interaction est présentée schématiquement dans la figure II-5. A grande distance, l'interaction est nulle. Lors de l'approche, les différentes composantes de cette interaction sont ressenties l'une après l'autre, en premier lieu les interactions à longue distance comme la force de Van der Waals et les forces électrostatiques, puis les interactions à courte distance comme la répulsion des orbitales électroniques¹⁷⁻²⁰. La force totale ressentie par le levier est ainsi nulle, puis attractive et enfin répulsive.

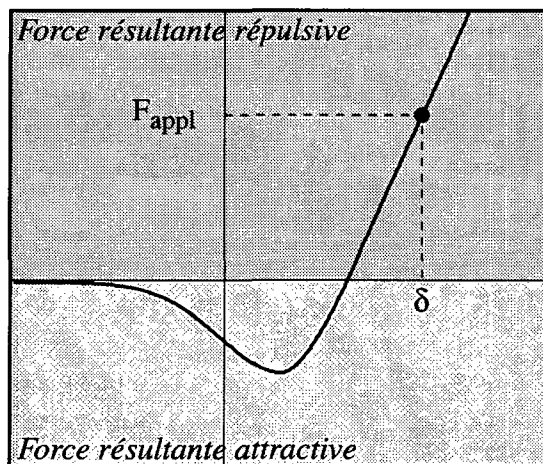


Figure II-5 : Courbe force-déplacement. L'interaction est nulle à longue distance, puis négative (forces attractives), et enfin positive (forces répulsives) après le contact. Le zéro de l'indentation (abscisse) est choisi par convention au point d'inflexion de la courbe.

La force d'interaction, maintenue constante par une boucle de régulation, peut être utilisée comme paramètre pour mesurer la topographie de la surface. Ceci est réalisé (figure II-6) en plaçant l'échantillon sur un scanner piézoélectrique, alimenté par la boucle de régulation, de façon analo-

gue au STM. Le paramètre d'entrée de la boucle de régulation n'est plus le courant tunnel, mais bien la force exercée par le levier sur la surface. Cette force peut être mesurée de différentes manières, la plus courante est une mesure optique, à l'aide d'un faisceau laser réfléchi par le dos du levier et d'une photodiode²¹.

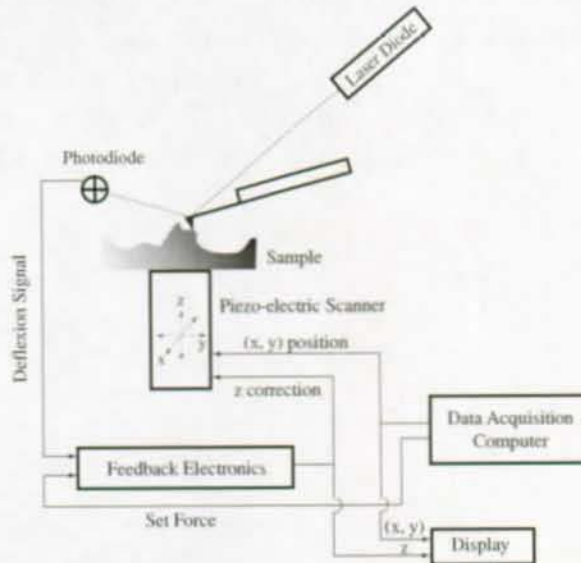


Figure II-6 : Schéma de principe de l'AFM. Le levier est mis en contact avec l'échantillon, et sa déflexion mesurée par la photodiode. Ce signal alimente une boucle de régulation qui pilote la position verticale du scanner. Le balayage xy est imposé par l'ordinateur.

La gamme de forces typique couverte par un AFM se situe entre 1 nN et 100 nN. Ces valeurs très faibles ne peuvent être atteintes qu'en utilisant des leviers très souples. Ceux-ci sont en général réalisés en silicium monocristallin, et leurs raideurs sont de l'ordre de 0.01 N/m à 100 N/m (figure II-7). Le rayon de courbure du bout de la pointe varie entre 10 nm et 50 nm.

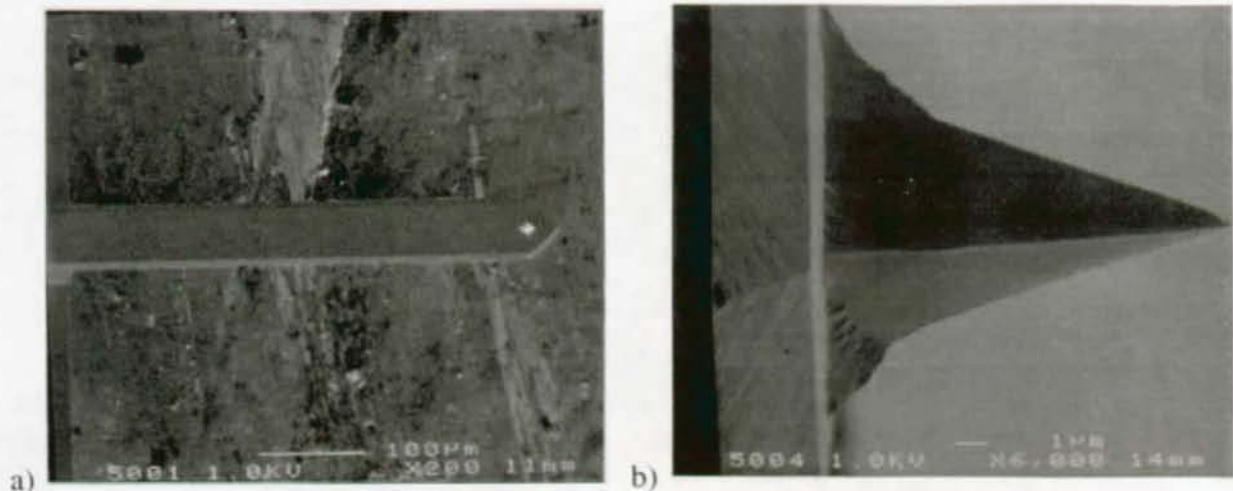


Figure II-7 : Images de microscopie électronique à balayage d'un levier et de sa pointe.

L'utilisation de leviers munis d'une pointe comme capteurs de force permet la mesure non seulement de la force d'interaction normale, via la déflexion du levier, mais également de la force d'interaction latérale, via la torsion du levier. Cette interaction latérale est une mesure du frottement entre la pointe et l'échantillon, et fournit une information complémentaire à la carte topographique de la surface obtenue par la mesure de la déflexion normale du levier²².

Le principal avantage de l'AFM par rapport au STM est sa grande versatilité. Il peut en effet être utilisé sur presque n'importe quel type d'échantillons, conducteurs ou non. Il fonctionne aussi bien sous vide²³⁻²⁵, sous atmosphère contrôlée ou sous atmosphère ambiante, et même sous liquide^{26, 27}, ce qui permet d'envisager l'étude d'échantillons fragiles (ne supportant pas le vide), voire vivants (nécessitant un milieu liquide spécifique)²⁸.

Dans cette optique, un mode de fonctionnement de l'AFM est particulièrement adapté à l'étude des échantillons fragiles. Le mode de "contact intermittent" minimise la force d'interaction latérale entre la pointe et la surface, en faisant vibrer la pointe à une faible distance de la surface²⁹. Faible signifie ici que la pointe est assez proche pour que les forces attractives (figure II-5) soient ressenties, mais suffisamment loin pour que la plus grande partie d'un cycle de vibration se passe hors du contact direct avec l'échantillon (figure II-8).

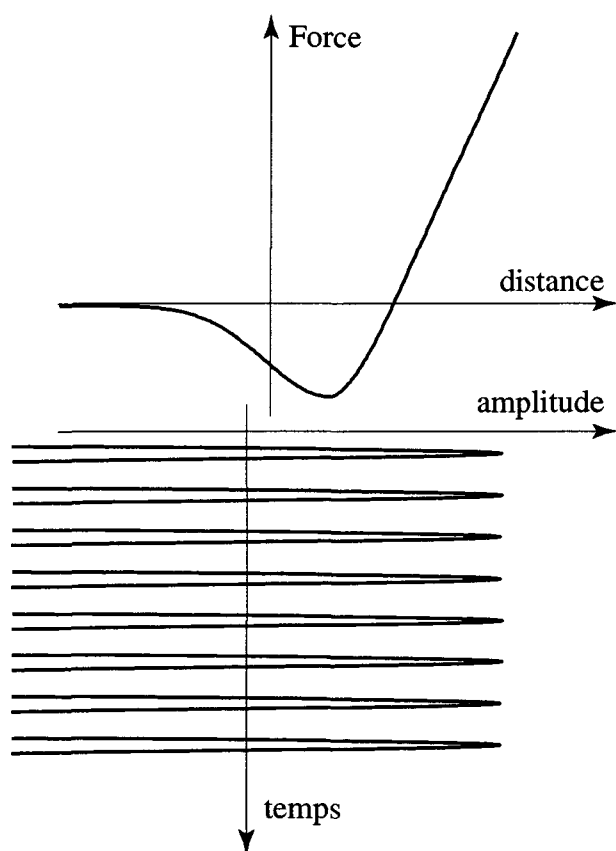


Figure II-8 : Schéma de principe pour le mode de contact intermittent. Le levier est excité à sa base par un transducteur, et approché de la surface. L'amplitude de vibration est suffisamment grande pour que la pointe entre en contact avec l'échantillon durant une fraction du cycle, et se libère complètement de l'interaction à l'autre extrémité du cycle.

Ceci permet, lors de la prise d'une image, de réduire drastiquement le frottement entre la sonde et l'échantillon, et par là même l'endommagement. Deux images peuvent être obtenues simultanément: la première, à amplitude de vibration et fréquence d'oscillation constantes du levier, est liée à la topographie de la surface, et la seconde provient du déphasage entre l'excitation et le mouvement du levier³⁰. Le contraste de cette image de phase dépend des propriétés mécaniques de l'échantillon testé, mais il est très difficile d'interpréter quantitativement les images obtenues, en raison d'une part du grand nombre de paramètres influençant le contraste (élasticité, adhésion, hystérèse de l'adhésion, amortissement, topographie³¹...) et d'autre part de la non-linéarité de la courbe force-distance³²⁻³⁴. En effet, toute la partie non-linéaire de cette interaction est parcourue à chaque cycle, et il n'est pas possible de la linéariser, contrairement au cas de l'AFAM (cf. paragraphe 6.3 ci-dessous).

4. Le microscope optique à champ proche (SNOM)

Le microscope optique à champ proche est le premier des microscopes à champ proche à avoir été imaginé, dans les années 30⁷. Néanmoins, les premières réalisations datent seulement du début des années 70⁸, et il a fallu attendre finalement jusqu'en 1984 pour disposer du premier SNOM performant.

En microscopie optique, la résolution est limitée par le critère de diffraction de Rayleigh qui stipule que deux objets doivent être séparés au minimum de $\lambda/2.3$ pour pouvoir être distingués³⁵. D. Pohl obtint une résolution de $\lambda/20$, à l'aide d'un stéthoscope optique³⁶. Celui-ci consiste en une fibre optique étirée mécaniquement ou attaquée chimiquement afin d'en réduire le diamètre. La lumière d'un laser est couplée dans cette fibre, recouverte d'une couche mince métallique afin de limiter les pertes optiques. Un trou, d'une taille d'environ 100 nm, est conservé à l'extrémité de la fibre. L'échantillon est ainsi illuminé par une source optique ponctuelle du diamètre du trou. La lumière transmise au travers de l'échantillon (transparent) est collectée par une optique conventionnelle placée sous l'échantillon. Les images obtenues sont des cartes de l'intensité lumineuse transmise.

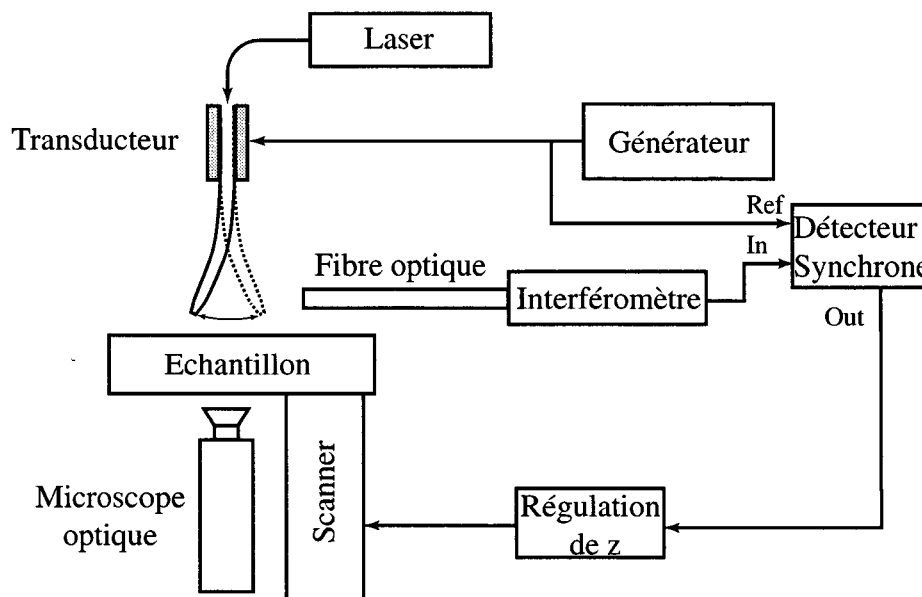


Figure II-9 : Schéma de principe du SNOM. Un laser émet un faisceau qui est couplé à l'intérieur d'une fibre optique recouverte d'un film métallique à l'extrémité de laquelle un orifice sub-micrométrique a été réalisé. Cette sonde optique est mise en vibration parallèlement à la surface par un transducteur. Un interféromètre, assisté d'un détecteur synchrone, mesure l'amplitude de vibration latérale de la sonde, qui est utilisée comme paramètre de régulation de la distance pointe-échantillon. L'intensité lumineuse transmise à travers l'échantillon est captée par le microscope optique et enregistrée.

Pour assurer une distance constante entre la fibre et l'échantillon, celle-ci est mise en vibration parallèlement à la surface, et son amplitude de vibration est mesurée à l'aide d'un détecteur synchrone. Cette amplitude présente la particularité de décroître linéairement pour des séparations pointe-échantillon inférieures à 10 nm, en raison de la présence des forces de surface³⁷. Ce signal peut ainsi être utilisé comme paramètre de réglage de la boucle de régulation ajustant la distance à l'échantillon. Néanmoins, les forces de surface étant assez mal connues, ce type de régulation reste sujet à caution et limite toujours le développement du SNOM.

Deux images sont enregistrées simultanément, l'une provenant de la régulation de distance est liée à la topographie de l'échantillon, et l'autre est une image des intensités lumineuses transmises, liée aux propriétés optiques du matériau. L'existence d'un couplage entre topographie et propriétés optiques rend difficile l'interprétation précise des images optiques.

Le microscope optique à champ proche présente le grand intérêt de ne pas nécessiter de contact direct avec l'échantillon et de pouvoir fonctionner, en principe, dans l'air, sous vide ou dans un liquide. Ceci en fait un outil idéal pour l'étude d'échantillons biologiques, ou de tout autre type d'échantillons fragiles. En plus des problèmes de régulation déjà évoqués, la difficulté de produire de façon reproductible et bien définie les sondes optiques utilisées (en particulier, contrôler le diamètre du trou à l'extrémité de la fibre), freine l'expansion de ce microscope.

5. Autres microscopes à champ proche

Le développement d'un microscope à champ proche ne nécessite qu'une interaction fortement dépendante de la distance qui puisse être mesurée précisément avec une sonde locale. Ainsi, parallèlement aux trois microscopes précédents, de nombreux autres microscopes ont été inventés, basés chacun sur un type d'interaction spécifique. Citons dans le désordre le microscope à force magnétique (MFM)³⁸⁻⁴⁰, le microscope à force électrostatique (EFM)⁴¹, le microscope à balayage capacitif (SCM)⁴¹, le microscope à expansion thermo-élastique (SThEM)⁴²⁻⁴⁶ et d'autres encore.

Les applications possibles de ces nouvelles techniques d'imagerie sont très diverses, et spécifiques à chacune d'entre elles. Ainsi, le MFM est principalement utilisé dans les applications touchant au stockage magnétique de l'information et pour l'étude de matériaux supra-conducteurs (observation du réseau d'Abrikosov par exemple). Le SThEM quant à lui permet notamment d'acquérir des spectres de calorimétrie locale, et d'observer les transitions de phases dans les polymères.

6. Les microscopies acoustiques à champ proche

La microscopie acoustique classique⁴⁷ permet la détermination non destructive des propriétés mécaniques d'un matériau⁴⁸⁻⁵⁹, mais elle souffre des mêmes limitations que la microscopie optique traditionnelle, à savoir une résolution limitée à environ 1 μm . Le développement de la microscopie acoustique à champ proche s'imposait donc, de manière à s'affranchir de cette limite de résolution. Les voies choisies par différentes équipes dans le monde sont très diverses, et les principales sont présentées dans les paragraphes suivants.

6.1 L'Ultrasonic Force Microscope (UFM)

L'UFM est le premier microscope acoustique à champ proche^{60,61}. Le couplage d'une onde acoustique à l'échantillon est effectué par le biais d'un transducteur fixé sous l'échantillon, alimenté par un générateur de fonctions. La fréquence d'excitation est choisie largement supérieure à la fréquence de résonance du levier en contact avec l'échantillon, typiquement entre 1 et 100 MHz, et l'amplitude d'excitation est modulée linéairement entre zéro et une valeur maximale donnée

(figure II-10). En raison de la non-linéarité de la courbe force-distance (voir paragraphe 3), la force moyenne exercée sur le contact change au cours du temps. A partir d'une certaine valeur de l'amplitude, cette force supplémentaire occasionne un déplacement du levier qui se comporte comme une diode mécanique redressant le signal acoustique. La valeur critique de l'amplitude d'excitation, ainsi que celle du saut observé dans la réponse, dépendent de l'adhésion, de la friction⁶², et des propriétés mécaniques de l'échantillon⁶³⁻⁶⁶.

Deux images sont enregistrées simultanément, d'une part la topographie de la même façon que pour les autres AFM, et d'autre part une image ultrasonore provenant de l'amplitude de la première harmonique de la réponse du levier. Le contraste obtenu dépend de tous les paramètres évoqués précédemment, et leurs contributions respectives sont difficiles à séparer⁶².

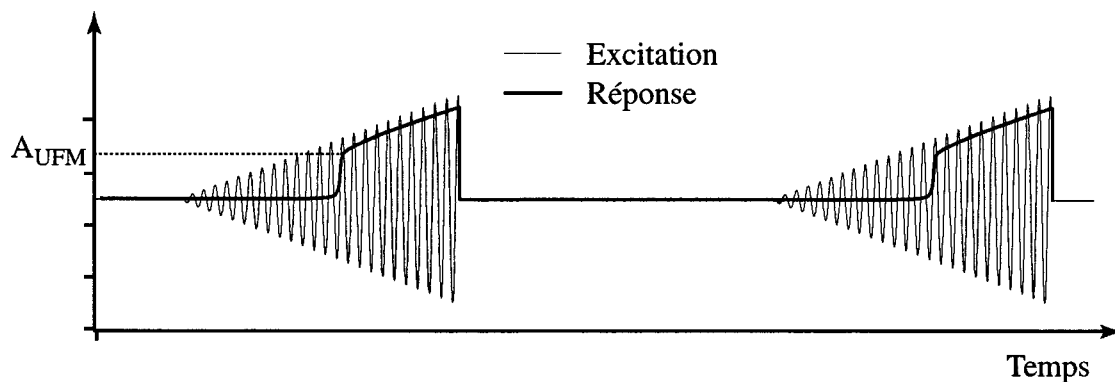


Figure II-10 : Signal d'excitation de l'UFM, et la réponse associée du levier.

6.2 Le Scanning Microdeformation Microscope (SMM)

Ce microscope a été développé simultanément à l'UFM, par le groupe de B. Cretin au LPMO (Laboratoire de Physique et Métrologie des Oscillateurs) de Besançon. Son principe consiste à générer des microdéformations à la surface d'un échantillon, à l'aide d'une pointe en saphir fixée à l'extrémité d'un levier⁶⁷. Ce levier est actionné par un transducteur piézo-électrique. La mesure du champ de contrainte consécutif à la microdéformation est réalisée par un transducteur plan positionné sous l'échantillon (figure II-11).

Un détecteur synchrone permet d'obtenir des images de phase et d'amplitude avec une résolution de l'ordre du micron, pour des fréquences d'excitation entre 10 et 200 kHz. La résolution est ici principalement limitée par la taille de la pointe, qui est beaucoup plus grande que pour l'UFM (de l'ordre de 10 μm pour le rayon de courbure de la pointe). De même, les charges appliquées localement par cette sonde sont plus importantes. Ceci présente un intérêt remarquable, à savoir que la mécanique hertzienne du contact (voir chapitre III) peut être utilisée pour analyser les images obtenues. Le SMM est ainsi le seul microscope acoustique à champ proche capable, à l'heure actuelle, de fournir des valeurs quantitatives de l'élasticité d'un échantillon⁶⁸⁻⁷².

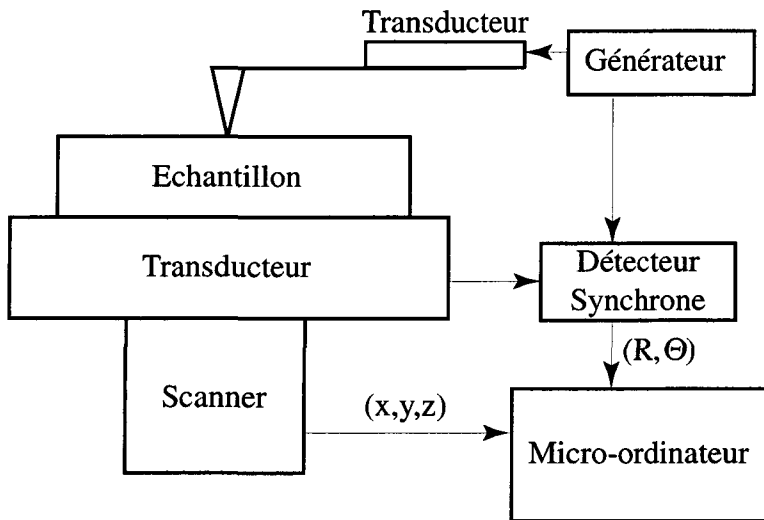


Figure II-11 : Schéma de principe du SMM. La pointe génère un champ de déformation local, et le champ de contrainte résultant est mesuré après transmission à travers l'échantillon. Un détecteur synchrone analyse ce signal, et les images d'amplitude et de phase sont reconstruites par le micro-ordinateur.

6.3 Le Microscope Acoustique à Force Atomique (AFAM)

Plus récemment, le groupe de W. Arnold à Saarbrücken a mis au moins l'AFAM⁷³. Comme pour l'UFM, une onde acoustique est excitée dans l'échantillon par un transducteur placé sous celui-ci. A la différence de l'UFM, l'AFAM ne module pas l'amplitude de l'excitation. La fréquence d'excitation peut être choisie entre 1 et 20 MHz. A ces fréquences, largement supérieures à la fréquence de résonance du levier, celui-ci est incapable de suivre l'excitation et génère donc un champ de contrainte dans l'échantillon. Le mouvement du levier est de faible amplitude, ce qui permet de linéariser l'interaction pointe-échantillon.

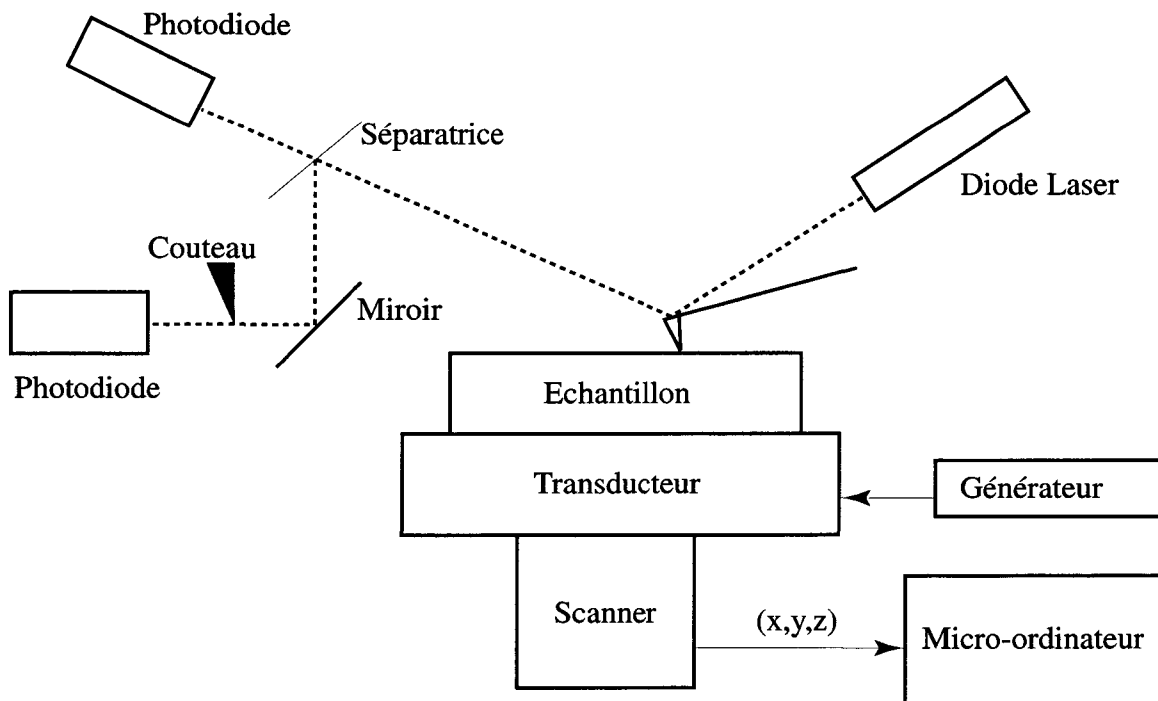


Figure II-12 : Schéma de principe de l'AFAM. La vibration haute fréquence du levier est détectée par un "knife-edge detector".

La détection des mouvements du levier est effectuée optiquement: une séparatrice envoie une partie du faisceau laser réfléchi par le levier sur une photodiode à quadrants, qui enregistre les mouvements basse fréquence du levier (reliés à la topographie). Le reste du faisceau laser est traité par un "knife-edge detector" qui enregistre les amplitudes de vibration haute fréquence, reliées à l'élasticité de l'échantillon (figure II-12). Dans le cas de fortes charges statiques appliquées, et pour des pointes à grand rayon de courbure, l'AFAM permet d'obtenir une mesure quantitative de l'élasticité⁷⁴⁻⁷⁹.

6.4 Le Microscope Hétérodyne à effet de Force (HFMM)

Ce microscope est le plus récent développement de l'UFM, réalisé par le groupe d'Oxford⁸⁰ (O. Kolosov et A. Briggs). Deux ondes acoustiques sont envoyées sur le contact, l'une excitée par un transducteur sous l'échantillon, et l'autre par un transducteur à la base du levier. Les fréquences de vibration de ces deux ondes sont choisies dans la même gamme fréquentielle que pour l'UFM, mais avec une contrainte supplémentaire: la différence de fréquence entre les deux excitations doit être faible, de l'ordre de quelques kHz. Ceci cause des battements de l'excitation ressentie par le contact, ramenant la mesure à une mesure UFM. L'interprétation des images obtenues est toutefois encore moins aisée que pour l'UFM, et toujours sujette à caution.

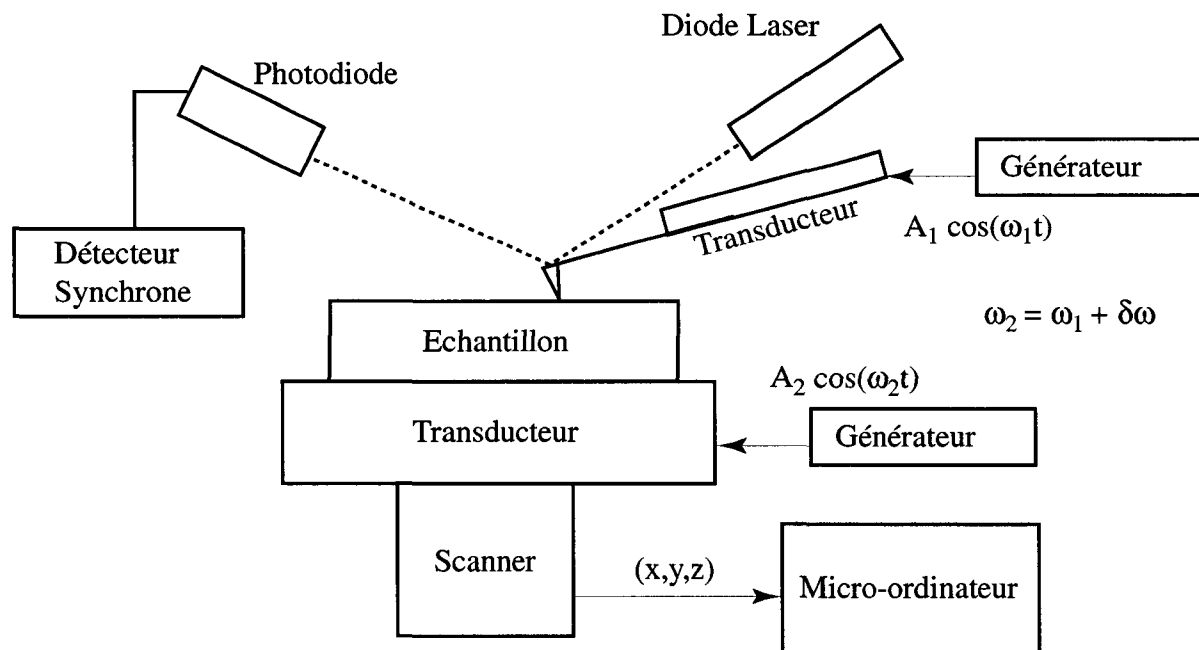


Figure II-13 : Schéma de principe du HFMM. Deux transducteurs sont utilisés pour exciter l'échantillon et le levier. Il en résulte des battements, dont l'amplitude peut être détectée par un détecteur synchrone.

6.5 Le Microscope à Balayage à Accélération Locale (SLAM)

Le SLAM a été développé à l'EPFL, dans le groupe de G. Gremaud⁸¹. Son principe de fonctionnement est très proche de celui de l'AFAM. En résumé, une excitation est transmise à l'échantillon par le biais d'un transducteur placé sous lui. La fréquence d'excitation est choisie légèrement supérieure à la fréquence de résonance du système, afin de créer un champ de contrainte locale dans

l'échantillon. Le mouvement du levier est détecté par une photodiode à quadrants conventionnelle, couplée à un détecteur synchrone pour le mouvement haute fréquence. Les fréquences d'excitation du SLAM sont en général inférieures au MHz, ce qui évite le recours à la technique du "knife-edge detector". Le contraste des images d'amplitude et de phase est lié respectivement à l'élasticité et à l'amortissement. L'interprétation reste pour l'instant essentiellement qualitative⁸²⁻⁸⁴.

Ce type de microscopie est développé extensivement dans le chapitre IV, puisqu'il a servi de base au développement du spectromètre mécanique local présenté dans ce travail.

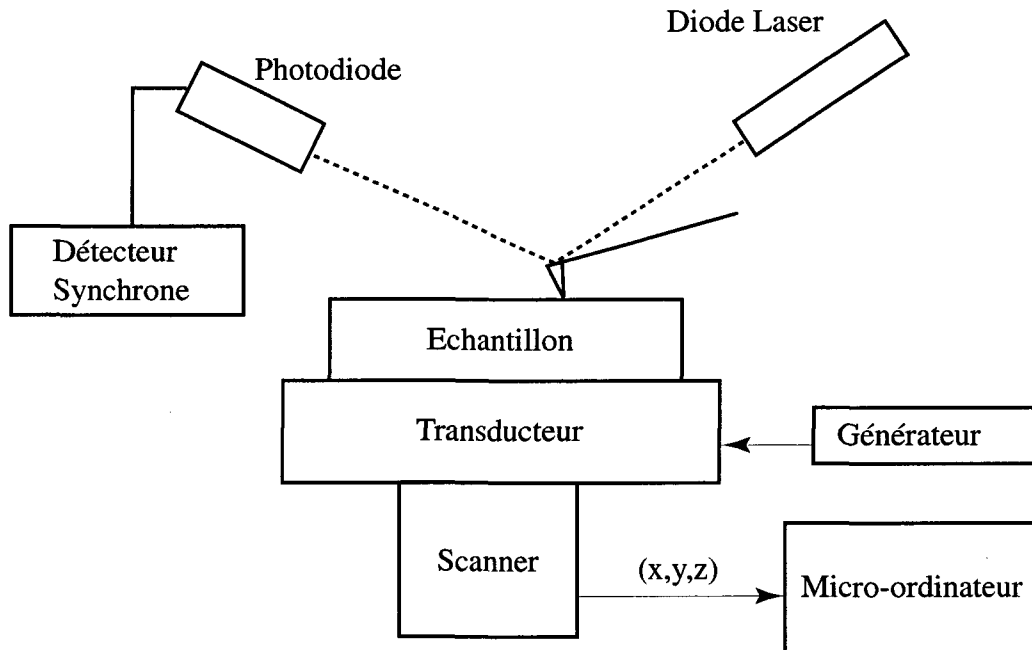


Figure II-14 : Schéma de principe du SLAM. L'échantillon est excité par un transducteur, et la vibration du levier est analysée par un détecteur synchrone. L'amplitude et le déphasage de la vibration du levier sont utilisées pour reconstruire les images acoustiques.

Les différentes théories décrivant le contact entre une sphère et un plan à l'échelle sub-micronique sont présentées dans ce chapitre. L'importance du choix d'une mécanique du contact appropriée est discutée. La non linéarité de la courbe force-indentation est introduite, tout comme le concept du mixing mécanique.

1. Généralités

Le microscope choisi pour développer le spectromètre mécanique local applique une contrainte sur l'échantillon par contact direct avec celui-ci. Dans l'optique d'une détermination quantitative, ou même semi-quantitative, des propriétés mécaniques de l'échantillon, il est primordial de disposer d'une théorie décrivant aussi précisément que possible l'interaction entre la source de contrainte (la pointe de l'AFM) et l'échantillon. Toute la difficulté réside dans l'échelle à laquelle ce contact est réalisé, typiquement de l'ordre du nanomètre. Ceci rend nécessaire le recours à l'une des théories microscopiques de la mécanique du contact.

2. Les différentes méchaniques du contact

Lorsque deux solides non-conformes entrent en contact, ils se touchent d'abord en un point. Dès qu'une force supplémentaire est appliquée, ils se déforment et se touchent sur une surface d'aire finie^{85, 86}. La forme et l'aire de cette surface dépendent du modèle utilisé pour décrire le contact. Les principales théories sont décrites ici.

2.1 La mécanique Hertzienne

A la fin du 19ème siècle, Hertz fut le premier à proposer une théorie mathématique complète décrivant le contact élastique de deux solides^{87, 88}. Il s'intéressa au contact de deux surfaces non-con-

III

formes, parfaitement lisses, sous l'action d'une contrainte normale. Il supposa de plus qu'il n'y avait aucune contribution d'adhésion dans le contact, ni de frottement entre les deux surfaces.

En choisissant de manière appropriée l'orientation du système d'axes, la forme de deux surfaces satisfaisant aux hypothèses du modèle peut être décrite par les équations (III.1) et (III.2), où R' et R'' sont les rayons principaux de courbure des deux surfaces.

$$z_1 = \frac{1}{2R_1'} x_1^2 + \frac{1}{2R_1''} y_1^2 \quad (\text{III.1})$$

$$z_2 = \frac{1}{2R_2'} x_2^2 + \frac{1}{2R_2''} y_2^2 \quad (\text{III.2})$$

La séparation entre les deux surfaces s'écrit alors $h = z_1 - z_2$, ou encore, de manière analogue à précédemment et en choisissant un système d'axes commun:

$$h = \frac{1}{2R'} x^2 + \frac{1}{2R''} y^2 \quad (\text{III.3})$$

Considérons maintenant le cas où une charge normale P est appliquée sur le contact (figure III-1).

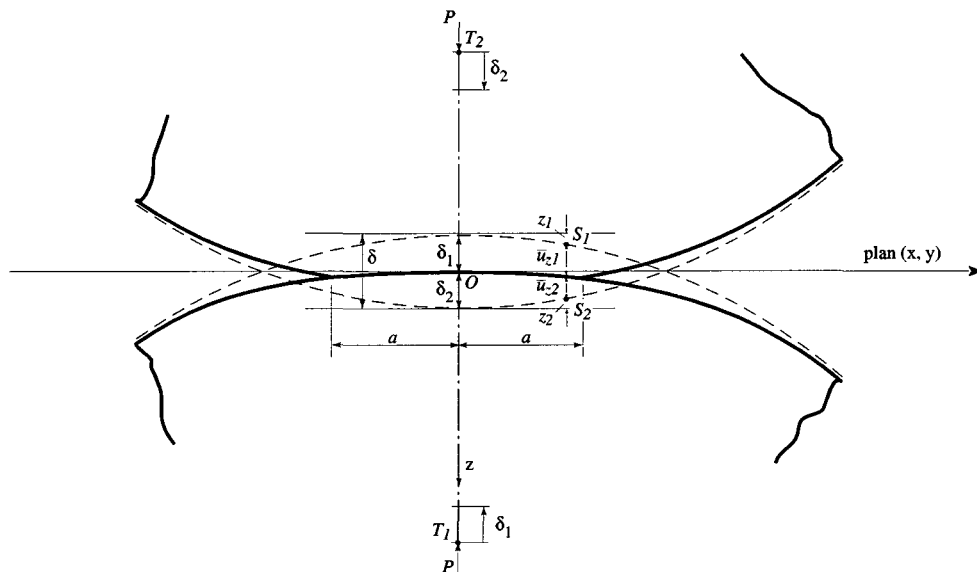


Figure III-1 : Coupe schématique d'un contact élastique entre deux sphères, d'après Johnson⁸⁸. Soumis à une force P , les points T_1 et T_2 se rapprochent de δ_1 et δ_2 respectivement. Deux points de la surface S_1 et S_2 se déplacent de u_{z1} et u_{z2} . La distance entre les deux surfaces s'écrit $h=z_1-z_2$. Le rayon de contact a est défini comme le rayon maximal r pour lequel $h=0$.

Lors de la compression, les points T_1 et T_2 , éloignés de la zone de contact, se déplacent l'un vers l'autre de δ_1 et δ_2 respectivement. Simultanément, les points S_1 et S_2 de la surface subissent un déplacement u_{z1} et u_{z2} , fonction de x et y . Ces deux quantités sont reliées à δ_1 et δ_2 par l'équation (III.4) dans le cas de points appartenant à la surface de contact.

$$\bar{u}_{z1} + \bar{u}_{z2} + h = \delta_1 + \delta_2 \quad (\text{III.4})$$

En restreignant le problème au cas de deux solides de révolution, le rayon de courbure relatif R peut être introduit, et l'équation (III.4) devient:

$$\bar{u}_{z1} + \bar{u}_{z2} = \delta - \frac{1}{2R}r^2 \quad (\text{III.5})$$

avec: $\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}$, $\delta = \delta_1 + \delta_2$, $r^2 = x^2 + y^2$.

Hertz a proposé une distribution de pression satisfaisant l'équation (III.5), qui est de la forme:

$$p = p_0 \left\{ 1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right\}^{1/2}, \quad r \leq a \quad (\text{III.6})$$

où a est le rayon de contact, comme défini à la figure (III-1). Les déplacements u_{zi} causés par une telle distribution de pression sont exprimés comme:

$$\bar{u}_{zi} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \frac{\pi p_0}{4a} (2a^2 - r^2), \quad r \leq a \quad (\text{III.7})$$

L'introduction de l'équation (III.7) dans l'équation (III.5) donne finalement la relation suivante, qui lie les grandeurs géométriques (R , a , δ) aux grandeurs mécaniques (E^*):

$$\frac{\pi p_0}{4a E^*} (2a^2 - r^2) = \delta - \frac{1}{2R} r^2, \quad (\text{III.8})$$

avec E^* le module réduit défini par:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (\text{III.9})$$

En règle générale, dans une expérience de microscopie à force atomique, la pression appliquée n'est pas le paramètre connu, mais bien la force totale appliquée au travers du levier. Il est donc préférable d'exprimer (III.8) en fonction de la force appliquée, plutôt que de p_0 , la pression. La force totale s'écrit:

$$P = \int_0^a p(r) 2\pi r dr = \frac{2}{3} p_0 \pi a^2 \quad (\text{III.10})$$

La combinaison des équations (III.8) et (III.10) permet d'extraire l'expression du rayon de contact a en fonction des paramètres expérimentaux, de même pour l'indentation δ et la pression maximale dans le contact p_0 , équations (III.11), (III.12) et (III.13):

$$a = \left(\frac{3PR}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (\text{III.11})$$

$$\delta = \left(\frac{9P^2}{16RE^{*2}} \right)^{1/3} \quad (\text{III.12})$$

$$p_0 = \left(\frac{6PE^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (\text{III.13})$$

Ce modèle simple décrit remarquablement bien les déformations élastiques dans un contact macroscopique. Dès lors que l'échelle du contact est réduite, les hypothèses de départ ne sont plus vérifiées dans la majorité des cas pratiques. Deux surfaces lisses à l'échelle du millimètre ne le sont en général plus à l'échelle du micron, l'adhésion entre deux surfaces ne peut également plus être

négligée à ces échelles. Il est donc apparu nécessaire de développer des modèles plus complets, qui prendraient en compte l'adhésion notamment. Les trois développements principaux sont exposés dans les paragraphes suivants.

2.2 Les théories modernes

a) Derjaguin-Muller-Toporov (DMT) ^{89, 90}

À l'échelle microscopique, les forces de surface deviennent les forces dominantes. La théorie DMT introduit ceci en rajoutant une hypothèse au modèle de Hertz, à savoir qu'il existe des forces de surface à longue distance, mais qui n'agissent qu'à l'extérieur du contact. La géométrie du contact est supposée obéir à la mécanique hertzienne.

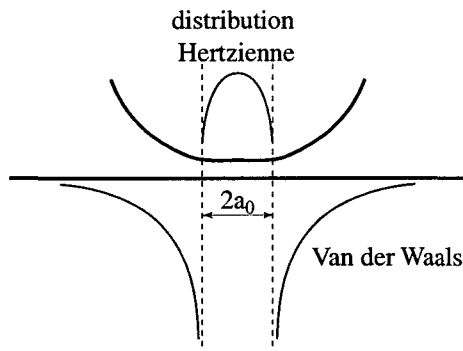


Figure III-2 : Contact de type DMT entre une sphère et un plan. À l'intérieur du contact, la mécanique hertzienne s'applique, mais à l'extérieur les forces de Van der Waals rajoutent une contribution attractive, qui tend à agrandir le rayon de contact a_0 .

Pratiquement, les forces de surface considérées sont les forces de Van der Waals ¹⁷. Leur action ne s'exerce qu'à l'extérieur du cercle de rayon a_0 (figure III-2), et se traduit par l'existence d'un rayon de contact non nul à force appliquée nulle. Afin de séparer les deux surfaces, il est nécessaire d'appliquer une force F_0 dépendant du rayon de courbure réduit R et de l'énergie de surface σ des matériaux en présence:

$$F_0 = 2\pi R\sigma \tag{III.14}$$

Le rayon de contact à force appliquée nulle devient alors (d'après (III.11) et (III.14), en remplaçant P par $P+F_0$):

$$a_0 = \left(\frac{3\pi R^2 \sigma}{2E^*} \right)^{1/3} \tag{III.15}$$

Cette approche présente l'intérêt d'introduire les forces de surface, néanmoins elle néglige la déformation de la surface de contact due à l'existence de ces forces près de la surface de contact. La conséquence de ceci est que le rayon de contact calculé de cette manière est en général inférieur au rayon de contact réel.

Les relations liant l'indentation δ et la pression p_0 aux paramètres expérimentaux, remplaçant les équations III.12 et III.13, sont présentées dans le tableau comparatif du paragraphe 2.3.

b) *Johnson-Kendall-Roberts (JKR)* ^{88, 90-93}

Contrairement à l'approche DMT, Johnson, Kendall et Roberts supposent que les forces de surface n'agissent qu'à courte distance, uniquement dans la surface de contact même. La géométrie de la surface de contact est autorisée à ne pas obéir au modèle de Hertz afin d'accommoder cette modification des forces appliquées (figure III-3).

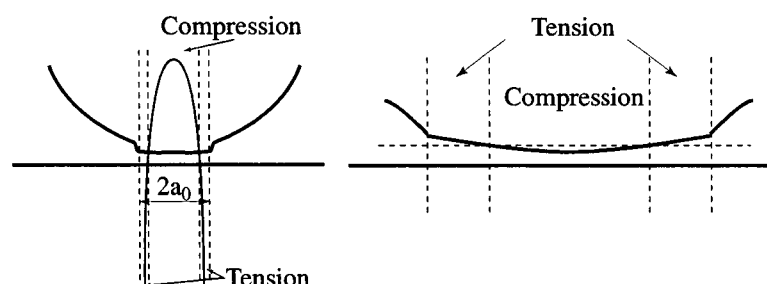


Figure III-3 : Contact de type JKR entre une sphère et un plan. Les forces de surface agissent uniquement à l'intérieur du contact. La zone de contact est en compression au centre, et en tension sur les bords.

En l'absence de forces extérieures appliquées sur le contact, on observe deux différences importantes avec les théories précédentes. Tout d'abord, la distribution de pression à l'intérieur du contact n'est pas uniquement répulsive. Le centre de la zone de contact est bien en compression, mais un anneau au bord du cercle de contact est en tension, ceci afin d'obtenir un équilibre entre forces attractives et répulsives dans le contact.

Deuxièmement, la sphère présente une discontinuité de sa déformation au bord de la zone de contact. En pratique, une telle discontinuité ne peut pas exister. Elle est donc adoucie grâce aux forces de surface extérieures au contact. Ainsi, il semble bien que la description la plus satisfaisante du contact emprunte à la fois aux théories JKR et DMT.

Le rayon de contact en l'absence de force appliquée devient:

$$a_0 = \left(\frac{9\pi R^2 \mathcal{G}}{E^*} \right)^{1/3} \quad (\text{III.16})$$

ce qui est quasiment le double du rayon de contact DMT.

Comme pour la théorie DMT, on retrouve les relations liant δ et p_0 aux paramètres expérimentaux dans le tableau comparatif du paragraphe 2.3.

c) *Maugis* ^{94, 95}

Récemment, Maugis a proposé une mécanique du contact qui tient compte des forces de surface à la fois à l'intérieur et à l'extérieur du contact, tout en permettant à la surface de contact de se déformer. Ceci est rendu possible par l'introduction d'un paramètre m égal au rapport de la taille de la zone annulaire dans laquelle les forces de surface sont actives sur le rayon de contact. Les résultats obtenus à l'aide de ce modèle sont toujours compris entre ceux des modèles JKR et DMT, mais la complexité mathématique des équations rend leur maniement difficile.

L'introduction d'un paramètre adimensionnel λ décrivant les propriétés des matériaux en présence permet l'utilisation de ce modèle pour tous les systèmes, du plus mou et adhésif au plus rigide et non adhésif:

$$\lambda = \frac{2.06}{\xi_0} \left(\frac{R\mathcal{G}^2}{\pi K^2} \right)^{1/3} \quad (\text{III.17})$$

avec ξ_0 la distance d'équilibre inter-atomique, et $K=4/3E^*$, le module réduit.

Dans la limite de λ infini, les équations de Maugis rejoignent le modèle JKR, alors que pour $\lambda = 0$, elles rejoignent le modèle DMT.

2.3 Comparaison des différentes théories

Afin de rendre possible la comparaison des diverses théories précédentes, il est pratique d'introduire de nouvelles variables normalisées^{96, 19}: le rayon de contact normalisé \bar{A} , la charge normalisée \bar{P} , et la profondeur normalisée d'indentation $\bar{\Delta}$.

$$\begin{aligned}\bar{A} &= \frac{a}{\left(\frac{\pi R^2 \varpi}{K}\right)^{1/3}} \\ \bar{P} &= \frac{P}{\pi R \varpi} \\ \bar{\Delta} &= \frac{\delta}{\left(\frac{\pi^2 R \varpi^2}{K^2}\right)^{1/3}}\end{aligned}\tag{III.18}$$

| | |
|--------|--|
| Hertz | $\bar{P} = \bar{A}^3$ $\bar{\Delta} = \bar{A}^2$ |
| DMT | $\bar{P} = \bar{A}^3 - 2$ $\bar{\Delta} = \bar{A}^2$ |
| JKR | $\bar{P} = \bar{A}^3 - \bar{A} \sqrt{6 \bar{A}}$ $\bar{\Delta} = \bar{A}^2 - \frac{2 \sqrt{6 \bar{A}}}{3}$ |
| Maugis | $\bar{P} = \bar{A}^3 - \lambda \bar{A}^2 \left[\sqrt{m^2 - 1} + m^2 \arctan \left(\sqrt{m^2 - 1} \right) \right]$ $\bar{\Delta} = \bar{A}^2 - \frac{4 \lambda \bar{A}}{3} \sqrt{m^2 - 1}$ |

Tableau III-1 : Tableau comparatif des quatre mécaniques du contact principales.

Le tableau III-1 reprend les équations décrivant les relations entre les variables normalisées pour les quatre théories présentées au paragraphe précédent. Le paramètre m apparaissant dans les équations de Maugis est une mesure de la taille de la région sur laquelle s'exercent les forces de surface. Il est lié au paramètre λ et au rayon de contact normalisé par l'équation suivante:

$$1 = \frac{\lambda \bar{A}^2}{2} \left[\sqrt{m^2 - 1} + (m^2 - 2) \arctan \left(\sqrt{m^2 - 1} \right) \right] + \frac{4 \lambda^2 \bar{A}}{3} \left[1 - m + \sqrt{m^2 - 1} \arctan \left(\sqrt{m^2 - 1} \right) \right]\tag{III.19}$$

Exprimées dans les variables normalisées, les équations DMT sont très proches de celles de Hertz, et n'en diffèrent que par un offset constant sur la charge normalisée. La figure III-4 présente les évolutions de \bar{P} en fonction de $\bar{\Delta}$ pour les quatre modèles. Différentes évolutions sont présentées pour le modèle de Maugis, en fonction du paramètre λ . Il est ici clair que la mécanique de Maugis décrit bien la transition entre les mécaniques DMT et JKR.

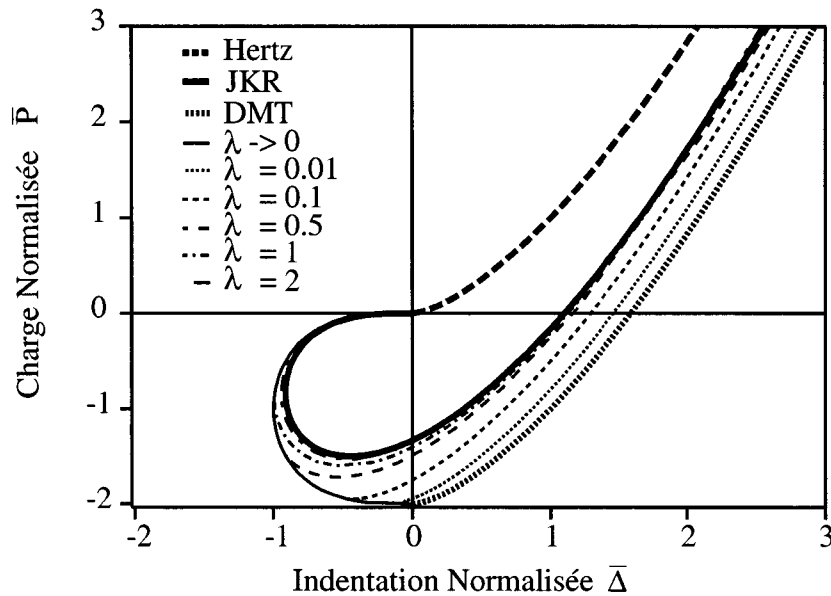


Figure III-4 : Courbes d'interaction normalisées pour les mécaniques du contact décrites aux paragraphes 2.1 et 2.2. La transition JKR-DMT est réalisée par la mécanique de Maugis, pour des λ décroissants.

3. Non linéarité de la courbe charge-indentation

La caractéristique principale de la courbe charge-indentation telle que décrite au paragraphe précédent est sa non linéarité. Ainsi, quelle que soit la mécanique du contact utilisée pour analyser les résultats d'une expérience de microscopie acoustique à force atomique, cette non linéarité doit être prise en compte. Deux approches principales peuvent être suivies, en réalisant une approximation linéaire ou non.

3.1 Approximation linéaire

Dans l'approximation linéaire, on considère que la vibration, appliquée au levier ou à l'échantillon, a pour effet de faiblement moduler la valeur de l'indentation autour de la position d'équilibre statique. En raison de l'amplitude réduite de la modulation, la courbe charge-indentation peut être considérée comme linéaire sur cet intervalle. Pour décrire cela, on introduit un paramètre appelé raideur du contact k_n , qui est défini comme:

$$k_n = \frac{\partial \bar{P}}{\partial \bar{\Delta}} \quad (\text{III.20})$$

Cette grandeur, utilisée de façon répétée dans les chapitres suivants, permet de relier les amplitudes de vibration mesurées aux propriétés mécaniques des échantillons. Cette relation dépend de la mé-

canique du contact; par exemple, dans le cas de la mécanique hertzienne, la raideur du contact est définie par la relation:

$$k_n = 2aE^* \quad (\text{III.21})$$

où a représente le rayon de contact.

3.2 Prise en compte de la non linéarité, concept de mixing mécanique

Au cas où l'approximation linéaire n'est pas satisfaisante, il est possible de conserver la non linéarité, et même de l'exploiter. Pour ce faire, considérons le modèle simplifié décrivant le levier en interaction avec une surface (figure III-5). Le levier est modélisé par un ressort de raideur k_{levier} ,

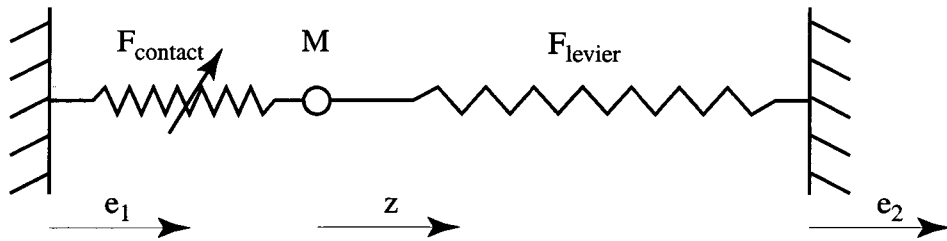


Figure III-5 : Schéma présentant le système dont l'équation du mouvement doit être résolue. Le levier est modélisé par une masse M , suspendue à un ressort linéaire de raideur k_{levier} . L'interaction avec la surface de l'échantillon est représentée par une force non linéaire F_{contact} . La coordonnée du déplacement de la surface est e_1 , celle de la masse z et celle de la base du levier e_2 .

exerçant une force F_{levier} et une masse M , tandis que l'interaction avec l'échantillon est représentée par une force F_{contact} , calculée avec l'une des mécaniques du contact. Le déplacement de l'échantillon est mesuré par la variable e_1 , celui de la base du levier par la variable e_2 et celui de la masse par z . Dans ce système, on peut écrire l'équation de Newton pour la masse M en choisissant la mécanique hertzienne du contact (voir paragraphe 2.1, équation III.12):

$$M\ddot{z} = k_{\text{levier}}(e_2 - z) + \frac{4}{3}E\sqrt{R}(z - e_1)^{3/2} \quad (\text{III.22})$$

Les trois variables z , e_1 et e_2 peuvent être séparées en une partie statique et une partie dynamique pour fournir:

$$\begin{aligned} z &= z_0 + \Delta z \\ e_2 &= e_{20} + \Delta e_2 \\ e_1 &= \Delta e_1 \end{aligned} \quad (\text{III.23})$$

les parties dynamiques, indiquées par les signes Δ dans l'équation III.23, étant plus petites que les parties statiques. Ceci permet de réaliser un développement limité de l'équation III.22, autour de la position d'équilibre statique:

$$M\ddot{z} = k_{\text{levier}}(e_2 - z) + \frac{4}{3}E\sqrt{R}(z_0)^{3/2} \left\{ 1 + \frac{3}{2} \left(\frac{\Delta z - \Delta e_1}{z_0} \right) + \frac{3}{8} \left(\frac{\Delta z - \Delta e_1}{z_0} \right)^2 + O \left(\left(\frac{\Delta z - \Delta e_1}{z_0} \right)^3 \right) \right\} \quad (\text{III.24})$$

En s'arrêtant au deuxième ordre et en simplifiant, l'équation III.24 peut se séparer en une équation statique et une équation dynamique:

$$\begin{cases} k_{\text{levier}}(e_{20} - z_0) + A_c = 0 & , \text{équilibre statique} \\ M\ddot{\Delta z} + \left(k_{\text{levier}} - \frac{3}{2} \left(\frac{A_c}{z_0} \right) \right) \Delta z - \frac{3}{8} \left(\frac{\Delta z - \Delta e_1}{z_0} \right)^2 A_c = k_{\text{levier}} \Delta e_2 - \frac{3}{2} \left(\frac{A_c}{z_0} \right) \Delta e_1 \end{cases} \quad (\text{III.25})$$

avec $A_c = \frac{4}{3} E \sqrt{R} (z_0)^{3/2}$.

L'équation III.25 est l'équation du mouvement de ce système, avec les deux premiers termes du membre de gauche décrivant la partie linéaire de l'oscillation, le troisième terme réalisant le couplage entre l'excitation et la réponse, et le membre de droite représentant l'excitation fournie au système.

Supposons que l'échantillon soit excité à une fréquence donnée, et la base du levier à une autre fréquence:

$$\begin{aligned} \Delta e_1 &= A_1 \cos(\omega t) \\ \Delta e_2 &= A_2 \cos\left((\omega + \Delta\omega)t + \varphi\right) \end{aligned} \quad (\text{III.26})$$

Si le développement limité de l'équation du mouvement est arrêté au premier ordre, on se retrouve dans le cas linéaire (il n'y a pas de terme de couplage), et le spectre fréquentiel de la réponse z ne contient que ω et $\omega + \Delta\omega$. Si le développement est arrêté au deuxième ordre, des termes couplés apparaissent, et le spectre de la réponse contient, en plus des fréquences dues au premier ordre, des contributions à 2ω , $2\omega + 2\Delta\omega$, $\Delta\omega$ et $2\omega + \Delta\omega$. En continuant le développement limité, on fait apparaître toutes les combinaisons linéaires de ω et $\omega + \Delta\omega$ dans la réponse.

L'existence d'un signal à la fréquence correspondant à la différence des deux fréquences d'excitation ($\Delta\omega$) est une signature de la non linéarité de l'interaction. Ce phénomène sera dorénavant appelé *mixing*. Il est utilisé pour rendre possible la détection des vibrations du levier provoquées par des excitations haute fréquence, qui seraient indétectables sans lui, parce que largement supérieures à la bande passante du microscope. Une approche similaire a déjà été suivie pour détecter des ondes acoustiques de surface sur des matériaux piézo-électriques⁹⁷.

La question qui reste posée est de savoir si l'amplitude du signal détecté à $\Delta\omega$ contient une information sur les propriétés mécaniques haute fréquence du matériau sollicité, ou uniquement sur les propriétés du matériau à la fréquence de détection $\Delta\omega$. Une résolution plus complète et détaillée du système présenté ci-dessus devrait permettre de répondre à cette question. Pour ce faire, il faudrait introduire une dépendance fréquentielle du module élastique E , et ce dès l'équation III.22. La résolution de l'équation du mouvement n'est alors plus possible en effectuant un développement limité, ce qui complique l'analyse.

CHAPITRE IV **LE SPECTROMÈTRE LOCAL,
MESURES À TEMPÉRATURE
VARIABLE**

Ce chapitre présente l'état de la technique au début de ce travail. Les principaux résultats obtenus seront brièvement présentés, ainsi que les limitations restantes. Enfin, les buts du présent travail seront exposés.

Les figures, ainsi qu'une partie du texte, proviennent de la thèse de Frédéric Oulevey (thèse EPFL N°1960) et sont reproduits avec son aimable autorisation.

1. Principe

Le principe de la spectrométrie mécanique, locale^{98, 99} ou globale^{100, 101}, consiste à appliquer une contrainte cyclique sur un échantillon et à mesurer sa déformation. Le rapport de l'amplitude de la contrainte et de l'amplitude de la déformation donne une mesure du module élastique de l'échantillon, tandis que le déphasage entre contrainte et déformation est une mesure de l'amortissement dans le matériau.

Dans le spectromètre local, l'application de la contrainte est réalisée en forçant l'échantillon à osciller, à l'aide d'un transducteur, alors que la pointe de l'AFM est en contact avec celui-ci. Si la fréquence d'oscillation choisie est trop basse, aucune contrainte n'est exercée sur le matériau, la boucle de régulation du microscope permettant au levier de suivre l'oscillation. Dès lors que la fréquence d'excitation est supérieure à la fréquence de résonance du levier en contact, l'inertie de celui-ci devient importante et son amplitude de vibration chute. Ainsi, la contrainte appliquée localement augmente fortement.

La mesure de la déformation de l'échantillon est obtenue à partir de l'amplitude de vibration du levier, elle-même réalisée par détection synchrone du signal de déflexion du levier. Les équations IV.1 à IV.15 présentent en détail le calcul de la contrainte et de la déformation, ainsi que le calcul du frottement intérieur (mesure de l'énergie dissipée au cours d'un cycle de contrainte), dans le cadre du modèle développé par F. Oulevey⁶.

2. Montage expérimental

Le spectromètre mécanique local à température variable fonctionne sur la base d'un AFM, auquel deux parties sont ajoutées: une partie acoustique et une partie thermique. La partie acoustique est constituée d'un transducteur, sous l'échantillon, alimenté par un générateur, ainsi que d'un détecteur synchrone. Le signal d'entrée du détecteur synchrone provient de la photodiode de l'AFM, et les signaux de sortie, amplitude et phase, sont enregistrés afin de reconstruire les spectres en fonction de la température ou les images à température fixe.

La partie thermique consiste en un four, placé sous l'échantillon, ainsi qu'un thermomètre permettant d'assurer la régulation de température.

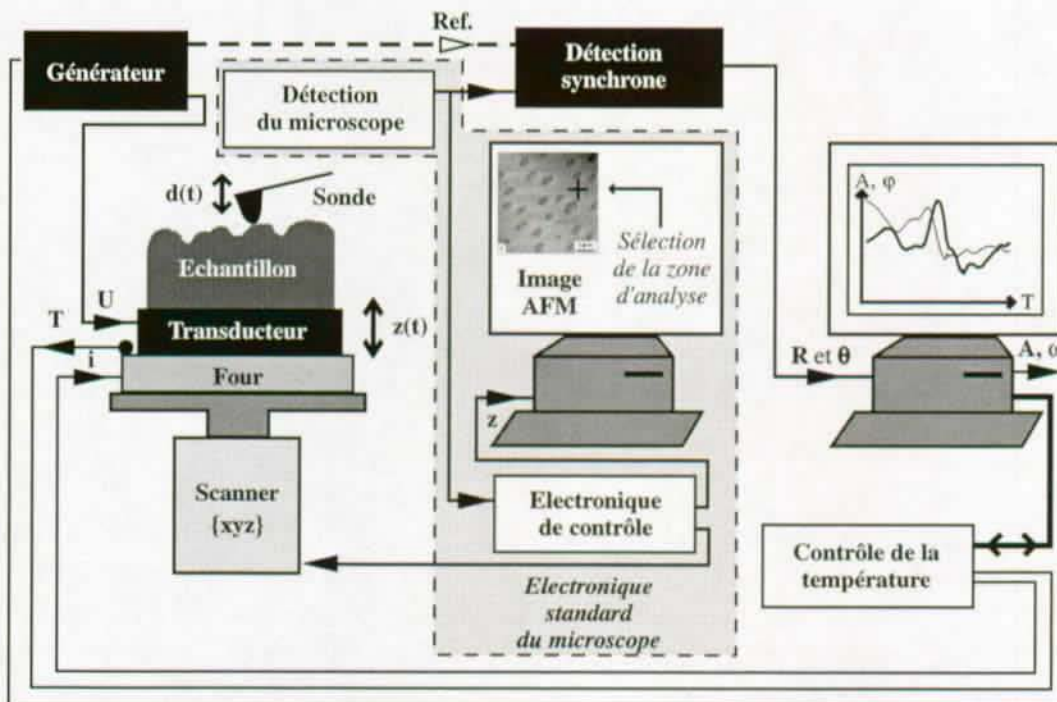


Figure IV-1 : Schéma du spectromètre mécanique local à température variable. La partie conventionnelle de l'AFM est contenue dans la surface grisée, et les éléments ajoutés sont à l'extérieur de celle-ci. Ils consistent en un transducteur alimenté par un générateur, assurant l'excitation de l'échantillon, couplé à un détecteur synchrone qui mesure l'amplitude de vibration du levier. Un four, doté d'un système de régulation de la température, est également ajouté afin de varier la température de l'échantillon. L'amplitude et la phase de la vibration sont enregistrées par un ordinateur indépendant afin de reconstruire les spectres à température variable.

3. Modèle

Afin de relier les quantités mesurées (amplitude et phase de la vibration du levier) aux grandeurs physiques étudiées (module élastique et amortissement), il est nécessaire de disposer de trois modèles décrivant respectivement le levier, son interaction avec la surface de l'échantillon et l'échantillon lui-même.

Le modèle choisi dans ce travail pour décrire le levier est celui de la masse ponctuelle. Concrètement, on considère le levier comme un ressort de masse nulle et de raideur k_c au bout duquel est fixée une masse m .

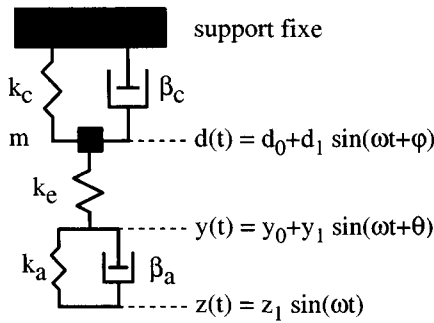


Figure IV-2 : Modèle décrivant l'interaction levier-échantillon. Le levier est modélisé par un ressort, en parallèle avec un patin de frottement visqueux, et une masse. L'échantillon est représenté par un ressort, décrivant sa déformation élastique, en série avec un ressort et un amortisseur en parallèle, décrivant sa déformation anélastique.

Ce modèle peut être complété en tenant compte de l'amortissement dans le levier, représenté par un patin de frottement visqueux β_c (figure IV-2), en parallèle avec le ressort. L'échantillon est représenté par le modèle du solide linéaire idéal¹⁰², décrivant un échantillon capable de se déformer élastiquement et anélastiquement. La déformation élastique est décrite par un ressort k_e , alors que la déformation anélastique est modélisée par un ressort k_a en parallèle avec un amortisseur β_a . La vibration est appliquée sous l'échantillon sous la forme $z(t) = z_1 \sin(\omega t)$ et induit un mouvement de la masse m de la forme $d(t) = d_0 + d_1 \sin(\omega t + \varphi)$. On peut encore définir le mouvement de la partie purement élastique de l'échantillon comme $y(t) = y_0 + y_1 \sin(\omega t + \theta)$.

En appliquant l'équation de Newton en y et en d , on obtient:

$$k_e(y - d) = k_a(z - y) + \beta_a(\dot{z} - \dot{y}), \quad (\text{IV.1})$$

$$k_e(y - d) = m\ddot{d} + \beta_c\dot{d} + k_c d, \quad (\text{IV.2})$$

et en résolvant:

$$\frac{d_1}{z_1} = \sqrt{\frac{k_a^2 + \omega^2 \beta_a^2}{\omega^2 A^2(\omega) + B^2(\omega)}}, \quad (\text{IV.3})$$

$$\tan(\varphi) = \omega \frac{\beta_a B(\omega) - k_a A(\omega)}{\omega^2 \beta_a A(\omega) + k_a B(\omega)}, \quad (\text{IV.4})$$

avec

$$A(\omega) = \left(1 + \frac{k_a}{k_e}\right) \beta_c + \left(1 + \frac{k_c}{k_e}\right) \beta_a - \frac{m\omega^2}{k_e} \beta_a, \quad (\text{IV.5})$$

$$B(\omega) = k_a + k_c + \frac{k_a k_c}{k_e} + \frac{\beta_a \beta_c}{k_e} \omega^2 - \left(1 + \frac{k_a}{k_e}\right) m\omega^2. \quad (\text{IV.6})$$

Les paramètres inconnus sont les valeurs de k_e , k_a et β_a . Leur détermination se fait par ajustement aux courbes expérimentales mesurées.

Dans le cadre de ce modèle, il est possible de déterminer analytiquement le frottement intérieur à partir de sa définition IV.7. Par cette démarche, il est possible d'extraire la valeur du frottement intérieur à partir des mesures expérimentales.

Hypothèse 1: L'énergie est essentiellement stockée sous forme élastique.

De ce fait, la définition du frottement intérieur peut s'écrire:

$$F.I. = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W_{\text{él}}^{\text{max}}} \quad (IV.7)$$

Calculons d'abord ΔW :

$$\Delta W = \oint_{\text{1 cycle}} \sigma \, d\varepsilon = \int_0^{2\pi/\omega} \sigma \dot{\varepsilon} \, dt \quad (IV.8)$$

Hypothèse 2: d_1 et φ varient lentement et peuvent donc être considérés comme constants sur un cycle.

On remarque que

$$\sigma = (y - d)k_e \quad (IV.9)$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d}{dt}(z - d) = \omega z_1 \left(\sin(\omega t) - \frac{d_1}{z_1} \sin(\omega t + \Phi) \right) \quad (IV.10)$$

On obtient, grâce aux équations (IV.8), (IV.9) et (IV.10)

$$\Delta W = z_1 d_1 \pi \left(\frac{d_1}{z_1} \beta_c \omega - (k_c - m\omega^2) \sin(\varphi) - \beta_c \omega \cos(\varphi) \right) \quad (IV.11)$$

Intéressons-nous maintenant à $W_{\text{él}}^{\text{max}}$:

$$W_{\text{él}}^{\text{max}} = \max \left(k_e (y - d)^2 \right) \quad (IV.12)$$

Hypothèse 3: $(y-d)$ est une fonction symétrique.

On peut alors permuter la maximalisation avec le carré

$$W_{\text{él}}^{\text{max}} = k_e \left(\max (y - d) \right)^2 \quad (IV.13)$$

On trouve

$$W_{\text{él}}^{\text{max}} = k_e d_1^2 \left(\frac{k_c - m\omega^2}{k_e} \right)^2 \quad (IV.14)$$

Hypothèse 4: La dissipation dans le levier peut être négligée ($\beta_c=0$).

Cette hypothèse permet de simplifier le résultat final sous la forme

$$F.I. = \left(\frac{1}{2} \frac{k_e}{k_c - m\omega^2} \right) \frac{\sin(\varphi)}{d_1/z_1} \quad (IV.15)$$

Ainsi, le frottement intérieur peut être calculé à partir des deux grandeurs mesurées, le déphasage (φ) et l'amplitude de vibration (d_1/z_1). En ce qui concerne le module élastique, celui-ci ne peut être déterminé qu'en choisissant une mécanique du contact décrivant l'interaction pointe-échantillon.

Par exemple, dans le cas de la mécanique hertzienne, la raideur du contact k_e peut être reliée au module élastique réduit par la formule:

$$k_e = \sqrt[3]{6FRE^{*2}} \quad (\text{IV.16})$$

avec F la force d'interaction, R le rayon de la pointe et E^* le module élastique réduit.

4. Résultats principaux

Le montage expérimental décrit précédemment (figure IV-1) permet de prendre des images simultanées, à une température donnée, de la topographie de l'échantillon, ainsi que de l'amplitude et de la phase de la vibration du levier ou d'acquérir des spectres de ces mêmes quantités en fonction de la température en un point donné de l'échantillon. Un exemple caractéristique de ces deux modes de fonctionnement est présenté aux paragraphes suivants.

4.1 Imagerie

Un échantillon constitué d'un mélange de polymères incompatibles (PVC et PB) est observé à différentes températures (figure IV-3). A température ambiante, les propriétés mécaniques des deux polymères sont similaires, et le contraste est très faible sur les images d'amplitude de vibration (figure IV-3 a). Lorsque la température est augmentée jusqu'à 100°C, la transition vitreuse a lieu dans le PVC. Ceci se remarque très clairement sur les images d'amplitude, où un fort contraste apparaît entre la matrice, sombre, et les inclusions, claires (figure IV-3 b). La conclusion qui s'impose est que la matrice est constituée de PVC et les inclusions de PB^{5, 103}.

La transition vitreuse étant réversible, le contraste entre les deux phases disparaît si la température est abaissée (figure IV-3 c et d).

4.2 Spectroscopie

La figure IV-4 présente un spectre des signaux d'amplitude et de déphasage enregistrés en fonction de la température. L'échantillon étudié est un matériau à mémoire de forme, le NiTi¹⁰⁴. Celui-ci se caractérise par l'existence d'une transformation martensitique¹⁰⁵ dans le domaine de température accessible au T-SLAM. Ce type de transformation présente deux températures caractéristiques suivant que la transformation est réalisée à température croissante ou décroissante. On s'attend donc à observer deux pics de frottement intérieur, à deux températures différentes.

En plus des signaux d'amplitude et de déphasage, la figure IV-4 présente également le spectre de frottement intérieur calculé à partir des deux spectres mesurés, à l'aide de la formule IV.15. Les flèches indiquent le sens de la rampe de température, croissante ou décroissante¹⁰⁶. Le spectre de frottement intérieur présente deux pics, l'un à la montée, l'autre à la descente, séparés d'environ

40°C, ce qui est en accord avec d'autres mesures de spectrométrie mécanique globale réalisées sur ce type d'échantillons¹⁰⁷⁻¹⁰⁹.

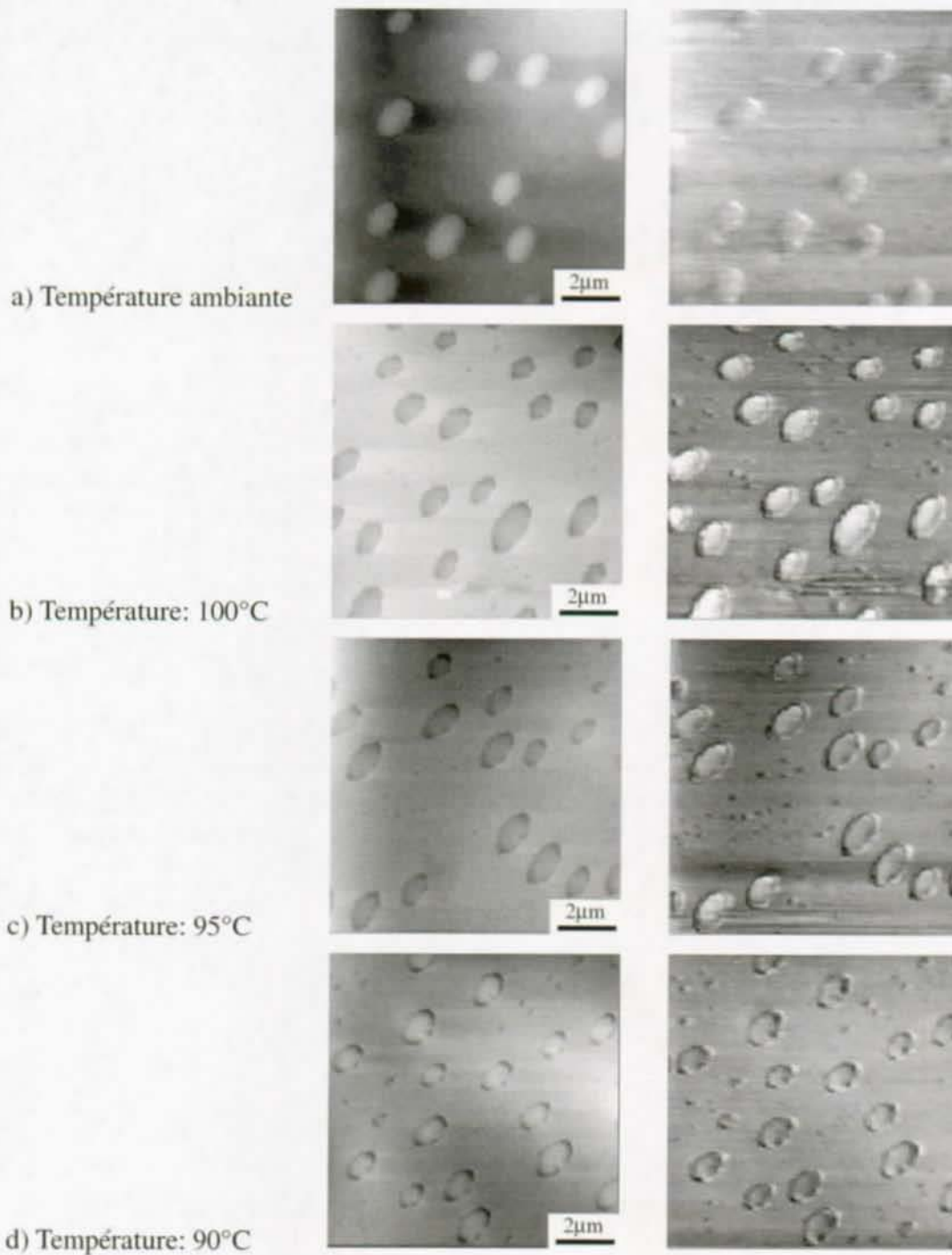


Figure IV-3 : Images de la topographie (à gauche) et de l'amplitude de vibration (à droite) sur un échantillon de PVC/PB. A température ambiante, aucun contraste n'est observé entre la matrice et les inclusions. A 100°C, la transition vitreuse du PVC a eu lieu, ce qui engendre une modification importante de ses propriétés mécaniques. Un contraste apparaît entre la matrice et les inclusions sur les images d'amplitude. L'échelle des niveaux de gris est conservée sur les quatre images d'amplitude. Lorsque la température est abaissée, le contraste est perdu, la transition vitreuse étant réversible.

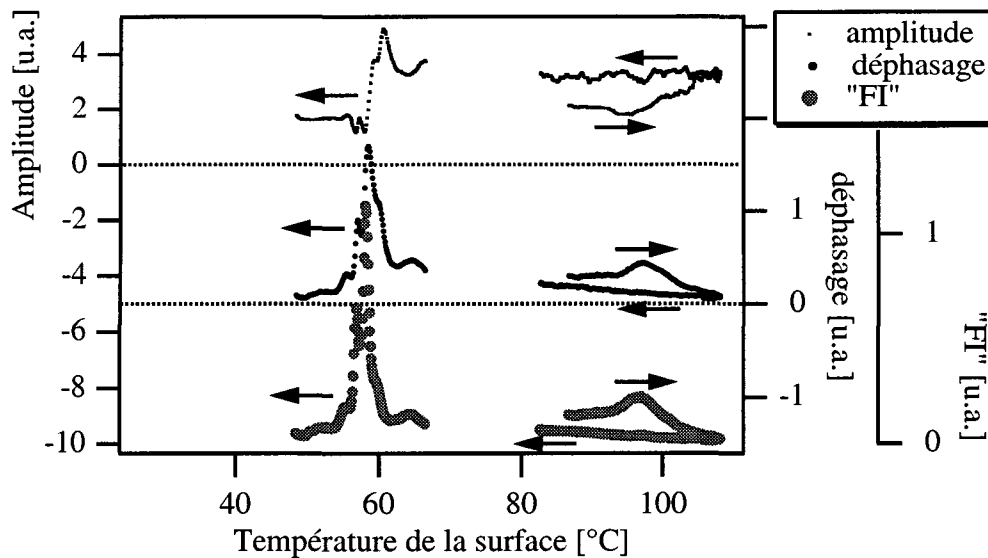


Figure IV-4 : Spectres de l'amplitude et du déphasage mesurés sur un échantillon de NiTi en fonction de la température. Le spectre du frottement intérieur (FI) calculé à partir de ces deux mesures est également présenté pour une rampe croissante et une rampe décroissante de la température (flèches). Les transformations martensite-austénite et austénite-martensite sont clairement identifiables grâce aux deux pics de frottement intérieur.

5. Limites de cette approche

5.1 La poutre

Le modèle de la masse ponctuelle utilisé pour représenter le levier ne décrit pas correctement le comportement du levier. Ce modèle décrit en effet un système à une seule résonance, alors que le levier vibre selon un grand nombre de modes, caractérisés chacun par une fréquence de résonance (figure IV-5)¹¹⁰⁻¹¹². Ceci a une conséquence importante sur le choix de la fréquence d'excitation de l'échantillon, qui n'est plus unique mais peut être choisie proche de n'importe laquelle des résonances. Il faut encore tenir compte du déphasage induit par la résonance pour choisir précisément la valeur de la fréquence d'excitation. En effet, en dessous de la première résonance, l'excitation de l'échantillon et la réponse du levier sont en phase. La contrainte appliquée à l'échantillon est faible. Dès que la résonance est franchie, excitation et réponse sont en opposition de phase, ce qui induit une forte augmentation de la contrainte locale. A l'approche de la deuxième résonance, l'effet inverse se produit, à savoir que l'excitation et la réponse sont en opposition de phase en dessous de la résonance et en phase au dessus. Pour maximiser la contrainte, il faudra donc choisir une fréquence inférieure à la deuxième fréquence de résonance. Idéalement, tous les modes impairs se comportent comme le premier, et tous les modes pairs comme le deuxième. Cette analyse ne tient pas compte cependant d'éventuels déphasages supplémentaires provenant par exemple du transducteur, du scanner ou de l'échantillon. La figure IV-6 montre le spectre fréquentiel en contact d'un levier, avec les signaux d'amplitude et de phase. Les plages grisées correspondent aux plages de fréquence où la phase est proche de $(1+2n)\pi$, n entier. Ces plages sont celles où la mesure SLAM

pourrait être réalisée, en tenant compte en plus du fait que l'amplitude doit être assez grande pour être mesurée.

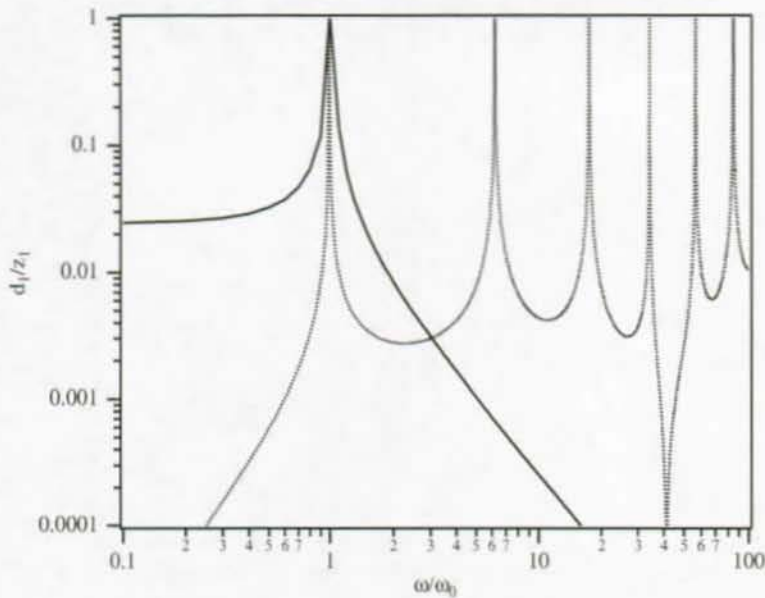


Figure IV-5 : Comparaison du modèle de la masse ponctuelle (en trait plein) et du modèle de la poutre développé au chapitre VI (en pointillé). Le modèle de la masse ponctuelle ne tient pas compte de l'existence des modes vibratoires supérieurs au premier.

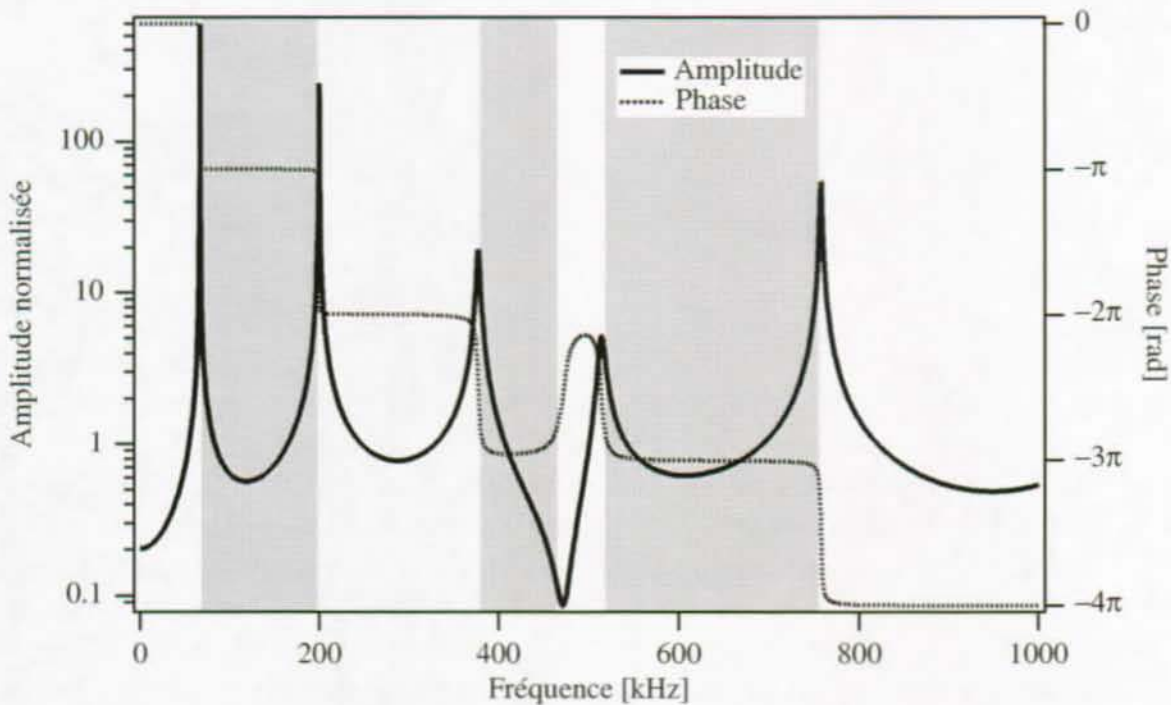


Figure IV-6 : Spectres fréquentiels de l'amplitude et de la phase du levier en contact avec une surface. Les plages grisées sont celles où l'excitation et la réponse sont en opposition de phase, soit les fréquences où la contrainte sera maximisée.

Enfin, le modèle de la masse ponctuelle ne prédit correctement la valeur de la fréquence de résonance du premier mode vibratoire que pour des leviers très rigides. Pour tous les leviers commerciaux couramment utilisés en imagerie, les fréquences de résonance prédites sont supérieures aux fréquences réellement mesurées.

5.2 La mécanique du contact

Les conditions pour lesquelles la mécanique de Hertz est valable ne sont quasiment jamais réunies lors d'une mesure réalisée avec un AFM (pour le détail des conditions, voir chapitre III). Notamment, la gamme de forces appliquées est en général trop faible. En raison de cela, la rugosité de la surface ne peut plus être négligée¹¹³⁻¹¹⁷, de même que toutes les contributions à l'interaction autres que la force directement appliquée par le levier. Parmi celles-ci, on peut mentionner les forces capillaires qui sont généralement du même ordre de grandeur ou supérieures à la force du levier, ainsi que les forces d'adhésion entre la pointe et la surface¹¹⁸.

5.3 L'échantillon

La description de l'échantillon à l'aide du modèle du solide linéaire idéal n'est adéquate que lorsque l'échantillon présente une relaxation dans les gammes de températures et de fréquences étudiées. De plus, seule l'interaction normale entre la pointe et l'échantillon est considérée. Cette approximation n'est réaliste que pour des pointes courtes dont l'amplitude de vibration est faible. Dans la plupart des cas, les interactions latérales entre pointe et échantillon doivent être prises en compte car elles modifient fortement les modes vibratoires du levier¹¹⁹⁻¹²¹.

5.4 La plage de température

Le fait de varier la température lors de la mesure induit un certain nombre de difficultés. La première d'entre elles est liée à l'utilisation de leviers de type Piezolever™ comme senseurs de la vibration. En effet, ces leviers (en silicium) sont dotés d'un circuit piézo-résistif déposé à leur surface, qui assure la détection de la déformation²⁵. Au cours d'une rampe de température, les différences de coefficient d'expansion thermique entre le silicium et le circuit génèrent de fortes contraintes dans le levier, qui ont tendance à le déformer. Ainsi, la boucle de régulation du microscope, assurant un contact constant entre la pointe et l'échantillon, perd sa référence et la force de l'interaction varie au cours de la mesure. L'utilisation d'autres leviers, en silicium ou en nitrure de silicium, sans couche métallique déposée à leur surface permet de limiter cet effet.

La deuxième difficulté est due à la dilatation thermique de toutes les pièces chauffées. Si aucune précaution n'est prise, la dilatation de l'échantillon peut devenir supérieure à la course verticale totale du scanner. On risque ainsi de modifier fortement la force appliquée par le levier au cours de la mesure. En plus de la dilatation verticale, des dérives thermiques importantes dans le plan de l'échantillon sont à prévoir, rendant aléatoire l'acquisition de spectres en un point fixe donné. La taille minimale des phases sur lesquelles un spectre en fonction de la température peut être acquis dépend de la dérive thermique du montage: moins le montage dérive, plus petite est la phase mesurable¹²².

Enfin, le dernier problème provient de l'utilisation d'un scanner piézo-électrique pour assurer le positionnement de l'échantillon, ou de la pointe. Les propriétés de ces matériaux changent, notamment en fonction de la température. Il faut donc veiller à très bien isoler le scanner lors de rampes de température de l'échantillon, afin, encore une fois, de minimiser les problèmes de dérive thermique.

Le spectromètre mécanique local à température variable, dans sa version la plus récente, est limité à une température minimale égale à la température ambiante, et une température maximale de l'ordre de 120°C. Nombre de phénomènes ont lieu à des températures soit inférieures soit supérieures, et ne sont donc pas accessibles.

5.5 La plage de fréquence

Le choix de la fréquence d'excitation dans une mesure T-SLAM est fortement restreint, et lié au levier utilisé puisque la fréquence doit être légèrement supérieure à la fréquence de résonance en contact du premier mode vibratoire^{81, 83}. De ce fait, il faut veiller à ce que l'électronique de contrôle et de détection ait une bande passante suffisante. Pour les leviers commerciaux courants, ceci correspond à des fréquences inférieures à 500 kHz en général, ce qui ne pose pas de problèmes avec les microscopes du commerce.

Pour l'étude des phénomènes anélastiques, une variation de température peut être remplacée par une variation de la fréquence de mesure^{100, 102, 123} (voir annexe-1, page 157). Ainsi, il serait possible de s'affranchir des limitations en température évoquées au paragraphe précédent si une large plage fréquentielle était accessible. Ce n'est pour l'instant pas le cas.

6. Buts du présent travail

Dans la suite de ce travail, le modèle de la masse ponctuelle va être remplacé par un modèle tenant compte de la géométrie du levier, celui d'une poutre encastree. Ceci va permettre d'élargir la plage de fonctionnement fréquentiel théorique du spectromètre mécanique local. Un nouveau montage, permettant la détection de la vibration du levier à haute fréquence, sera présenté et discuté ensuite.

Finalement, le nouveau spectromètre mécanique local sera utilisé pour étudier une large gamme d'échantillons présentant des propriétés mécaniques diverses.

CHAPITRE V **LE SPECTROMÈTRE LOCAL, MESURES À FRÉQUENCE VARIABLE**

Le fonctionnement du spectromètre local à fréquence variable est décrit en détail dans ce chapitre. Les deux approches suivies pour sa mise au point sont exposées et comparées. Le choix final de l'une d'entre elles est justifié par la présentation de résultats caractéristiques.

1. Pourquoi développer un nouvel appareil?

Le spectromètre local, développé à partir d'un AFM conventionnel, dispose d'une gamme de fréquence très limitée. Ceci est dû à un ensemble de raisons, tant mécaniques qu'électroniques. Afin d'élargir cette gamme de fréquence, il est donc nécessaire de modifier l'appareillage.

Les limitations électroniques proviennent des bandes passantes des différents composants. La photodiode utilisée pour mesurer la déflexion du levier a par exemple une bande passante typique limitée à 600 kHz. Ainsi, il est illusoire d'espérer détecter un mouvement à une fréquence supérieure à 1 MHz avec une telle diode. En plus de cela, la chaîne d'acquisition qui suit la photodiode (préamplis, filtres, amplis) fonctionne elle aussi dans le même domaine fréquentiel. Finalement, même si un signal a été détecté, amplifié et filtré, il faut encore disposer d'un détecteur synchrone qui soit capable de l'analyser. Les détecteurs synchrones les plus courants, et les moins chers, ont une bande passante limitée à 100 kHz. On en trouve à 1 MHz, voire même maintenant à 250 MHz¹²⁴, mais leurs prix sont en rapport...

Quant aux limitations mécaniques, elles sont liées au fonctionnement du spectromètre local: dans le système utilisé jusqu'alors, la fréquence d'excitation du levier ne peut pas être choisie arbitrairement. Elle doit en effet correspondre à une fréquence légèrement supérieure à la fréquence de résonance en contact du premier mode vibratoire^{81,96}. Il n'y a donc pas possibilité de varier la fréquence sur une large gamme.

Pour toutes ces raisons, il est nécessaire de repenser tant le mode d'acquisition (limitations électroniques) que le mode de fonctionnement du spectromètre (limitations mécaniques). Pour ce faire, deux approches différentes ont été suivies: l'approche non-linéaire par "mixing" mécanique et l'approche linéaire par stroboscopie qui sont présentées aux paragraphes suivants.

2. Le mixing mécanique, une approche non-linéaire

2.1 Modélisation

L'approche non-linéaire présentée dans ce paragraphe est fondée sur le modèle exposé au chapitre III, paragraphe 3.2. La résolution complète de l'équation du mouvement du levier en contact avec un échantillon est trop complexe pour être menée à bien ici, néanmoins il est possible d'obtenir, à l'aide d'approximations raisonnables, des informations sur l'évolution des signaux mesurés en fonction des divers paramètres (amplitudes d'excitation, fréquences d'excitation, raideur du levier, etc...).

L'équation du mouvement III.25 peut être réécrite de la façon suivante:

$$M(\ddot{\Delta z} - \ddot{\Delta e}_1) + \beta(\Delta z - \Delta e_1) - \gamma(\Delta z - \Delta e_1)^2 = k_{\text{levier}}(\Delta e_2 - \Delta e_1) - M\ddot{\Delta e}_1 \quad (\text{V.1})$$

avec $\beta = k_{\text{levier}} - \frac{3}{2}\left(\frac{A_c}{z_0}\right)$ et $\gamma = \frac{3}{8}\left(\frac{A_c}{z_0^2}\right)$, A_c et z_0 conservant leur définition du chapitre III. Les deux excitations Δe_1 et Δe_2 sont définies comme suit:

$$\begin{aligned} \Delta e_1 &= A_1 \cos(\omega t) \\ \Delta e_2 &= A_2 \cos\left((\omega + \Delta\omega)t + \varphi\right) \end{aligned} \quad (\text{V.2})$$

Le terme de droite de l'équation V.1 s'écrit alors:

$$\begin{aligned} k_1(\Delta e_2 - \Delta e_1) - M\ddot{\Delta e}_1 &= A(t) \cos(\omega t) + B(t) \sin(\omega t) \\ A(t) &= A_2 k_{\text{levier}} \cos(\Delta\omega t + \varphi) + A_1 (M\omega^2 - k_{\text{levier}}) \\ B(t) &= A_2 k_{\text{levier}} \sin(\Delta\omega t + \varphi) \end{aligned} \quad (\text{V.3})$$

L'introduction d'une nouvelle variable $x = \Delta z - \Delta e_1$ permet de franchir le pas suivant. Considérons que $\Delta\omega \ll \omega$. Dans ce cas, $A(t)$ et $B(t)$ sont constants sur plusieurs cycles de $\cos(\omega t)$. On obtient ainsi l'équation suivante, qui décrit le mouvement de la pointe en contact:

$$M\ddot{x} + \beta x - \gamma x^2 = A \cos(\omega t) + B \sin(\omega t) \quad (\text{V.4})$$

La solution de cette équation du mouvement s'écrit comme une série de Fourier:

$$x = x_0 + \sum_{n=1}^{\infty} \left(a_n \cos(\omega t) + b_n \sin(\omega t) \right) \quad (\text{V.5})$$

En première approche, arrêtons-nous au premier ordre, et posons:

$$x = x_0 + a_1 \cos(\omega t) + b_1 \sin(\omega t) \quad (\text{V.6})$$

L'introduction de V.6 dans V.4 donne finalement:

$$\left(a_1(-M\omega^2 + \beta - 2\gamma x_0) - B \right) \sin(\omega t) + \left(b_1(-M\omega^2 + \beta - 2\gamma x_0) - A \right) \cos(\omega t) + \beta x_0 - \gamma x_0^2 - \gamma \frac{a_1^2 + b_1^2}{2} = 0 \quad (\text{V.7})$$

L'équation V.7 se résout terme à terme, ce qui donne trois équations pour les trois inconnues x_0 , a_1 et b_1 :

$$\begin{aligned} a_1(-M\omega^2 + \beta - 2\gamma x_0) - B &= 0 \\ b_1(-M\omega^2 + \beta - 2\gamma x_0) - A &= 0 \\ \beta x_0 - \gamma x_0^2 - \gamma \frac{a_1^2 + b_1^2}{2} &= 0 \end{aligned} \quad (\text{V.8})$$

On obtient, après remplacement de a_1 et b_1 dans la troisième équation V.8:

$$4\gamma^3 x_0^4 - 4\gamma^2(2\beta - M\omega^2)x_0^3 + \gamma(5\beta^2 - 6M\omega^2\beta + M^2\omega^4)x_0^2 - \beta(\beta - M\omega^2)^2 x_0 + \gamma \frac{A^2 + B^2}{2} = 0 \quad (\text{V.9})$$

Un pas supplémentaire dans la résolution de ce système peut être réalisé en remarquant que le terme d'ordre 0 est la somme d'un terme constant et d'un terme lentement variable à la fréquence $\Delta\omega$:

$$\gamma \frac{A^2 + B^2}{2} = \frac{\gamma}{2} \left(A_2^2 k_{\text{levier}}^2 + A_1^2 (M\omega^2 - k_{\text{levier}})^2 + 2A_1 A_2 k_{\text{levier}} (M\omega^2 - k_{\text{levier}}) \cos(\Delta\omega t + \varphi) \right) \quad (\text{V.10})$$

La solution x_0 de cette équation est donc de la même forme, et on peut poser:

$$x_0 = x_{00} \left(1 + \Delta x_0 \cos(\Delta\omega t + \varphi) \right), \quad \Delta x_0 < 1 \quad (\text{V.11})$$

En introduisant V.10 et V.11 dans V.9, et en effectuant le développement limité de V.9 autour de x_{00} , on obtient finalement deux équations qui décrivent, l'une le comportement quasi-statique de la pointe en contact avec un échantillon lorsque deux excitations sont appliquées, et l'autre le comportement de cette même pointe à la fréquence de mixing $\Delta\omega$:

$$\begin{aligned} 4\gamma^3 x_{00}^4 - 4\gamma^2(2\beta - M\omega^2)x_{00}^3 + \gamma(5\beta^2 - 6M\omega^2\beta + M^2\omega^4)x_{00}^2 - \beta(\beta - M\omega^2)^2 x_{00} + \frac{\gamma}{2} \\ \left(A_2^2 k_{\text{levier}}^2 + A_1^2 (M\omega^2 - k_{\text{levier}})^2 \right) = 0 \end{aligned} \quad (\text{V.12})$$

$$\begin{aligned} \left(16\gamma^3 x_{00}^4 - 12\gamma^2(2\beta - M\omega^2)x_{00}^3 + 2\gamma(5\beta^2 - 6M\omega^2\beta + M^2\omega^4)x_{00}^2 - \beta(\beta - M\omega^2)^2 x_{00} \right) \Delta x_0 + \gamma A_1 \\ A_2 k_{\text{levier}} (M\omega^2 - k_{\text{levier}}) = 0 \end{aligned} \quad (\text{V.13})$$

Les deux résultats principaux de ce calcul sont la démonstration de l'existence d'un déplacement quasi-statique de la pointe du microscope lorsque celle-ci est soumise à deux excitations (ou même à une seule excitation: posant $A_1=0$ ou $A_2=0$, il reste une solution x_{00} non nulle), et ce quelle que soit la fréquence d'excitation. Ce paramètre est celui qui est mesuré dans les expériences de type "diode mécanique", mais seulement à partir d'une certaine amplitude d'excitation critique⁶⁰. Ce calcul montre que pour toute amplitude d'excitation non-nulle un tel déplacement existe. Le seuil de la diode mécanique n'est pas observé ici puisqu'aucune condition de décollement n'est introduite dans le modèle.

L'autre conséquence de ce calcul est la mise en évidence de la contribution à la fréquence $\Delta\omega$, ce qui justifie les mesures présentées dans les paragraphes suivants, qui sont toutes acquises à la fré-

quence de mixing $\Delta\omega$. L'évolution du paramètre x_{00} en fonction des grandeurs expérimentales dont il dépend est présentée dans les figures V-1 et V-2. La figure V-1 montre l'effet des deux amplitudes d'excitation sur le déplacement quasi-statique de la pointe. On peut remarquer que, tant que la raideur du levier est beaucoup plus faible que la raideur du contact ($k_{\text{contact}} \sim 90$ N/m pour les valeurs des paramètres utilisées dans le calcul), l'amplitude d'excitation de la base du levier n'a pas d'influence sur x_{00} . L'effet de l'augmentation de l'amplitude de vibration de l'échantillon est important, et conduit à un accroissement de la valeur de x_{00} , ce qui correspond à un éloignement de plus en plus important de la pointe par rapport à l'échantillon. Ces résultats ont été obtenus à l'aide du logiciel Maple V¹²⁵, et les valeurs des paramètres utilisées pour le calcul sont présentées dans la légende de la figure V-1. On note ici que x_{00} représente environ un centième de l'amplitude de vibration appliquée, ce qui peut sembler faible. Des résultats, présentés au paragraphe V.2.4 c), montrent cependant que ce paramètre peut être mesuré.

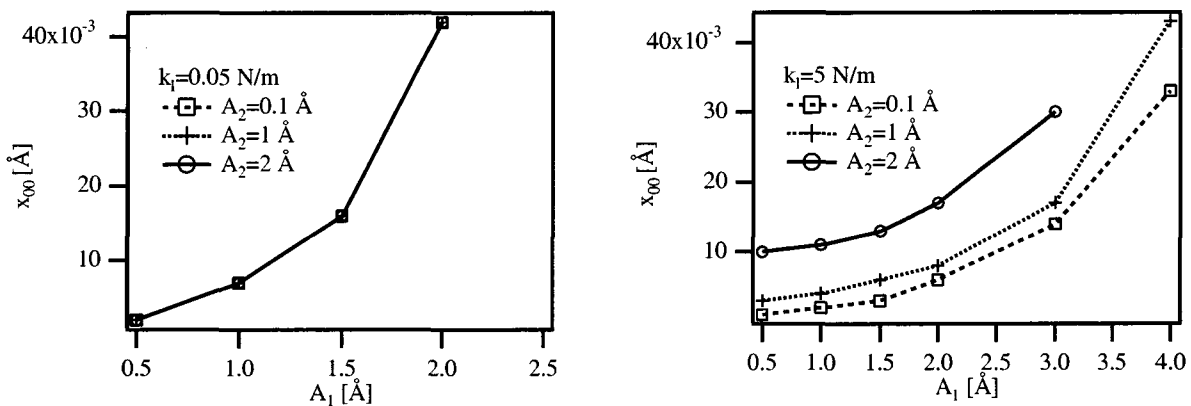


Figure V-1 : Evolutions de l'une des solutions de l'équation V.12. Les valeurs choisies pour les différents paramètres du modèle sont les suivantes: $\omega=3 \cdot 10^5$ 1/s, $M=10^{-10}$ kg, $z_0=10^{-11}$ m, $E=130$ GPa, $R=3 \cdot 10^{-8}$ m. Les amplitudes d'excitation sont variées entre 0.1 Å et 2 Å pour la base du levier, et 0.5 Å et 4 Å pour l'échantillon. Deux figures sont présentées, l'une pour un levier très souple ($k_l=0.05$ N/m), l'autre pour un levier rigide ($k_l=5$ N/m). Dans les deux cas le déplacement quasi-statique x_{00} est du même ordre de grandeur, le picomètre, et correspond à un éloignement de la pointe de l'échantillon. L'effet de l'amplitude d'excitation de la base n'est sensible que pour le levier rigide.

La figure V-2 met en évidence un autre effet, qui est la très forte dépendance de x_{00} en fonction de la fréquence d'excitation. Pour des valeurs de ω inférieures à 10^5 s⁻¹, il n'y a quasiment pas d'effet, mais un accroissement très rapide a lieu pour des pulsations entre 10^5 s⁻¹ et $4 \cdot 10^5$ s⁻¹. La valeur de la fréquence de résonance libre du système, pour les valeurs choisies des paramètres, est de l'ordre de $2 \cdot 10^4$ s⁻¹ et la valeur de la fréquence de résonance en contact est de l'ordre de 10^6 s⁻¹. On voit donc qu'il faut exciter le système à une fréquence largement supérieure à sa fréquence libre pour être en mesure de détecter un signal.

La figure V-3 présente l'évolution de la composante de la vibration à la fréquence de mixing, $x_{00} \cdot \Delta x_0$ (voir équation V.11). Les paramètres choisis sont ceux de la figure V-1. Idéalement, il faudrait représenter les quatre solutions x_{00} de l'équation V.12, et les réintroduire dans V.13, ce qui donne quatre évolutions possibles. Seule la première solution est présentée ici. On constate immédiatement que les amplitudes de vibration sont extrêmement faibles, puisqu'on atteint au mieux 10^{-5} Å avec les valeurs utilisées. La détection de cette composante n'est possible avec l'AFM que parce que ce microscope n'est pas sensible à la position absolue de la pointe, mais à la déflexion du levier, qui peut être largement supérieure.

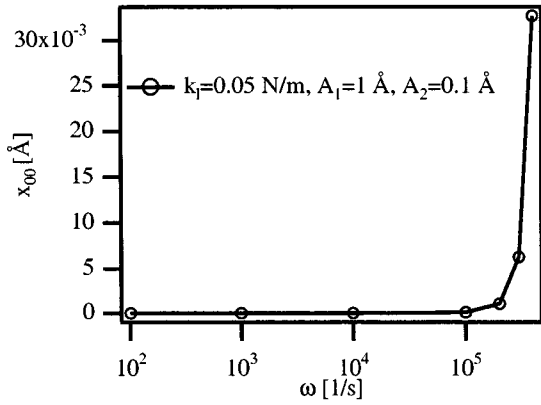


Figure V-2 : Evolution du déplacement quasi-statique de la pointe en fonction de la fréquence d'excitation. Les paramètres du modèle sont les mêmes que ceux de la figure V-1. Pour les amplitudes d'excitation et la raideur du levier choisies, il n'y a de déplacement que pour des ω supérieures à 10^5 s^{-1} .

La croissance de cette composante avec l'amplitude appliquée est très rapide, puisque Δx_0 croît de façon quadratique avec l'amplitude, et x_{00} croît à une puissance entre 1 et 2 (les fits ne sont pas représentés afin de ne pas alourdir les figures). Cette composante dépend également de la raideur du levier, comme montré à la figure V-3 pour deux raideurs différant d'un facteur 100.

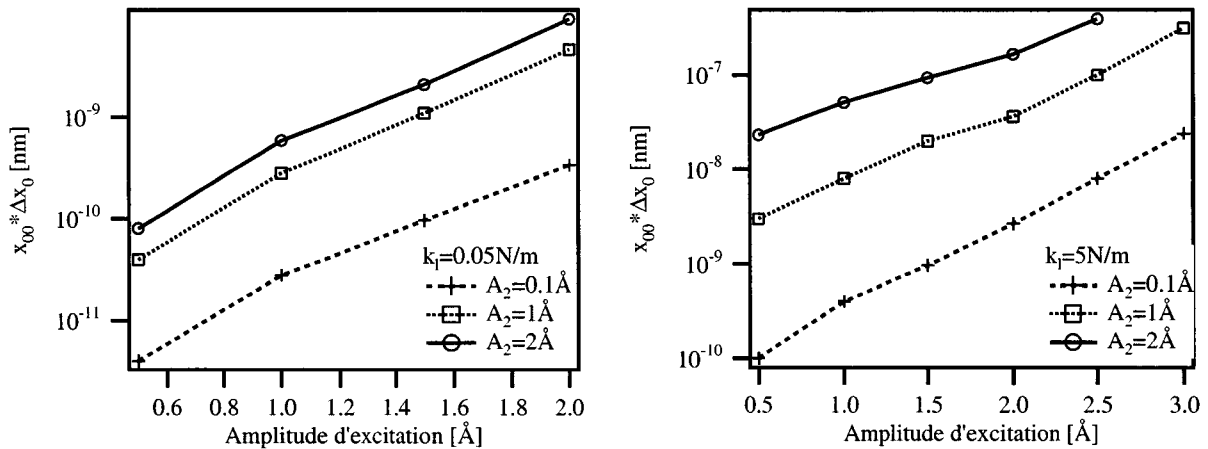


Figure V-3 : Evolution de la composante de la vibration à la fréquence de mixing $\Delta\omega$. L'amplitude de cette vibration est très faible, mais sa croissance est très rapide avec l'amplitude appliquée, quelle que soit la valeur de la raideur du levier.

2.2 Montage expérimental

Ce montage nécessite l'emploi de deux transducteurs, l'un à la base du levier, l'autre sous l'échantillon. Ils sont alimentés chacun par un générateur de fonctions, avec une tension sinusoïdale de fréquences ω et $\omega + \Delta\omega$. La différence de fréquence, $\Delta\omega$, est choisie de sorte à être dans la fenêtre de détection du détecteur synchrone utilisé¹²⁶. Le signal de déflexion du levier est filtré, à travers un filtre passe-bas, afin d'éliminer toutes les contributions autres que celle à $\Delta\omega$. Ce signal est ensuite analysé par le détecteur synchrone, dont la référence est fournie par un mixer. Ce mixer est lui-même alimenté directement par les deux générateurs, à travers deux résistances importantes de façon à ne pas causer de chute de tension sur les transducteurs. La sortie du mixer est enfin filtrée avec un filtre passe-bande centré sur $\Delta\omega$. Les canaux de sortie du détecteur sont reliés à un système d'enregistrement et d'affichage des résultats.

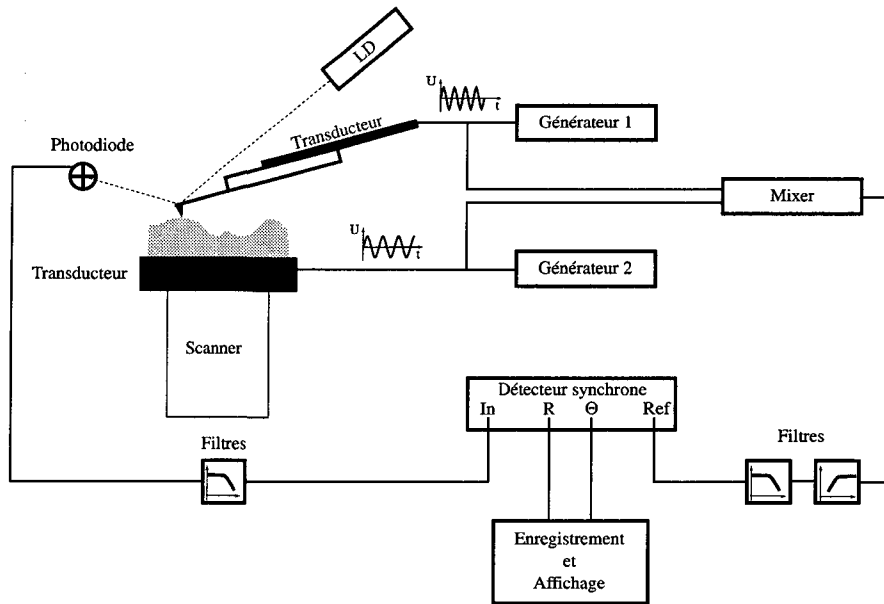


Figure V-4 : Schéma de la partie acoustique du montage. Un générateur alimente le transducteur situé à la base du levier avec un signal haute fréquence ω , un deuxième générateur alimente le transducteur placé sous l'échantillon à une fréquence $\omega + \Delta\omega$. Le signal reçu par la photodiode est divisé en deux, une partie servant à la régulation de la position comme dans un AFM classique, une autre partie analysant le spectre acoustique. Pour ce faire, le signal est filtré, afin d'éliminer toutes les contributions haute fréquence et ne conserver que le signal à $\Delta\omega$. Celui-ci est analysé par un détecteur synchrone, dont la référence est fournie par un mixer, lui-même alimenté par les deux générateurs.

2.3 Résultats

Tous les résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus sur un microscope Universal de chez Thermomicroscopes (anciennement Park Scientific Instruments) ¹²⁷. Le transducteur bimorphe présent sur la tête non-contact de ce microscope est utilisé pour fournir l'excitation acoustique à la base du levier. Ce transducteur présente une résonance à 385 kHz qui est exploitée pour générer de fortes amplitudes de vibration. L'excitation de l'échantillon est fournie par un transducteur large bande de chez Panametrics (modèle V-101 RM). Sa fréquence centrale est 542 kHz, et sa bande passante à -6 dB est 97% (figure V-5). En raison de l'existence de la résonance du bimorphe, et de la réponse relativement plate entre 400 et 600 kHz du deuxième transducteur, tous les spectres suivants sont obtenus en fixant la fréquence de l'excitation à la base du levier à 385 kHz. La fréquence du deuxième transducteur est balayée entre 385 et 485 kHz afin de couvrir la bande de 100 kHz accessible à la détection par le détecteur synchrone.

Un spectre caractéristique obtenu sur un échantillon de GaAs est présenté à la figure V-6. Les tensions appliquées aux deux transducteurs sont 300 mV et 3 V, à la base du levier et sous l'échantillon respectivement. La première résonance en contact est clairement visible autour de 60 kHz. La présence de ce pic, avec un bon rapport signal sur bruit, démontre la réalité du phénomène de mixage, le signal détecté ici étant le signal $x_{00} * \Delta x_0$ évoqué au paragraphe 2.1, formules V.11 à V.13.

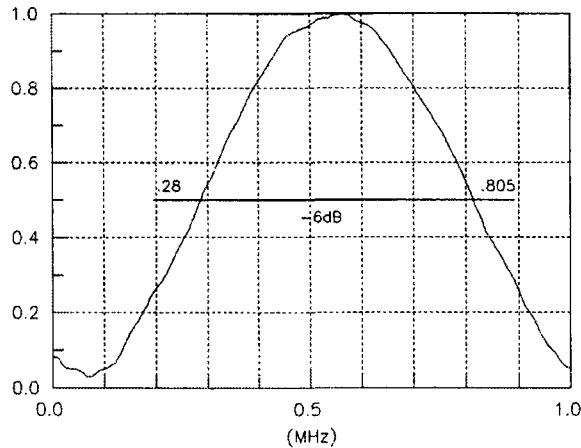


Figure V-5 : Réponse fréquentielle normalisée du transducteur V-101 RM. La fréquence centrale est 542 kHz et la réponse est relativement plate entre 400 et 700 kHz. En dessous de 300 et au-dessus de 800 kHz, l'amplitude de vibration est inférieure à 50% de l'amplitude maximale.

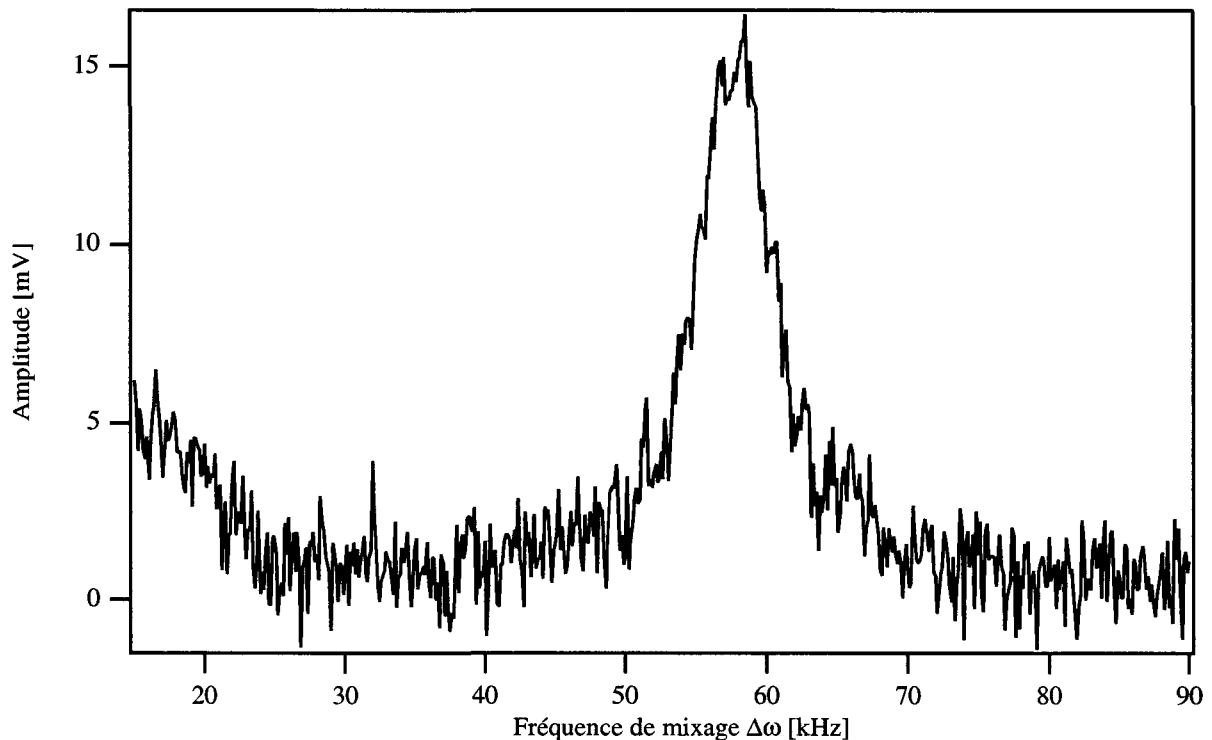


Figure V-6 : Spectre en contact sur un échantillon de GaAs, présentant le premier mode résonant. le transducteur à la base du levier est excité à 385 kHz et 300 mV, tandis que le transducteur sous l'échantillon est excité avec une fréquence variable entre 400 et 475 kHz, à 3 V.

a) Effet de l'amplitude d'excitation

La non-linéarité de l'interaction peut encore être mise en évidence en étudiant l'évolution de la fréquence de résonance en fonction de différents paramètres, tels que l'amplitude de l'excitation. Deux figures (V-7 et V-8) présentent en détail l'influence de l'amplitude d'excitation sur le comportement de la fréquence de résonance. La figure V-7, tout d'abord, présente cinq spectres acquis à fréquence croissante en augmentant l'amplitude d'excitation de la base du levier. A faible amplitude, le pic est symétrique, sa fréquence est fixe et le rapport des amplitudes correspond au rapport des tensions appliquées, dans la limite des incertitudes de mesure. Au-delà de 300 mV, on assiste à un déplacement de la fréquence de résonance vers des fréquences plus basses¹²⁸.

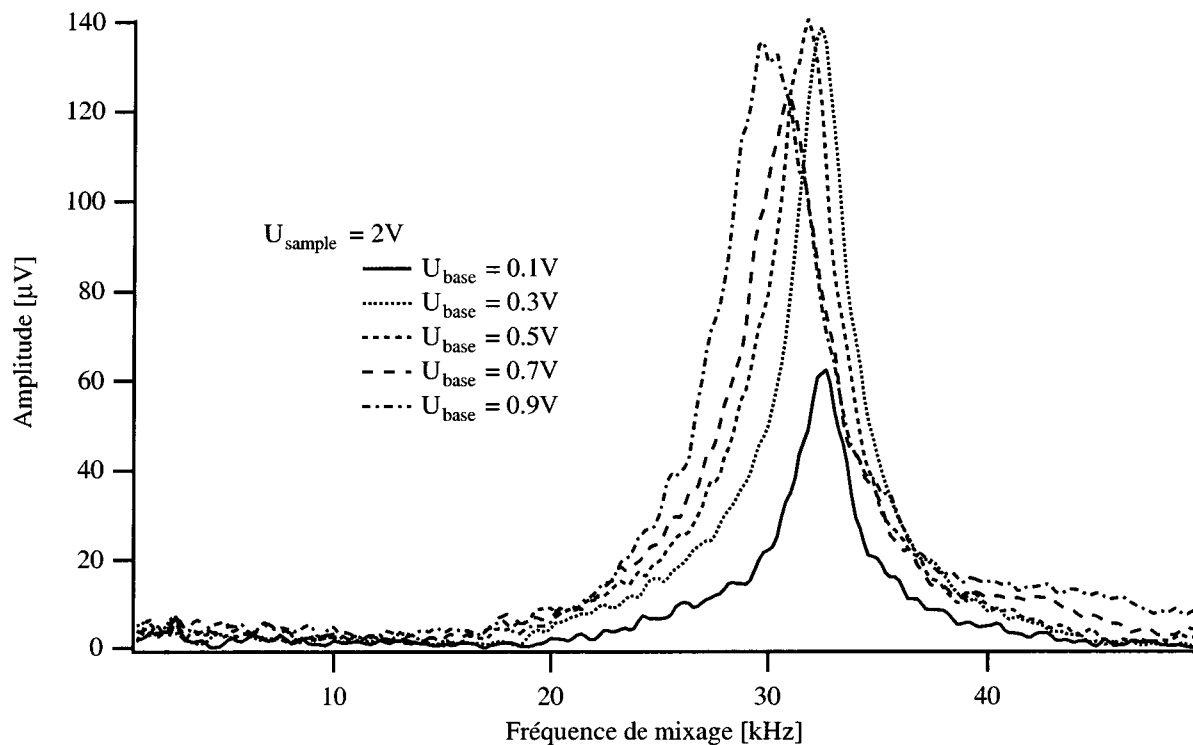


Figure V-7 : Mise en évidence de l'adoucissement de la résonance, caractéristique d'une résonance non linéaire. Pour des amplitudes d'excitation croissantes, la fréquence de résonance se décale vers les basses fréquences.

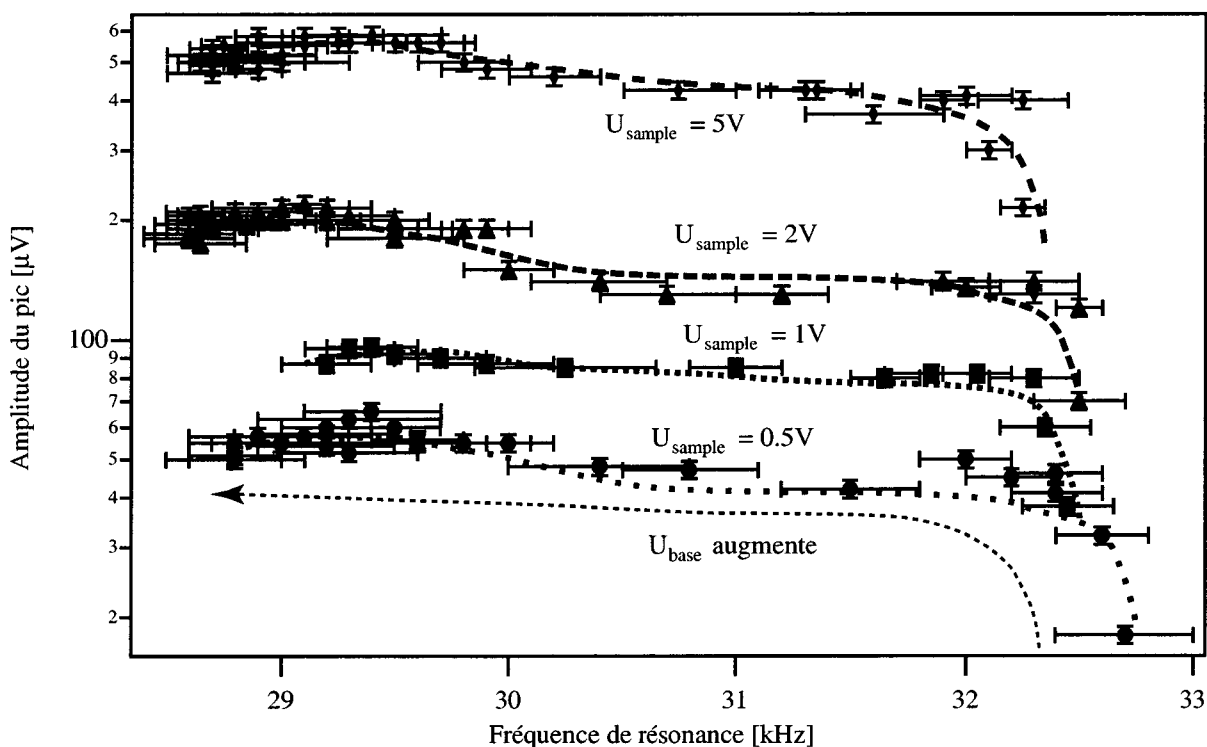


Figure V-8 : Evolution de la fréquence de résonance du premier mode en contact en fonction des amplitudes appliquées sur les deux transducteurs.

De plus, l'amplitude du pic semble rester constante sur une large plage d'amplitudes d'excitation. Cet effet est mis en évidence à la figure V-8, dans laquelle sont reportées les amplitudes des pics

de résonance en fonction de leur fréquence. Quatre courbes sont présentées, correspondant à des amplitudes d'excitation croissantes de l'échantillon. Ce comportement typique d'une résonance non-linéaire est appelé adoucissement ¹²⁹.

Afin de comprendre schématiquement l'origine de cet adoucissement, nous allons faire trois hypothèses: la mécanique de Hertz s'applique, de même que l'approximation linéaire présentée au paragraphe III.3.1, page 33, ce qui nous permet de définir la raideur du contact. De plus, nous allons supposer que la raideur du contact est le paramètre responsable de la position de la résonance: plus la raideur est grande, plus la fréquence de résonance est élevée ^{78, 79}. A l'aide de ces hypothèses, nous pouvons désormais représenter l'évolution de la raideur du contact en fonction de l'amplitude de la vibration appliquée.

La raideur du contact, dans le cas hertzien, s'écrit:

$$k_{\text{contact}} = 2E\sqrt{\delta R} \quad (\text{V.14})$$

La raideur moyenne du contact sur un cycle de vibration peut s'écrire:

$$\langle k(\delta_0) \rangle = \frac{\int_{\delta - \delta_0}^{\delta + \delta_0} k(x) dx}{2\delta_0} \quad (\text{V.15})$$

où $k(x)$ est donné par V.14, δ est la position d'équilibre statique et δ_0 est l'amplitude de vibration. La figure V-9 présente l'évolution de la raideur moyenne du contact en fonction de l'amplitude de vibration, comme calculée en V.15.

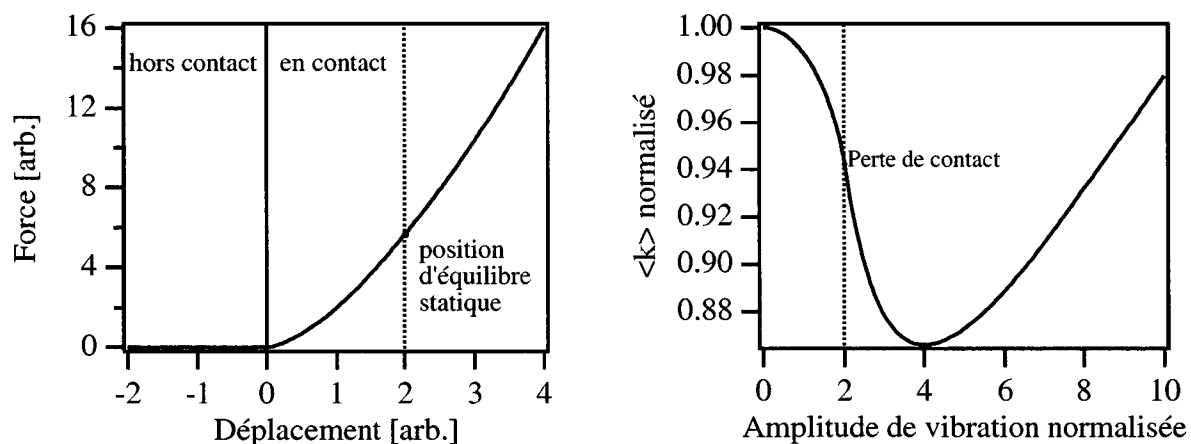


Figure V-9 : Courbe Force-Déplacement dans le cas de la théorie de Hertz (à gauche) et évolution de la raideur moyenne, normalisée, en fonction de l'amplitude de vibration (à droite). La raideur diminue lorsque l'amplitude de vibration augmente, ce qui induit une diminution de la valeur de la fréquence de résonance.

On constate clairement ici que la raideur diminue lorsque l'amplitude de vibration augmente, et ce même au-delà de la perte de contact. On peut remarquer que la variation relative de la raideur est faible, puisque de l'ordre de 6% au moment de la perte de contact. Ceci est en bon accord avec la variation observée de la fréquence de résonance, de l'ordre de 10% au maximum sur les courbes des figures V-7 et V-8.

Une dernière caractéristique de l'adoucissement d'une résonance est l'hystérèse qui apparaît entre les spectres acquis à fréquence croissante et décroissante. La figure V-10 montre ce phénomène très clairement, pour des amplitudes d'excitation plus grandes que celles des figures précédentes. A faible amplitude, une fois encore, les pics sont symétriques et l'hystérèse est faible. Les spectres

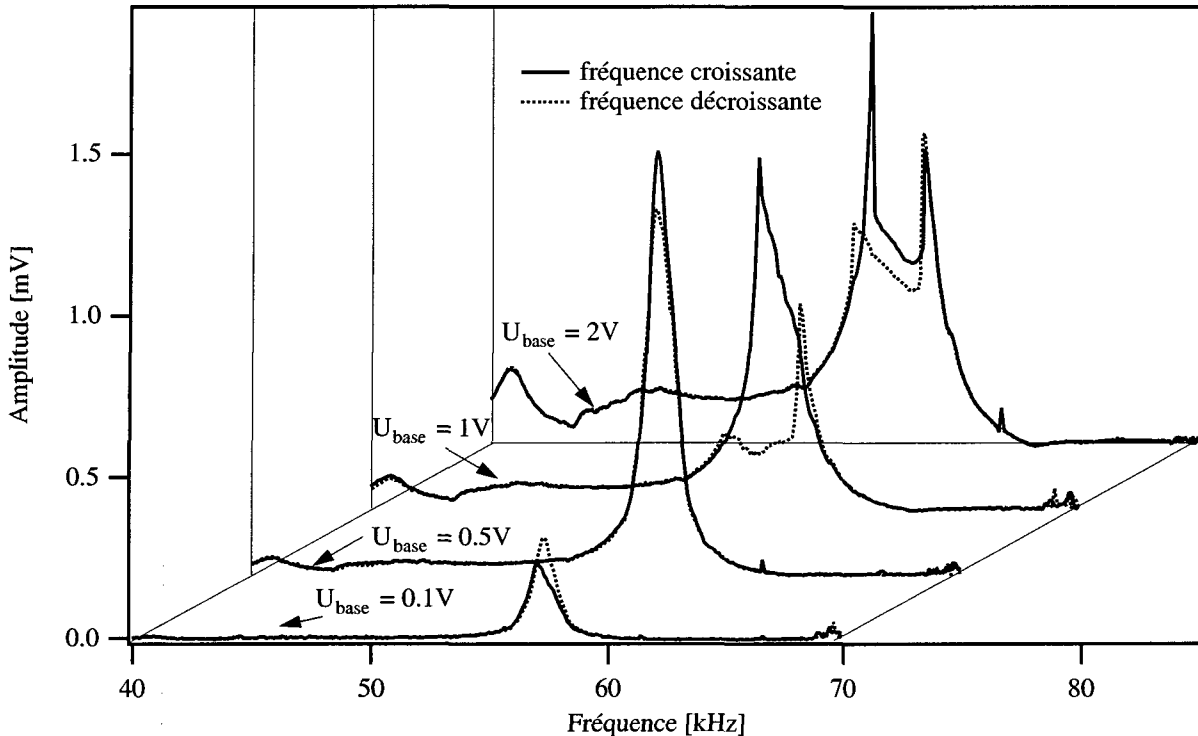


Figure V-10 : Spectres fréquentiels présentant la première résonance en contact. Les mesures sont faites à fréquence croissante et décroissante successivement, pour différentes amplitudes d'excitation à la base du levier.

à 1 et 2 V en revanche sont très fortement affectés, les pics n'étant plus du tout symétriques et présentant une large hystérèse^{130, 131}. Il n'est plus possible de définir avec précision la fréquence de résonance du mode considéré. Afin de mieux comprendre l'origine de l'hystérèse, la figure V-11 présente un schéma de l'évolution d'un spectre fréquentiel dans le cas d'une résonance non-linéaire. A faible amplitude d'excitation, le pic est symétrique et aucune hystérèse n'est présente entre les mesures à fréquence croissante et décroissante. Avec l'augmentation de l'amplitude d'excitation, la fréquence du maximum du pic de résonance se décale vers les basses fréquences. Ce décalage est responsable de l'apparition de points à tangente verticale sur le spectre (A et B), ce qui cause un "saut" sur le spectre (indiqué en traitillés sur la figure V-11). L'hystérèse apparaît à cause de la non superposition de ces deux points à tangente verticale.

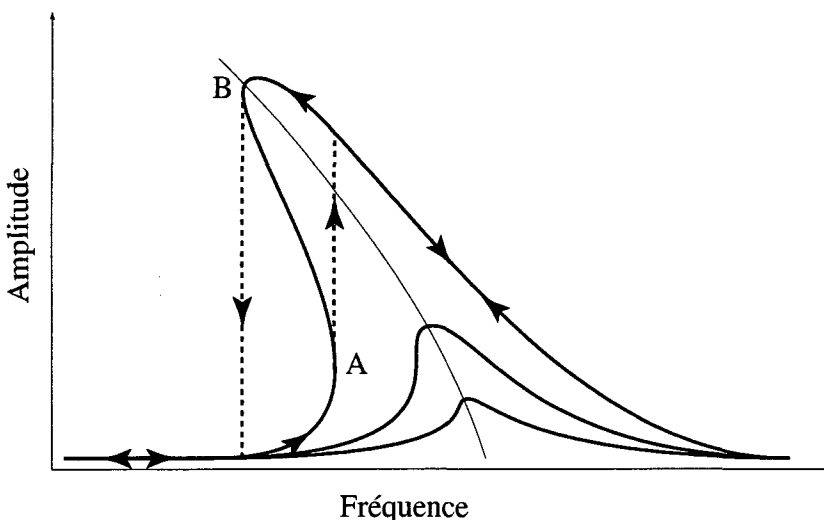


Figure V-11 : Schéma d'une résonance non-linéaire. Les différentes courbes correspondent à des amplitudes d'excitation croissantes. Les discontinuités, en traitillés, montrent l'allure attendue d'un spectre expérimental. La partie de la courbe entre les traitillés (de A à B) n'est pas accessible expérimentalement.

Dans la suite de ce paragraphe, les spectres sont acquis avec des amplitudes d'excitation suffisamment faibles pour apparaître symétriques.

b) Effet de la charge appliquée sur le contact

Les leviers utilisés pour cette étude sont des microleviers triangulaires en nitrure de silicium de Thermomicroscopes. Ces leviers ont des constantes de raideurs très faibles, de l'ordre de 0.01 à 0.05 N/m. La gamme de charges accessibles en utilisant le programme d'acquisition est ainsi très faible. Pour élargir cette gamme de charges, la boucle de régulation est désactivée, et la tension appliquée au scanner est incrémentée, pas à pas. Un spectre est acquis pour chaque valeur de la tension et la fréquence et l'amplitude de la résonance sont enregistrées. Il devient rapidement nécessaire d'ajuster le réglage de la position de la photodiode, en raison des déformations très importantes du levier induites par la charge appliquée. Les résultats obtenus pour deux leviers sur un échantillon de quartz sont présentés à la figure V-12.

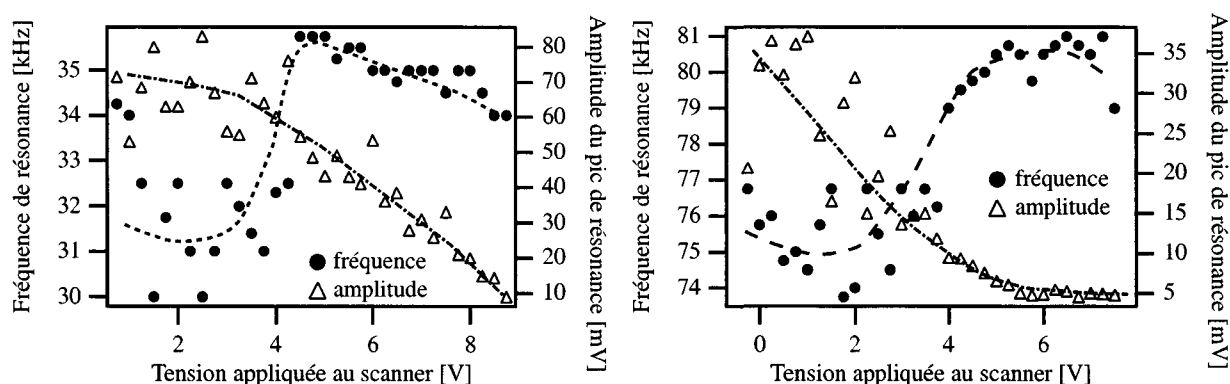


Figure V-12 : Evolution de la fréquence de résonance en contact sur un échantillon de quartz, en fonction de la charge appliquée. Les deux graphes présentent les mesures obtenues avec un Microlevier C, à gauche, et un Microlevier D, à droite. Les courbes superposées aux points sont des guides pour l'oeil indiquant les tendances des évolutions.

Dans les deux cas, on observe au moins deux régimes: dans un premier temps, pour les charges les plus faibles, la fréquence de résonance varie fortement d'une mesure à l'autre. A plus forte charge, une transition rapide a lieu vers une fréquence supérieure. Cette nouvelle fréquence est stable d'une mesure à l'autre, environ 10% supérieure à la fréquence moyenne à faible charge. Parallèlement, l'amplitude du pic de résonance décroît régulièrement avec la charge sur toute la gamme explorée.

Une explication possible de ce comportement provient de la manière dont l'expérience est réalisée. Une fois l'approche automatique terminée, et le contact avec la surface établi, la boucle de régulation est désactivée, et le scanner est rétracté au maximum. Le contact est alors perdu. La tension appliquée au scanner est ensuite incrémentée pas à pas, jusqu'à ce que la résonance soit détectée. Les premiers points sur les deux graphes sont donc obtenus pour des forces nettes d'interaction négatives (domaine attractif). L'interaction étant plus faible, on s'attend bien à une chute de la fréquence de résonance. La dispersion importante sur ces premières mesures s'explique de la même façon; en effet, l'interaction étant faible en valeur absolue, de faibles variations absolues de cette interaction apparaîtront comme de grandes variations relatives, susceptibles de modifier la fréquence de résonance.

La décroissance de la fréquence de résonance à forte charge, observée sur la mesure réalisée avec le levier le plus souple, est en accord avec les observations de Mazeran¹²¹. Cette décroissance est attribuée à deux phénomènes, une augmentation de l'amortissement ou une augmentation du glis-

sement de la pointe à la surface. Ces deux effets entraînent une dissipation d'énergie et peuvent expliquer un abaissement de la fréquence de résonance.

c) Effet du taux d'humidité

Les mêmes mesures de la fréquence et de l'amplitude de la résonance du premier mode en contact sur un échantillon de quartz ont été réalisées en fonction du taux d'humidité relative de l'atmosphère environnant le microscope. Pour ce faire, le microscope a été placé dans une boîte à gants qui permet de confiner l'atmosphère ambiante. L'accroissement du taux d'humidité est obtenu par évaporation de gouttes d'eau, qui peuvent être introduites dans l'enceinte au moyen d'une seringue. La diminution du taux d'humidité s'obtient grâce à un flux continu d'azote gazeux à travers la boîte à gants.

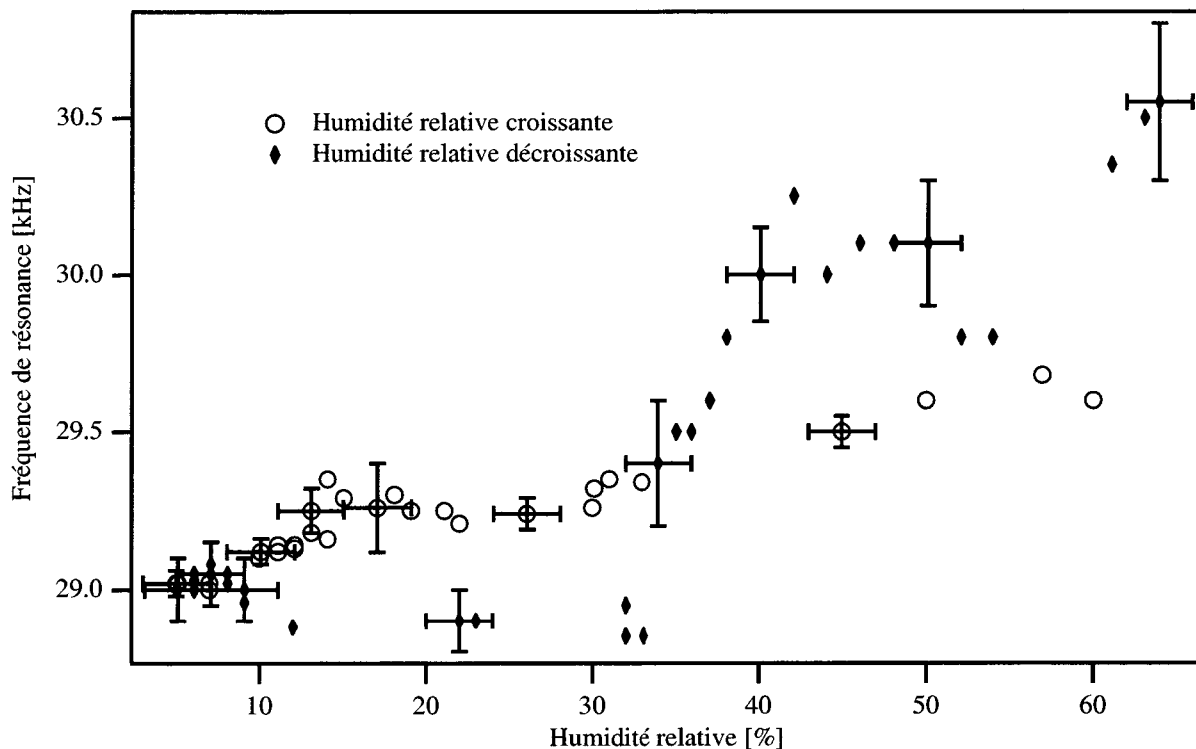


Figure V-13 : Mesure de la fréquence de résonance du premier mode en contact en fonction du taux d'humidité relative.

Les figures V-13 et V-14 présentent l'évolution de la fréquence de résonance et de l'amplitude du pic de résonance pour un taux d'humidité relative croissant et décroissant. Pour analyser ces résultats, il est important de savoir exactement comment l'expérience a été réalisée. Dans un premier temps, avant le premier contact du levier avec l'échantillon, le taux d'humidité a été abaissé jusqu'à 5% environ. Le contact a été établi, et les spectres ont ensuite été acquis en continu, pendant que le taux d'humidité croissait. Une fois le taux de 60% atteint, le contact a été rompu pendant 5 minutes avant d'effectuer une nouvelle approche et de commencer les mesures à taux d'humidité décroissant. Il faut noter que le temps nécessaire à la décroissance du taux d'humidité est très largement supérieur à celui nécessaire à sa croissance.

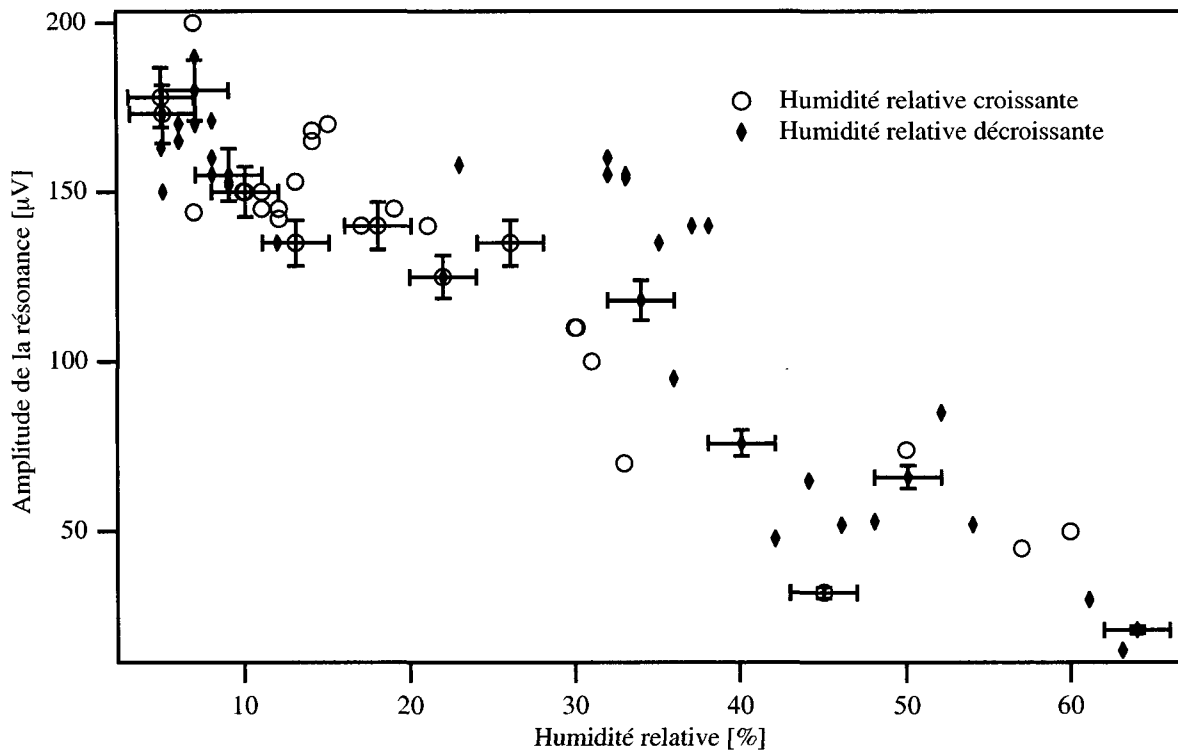


Figure V-14 : Mesure de l'amplitude de la résonance du premier mode en contact en fonction du taux d'humidité relative.

L'augmentation de la fréquence de résonance observée à humidité croissante provient de l'existence de forces capillaires dans le contact, qui augmentent avec le taux d'humidité. La tendance générale s'inverse pour un taux d'humidité décroissante, en accord avec cette analyse. La non superposition des mesures à taux croissant et décroissant peut être due à une différence dans la taille du ménisque d'eau qui s'établit entre la pointe et la surface, suivant que le contact initial est réalisé "à sec" ou pour de forts taux d'humidité. Cette analyse est en accord avec le modèle développé par Crassous et al.¹³². En effet, dans ce cas, la force capillaire dépend de la taille du ménisque et s'écrit :

$$F^{\text{cap}}(h) = -4\pi R\gamma_{\text{LV}}\left(1 - \frac{h-3e}{2r}\right) \quad (\text{V.16})$$

où R est le rayon de courbure de la pointe, γ_{LV} est l'énergie de surface, h la distance pointe-échantillon, e l'épaisseur du film d'eau adsorbé sur la pointe et l'échantillon et r le rayon du ménisque. On constate que, même en contact ($h=0$, à supposer qu'aucune couche d'eau ne reste coincée entre la pointe et la surface), la force capillaire dépend de e et r .

La variation absolue de la fréquence de résonance n'est que de 1.5 kHz entre les mesures à 5% d'humidité, et celles à 60% d'humidité, ce qui représente une variation relative de seulement 5% environ. C'est un effet faible, même s'il est mesurable.

Sur l'amplitude en revanche, l'influence du taux d'humidité est beaucoup plus manifeste. Les mesures à taux croissant et décroissant sont cette fois superposées, et présentent une variation de près de 100% entre l'amplitude mesurée pour un taux de 5% et celle mesurée pour un taux de 60%. Malgré la dispersion des résultats, la décroissance de l'amplitude semble linéaire avec le taux d'humidité.

d) Effet de la raideur du levier

La fréquence de résonance du premier mode en contact a été mesurée sur un échantillon de GaAs, ainsi que sur un composite constitué d'une matrice d'Aluminium et de fibres d'Alumine Al_2O_3 . Sur chaque matériau, la mesure a été réalisée avec trois leviers dont les raideurs sont connues. Pour l'échantillon de GaAs, ces leviers sont les microleviers C, D et E du même chip. Pour le composite, ce sont trois leviers Nanosensor en silicium. Les valeurs mesurées des fréquences de résonance sont présentées à la figure V-15, sur laquelle l'axe des ordonnées est normalisé par la fréquence de résonance libre de chaque levier, tandis que l'axe des abscisses représente le rapport de la raideur du contact à la raideur du levier. La raideur du contact est un paramètre inconnu, mais on peut supposer, en première approximation, qu'elle reste la même au cours de chaque série de mesures. En effet, elle dépend principalement du module élastique réduit et de la taille du contact (dans l'approche hertzienne au moins). Le module réduit dépend des matériaux en présence, qui ne changent pas au cours d'une série de mesures (GaAs-Si $_3$ N $_4$, Al-Si ou Al_2O_3 -Si). La taille du contact quant à elle dépend du rayon de courbure de la pointe, qui varie peu, et de la force appliquée, fixée à une valeur donnée pour chaque série de mesures.

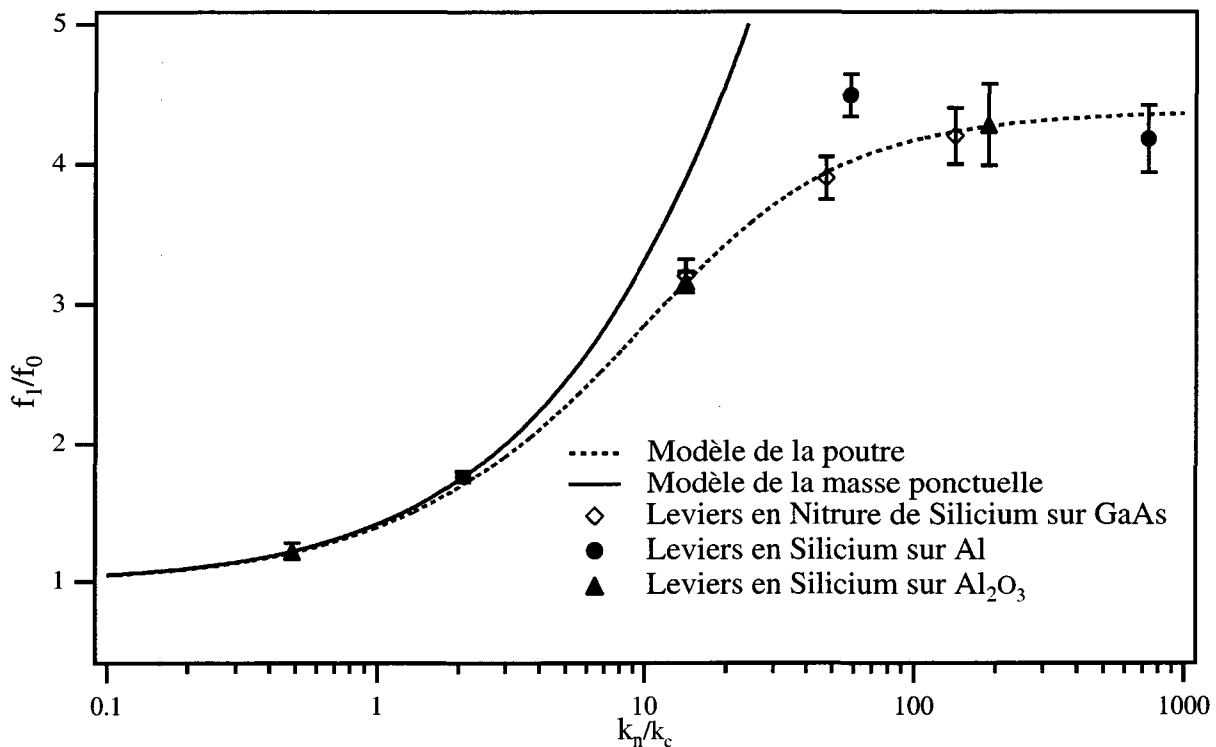


Figure V-15 : Les fréquences de résonance en contact du premier mode de résonance mesurées avec différents leviers sur différents échantillons sont présentées, en fonction du rapport de la rigidité normale du contact (k_n) et de la raideur du levier (k_c). L'échelle des ordonnées est normalisée par la fréquence de résonance libre du levier utilisé pour chaque mesure. En plus des points de mesure, le modèle de la poutre et celui de la masse ponctuelle sont également représentés. Le modèle de la masse ponctuelle ne permet pas de rendre compte des résultats mesurés.

En plus des points de mesure, deux courbes figurent sur le graphe. Elles correspondent au modèle de la masse ponctuelle, en trait plein, et au modèle développé dans ce travail (chapitre VI), en trait-tillé. La détermination de la valeur de la raideur du contact se fait par ajustement des points de mesure à l'un des deux modèles. Il apparaît immédiatement que le modèle de la masse ponctuelle ne

rend pas compte des mesures, alors que le modèle développé au cours de ce travail permet un ajustement bien meilleur.

2.4 Détection du déplacement quasi-statique de la pointe

a) Montage expérimental

Le montage utilisé pour réaliser cette expérience est très semblable à celui présenté à la figure V-4, mais il requiert un générateur additionnel. En effet, les déplacements que nous cherchons à mesurer ici sont très faibles. Si faibles qu'aucune mesure statique n'est assez sensible pour les observer. Nous devons donc recourir à une mesure dynamique. Ceci est réalisé à l'aide du troisième générateur qui module les amplitudes des deux excitations avec un signal basse fréquence. La conséquence de cette modulation est que le déplacement quasi-statique de la pointe va lui aussi osciller à la fréquence de la modulation, entre sa valeur maximale et zéro. L'amplitude du signal détecté par le détecteur synchrone, synchronisé à la fréquence de modulation, est donc une mesure du déplacement quasi-statique de la pointe causé par les deux excitations.

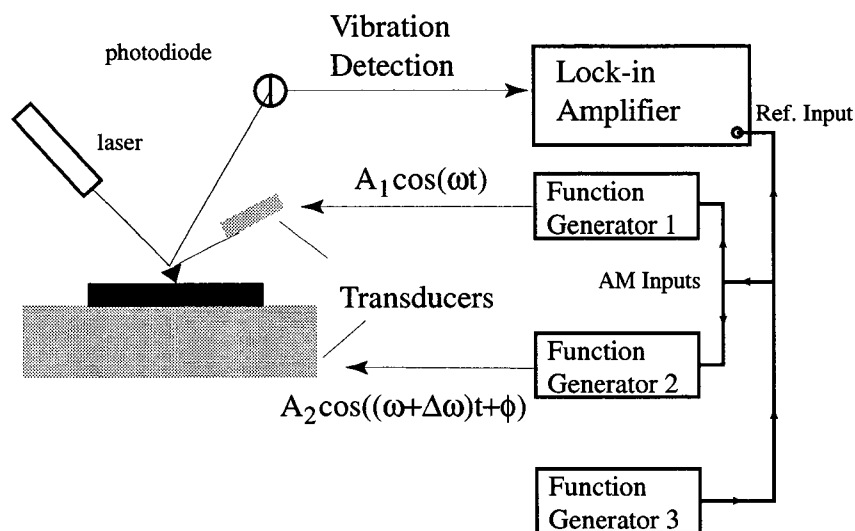


Figure V-16 : Schéma du montage permettant la détection de x_{00} . Deux générateurs sont utilisés pour alimenter les deux transducteurs. Les amplitudes A_1 et A_2 sont modulées par un signal basse fréquence fourni par un troisième générateur. Le signal détecté par le détecteur synchrone à la fréquence de modulation est une mesure de x_{00} .

b) Modèle

Le modèle utilisé pour l'analyse de ces résultats a déjà été présenté au début de ce chapitre, et les figures V-1 et V-2 montrent l'évolution attendue de x_{00} . Les résultats du paragraphe suivant vont être comparés à ce comportement modélisé.

c) Résultats

La figure V-17 présente trois mesures de x_{00} réalisées sur un échantillon de quartz. Comme pour les mesures de mixing, la fréquence d'excitation de la base du levier est gardée constante à 385 kHz, alors que la fréquence d'excitation du transducteur est choisie égale à 407 kHz. La modulation des amplitudes d'excitation est réalisée à 7.8 kHz. La courbe en trait continu de la figure V-17 présente une mesure réalisée pour une amplitude d'excitation nulle de l'échantillon, et une amplitude croissante de l'excitation de la base du levier, de 0 à 5 V. La mesure en pointillé est réa-

lisée sans excitation de la base du levier, pour une excitation croissante de l'échantillon de 0 à 10 V. Enfin, la troisième mesure est obtenue avec les deux excitations simultanées, celle de la base du levier fixée à 0.5 V, et celle de l'échantillon croissante de 0 à 10 V.

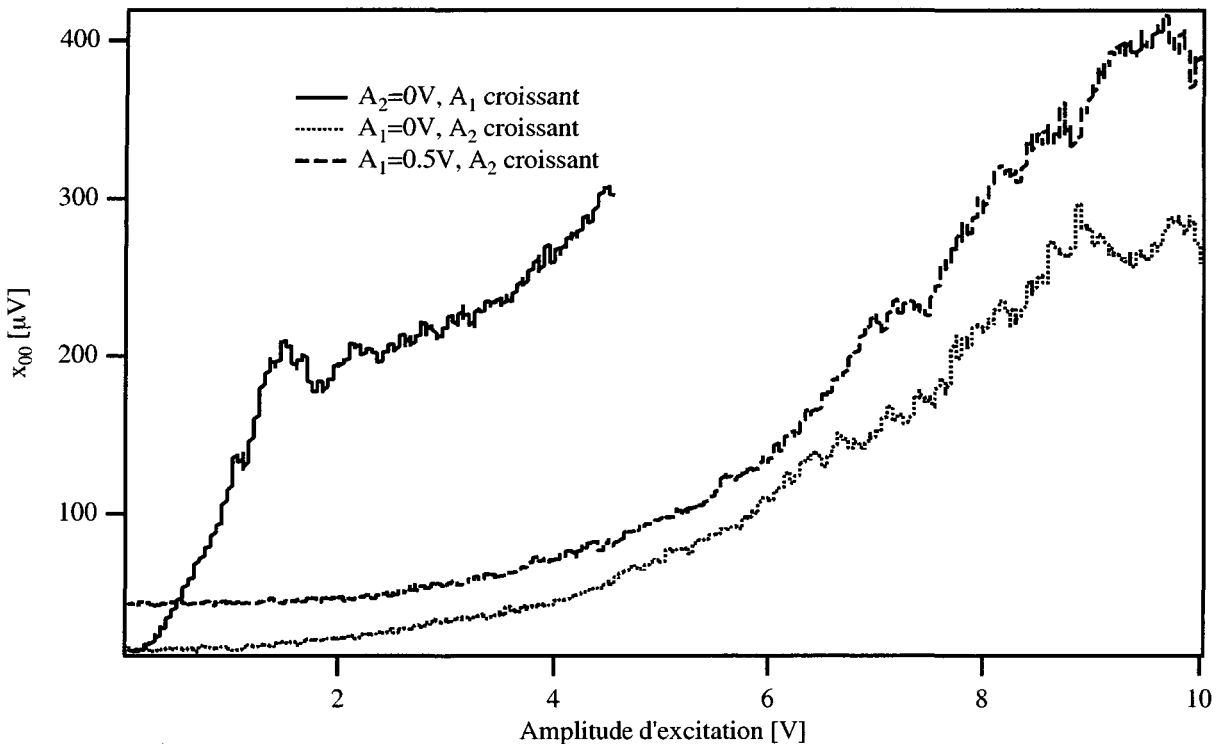


Figure V-17 : Spectres du déplacement quasi-statique x_{00} de la pointe en contact avec un échantillon soumis à une ou deux excitations. Deux régimes sont visibles sur les trois courbes, vraisemblablement liés à deux types de non linéarités différentes. A faible amplitude, c'est la non linéarité du contact qui se manifeste, alors qu'à plus forte amplitude la pointe commence à glisser à la surface, ce qui modifie la non linéarité de l'interaction.

Les trois mesures présentent le même comportement, une fois prise en compte l'efficacité différente des deux transducteurs, qui explique que x_{00} soit beaucoup plus grand lorsque le contact est sollicité depuis la base du levier. Dans les trois cas, on observe un comportement semblable à celui prédit par le modèle (voir figure V-1) à faible amplitude, suivi d'une transition vers un deuxième comportement. Ce comportement n'est pas chaotique, mais semble obéir à des lois proches du premier comportement (croissance de type polynômiale en fonction de l'amplitude). Ceci nous amène à penser que ce que l'on observe est la transition entre deux régimes non-linéaires différents: le premier, à faible amplitude d'excitation, est lié à la mécanique du contact, Hertz dans le cas du modèle développé ici; le deuxième, à plus forte amplitude d'excitation, est dû au glissement de la pointe sur la surface. Ceci confirme les travaux de Mazeran qui insiste sur l'importance du glissement de la pointe sur l'échantillon^{120, 121, 133}.

2.5 Discussion

Les résultats présentés aux paragraphes 2.3 et 2.4, et notamment la détection des pics de résonance du levier en contact sur différents échantillons, mettent en évidence un problème fondamental de l'approche non-linéaire. Dans l'optique d'une détermination des propriétés haute fréquence d'un échantillon, cette approche semble vouée à l'échec. En effet, les résonances détectées le sont à des

fréquences correspondant à celles qu'on obtiendrait avec une seule excitation à la fréquence $\Delta\omega$. Ceci démontre bien que l'information haute fréquence est masquée par l'information basse fréquence. Pourtant, si on reprend les équations du modèle (V.12 et V.13), on s'attend à observer une dépendance fréquentielle forte de l'amplitude du déplacement quasi-statique de la pointe ainsi que de la composante mixée. Ceci n'apparaît pas dans nos résultats.

L'introduction de la dépendance fréquentielle du module élastique réduit dans le modèle est un pas nécessaire pour rendre possible l'étude de l'évolution du module sur une large plage fréquentielle. Ce développement complémentaire du modèle est très complexe et n'a pas été abordé dans cette étude. De plus, même le modèle très simplifié présenté ici devient excessivement complexe dès que le levier n'est plus modélisé par un ressort et une masse ponctuelle, mais bien par une poutre encastrée, ce qui correspond beaucoup plus à la réalité.

D'une manière générale, cette approche est compliquée à mettre en oeuvre et donne des résultats difficiles à analyser. Il nous a donc paru nécessaire de développer une approche différente pour déterminer les propriétés mécaniques locales haute fréquence d'un échantillon.

3. La détection stroboscopique, une approche linéaire

3.1 Principe

Le principal problème rencontré dans l'approche non-linéaire provient de l'utilisation simultanée de deux ondes acoustiques pour solliciter le contact. Il s'agit donc de trouver une méthode de détection des vibrations haute fréquence du levier qui ne nécessite la présence que d'une seule onde acoustique. Cette méthode est fondée sur le principe du stroboscope, dont de nombreuses applications sont couramment rencontrées¹³⁴. La plus célèbre est probablement l'observation du mouvement des roues de la diligence dans les westerns, qui tournent en sens inverse du mouvement attendu en raison de la faible différence de fréquence existant entre la prise d'images et la rotation de la roue.

Pratiquement, le levier AFM est excité depuis sa base par un transducteur à une fréquence quelconque. Les déplacements statiques ou basse fréquence du levier sont détectés à l'aide de la méthode classique de déflexion optique. Celle-ci fait appel à un faisceau laser, réfléchi sur le dos du levier avant d'être intercepté par une photodiode différentielle (à deux ou quatre quadrants). Pour avoir accès au mouvement haute fréquence du levier, l'intensité du faisceau laser est modulée à une fréquence voisine de la fréquence d'excitation. Il en résulte, au niveau de la photodiode, un signal oscillant à une fréquence égale à la différence des deux fréquences. Ce signal peut ensuite être analysé de façon conventionnelle avec un détecteur synchrone par exemple.

Trois avantages principaux résultent de ce montage. D'une part, la sollicitation du contact est parfaitement définie comme une contrainte sinusoïdale de fréquence égale à la fréquence d'excitation du transducteur. Deuxièmement, les amplitudes de vibration nécessaires pour détecter un signal sont beaucoup plus faibles que dans l'approche non-linéaire. Pour celle-ci en effet, une amplitude d'excitation importante est nécessaire pour activer les modes mixés, ce qui cause, comme décrit au paragraphe V.2.3 a) des problèmes d'adoucissement des résonances et d'hystérèse entre les mesures à fréquence croissante et décroissante. Rien de tel ici, puisque la détection ne fait pas appel à

la non-linéarité de l'interaction. Finalement, la gamme fréquentielle sur laquelle une mesure peut être réalisée est quasiment illimitée. Les limitations restantes proviennent du laser, qui doit supporter d'être modulé à la fréquence désirée, ainsi que du transducteur qui doit vibrer efficacement sur toute la gamme fréquentielle d'intérêt. Une autre limitation doit être prise en compte, à savoir qu'au-delà du quinzième mode environ, les noeuds de vibration sur le levier deviennent si proches qu'ils s'influencent mutuellement et que le mouvement global de la poutre devient difficile à analyser. Dans une moindre mesure, une limitation supplémentaire provient du fait que l'amplitude de vibration du levier diminue rapidement avec la fréquence. Ainsi, à très haute fréquence, c'est la qualité de la chaîne d'acquisition (filtres et amplis) qui devient le facteur limitant, permettant d'enregistrer un rapport signal sur bruit suffisant ou non.

3.2 Développement théorique de la détection homo- et hétérodyne

Le modèle présenté dans ce paragraphe explique le principe de la détection stroboscopique. Il fait appel à un minimum d'hypothèses, qui sont les suivantes ¹³⁵:

-Le levier est excité en régime sinusoïdal. La tension appliquée au transducteur piézoélectrique est de la forme $U_0 \sin(\omega t)$, et l'angle de déflexion du levier résultant est de la forme $\alpha(t) = \alpha_0 \sin(\omega t + \delta)$, (figure V-18).

-La diode laser est modulée par un signal carré de fréquence ω_m (figure V-19). Le flux lumineux émis par la diode vaut Φ_0 sur une demi-période et 0 sur le reste de la période.

-La tension de sortie de la photodiode est proportionnelle à la fois à l'angle de déflexion du levier, et à l'intensité lumineuse du faisceau laser, $V_d(t) = a \Phi(t) \alpha(t)$.

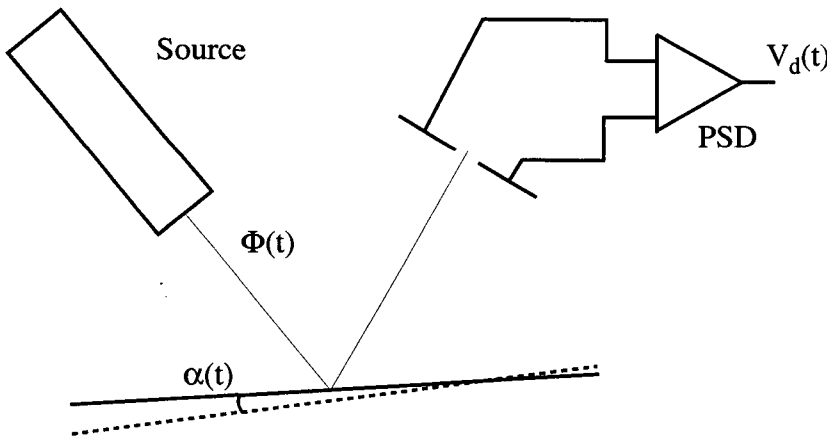


Figure V-18 : Schéma de principe de la détection. Le flux Φ du laser est réfléchi sur le dos du levier, qui fait un angle α par rapport à un angle de référence. La photodiode différentielle détecte un signal proportionnel à α et à Φ .

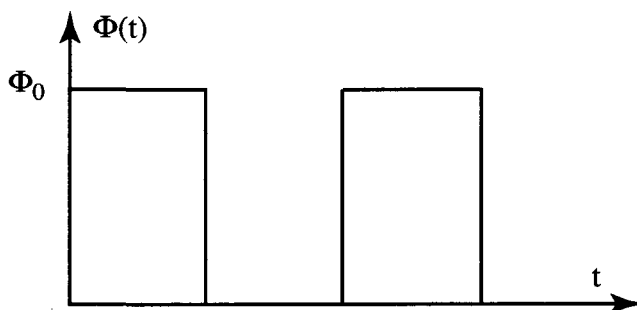


Figure V-19 : Forme de la modulation de l'intensité lumineuse fournie par le laser.

Le flux lumineux de la diode laser peut s'exprimer en série de Fourier, ce qui donne:

$$\Phi(t) = \frac{\Phi_0}{2} + \frac{2\Phi_0}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \sin\left((2n+1)\omega_m t\right) \quad (\text{V.17})$$

En conséquence, la tension de sortie de la photodiode V_d peut être réécrite:

$$V_d(t) = a_1 \sin(\omega t + \delta) + \frac{4}{\pi} a_1 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \sin\left((2n+1)\omega_m t\right) \sin(\omega t + \delta) \quad (\text{V.18})$$

ou encore:

$$V_d(t) = a_1 \sin(\omega t + \delta) + \frac{2}{\pi} a_1 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \left(\cos\left((2n+1)\omega_m t - \omega t - \delta\right) - \cos\left((2n+1)\omega_m t + \omega t + \delta\right) \right) \quad (\text{V.19})$$

avec:

$$a_1 = \frac{\alpha \alpha_0 \Phi_0}{2} \quad (\text{V.20})$$

Le signal de mesure contient ainsi des contributions à ω , $(2n+1)\omega_m + \omega$ et $(2n+1)\omega_m - \omega$. Examinons maintenant ce signal dans le cas d'une détection homodyne, c'est à dire pour $\omega_m = \omega$. Dans cette configuration, seule la composante continue est détectée. En effet, le signal de sortie V_d est mesuré par un voltmètre. L'action de celui-ci correspond à déterminer la valeur moyenne du signal mesuré (pseudo-intégration), ou plus rigoureusement:

$$\overline{V_d} = \frac{1}{\tau} \int_0^{\tau} V_d(t) dt = \frac{2}{\pi} a_1 \cos(\delta) \quad (\text{V.21})$$

Le temps caractéristique τ est grand, ce qui implique que toutes les contributions de type cosinus sont nulles et n'apparaissent pas dans le signal mesuré. Il est important de noter ici que la phase initiale δ doit être nulle pour que le signal mesuré soit bien une mesure de l'amplitude. Si δ est proche de $\pi/2$, alors la mesure est sensible à la phase.

Dans le cas d'une détection hétérodyne, la fréquence de modulation est proche de la fréquence d'excitation, et s'écrit $\omega_m = \omega + \omega_H$. La détection s'effectue à ω_H . Le spectre fréquentiel du signal de mesure est complexe, et constitué de contributions à ω , ω_H , $2\omega + \omega_H$,... La difficulté consiste à filtrer efficacement ce signal autour de la fréquence d'hétérodynage ω_H . La méthode la plus appropriée fait appel à un détecteur synchrone. L'action de celui-ci consiste à mélanger le signal d'entrée avec un signal de référence à la fréquence d'hétérodynage, et à filtrer ensuite le signal résultant par pseudo-intégration (figure V-20). Le signal de sortie du détecteur synchrone est donc de la forme:

$$V_s = \frac{1}{\tau} \int_0^{\tau} V_d(t) \cos(\omega_H t + \delta_H) dt = \frac{a_1}{\pi} \cos(\delta + \delta_H) \quad (\text{V.22})$$

Ici encore, le signal de sortie n'est une mesure de l'amplitude que si $\delta + \delta_H$ est nul. En pratique, les détecteurs synchrones sont à double phase, et la synchronisation impose une phase d'hétérodynage δ_H nulle. Un canal d'acquisition du détecteur synchrone est spécialement dévolu à la mesure de δ , et l'autre est défini de manière à mesurer $2a_1/\pi$.

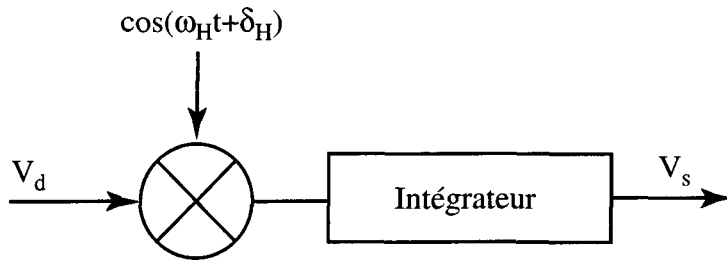


Figure V-20 : Schéma de principe du détecteur synchrone. Le signal d'entrée est mélangé avec un signal de référence, et l'intégrateur extrait ensuite la contribution à la fréquence d'hétérodynage.

Il faut noter ici que si la réponse du levier n'est pas linéaire, le signal de mesure (V_d) contient des harmoniques du signal d'excitation, aux fréquences $m\omega$, m entier positif. Afin que le signal de sortie du détecteur synchrone soit correct, il faut s'assurer qu'aucun mélange parasite ne peut prendre place. La condition suivante doit donc être vérifiée:

$$(2n + 1)(\omega + \omega_H) - m\omega \neq \omega_H, \forall n > 0, \forall m \text{ entier positif} \quad (\text{V.23})$$

L'analyse est similaire quelle que soit la forme de la modulation de l'intensité du flux du laser. Le filtrage est grandement facilité par l'adoption d'une modulation de type sinusoïdale, mais celle-ci est difficile à mettre en oeuvre. En effet, la caractéristique courant-tension de la diode laser n'est pas du tout linéaire. Ainsi, l'application d'une tension sinusoïdale aux bornes de la diode ne génère pas une modulation sinusoïdale du flux lumineux.

3.3 Montages expérimentaux

Expérimentalement, différentes voies sont ouvertes pour réaliser une détection stroboscopique du mouvement du levier. Elles se distinguent par l'emploi de deux fréquences différentes (hétérodynage) ou identiques (homodynage) pour l'excitation et la modulation, l'emploi ou non d'un détecteur synchrone, et finalement l'utilisation ou non d'un mixer pour référencer le détecteur synchrone. Ces différentes possibilités sont présentées et discutées dans les paragraphes suivants.

a) Schémas de principe

i) Détection homodyne

L'emploi de la même fréquence pour l'excitation du levier et pour la modulation du laser semble a priori être la méthode la plus simple. La figure V-21 présente un schéma de montage réalisant une telle détection. En plus de la partie conventionnelle de l'AFM, consistant en un laser, une photodiode et un levier (l'échantillon, le scanner et la boucle de régulation de la position statique n'ont pas été représentés), on distingue trois parties complémentaires dévolues à l'excitation acoustique, la synchronisation des différents signaux et la détection de ceux-ci.

La partie acoustique est constituée des deux générateurs alimentant respectivement la diode laser et le transducteur fixé à la base du levier. Pour assurer une parfaite concordance des fréquences émises par les deux générateurs, il est nécessaire de les synchroniser en leur fournissant une référence temporelle extérieure aussi stable que possible. Ceci permet également de fixer la phase respective des deux générateurs. La détection est assurée par un voltmètre disposant d'une sortie analogique pour exporter les valeurs mesurées vers un affichage.

Ceci vaut pour une mesure à fréquence fixe. Dans le cas où on désire acquérir un spectre de l'amplitude de vibration en fonction de la fréquence, il devient nécessaire en plus de synchroniser le début du balayage fréquentiel des deux générateurs en leur fournissant un trigger externe. En outre, pour assurer un espacement constant des mesures du voltmètre, il faut lui aussi le synchroniser à l'aide du même trigger externe que les deux générateurs.

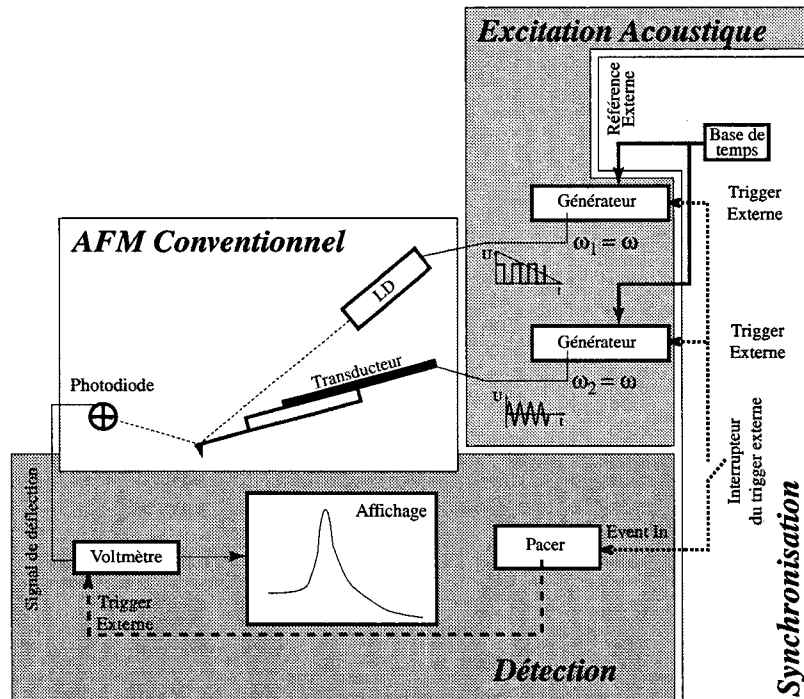


Figure V-21 : Schéma de principe d'une détection stroboscopique homodyne.

La séquence des triggers est illustrée à la figure V-22. La fermeture de l'interrupteur de trigger externe génère un saut de tension qui démarre les rampes en fréquence des deux générateurs. Dans le même temps, le Pacer commence à produire un signal carré de période fixée par l'opérateur. Ce signal est utilisé comme trigger externe par le voltmètre.

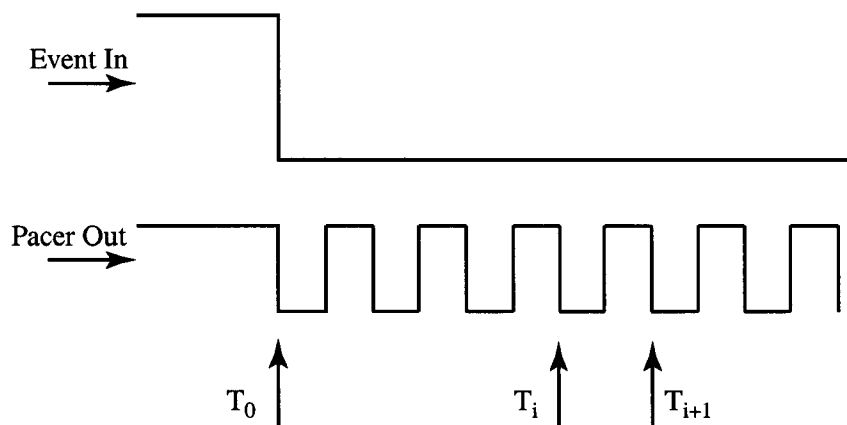


Figure V-22 : Lors de la fermeture de l'interrupteur du trigger externe (à T_0), une marche de tension est appliquée à l'entrée Event du Pacer. Celui-ci y répond en générant un signal carré dont la période peut être imposée. Ce signal de sortie du Pacer est utilisé comme trigger externe du voltmètre pour espacer régulièrement les mesures.

Lors de l'utilisation d'un tel montage, deux problèmes principaux surviennent. Le premier est lié à l'absence d'information sur le déphasage: si le mouvement du point du levier où le laser se réfléchit n'est pas exactement en phase avec la modulation du faisceau, la valeur de la tension mesurée par le voltmètre ne sera pas maximale (cf. paragraphe 3.2). A fréquence fixe, ce problème peut être

réglé par ajustement du déphasage des deux générateurs jusqu'à maximiser la tension mesurée. Par contre, au cours d'un spectre, si le déphasage évolue en raison, par exemple, de l'existence d'un processus dissipatif ou d'une résonance d'un transducteur, une variation d'amplitude sera détectée sans qu'on sache si c'est un effet d'amplitude ou un effet de déphasage.

Le deuxième problème n'intervient que lorsque le levier est en contact avec un échantillon. Dans ce cas, la boucle de régulation de la distance pointe-échantillon est fermée. Le paramètre d'entrée de cette boucle est la valeur de la tension DC mesurée par la photodiode. Pour ce montage, cette tension DC est composée de deux contributions, l'une provenant de la force statique exercée par le levier sur l'échantillon, et l'autre provenant de la détection stroboscopique du mouvement haute fréquence du levier. La boucle de régulation n'a aucun moyen de séparer ces deux contributions et essaie en permanence de s'adapter, sans y parvenir.

Ces deux inconvénients contrebalancent largement les avantages de la méthode, principalement liés à la simplicité de la mesure.

ii) Détection hétérodyne, sans détection synchrone

Le montage précédent peut être amélioré par l'introduction d'une faible différence de fréquence entre l'excitation acoustique et la modulation optique. Typiquement, une différence de fréquence inférieure au kiloHertz suffit. Par rapport au montage précédent, la partie acoustique et la synchronisation ne sont pas modifiées. La détection par contre est un peu plus compliquée. Le signal provenant de la photodiode est filtré à travers un filtre passe-haut pour éliminer la composante DC, et à travers un filtre passe-bas pour éliminer un maximum de bruit haute fréquence. Une fois filtré, le signal est envoyé sur un voltmètre digital qui l'échantillonne et mesure son amplitude crête à crête (figure V-24). Cette amplitude est ensuite affichée et enregistrée.

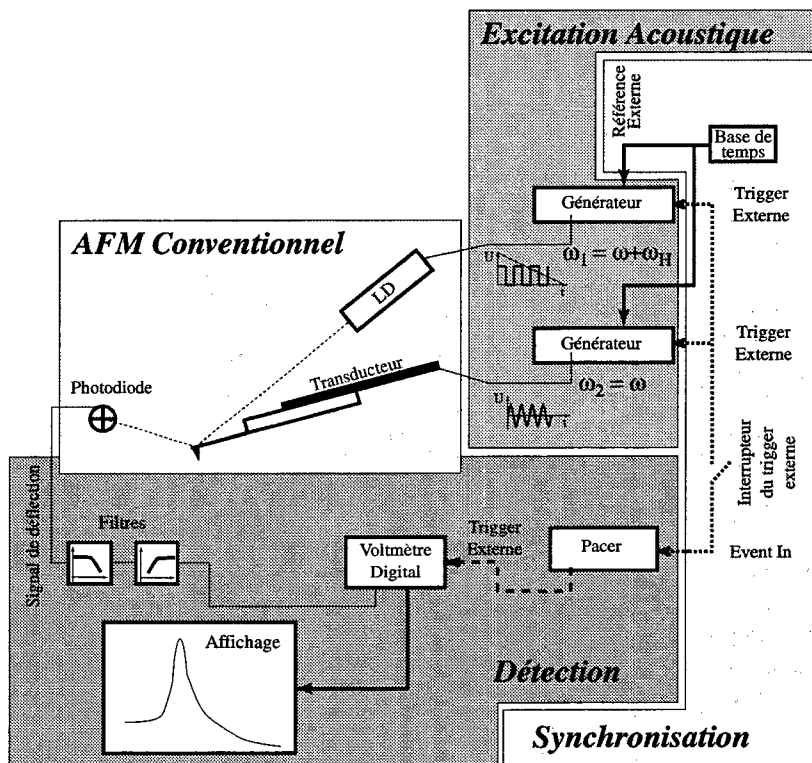


Figure V-23 : Schéma de principe de la détection hétérodyne sans détecteur synchrone

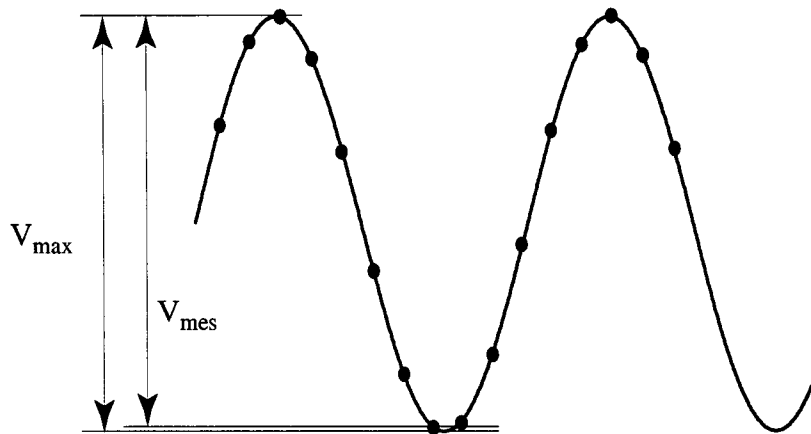


Figure V-24 : Le signal basse fréquence est mesuré par un voltmètre en N points séparés de T . Pour assurer que toute la période du signal est parcourue, $(N-1)T$ doit être supérieur à celle-ci. Pratiquement, la mesure se fait sur 2 à 3 périodes. Le signal de sortie du voltmètre est la valeur maximale de la tension entre deux points de mesure V_{mes} . L'erreur par rapport à V_{\max} dépend principalement de la période d'échantillonnage T .

Par rapport au montage précédent, celui-ci présente l'avantage de séparer les contributions statique et dynamique du signal mesuré par la photodiode. Ceci a pour conséquence que la boucle de régulation est stable. La mesure est ralentie, puisqu'il faut laisser le temps au voltmètre d'échantillonner le signal. Par contre, ce montage est peu sensible aux variations légères de la différence de fréquence entre les deux signaux, et complètement aveugle à la variation de leur phase respective (pas de modification de l'amplitude détectée si la phase change).

Les deux limitations principales de ce montage tiennent à l'absence de mesure du déphasage d'une part, et surtout à la plage dynamique assez faible de la mesure. Celle-ci est en effet celle du voltmètre, à savoir environ 2 à 3 décades seulement entre la saturation et le niveau de bruit. Lors de la mesure de spectres incluant des résonances, ceci peut être un problème puisqu'il faudra choisir entre obtenir une information sur le spectre entre les résonances ou une information sur les résonances.

iii) Détection hétérodyne, avec détection synchrone

Les deux montages qui suivent diffèrent du précédent par l'emploi d'un détecteur synchrone à la place du voltmètre digital. La différence de fréquence entre l'excitation et la modulation peut être augmentée, dans la limite de la gamme de fréquence utilisable par le détecteur synchrone. Une fréquence typique d'utilisation est de l'ordre de 20 kHz. Tout détecteur synchrone requiert l'introduction d'une fréquence de référence sur laquelle il vient se synchroniser. Cette référence provient, à choix, des deux signaux originaux après mixage et filtrage (figure V-25) ou d'un troisième générateur synchronisé sur la même base de temps que les deux premiers générateurs (figure V-26).

Ces deux montages sont quasiment équivalents au niveau de leurs performances. La détection synchrone présente l'avantage par rapport aux méthodes précédentes de fournir une information sur le déphasage, et donc sur d'éventuels processus dissipatifs. L'emploi d'un mixer pour référencer le détecteur synchrone assure une synchronisation parfaite entre excitation et détection: si la fréquence d'un des deux générateurs n'est pas parfaitement stabilisée, cela ne porte pas à conséquence pour la détection qui se fait toujours à la fréquence de différence, quelle qu'elle soit. Par contre, l'utilisation du mixer introduit une limite sur la plage fréquentielle accessible à la mesure. En effet, le signal de sortie du mixer n'est suffisamment propre pour être utilisable comme référence par le détecteur synchrone que sur une plage fréquentielle limitée. Cette plage couvre environ 1 MHz pour chaque valeur des gains des filtres utilisés à la sortie du mixer. En modifiant les valeurs des gains et des fréquences de coupure de ces filtres, il est possible de stabiliser la sortie du mixer pour n'importe quelles valeurs des signaux d'entrée du mixer, mais uniquement plage par plage. Une mesure unique sur tout le spectre fréquentiel n'est ainsi pas possible.

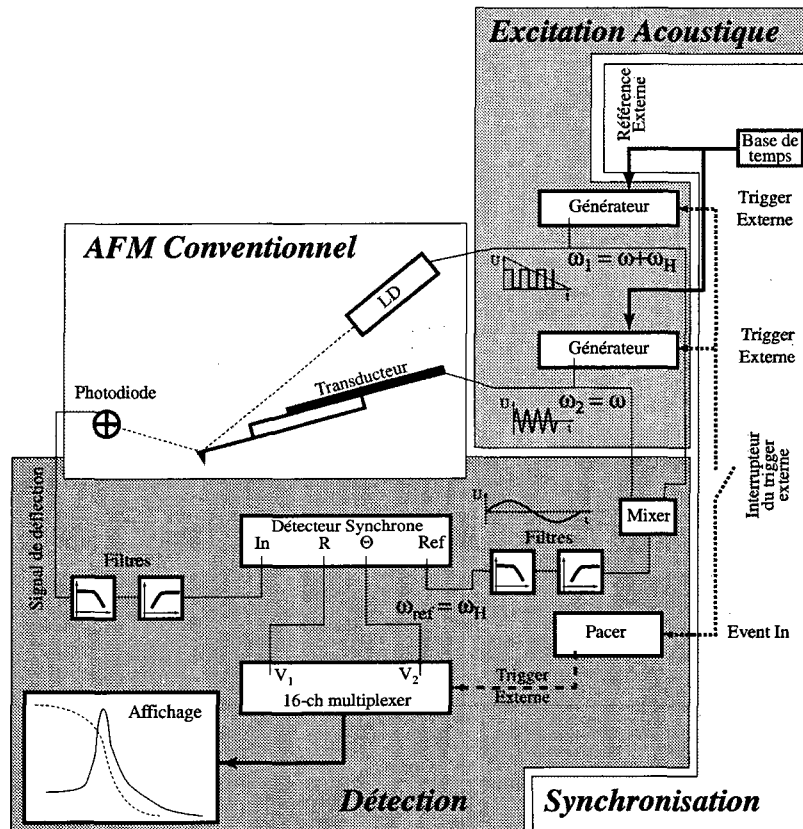


Figure V-25 : Schéma de détection stroboscopique hétérodyne, avec un détecteur synchrone référencé au travers d'un mixer. Les informations d'amplitude et de déphasage sont accessibles.

b) Montages détaillés

i) Introduction de la modulation optique

Les montages des figures V-21, V-23, V-25 et V-26 ont été réalisés sur la base de deux microscopes à force atomique commerciaux, un Universal de chez Park Scientific Instruments, et un Auto-probe CP de chez Thermomicroscopes. La principale modification apportée à ces deux appareils concerne l'alimentation de la diode laser. Celle-ci est en effet assurée par une alimentation DC, couplée à une boucle d'asservissement qui maintient l'intensité émise à une valeur constante (figure V-27). Afin de pouvoir moduler l'intensité lumineuse, la boucle d'asservissement a dû être déconnectée, et l'alimentation DC remplacée par un générateur externe. Avant de réaliser cela, il est important de mesurer la caractéristique courant-tension de la diode, pour savoir quelle tension maximale peut être appliquée par le générateur externe. Les potentiels aux bornes de la diode (modèle Toshiba TOLD 9211) sont mesurés avec un voltmètre, et les résultats obtenus sont les suivants: tension entre la sortie de la diode (fil gris, LD_OUT) et la masse = 2.55 V; tension entre l'entrée de la diode (fil jaune, +5VA) et la masse = 4.4 V. Le courant passant à travers la diode est mesuré en coupant le fil gris et en insérant une résistance de 1Ω entre la sortie de la diode et la connection LD_OUT. La tension aux bornes de cette résistance est mesurée et vaut 40 mV, soit un courant de 40 mA. Connaissant ces valeurs, la boucle d'asservissement peut être déconnectée, et remplacée par le générateur externe (figure V-28). La valeur de la résistance R est choisie en fonction de la tension de sortie du générateur V_{out} afin d'obtenir un courant maximum de 40 mA et une chute de tension aux bornes de la diode de 1.85 V.

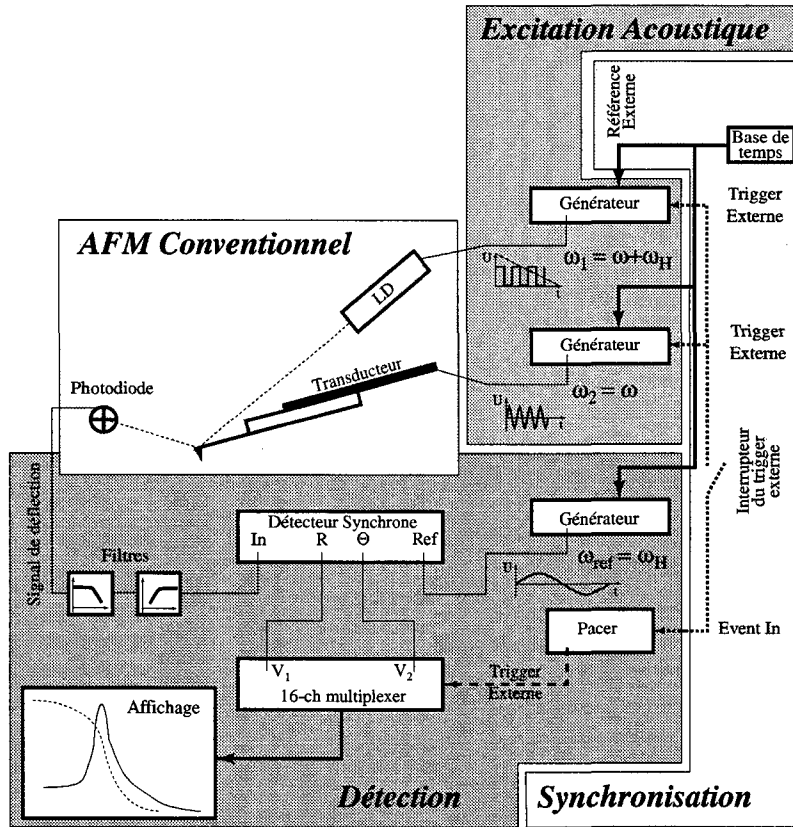


Figure V-26 : Schéma de détection stroboscopique hétérodyne, avec un détecteur synchrone référencé par un générateur supplémentaire. Ce générateur est lui-même synchronisé par la même base de temps que les deux autres. Cette synchronisation est nécessaire à l'obtention d'un signal de déphasage stable.

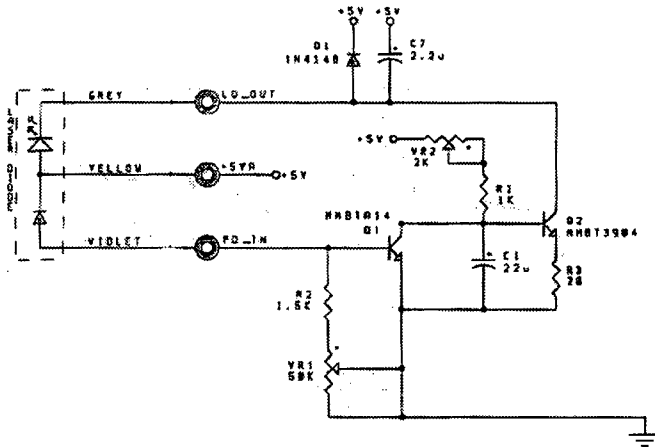


Figure V-27 : Schéma électronique de la boucle d'asservissement de l'intensité émise par la diode laser (Universal).

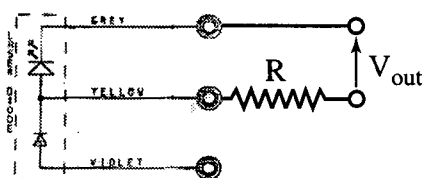


Figure V-28 : Nouvelle alimentation du laser, directement par le générateur externe. La résistance R protège la diode, et permet une mesure de contrôle du courant.

La caractéristique courant-tension complète n'a pas été mesurée sur l'Universal. Sur l'Autoprobe CP par contre, cette mesure a été réalisée. L'alimentation du laser sur l'Autoprobe CP a auparavant été modifiée de façon identique à l'Universal. La figure V-29 présente la courbe courant-tension ainsi que la variation de l'impédance calculée pour la diode. Cette courbe permet de choisir les paramètres de la modulation appliquée au laser, dépendant de la forme de la modulation. Celle-ci peut en effet prendre trois formes principales: la première est une faible modulation sinusoïdale appliquée sur une grande tension DC, de type $V_{out} = V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)$, $V_{DC} + V_{AC} = V_{max}$. La deuxième est une modulation sinusoïdale entre 0 et V_{max} , de type $V_{out} = 1/2 V_{max} (1 + \sin(\omega t))$. Finalement, la troisième est une modulation "tout-ou-rien" carrée de la forme $V_{out} = V_{max} \text{square}(\omega t)$. Le paramètre V_{max} est déterminé grâce à la courbe courant-tension, en se souvenant que le courant maximum à travers la diode doit être de 40 mA. En pratique, les trois formes de modulation ont été testées, et les trois donnent des résultats équivalents. La modulation carrée est la plus facile à implémenter, puisque le générateur utilisé (voir annexe-2, page 162) dispose d'une sortie carrée. La combinaison d'une tension DC et d'une tension AC est plus compliquée à mettre en oeuvre, puisque ce même générateur impose une limite à la tension DC qui peut être ajoutée à un signal AC (en clair, la tension d'offset doit être inférieure à deux fois la tension AC).

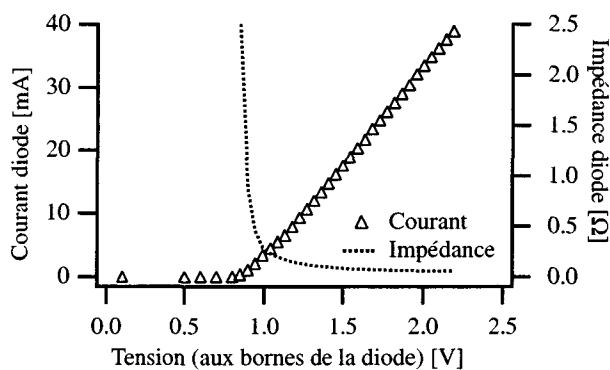


Figure V-29 : Caractéristique courant-tension et impédance de la diode laser de l'Autoprobe CP.

ii) Excitation acoustique

Plusieurs questions se posent à propos de l'excitation. La première d'entre elles consiste à choisir entre une excitation appliquée à la base du levier et une excitation appliquée sous l'échantillon, comme cela est réalisé en SLAM. Il faut tout d'abord noter qu'au niveau de l'interprétation des spectres, à l'aide du modèle développé au chapitre VI, il n'y a pas de différence entre les fréquences de résonance obtenues pour une excitation depuis la base du levier ou sous l'échantillon. Il faut donc trouver d'autres critères de choix. L'avantage principal d'une excitation depuis la base du levier concerne la possibilité offerte de mesurer le spectre fréquentiel du levier avant le contact avec l'échantillon. Cette mesure permet une caractérisation précise du levier et est très importante pour l'analyse des spectres en contact sur un échantillon^{136, 137}. Il est possible d'imaginer un montage disposant de deux transducteurs identiques, l'un à la base du levier utilisé pour la mesure du spectre libre et l'autre sous l'échantillon utilisé pour les mesures en contact, mais il est difficile de justifier l'emploi de deux transducteurs là où un seul suffit. Un autre avantage de l'excitation depuis la base est l'absence de limitation sur la taille et la masse de l'échantillon. En effet, il est difficile à un transducteur de faire vibrer un échantillon dès que la masse de celui-ci approche celle du transducteur. Dans la plupart des cas, les échantillons sont plus massifs que le transducteur utilisé, et il en résulte de faibles amplitudes de vibration. En appliquant la vibration à la base du levier, la seule partie à mettre en mouvement est le chip de silicium contenant la pointe. Les amplitudes de vibra-

du levier plutôt que de le maintenir en place à l'aide d'un ressort. En effet, comme démontré dans la thèse de F. Oulevey, la capacité du transducteur à vibrer est fortement influencée par une pression locale qui lui est appliquée⁶. La tension est amenée sur les électrodes du transducteur à l'aide de deux fils de Nyst, afin de ne pas causer de contrainte mécanique sur les contacts. Ceux-ci sont réalisés par collage avec une colle conductrice deux composants.

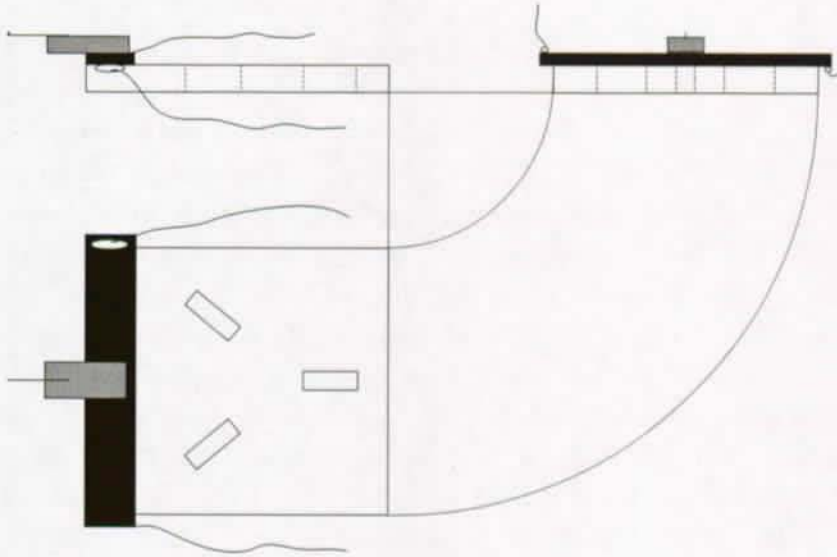


Figure V-30 : Montage du transducteur à la base du levier. On utilise les plaquettes de céramique des leviers Thermomicroscopes prémontés comme base du montage (rectangle blanc). Une bande de PVDF (rectangle noir) est collée sur la face avant de la plaque, et le levier (rectangle gris) est lui-même collé sur le transducteur. Les contacts électriques sont obtenus par collage avec une colle conductrice sur chaque face du film de PVDF.

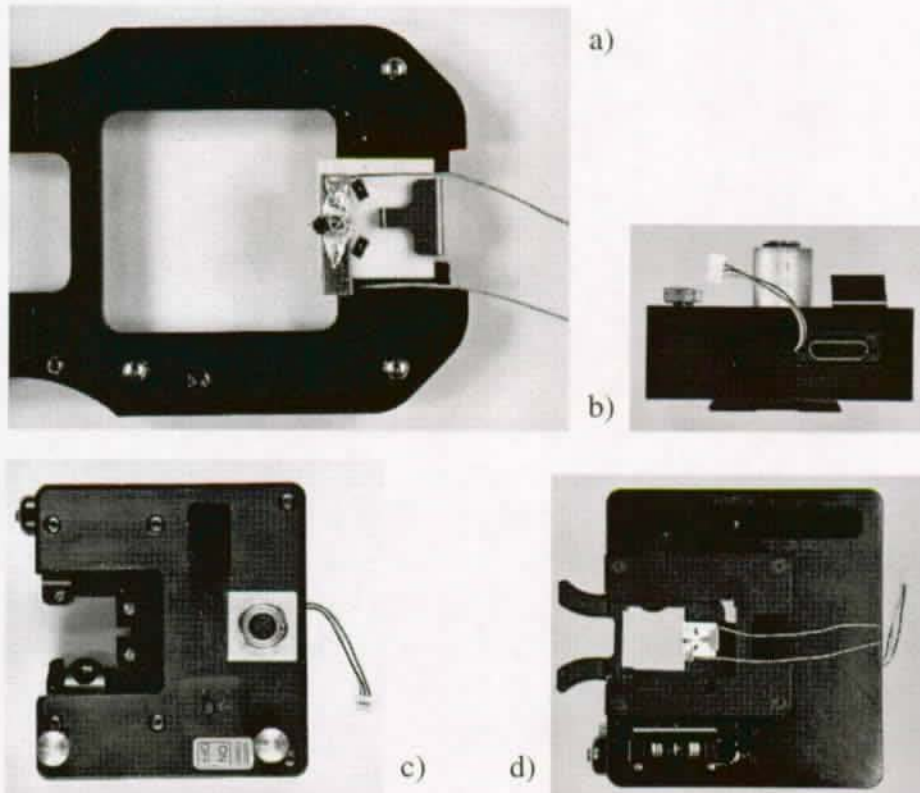


Figure V-31 : a) Photographie d'un levier en place dans la cartouche de la tête de l'Autoprobe CP. b) Photographie de l'arrière de la tête de l'Autoprobe CP. On y remarque les trois fils utilisés pour alimenter le laser. c) Vue de dessus de l'Autoprobe CP. Le connecteur ajouté pour accéder directement aux signaux est bien visible, à droite. d) Vue de dessous de l'Autoprobe CP. La cartouche est en place, avec un levier. Le microscope est prêt à fonctionner comme spectromètre mécanique.

tion générées sont ainsi supérieures. Un inconvénient possible de cette excitation concerne la difficulté à exciter des modes vibratoires à haute fréquence dans une poutre. Cette réflexion a motivé le choix de l'excitation depuis l'échantillon pour le SLAM. Il a été démontré depuis qu'en fait les poutres peuvent vibrer jusqu'à de très hautes fréquences^{138, 139}.

Pour toutes ces raisons, l'option choisie dans ce travail est d'appliquer l'excitation à la base du levier.

La deuxième question qu'il convient de se poser est celle du choix du transducteur. Quel type de transducteur convient le mieux pour ce spectromètre? Un certain nombre de caractéristiques de ce transducteur peuvent être précisées ici. Le but de ce montage étant de réaliser des mesures de spectrométrie locale à fréquence variable, il est important de disposer de la plus large gamme fréquentielle possible. Ainsi, le transducteur choisi devra exhiber une bande passante aussi large que possible. Deuxièmement, ce transducteur sera de préférence un transducteur non-résonant, ceci pour assurer une amplitude de vibration aussi régulière que possible sur toute sa bande passante d'une part, et d'autre part pour simplifier l'analyse des spectres obtenus. En effet, si les spectres contiennent à la fois des résonances du système étudié et des résonances du transducteur, il est plus difficile de reconnaître la contribution du système. Enfin, le transducteur choisi doit être de taille aussi réduite que possible. La raison de cette limitation provient de contraintes géométriques de la tête du microscope sur lequel le montage est réalisé. En effet, puisque l'excitation est appliquée à la base du levier, ce transducteur doit être fixé sous le levier. Cependant, le positionnement du levier dans la tête du microscope doit être réalisé à 1 ou 2 mm près afin de pouvoir ajuster le chemin optique du laser, entre la diode laser, le dos du levier et la photodiode détectrice. En conséquence, le transducteur choisi, une fois en place, ne doit pas modifier la position du levier de plus de 1 ou 2 mm par rapport à sa position sans transducteur.

Un type de transducteur présente ces diverses caractéristiques, il s'agit de films minces de PVDF. Ceux utilisés dans ce travail proviennent de la maison EHAG, à Maur (CH)¹⁴⁰. Ils se présentent comme une feuille de polymères sur laquelle deux électrodes ont été déposées. Dans notre cas, les électrodes sont formées d'une couche de peinture d'argent d'une épaisseur de 6 μm . La bande passante de tels transducteurs est extrêmement large, puisqu'elle couvre tout le domaine entre quelques kHz et le GHz. Plus le film est mince, plus il peut être utilisé à haute fréquence. En l'occurrence, c'est surtout la réponse basse fréquence qui doit être étendue aussi proche de DC que possible, puisque nous ne cherchons pas à atteindre le GHz. L'épaisseur du film a ainsi été choisie de 110 μm , qui est l'épaisseur maximale proposée. En plus de leur très large bande passante, ces films se caractérisent par leur faible facteur de qualité, ce qui assure une amplitude de vibration aussi constante que possible sur toute la bande passante. Enfin, ces films supportent de très fortes tensions, de l'ordre de 30 V/ μm .

La faible épaisseur de ces transducteurs permet de simplifier au maximum le montage du levier. En effet, les plaquettes de céramique utilisées par Thermomicroscopes pour ses leviers prémontés conviennent parfaitement. Ces plaquettes sont récupérées après utilisation de leurs leviers (en général triangulaires), et nettoyées. Le chip de silicium du Microlever ou de l'Ultralever est décollé. A sa place, à l'extrémité avant de la plaquette, un morceau de PVDF approximativement de la largeur d'un chip de levier est collé à l'aide d'une colle non-conductrice. Typiquement, de la Cemetit est utilisée. Une fois ce collage sec, le levier est à son tour collé sur le PVDF avec la même colle (figure V-30). Le levier se trouve ainsi exactement à la même place que le levier prémonté qu'il remplace, mais une centaine de microns plus haut par rapport à la plaquette. Cette différence de niveaux est aisément compensée par ajustement du faisceau laser. Il est important de coller le chip

iii) Détection des signaux

Sur la tête contact/LFM de l'Autoprobe CP, l'électronique de préamplification et de filtration des signaux de la photodiode est optimisée pour la détection DC. Ceci a pour conséquence que les signaux AC, détectés à la sortie du Signal Access Module, sont bruyants. Pour supprimer ce problème, la tête du microscope est légèrement modifiée, par l'ajout d'un connecteur qui permet d'extraire les signaux avant leur passage dans le circuit de préamplification (figure V-31). Les cinq signaux auxquels un accès direct est ainsi fourni sont: l'intensité totale reçue par la photodiode, la déflexion normale du levier, la torsion latérale du levier, le signal d'erreur et un "high-quality ground". Ce connecteur ne fait qu'établir une dérivation de ces signaux, sans couper le circuit normal. Le fonctionnement du microscope n'est pas affecté par cette sortie analogique supplémentaire.

Suivant le montage choisi (paragraphe V.3.3 a)), le signal de déflexion normal ainsi mesuré est connecté au détecteur synchrone ou au voltmètre digital, à travers les filtres passe-haut et passe-bas centrés sur la différence de fréquence entre l'excitation du levier et la modulation du laser. La démarche expérimentale et les connections diffèrent ensuite légèrement suivant que l'acquisition d'un spectre fréquentiel ou d'une image à fréquence fixe est recherchée.

Pour acquérir une image, il est nécessaire de disposer du Signal Access Module (SAM, boîte d'interconnexion permettant l'entrée de signaux auxiliaires). Deux des canaux auxiliaires du SAM sont reliés aux signaux d'amplitude et de phase du détecteur synchrone. Ces canaux sont sélectionnés dans le programme d'acquisition, en compagnie du signal topographique conventionnel, voire même du signal LFM (Lateral Force Microscopy, signal de frottement). Un total de huit images peuvent ainsi être acquises simultanément, représentant respectivement les signaux de topographie, frottement, amplitude et déphasage acoustique lors du balayage de droite à gauche et du balayage de gauche à droite.

L'acquisition d'un spectre fréquentiel nécessite un contrôle de l'évolution fréquentielle des deux générateurs assurant l'excitation et la modulation. Deux types d'évolution peuvent être envisagés, soit l'incrémentement pas à pas des deux générateurs, soit une évolution continue des deux fréquences, en parallèle. La méthode pas à pas est plus stable, mais nettement plus lente, en raison du nombre d'échanges d'informations nécessaires entre le programme d'acquisition et l'électronique de mesure.

Sur la plupart des générateurs actuels, une option permet d'imposer un balayage fréquentiel entre deux fréquences prédéfinies, en un temps donné. Les deux générateurs utilisés dans ce travail disposent de cette option. Afin de réaliser un balayage fréquentiel synchronisé des deux générateurs, celui-ci doit démarrer à la réception d'une commande externe simultanée pour les deux appareils. Cette commande est générée par l'interrupteur du trigger externe, lors de sa fermeture. Les signaux d'amplitude et de phase provenant du détecteur synchrone sont mesurés, à intervalles fixes, par un voltmètre synchronisé par le même trigger externe.

La séquence détaillée du programme d'acquisition d'un spectre est présentée à la figure V-32, en particulier les paramètres d'entrée à fournir au programme, et les paramètres de sortie de l'expérience. Le programme d'acquisition lui-même est écrit sous HP VEETEST, un programme permettant l'interfaçage facile d'un appareil électronique. L'ordinateur gérant ce programme est une station de travail HP tournant sous Unix.

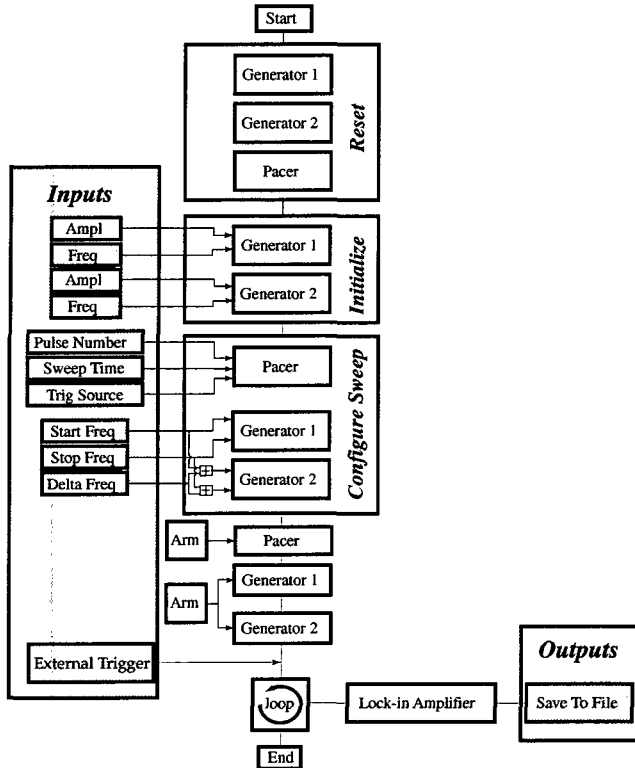


Figure V-32 : Organigramme du programme d'acquisition des spectres fréquentiels.

c) Comparaison des trois méthodes

Les trois méthodes fiables (sans détecteur synchrone, avec détecteur synchrone et mixer, avec détecteur synchrone et un troisième générateur) ont été testées, et leurs résultats sont comparés aux figures V-33 et V-34. La figure V-33 présente les spectres libres obtenus successivement avec les trois méthodes. On constate immédiatement une très grande similitude des trois spectres. En fait, les amplitudes de vibration détectées sont rigoureusement égales, entre le niveau de bruit du volt-mètre (situé ici autour de $100 \mu\text{V}$) et la saturation de celui-ci, à 25 mV . Le spectre avec mixer n'est mesuré qu'à partir de 150 kHz pour éliminer les problèmes de "fausse synchronisation" du détecteur synchrone. Il est en effet très difficile de filtrer suffisamment proprement le signal de sortie du mixer pour éliminer le signal d'excitation et celui de modulation quand ils sont dans la même gamme de fréquence que leur différence (par exemple: excitation à 17 kHz , modulation à 37 kHz et détection à 20 kHz).

Les deux spectres d'amplitude mesurés avec le détecteur synchrone présentent une gamme dynamique beaucoup plus importante que la mesure sans détecteur synchrone, mais la différence entre eux est très faible. Elle ne devient vraiment sensible que lorsqu'on regarde le signal de phase obtenu simultanément (figure V-34). A part les sauts de phase réguliers, de 360 degrés, on distingue clairement les résonances, caractérisées par des sauts de phase de 180 degrés, tant sur le spectre avec mixer que sur celui sans mixer. Le spectre avec mixer est néanmoins beaucoup plus propre que celui sans mixer. Celui-ci est en effet bruité par des sauts aléatoires de phase de 90 degrés. Ces sauts de phase sont liés à l'existence, pendant une fraction de seconde, d'une variation de la différence de fréquence réelle entre les deux générateurs.

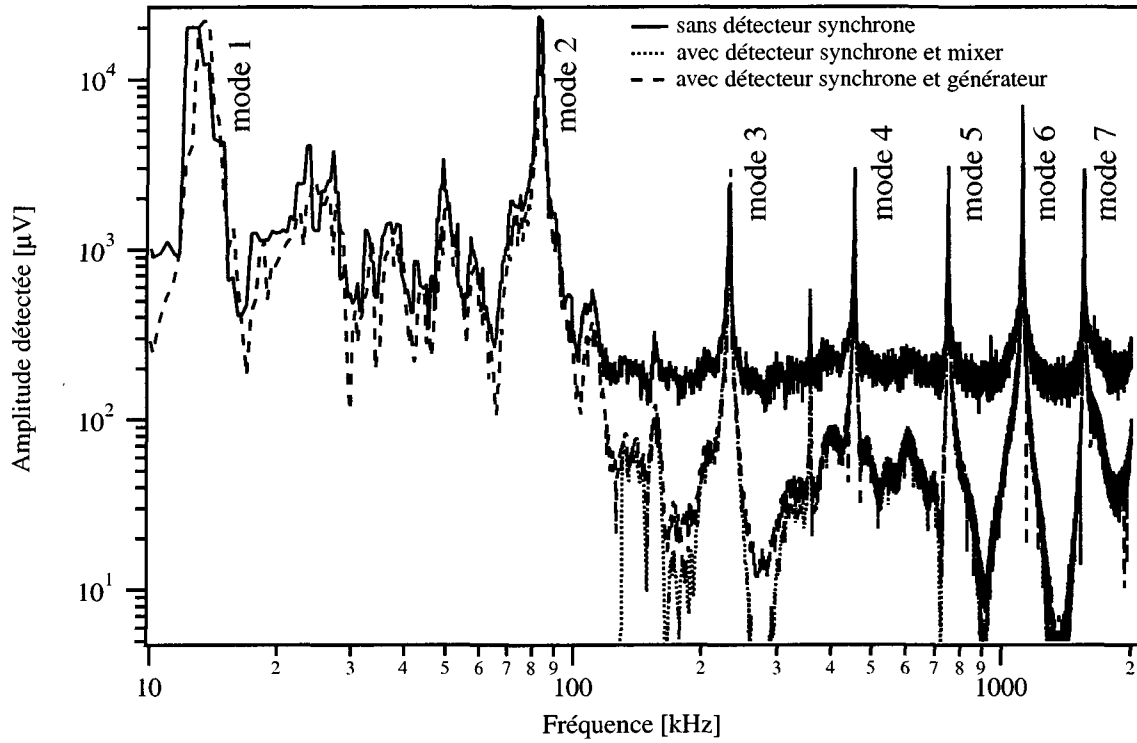


Figure V-33 : Spectres d'amplitude mesurée avec les trois dispositifs. Le levier vibre librement dans l'air, et les trois mesures sont acquises successivement. Les sept premiers modes vibratoires sont observés.

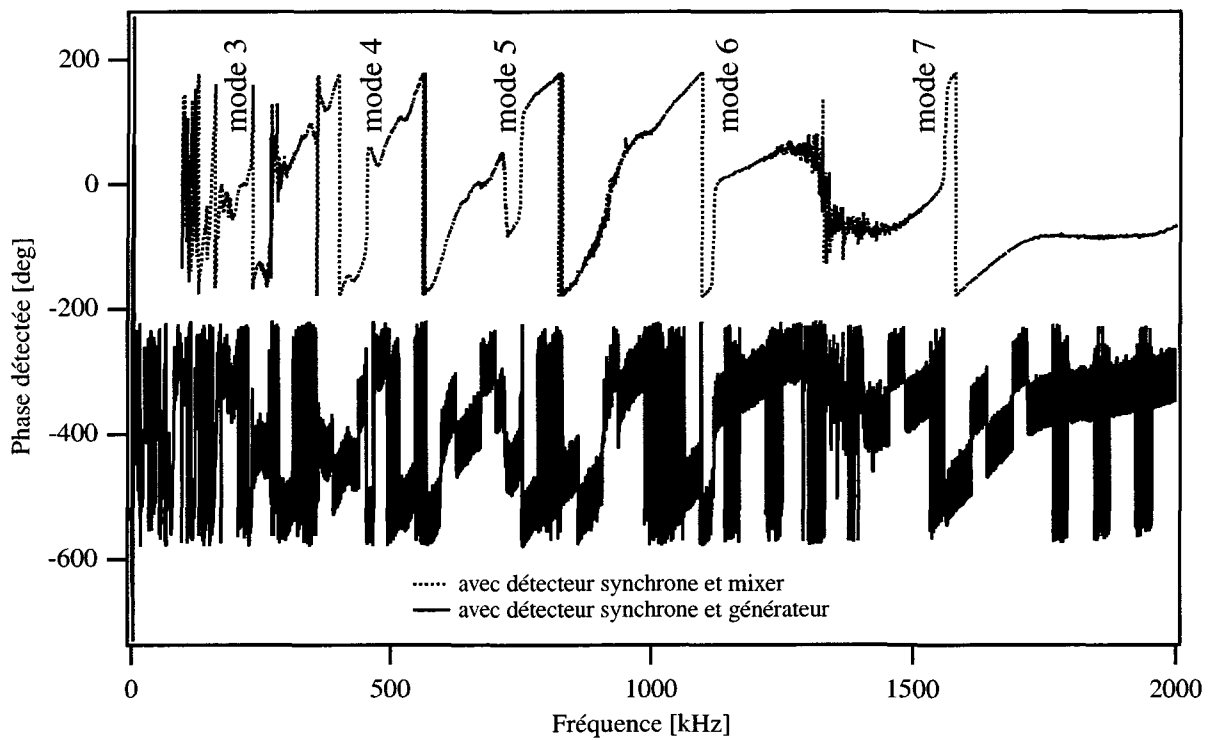


Figure V-34 : Spectres de phase mesurée avec les deux dispositifs utilisant le détecteur synchrone. Les mesures sont réalisées simultanément à celles de la figure V-33. Les modes trois à sept sont identifiés grâce aux sauts de phase de 180 degrés, sur la mesure réalisée avec le mixer. La mesure sans mixer est plus bruitée, et la reconnaissance des modes est plus ardue.

3.4 Résultats

Le chapitre VII présente un grand nombre de résultats, tant en spectroscopie qu'en imagerie, obtenus avec les divers dispositifs présentés ici. Les deux paragraphes suivants ne font qu'introduire un résultat typique de chacun des deux modes de fonctionnement, l'imagerie et la spectroscopie.

a) Imagerie

Les quatre images de la figure V-35 ont été acquises simultanément, et représentent respectivement la topographie, le signal de torsion, l'amplitude acoustique et le déphasage acoustique enregistrés à 1700 kHz et pour une tension appliquée au transducteur de 1 V. L'échantillon est constitué d'une fibre de carbone, particulièrement visible sur les images acoustiques, entourée d'une matrice graphitique¹⁴¹. Sur les deux images statiques, le contraste est faible, en raison soit d'un polissage homogène (pas de marche sur l'image de topographie), soit de coefficients de frottement proches pour les deux phases (pas de contraste sur l'image de frottement). Une étude plus détaillée de cet échantillon est présentée au chapitre VII, paragraphe 3.

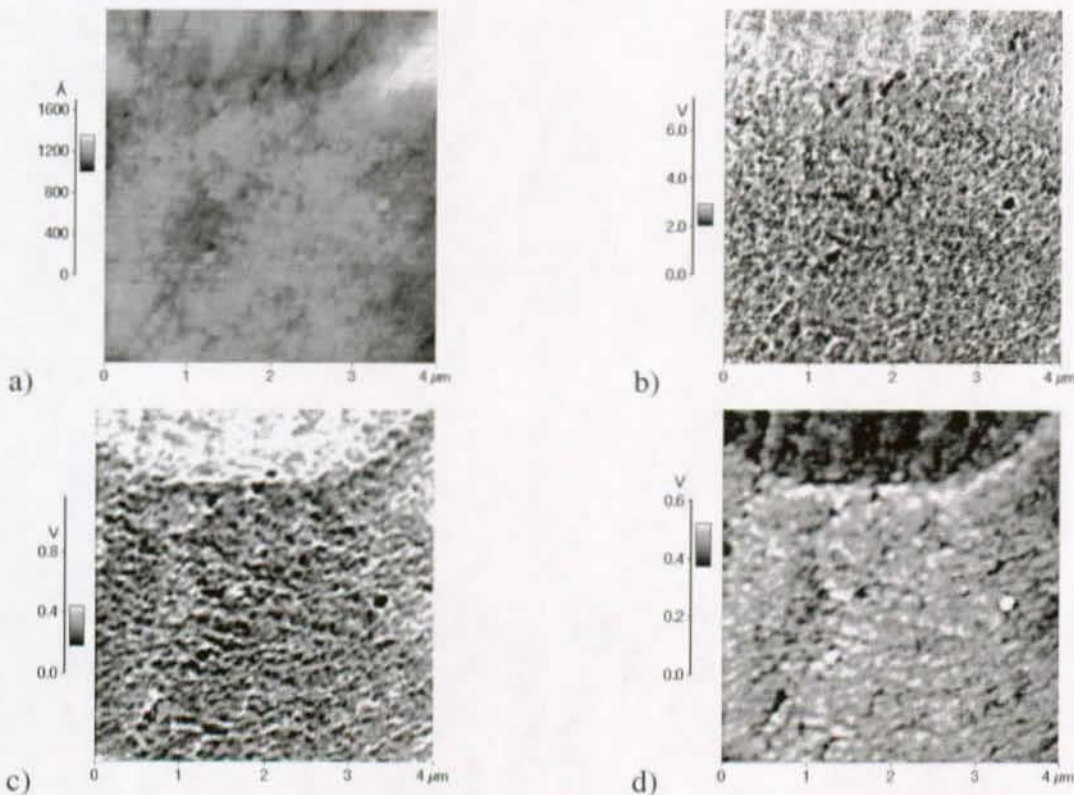


Figure V-35 : Images topographique (a), de frottement (b), d'amplitude acoustique (c) et de déphasage acoustique (d). La fibre de carbone est visible dans le quart supérieur des images acoustiques, et se devine à peine sur les images statiques.

b) Spectroscopie

Les trois spectres d'amplitude et les deux spectres de déphasage présentés aux figures V-33 et V-34 suffisent à démontrer l'efficacité de la méthode de détection présentée dans ce chapitre. L'exploitation des spectres est discutée à la fin du chapitre VI, et appliquée aux échantillons du chapitre VII.

3.5 Applications possibles de la technique

Les applications possibles de la spectrométrie mécanique locale à haute fréquence sont nombreuses. La première concerne l'étude de matériaux composites, dont la taille des phases est micrométrique ou inférieure. Cette application est mise en évidence au chapitre VII, sur l'échantillon de composite carbone-carbone de la figure V-35. L'interface fibre-matrice est clairement discernable, ce qui n'est possible qu'en microscopie électronique à transmission autrement.

En spectrométrie, la possibilité offerte de parcourir plusieurs décades de fréquence pour l'excitation acoustique permet d'envisager l'étude de l'amortissement sur une large gamme fréquentielle, complémentaire de la spectrométrie mécanique globale (mesure à très basse fréquence).

En plus des applications liées à la spectrométrie mécanique, le développement d'une méthode de détection du mouvement du levier à haute fréquence présente un intérêt pour des mesures de susceptibilité diélectrique locale, de résonance magnétique nucléaire locale, et plus généralement de toute quantité liée à une force à courte distance présentant une dépendance fréquentielle.

Le modèle utilisé dans ce travail pour décrire la vibration du levier libre et en contact avec la surface d'un échantillon est exposé dans ce chapitre. L'influence des divers paramètres de ce modèle sur sa réponse est discutée, afin de mettre en évidence les paramètres essentiels du modèle. Finalement, ce modèle est confronté à quelques spectres mesurés sur divers matériaux dans diverses conditions afin d'éprouver sa validité.

1. Pourquoi un nouveau modèle?

Le modèle utilisé jusqu'alors pour décrire le levier en contact avec la surface d'un échantillon est le modèle du "point-mass" décrit au chapitre IV. Ce modèle a l'avantage d'une grande simplicité mathématique. Il ne rend pourtant pas compte du comportement d'un levier AFM en contact, sauf dans le cas de leviers extrêmement rigides. De plus, ce modèle décrit un système à une seule résonance, alors qu'une poutre encastrée vibre selon une infinité de modes caractérisés chacun par une fréquence de résonance propre. Il semble donc naturel de développer un nouveau modèle représentant aussi fidèlement que possible le comportement de la sonde utilisée lors d'une expérience de spectrométrie mécanique locale.

Le modèle choisi pour ce travail est présenté au paragraphe suivant. C'est une synthèse des différents modèles développés par plusieurs groupes qui tient compte d'un maximum de paramètres, tout en ayant l'avantage d'être encore analytique^{111, 119-121, 133, 138, 142-145}. L'influence des divers paramètres sur la réponse du modèle va être discutée, et les paramètres ayant le plus d'influence sur celle-ci seront mis en évidence.

2. Description du modèle

Le levier est décrit dans le modèle comme une poutre de masse donnée, de longueur L , de largeur a et d'épaisseur b (figure VI-1). La pointe est modélisée par une pyramide de hauteur l_{tip} , et de masse m_{tip} . Le centre de masse de la pointe est à une distance l_1 . Cette pointe est fixée rigidement à la poutre à une distance βL de l'origine. La poutre est attachée à son origine à un ressort de raideur

k_p , décrivant le transducteur qui excite la base du levier. Un guidage, dans l'axe du ressort k_p , assure de plus une vibration normale de la poutre à son origine. Cet ensemble fait un angle α avec la surface. L'interaction pointe-surface est prise en compte par un ressort de raideur k_n et un amortisseur en parallèle, décrivant l'interaction normale, ainsi qu'un ressort de raideur k_{lat} et un amortisseur en parallèle décrivant l'interaction parallèlement à la surface. Cette interaction horizontale a été ajoutée afin de tenir compte du fait que la pointe n'a pas un mouvement uniquement vertical lorsqu'elle est excitée depuis la base du levier. Son mouvement décrit plutôt une ellipse, d'où l'existence d'une composante horizontale.

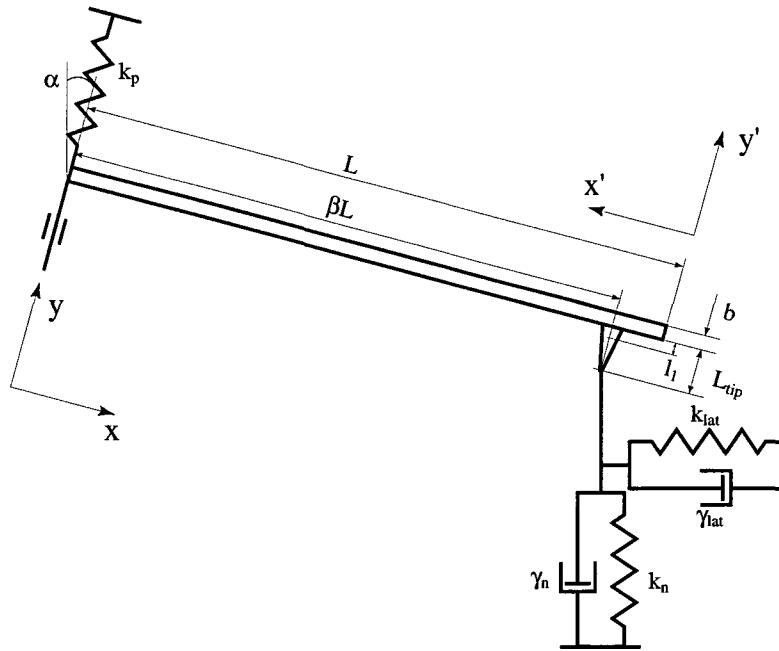


Figure VI-1 : Schéma du levier en contact avec une surface. Le levier est modélisé par une poutre massive, ainsi qu'une pointe pyramidale massive attachée à une distance $(1-\beta)L$ du bout de la poutre. Le levier est excité à sa base, par un transducteur de raideur k_p . L'interaction avec l'échantillon est modélisée par un amortisseur et un ressort normaux et les mêmes éléments horizontaux.

Afin de simplifier les calculs, la poutre a été décomposée en deux sous-systèmes, l'un allant de l'origine ($x=0$) à $x=\beta L$, et l'autre du bout de la poutre ($x'=0$) à $x=\beta L$ ($x'=(1-\beta)L$)¹¹¹. De plus, l'amortissement lié à l'air environnant le levier n'a pas été pris en compte.

L'équation du mouvement à laquelle obéit le système complet est celle d'une poutre encastrée, avec conditions de bord particulières¹⁴⁶:

$$EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} + \rho A \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{VI.1})$$

avec $I = \frac{ab^3}{12}$ le moment d'inertie de la poutre. E représente le module de Young de la poutre, ρ sa masse volumique, et A la section ab de la poutre. Cette équation du mouvement a pour solution:

$$y(x,t) = y(x) e^{i\omega t} \quad (\text{VI.2})$$

Les dépendances spatiales et temporelles peuvent être séparées. De plus, la dépendance spatiale peut s'exprimer comme:

$$y(x) = A_1 \left(\cos(kx) + \cosh(kx) \right) + A_2 \left(\cos(kx) - \cosh(kx) \right) \\ + A_3 \left(\sin(kx) + \sinh(kx) \right) + A_4 \left(\sin(kx) - \sinh(kx) \right) \quad (\text{VI.3})$$

Les deux sous-systèmes obéissent aux mêmes équations, seuls les coefficients A_1 à A_4 sont remplacés par les coefficients A_1' à A_4' pour le deuxième sous-système. La résolution du système complet nécessite donc huit équations afin d'extraire les valeurs des huit coefficients A_i et A_j' . Ces équations sont obtenues en introduisant l'équation (VI.3) et ses dérivées partielles en x dans les conditions de bord:

$$x = 0 \Rightarrow \begin{cases} \frac{\partial y}{\partial x}(0) = 0 \\ EI \frac{\partial^3 y}{\partial x^3}(0) = k_p (y(0) - a_0) \end{cases} \quad (\text{VI.4})$$

$$x' = 0 \Rightarrow \begin{cases} \frac{\partial^2 y'}{\partial x'^2}(0) = 0 \\ \frac{\partial^3 y'}{\partial x'^3}(0) = 0 \end{cases} \quad (\text{VI.5})$$

$$x = \beta L \Rightarrow \begin{cases} EI \frac{\partial^2 y}{\partial x^2}(\beta L) = l_{\text{tip}} \left(-F_x + m_{\text{tip}} \omega^2 \frac{l_1}{l_{\text{tip}}} x_T + m_{\text{tip}} g \sin(\alpha) \frac{l_1}{l_{\text{tip}}} \right) + EI \frac{\partial^2 y'}{\partial x'^2}((1-\beta)L) \\ EI \frac{\partial^3 y}{\partial x^3}(\beta L) = F_y - m_{\text{tip}} \omega^2 y_T + m_{\text{tip}} g \cos(\alpha) - EI \frac{\partial^3 y'}{\partial x'^3}((1-\beta)L) \end{cases} \quad (\text{VI.6})$$

$$\begin{cases} y(\beta L) = y'((1-\beta)L) \\ \frac{\partial y}{\partial x}(\beta L) = - \frac{\partial y'}{\partial x'}((1-\beta)L) \end{cases} \quad (\text{VI.7})$$

Ces conditions de bord traduisent l'absence de pente et la présence de la force exercée par le ressort à l'origine (VI.4), a_0 étant l'amplitude d'excitation appliquée, l'absence de moment et de force extérieure appliqués à l'extrémité de la poutre (VI.5), et l'égalité entre les moments et forces extérieurs appliqués sur la pointe et les moments et forces internes de la poutre (VI.6). De plus, les deux sous-systèmes doivent se raccorder en $x=\beta L$, ce qui impose deux équations supplémentaires traduisant l'égalité des déformations et des pentes (VI.7). Le signe - dans la deuxième équation (VI.7) provient du fait que les axes x et x' sont orientés dans deux sens opposés.

Les équations (VI.6) ont été allégées par l'emploi de quantités auxiliaires (F_x , F_y , x_T et y_T). F_x et F_y représentent, dans le système d'axes xyz , les forces exercées par les ressorts et amortisseurs sur la pointe. Ces deux forces dépendent également de l'angle α entre la poutre et la surface, ainsi que de x_T et y_T qui représentent le déplacement de la pointe par rapport à sa position de repos. Les forces F_x et F_y sont définies par les équations suivantes:

$$F_x = x_T \left(k_n \sin^2(\alpha) + k_{lat} \cos^2(\alpha) + i \omega \left(\sin^2(\alpha) \gamma_n + \cos^2(\alpha) \gamma_{lat} \right) \right) + y_T \sin(\alpha) \cos(\alpha) \left(k_{lat} - k_n + i \omega \left(\gamma_{lat} - \gamma_n \right) \right) \quad (VI.8)$$

$$F_y = x_T \sin(\alpha) \cos(\alpha) \left(k_{lat} - k_n + i \omega \left(\gamma_{lat} - \gamma_n \right) \right) + y_T \left(k_n \cos^2(\alpha) + k_{lat} \sin^2(\alpha) + i \omega \left(\cos^2(\alpha) \gamma_n + \sin^2(\alpha) \gamma_{lat} \right) \right) \quad (VI.9)$$

Les déplacements x_T et y_T sont définis à la figure VI-2 et valent, en première approximation et pour de petits déplacements ¹¹⁹:

$$x_T = l_{tip} \frac{\partial y}{\partial x}(\beta L) \quad (VI.10)$$

$$y_T = y(\beta L) \quad (VI.11)$$

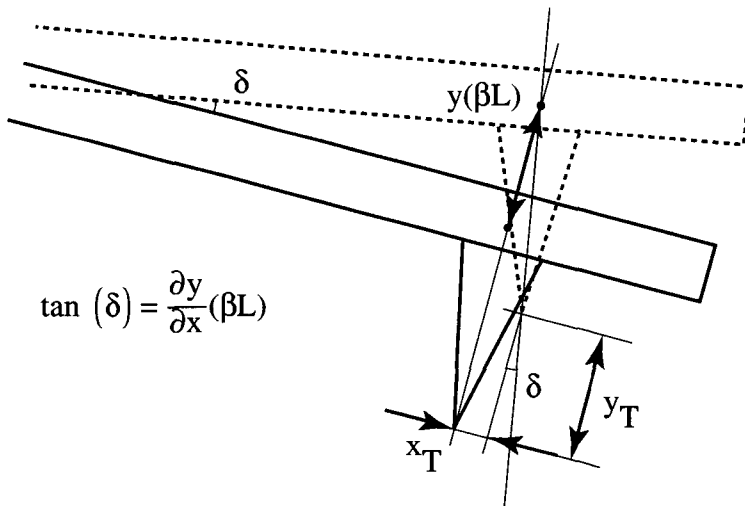


Figure VI-2 : Estimation de (x_T, y_T), pour de petits déplacements de la pointe.

La résolution de ce système de huit équations à huit inconnues (VI.4)-(VI.7) se réduit très rapidement à un système de quatre équations à quatre inconnues après remplacement de (VI.3) dans (VI.4) et (VI.5). Ceci fournit en effet:

$$A_3 = A'_2 = A'_4 = 0 \quad (VI.12)$$

$$\text{et } A_4 = -\frac{k_p}{EI k^3} A_1 + \frac{k_p}{2EI k^3} a_0 \quad (VI.13)$$

Il reste donc:

$$\overline{\overline{M}} \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \\ A'_1 \\ A'_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \end{pmatrix} \quad (\text{VI.14})$$

La résolution complète de ce système est fastidieuse, et se trouve en annexe (annexe-3, page 163). Les fréquences de résonance des différents modes se trouvent en annulant le déterminant de la matrice de coefficients $\overline{\overline{M}}$:

$$\det(\overline{\overline{M}}) = 0 \quad (\text{VI.15})$$

Pour obtenir la déformée complète de la poutre, il faut résoudre complètement le système (VI.14) et ensuite remplacer les valeurs des A_i et A'_j obtenues dans (VI.3).

Finalement, le signal enregistré par la photodiode de l'AFM n'est pas proportionnel à la déformation $y(x)$, mais bien à la pente de la poutre à l'endroit où le laser se réfléchit. Il reste donc à calculer

$\left\| \frac{\partial y}{\partial x}(\varepsilon L) \right\|$, où ε est compris entre 0 et 1. En raison de la présence des deux amortisseurs γ_{lat} et γ_n , les coefficients A_i et A'_j seront complexes. C'est pourquoi le module de la pente est calculé, plutôt que sa partie réelle uniquement. L'expression de ce module se trouve en annexe, à cause de sa complexité et de sa longueur (voir annexe-3, page 163). Il faut noter néanmoins que le module est obtenu de façon complètement analytique, par opposition à nombre de travaux existant qui font appel à des méthodes de calcul par éléments finis^{120, 121, 142}. Dans les paragraphes suivants, l'influence des divers paramètres du modèle sur le module de la pente sera étudiée afin de déterminer quels paramètres ont le plus d'importance, et lesquels peuvent être négligés.

3. Influence des divers paramètres sur la réponse

Les paramètres du modèle sont extrêmement nombreux. Afin d'en réduire le nombre, les simulations ont toutes été réalisées pour des leviers en silicium monocristallin, de module de Young égal à 169 GPa et de masse volumique égale à 2330 kg/m³¹⁴⁷. De plus, l_1 vaut 1/3 l_{tip} dans tous les cas, ce qui restreint le modèle à une pointe pyramidale ou conique. Tous les autres paramètres seront variés, un à la fois, par rapport à l'ensemble des valeurs initiales prédéfinies. Cet ensemble de valeurs figure dans le tableau VI-1.

| l_{tip} | ε | m_{tip} | α | a | L | b | β | k_p |
|-------------------|---------------|-----------------------------|----------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|---------|------------------|
| 10^{-5}m | 0.75 | $5 \cdot 10^{-13}\text{kg}$ | 15 deg. | $5 \cdot 10^{-5}\text{m}$ | $4 \cdot 10^{-4}\text{m}$ | $1.5 \cdot 10^{-6}\text{m}$ | 0.95 | 10^4N/m |

Tableau VI-1 : Valeurs initiales des paramètres. Sauf précision, ces valeurs sont celles des paramètres gardés fixes lors d'une simulation.

Afin de diminuer encore le nombre de paramètres, une relation peut être introduite entre k_n et k_{lat} . Il faut cependant faire alors l'hypothèse que la mécanique du contact hertzienne s'applique¹¹⁹. En

développant les équations données par Johnson⁸⁸, et en supposant qu'il n'y a pas de glissement de la pointe sur la surface¹⁴⁸, on peut écrire:

$$k_{lat} = \frac{k_n}{E^*} \left[\frac{\left(1 - \frac{\nu}{2}\right)(1 + \nu)}{E} + \frac{\left(1 - \frac{\nu_t}{2}\right)(1 + \nu_t)}{E_t} \right]^{-1} \quad (VI.16)$$

avec E^* le module réduit, et l'indice t se référant à la pointe:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_t^2}{E_t} \quad (VI.17)$$

Finalement, pour une pointe incompressible, l'équation (VI.16) se réduit à:

$$k_{lat} \approx k_n \frac{1 - \nu}{1 - \frac{\nu}{2}} \approx 0.9 k_n \quad (VI.18)$$

Cette formule est utilisée pour toutes les simulations suivantes, sauf précision. Certains auteurs ont cependant démontré que la pointe ne peut pas être considérée comme incompressible dans la plupart des applications^{149, 150}.

L'équation décrivant le module de la pente en fonction des paramètres du modèle a été introduite dans une fonction du programme Igor Pro, version 3.01, de Wavemetrics. Cette fonction figure en annexe (voir annexe-3, page 163). Tous les résultats de simulation des paragraphes suivants proviennent de ce programme.

3.1 Le levier libre

a) Effet de ε , la position du laser sur le levier

La première simulation (figure VI-3) présente la réponse du modèle pour un levier libre (tous les paramètres d'interaction ont été posés nuls: k_n , k_{lat} , γ_n et γ_{lat}). Les dix premiers modes de vibration sont clairement visibles. La position des ventres (points de pente nulle) dans le spectre est très fortement dépendante de la position du laser sur le dos du levier (ε). C'est pourquoi certains modes sont parfois absents du spectre ou alors à peine visibles. En revanche, ε n'a aucune influence sur la position des pics de résonance, puisque le faisceau laser n'exerce aucune force sur le levier (figure VI-4).

Les hauteurs relatives des différents pics de résonance ne peuvent pas être directement comparées. Elles dépendent en effet du pas de fréquence choisi dans le calcul (qui est ici de 250Hz): pour un mode, la réponse sera peut-être calculée exactement à la valeur de sa fréquence de résonance tandis que pour le mode voisin le calcul sera effectué à quelques centaines, ou dizaines, de Hertz de la résonance. Etant donné le facteur de qualité élevé des résonances, un décalage de 100Hz peut déjà fortement modifier l'amplitude de la réponse. On s'attachera donc dans la suite à discuter les décalages de fréquence, sans prêter une attention exagérée aux amplitudes relatives des pics.

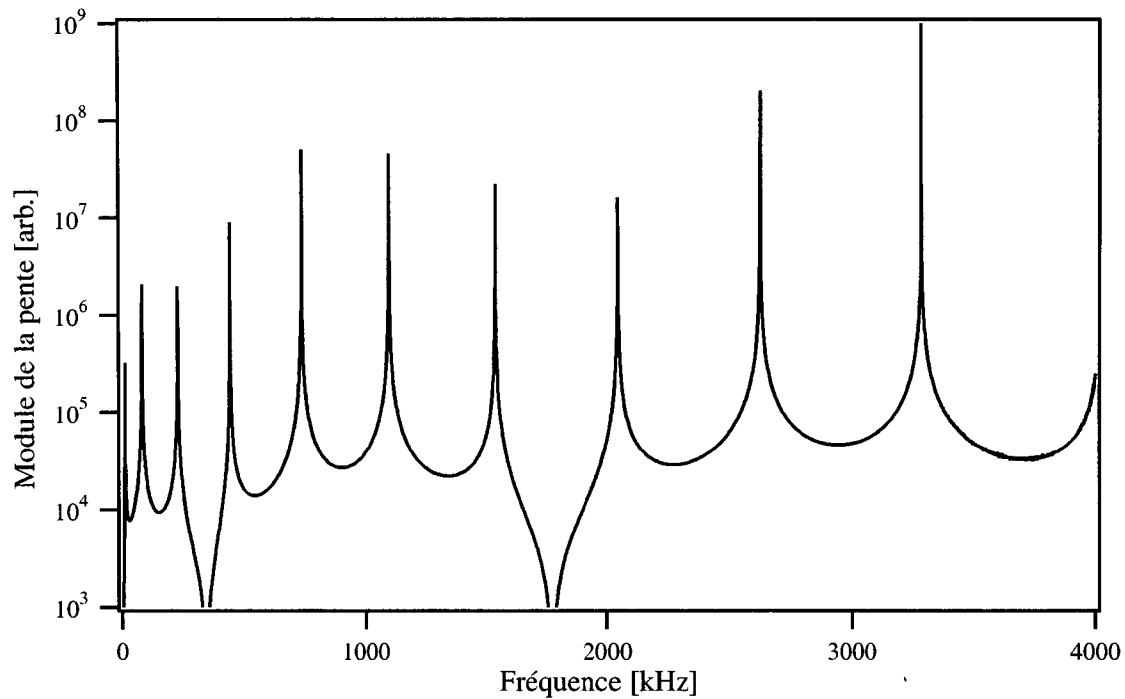


Figure VI-3 : Spectre du levier vibrant sans interaction avec l'échantillon. Les paramètres utilisés sont ceux du tableau (VI-1).

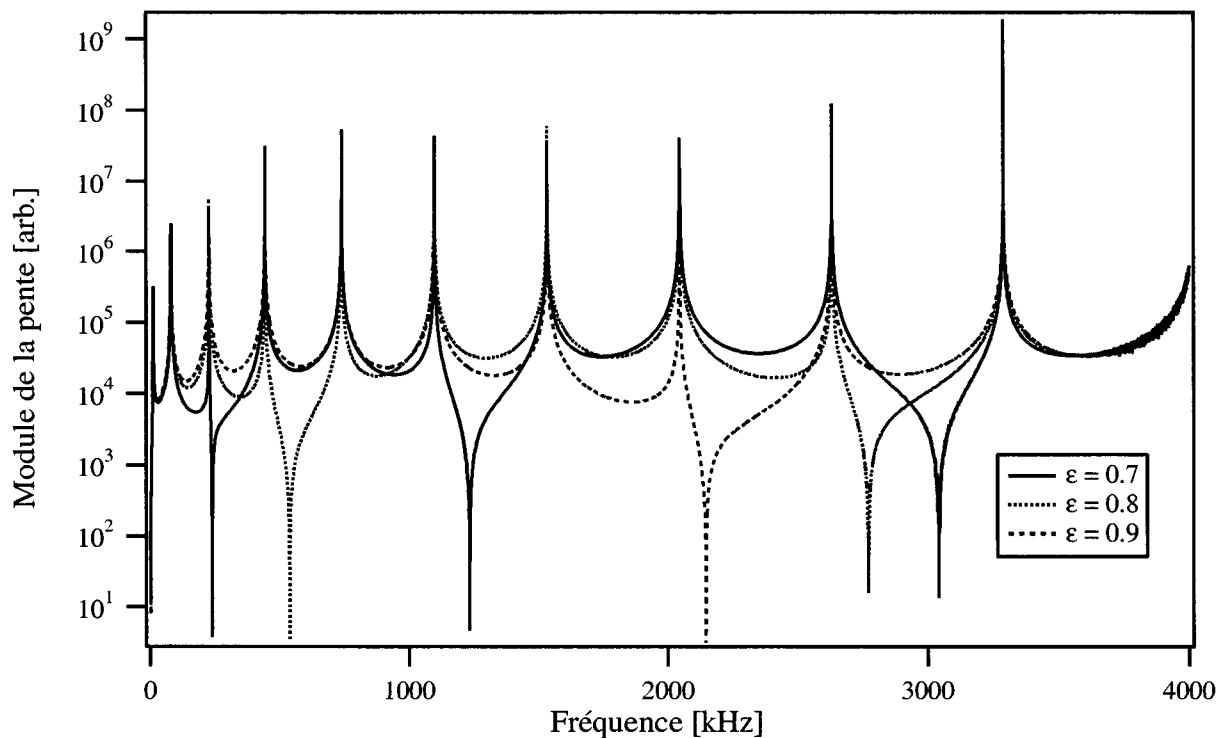


Figure VI-4 : Effet de la position du laser sur le dos du levier. La pente est fortement influencée par ce paramètre, néanmoins les fréquences de résonance ne sont absolument pas modifiées, quelle que soit la position choisie.

b) Effet de l'angle α

L'influence de l'angle entre le levier et l'horizontale mérite d'être étudiée soigneusement. En effet, dans une expérience de microscopie à force atomique classique, cet angle n'est jamais défini avec

précision. S'il apparaît que de fortes variations de fréquence sont dues à ce paramètre, il faudra alors consacrer plus de soin à sa détermination précise. Ainsi qu'il est montré à la figure VI-5, les spectres à 0, 15 et 45 degrés sont tout à fait semblables, tant en ce qui concerne les positions des résonances, qu'en ce qui concerne les pentes mesurées hors des résonances. Il semble donc bien que l'influence de l'angle sur les fréquences de résonance soit négligeable, au moins lorsque le levier n'interagit pas avec la surface d'un échantillon.

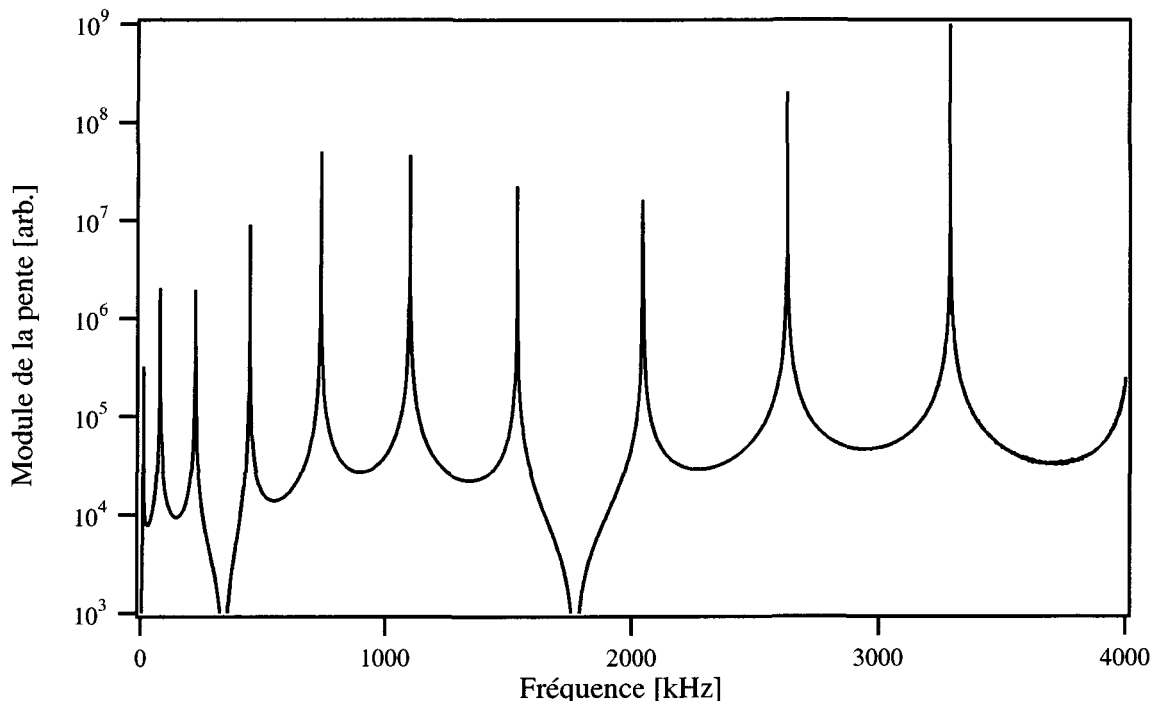


Figure VI-5 : Effet de l'inclinaison du levier par rapport à l'horizontale. L'influence de l'angle n'est pas visible sur la valeur des fréquences de résonance. Les trois courbes, à 0, 15 et 45 degrés, se superposent parfaitement.

c) Effet de β , la position de la pointe sur le levier

La position de la pointe sur le levier n'apparaît pas non plus comme un paramètre responsable de fortes variations de fréquence de résonance. Les effets de β , pour des valeurs correspondant aux leviers du commerce, sont négligeables pour les leviers libres; les spectres sont parfaitement superposés, comme c'était le cas pour l'effet de α .

d) Effet de k_p , le ressort à l'origine

La présence du ressort avec guidage à l'origine de la poutre, qui rend compte de la présence du transducteur, influence quant à elle fortement les modes vibratoires de la poutre^{143, 151, 152}. Dès lors que ce ressort est suffisamment rigide, on retrouve une situation d'encastrement parfait de la poutre, et aucune modification des spectres n'est ensuite observée. Cette valeur "critique" de k_p semble proche de 10 kN/m. L'influence de k_p se fait principalement sentir pour les modes supérieurs. Ainsi, la différence entre les fréquences de résonance du quatrième mode pour les valeurs extrêmes de k_p de la figure VI-6, est d'environ 1%. Cet écart atteint déjà 3.5% pour le dixième mode, et est plus important pour chaque mode successif.

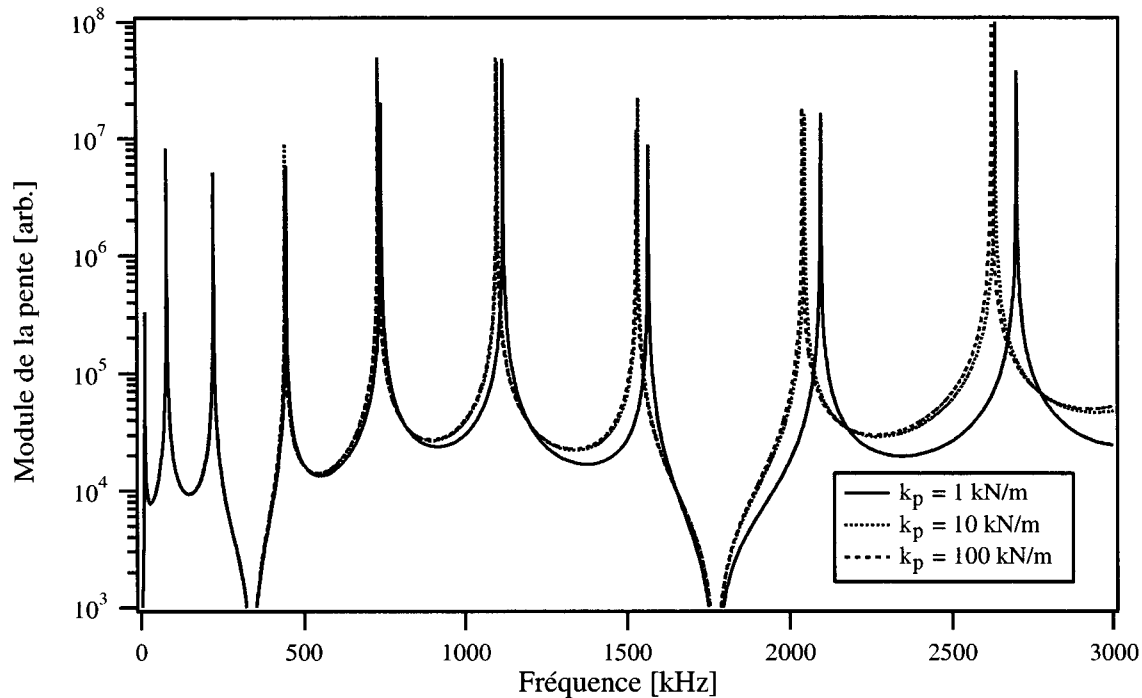


Figure VI-6 : Effet du ressort à l'origine. Plus ce ressort est rigide, plus les fréquences de résonance du levier libre sont décalées vers les basses fréquences. Cet effet est surtout sensible pour des valeurs inférieures à 10kN/m. Au-delà, les variations sont infimes.

e) *Effet de l_{tip} et m_{tip} , la longueur et la masse de la pointe*

Les deux figures suivantes (VI-7 et VI-8) présentent les effets dus à la longueur et à la masse de la pointe. L'effet de la longueur a été étudié à masse constante et vice-versa. Ceci n'est pas réaliste, puisqu'une modification de la longueur de la pointe s'accompagne en général d'une modification de sa masse. Néanmoins, les effets de la longueur comme de la masse de la pointe sur les fréquences de résonances étant négligeables, il ne semble pas nécessaire de faire varier ces deux paramètres de façon simultanée.

f) *Effet des dimensions du levier, a , b et L*

Finalement, l'influence des paramètres géométriques de la poutre elle-même (longueur L , largeur a et épaisseur b) est présentée à la figure VI-9. Ces trois paramètres ont un effet similaire sur les résonances: une augmentation de L ou une diminution de b et de a induisent un décalage vers les basses fréquences de tous les modes. Cet effet est le plus marqué pour b , suivi de L et a , c'est pourquoi seul b est varié sur la figure. On peut noter que ces trois paramètres sont regroupés dans une variable unique, k_c , la raideur du levier, qui s'écrit¹⁴⁷:

$$k_c = \frac{E ab^3}{4 L^3} \quad (\text{VI.19})$$

Les fréquences de résonance des différents modes libres croissent avec k_c .

Une variation de 15% environ de la valeur de la fréquence de résonance du dixième mode est enregistrée entre des valeurs de b égales à 1.4 et 1.6 μm . Quel que soit le mode considéré, le décalage est du même ordre de grandeur, à savoir environ 15%.

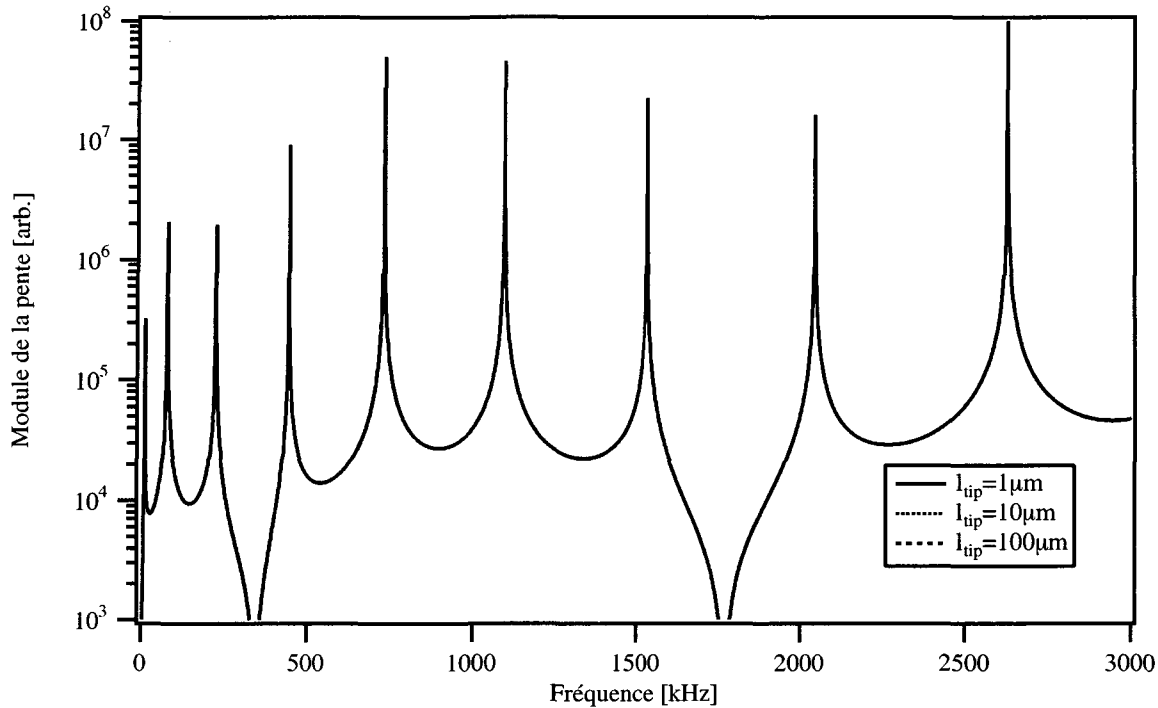


Figure VI-7 : Effet de la longueur de la pointe. La longueur de la pointe est variée entre 1 et 100 μm , mais en conservant sa masse constante. Ceci implique une forte réduction de sa section, et ne représente pas un cas réaliste. Une fois encore, les fréquences de résonance ne dépendent pas de façon notable de la longueur de la pointe.

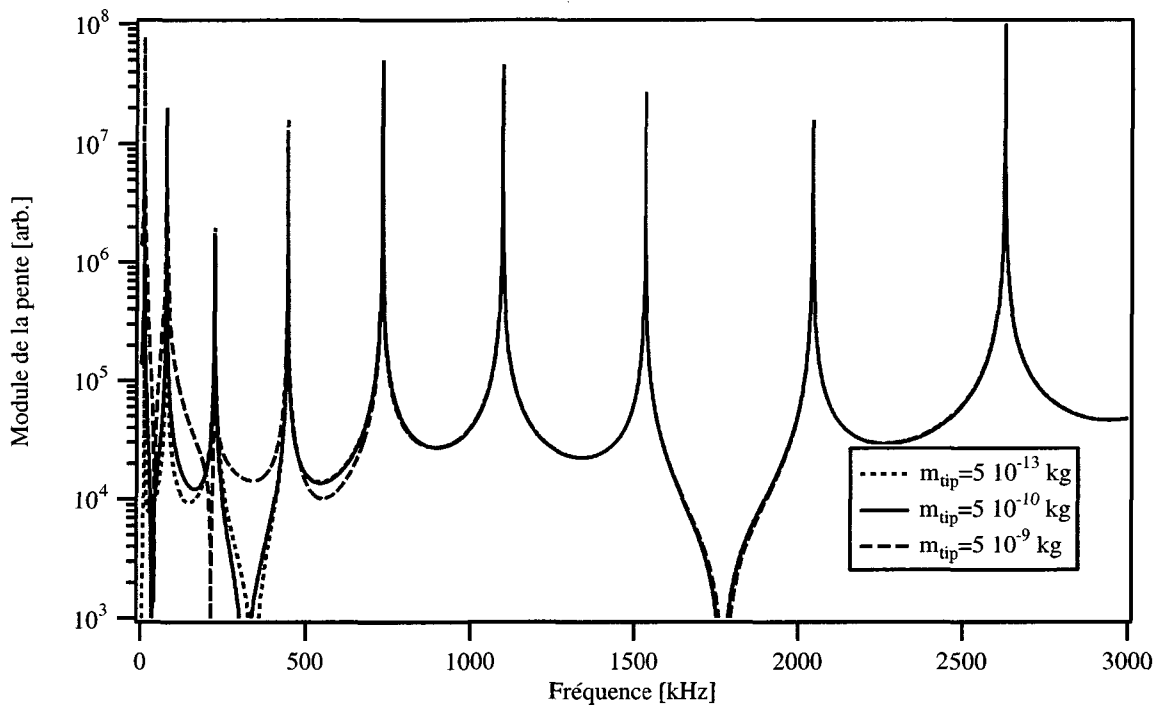


Figure VI-8 : Effet de la masse de la pointe. La longueur de la pointe n'a pas été modifiée ici. Ceci implique une forte variation de sa section, de façon analogue au cas précédent. Pour des valeurs réalistes de la masse de la pointe, aucune modification n'est observée. Dès que la masse de la pointe devient importante, les modes inférieurs sont affectés, mais pas les modes supérieurs.

g) Remarques générales

En résumé, la longueur, la largeur et l'épaisseur du levier sont les paramètres qui influencent le plus les modes vibratoires du système libre. Ensuite vient la raideur du ressort à l'origine, dont l'influence est quatre à cinq fois plus faible au moins, mais qui présente l'avantage de ne pas être uniforme en fonction du mode considéré. Les autres paramètres (ε , α , β , l_{tip} , m_{tip}) semblent avoir une très faible influence, et peuvent être choisis de façon peu précise sans modifier le comportement du modèle.

Le paragraphe suivant réalise la même étude pour un levier en interaction avec une surface.

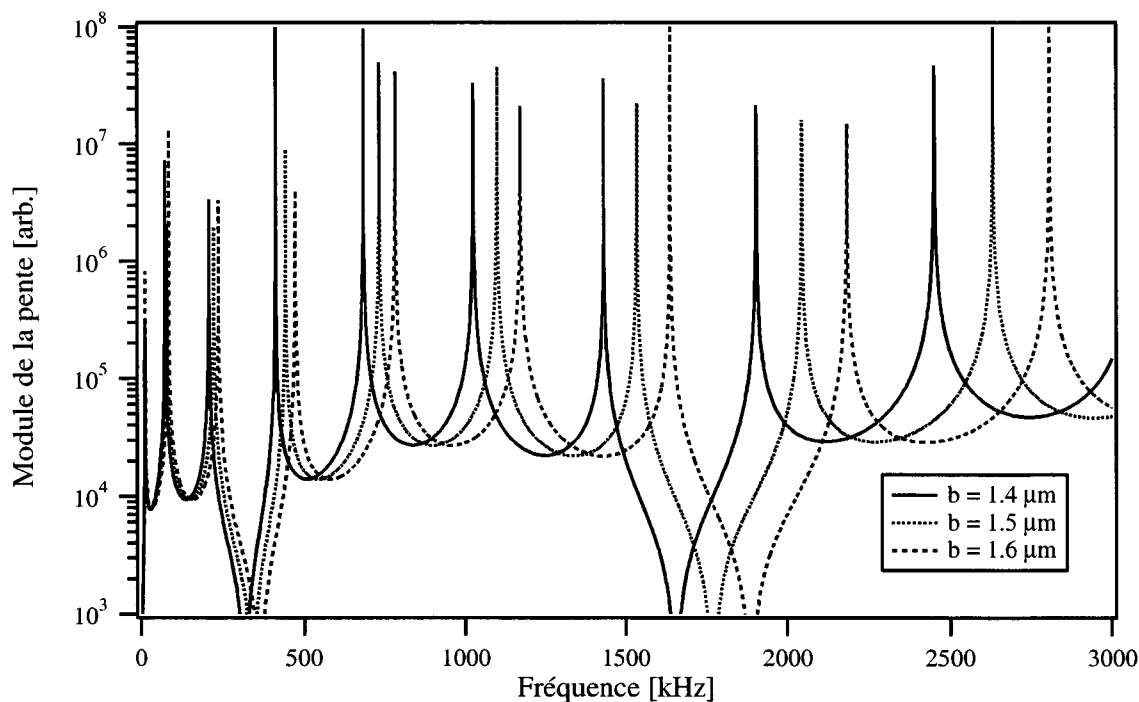


Figure VI-9 : Influence de l'épaisseur du levier sur les modes propres libres de vibration. Le décalage des fréquences de résonance vers les hautes fréquences pour des épaisseurs croissantes est très marqué. Il atteint environ 15% entre les valeurs extrêmes de b représentées sur la figure.

3.2 Le levier en interaction avec une surface

Les paramètres utilisés dans les simulations présentées ci-dessous sont ceux du tableau VI-1. On y ajoute les valeurs de γ_n et γ_{lat} , choisis égaux à 10^{-4} kg/s sauf précision. La présentation des résultats est légèrement différente du paragraphe précédent, puisque cette fois seules les valeurs des fréquences de résonance des différents modes sont reportées en ordonnées, alors que la raideur du ressort d'interaction normal est reportée en abscisse. Les figures représentent donc l'évolution fréquentielle des modes vibratoires, d'une situation encastree-libre ($k_n < 10^{-3}$ N/m) à une situation encastree-fixée ($k_n > 10^9$ N/m), comme expliqué à la figure VI-10.

La figure VI-11 présente l'évolution des fréquences de résonance obtenues avec les valeurs des paramètres du tableau VI-1. La valeur de k_{lat} est définie comme les 90% de k_n , comme démontré avec l'équation VI.18. Pour des raisons de clarté, les échelles sont logarithmiques. On observe immédiatement l'existence, pour chaque mode, de deux plateaux. L'un, à basse fréquence, traduit le fait que tant que l'interaction n'a pas atteint un certain niveau, le système se comporte comme un sys-

tème libre, tandis que l'autre démontre que, passée une certaine raideur d'interaction, le système est tenu rigidement par sa pointe.

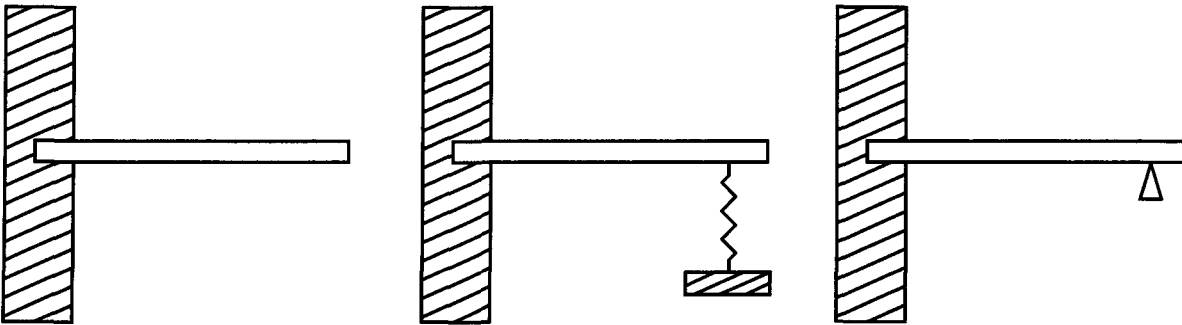


Figure VI-10 : Pour de très faibles valeurs de k_n , le système se comporte comme une poutre encastree à une extrémité, et libre à l'autre. Pour des valeurs intermédiaires de k_n (et donc de k_{lat}), le système est encastree-appuyé. Les déformations de son extrémité libre sont limitées. Finalement, pour de grandes valeurs de k_n et k_{lat} , aucun mouvement horizontal ou vertical de l'une ou l'autre extrémité n'est possible; seules les rotations autour du point de contact sont autorisées.

Entre ces deux plateaux, l'évolution des modes inférieurs (jusqu'au cinquième mode environ), est caractérisée par deux augmentations rapides, séparées par une région d'augmentation plus lente. L'étude de ces courbes en fonction des divers paramètres nous permet d'attribuer chacune de ces montées à un paramètre particulier du modèle. Les modes supérieurs ne présentent qu'une seule zone de transition entre les plateaux inférieurs et supérieurs, ce qui présente un grand intérêt pour le spectromètre local, comme discuté au paragraphe VI-6, page 105.

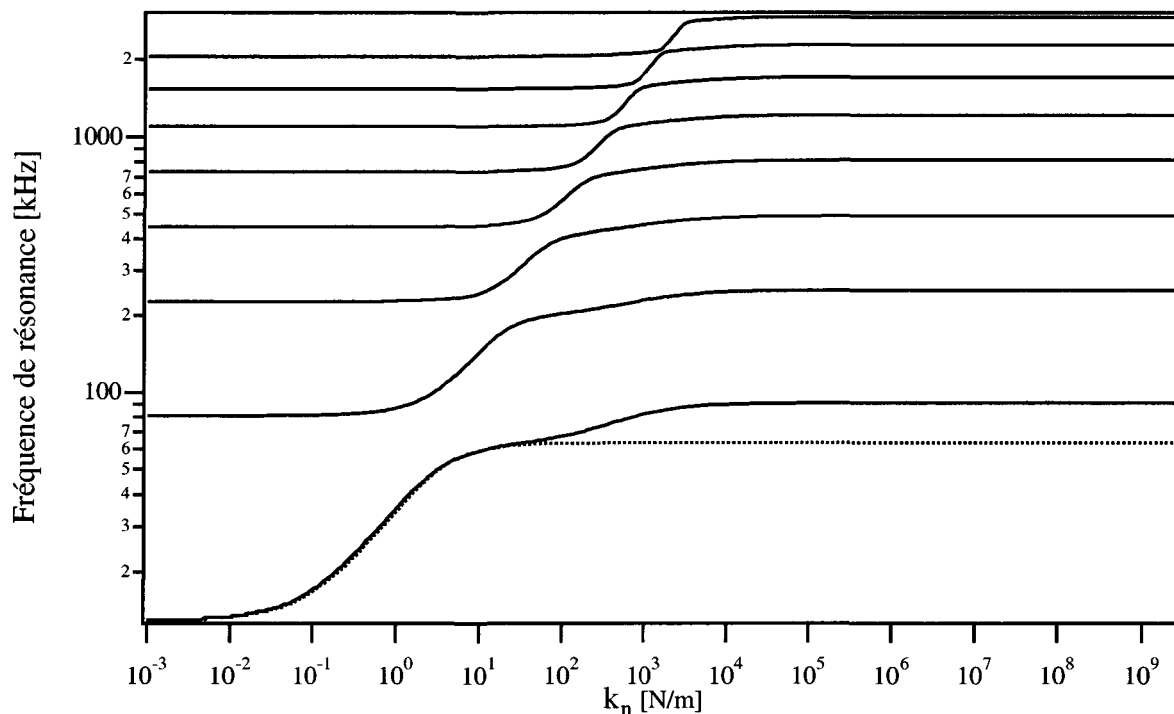


Figure VI-11 : Evolution des fréquences de résonance des 8 premiers modes en contact avec un échantillon de raideur croissante. En traitillé est représenté le premier mode vibratoire en l'absence de ressort d'interaction latérale (modèle de U. Rabe^{111, 147}).

En plus des huit premiers modes de ce modèle, la figure VI-11 présente également l'évolution du premier mode du modèle développé par U. Rabe^{111, 147}. Ce modèle considère l'interaction d'une

poutre horizontale sans pointe et d'une surface via un ressort normal attaché au bout de la poutre. Comme on peut le voir, les deux modèles présentent un bon accord pour des raideurs d'interaction normale inférieures à 10 N/m. Ceci nous permet de supposer que la première augmentation de la fréquence de résonance est fortement liée à la présence du ressort normal, alors que la deuxième augmentation est due principalement à la présence d'une pointe de longueur non-nulle et d'une interaction latérale.

a) Effet de la longueur de la pointe

Quelle que soit la valeur de la raideur normale d'interaction k_n (et de k_{lat}), l'influence des paramètres géométriques de la poutre (L , a , b) est la même que dans le cas libre. Ces paramètres ne seront donc pas étudiés en détail ici, mais on se concentrera sur ceux qui n'avaient aucune influence sur les spectres libres. En premier lieu, l'effet de la longueur de la pointe l_{tip} est présenté à la figure VI-12.

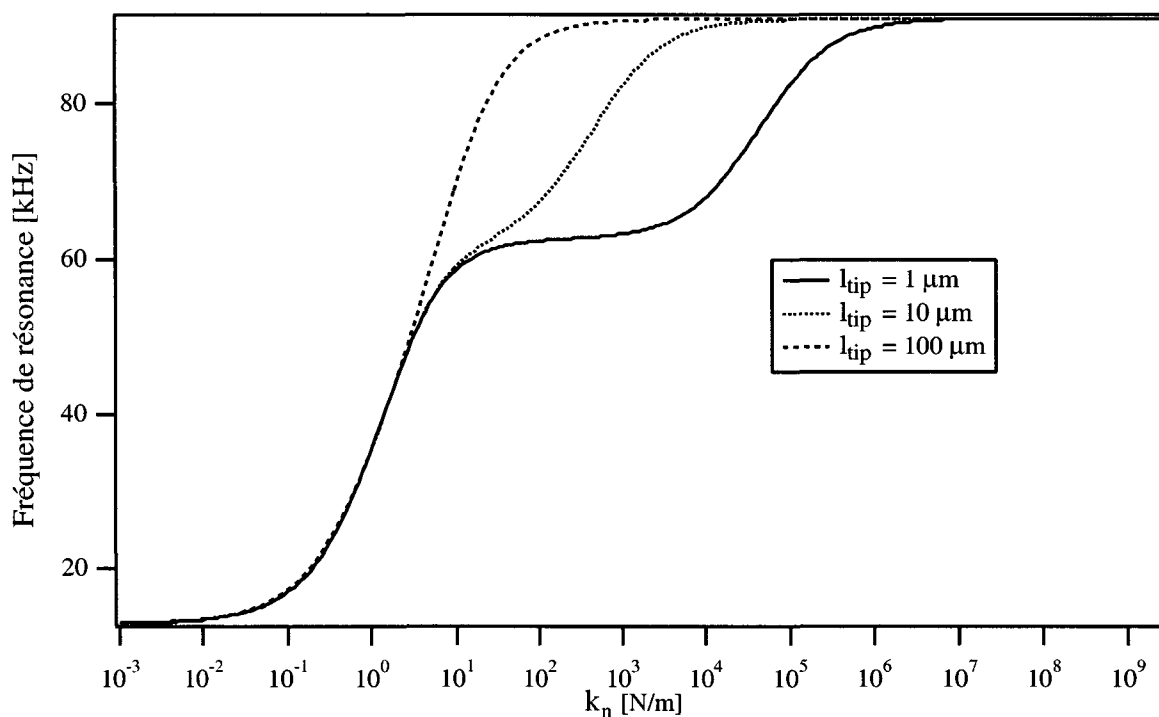


Figure VI-12 : Effet de la longueur de la pointe sur la fréquence de résonance du premier mode en contact.

Seule l'évolution du premier mode est présentée sur cette figure, en raison de la similitude des effets sur tous les autres modes. La présence d'une pointe de longueur donnée non-nulle sur la poutre, combinée à l'existence d'une interaction latérale avec la surface, génère un couple au niveau de la fixation de la pointe. Plus la pointe est longue, plus cet effet est important. La figure VI-12 présente un comportement compatible avec cette explication: pour une pointe très courte ($1 \mu m$), la transition du mode encasté-appuyé au mode encasté-fixé intervient pour de fortes valeurs d'interaction. Avec une pointe 10 fois plus longue, la transition est décalée d'un facteur environ 100 vers des valeurs d'interaction plus faibles. Finalement, pour une pointe très longue (25% de la longueur de la poutre), il n'y a plus de plateau encasté-appuyé, mais on passe directement à la situation encasté-fixé.

Un tel effet a déjà été observé par O. Wright dans son modèle¹¹⁹. Il y considère l'interaction d'une poutre horizontale munie d'une pointe attachée à son extrémité et d'un échantillon modélisé par un

ressort et un amortisseur normaux ainsi qu'un ressort et un amortisseur horizontaux. De plus l'excitation provient de l'échantillon, et non de la fixation du levier.

b) *Effet de β , la position de la pointe le long du levier*

La position le long de la poutre à laquelle est attachée la pointe influence également de manière non négligeable tous les modes vibratoires en contact^{78, 79}. Cet effet est présenté à la figure VI-13, pour des valeurs de β couramment observées sur des leviers commerciaux. On constate ici que ce paramètre ne se manifeste que pour des valeurs d'interaction supérieures à 1N/m. Au-delà de cette valeur, les fréquences de résonance sont décalées vers des valeurs supérieures pour des β décroissants. Ceci peut se comprendre de manière intuitive, si on imagine que l'on passe d'une situation encastéré-libre pour une poutre de longueur L à une situation encastéré-fixé pour une poutre de longueur βL . En effet, il a été montré (figure VI-9) qu'un raccourcissement de la poutre induit une augmentation des fréquences de résonance des différents modes. Le comportement observé va bien dans ce sens: en plus des trois courbes à longueur constante L et β variable, on a représenté l'évolution du premier mode pour une poutre de longueur $0.9L$ et β égal à 1. La fréquence de résonance encastéré-fixé de ce mode est bien la même que celle obtenue pour une poutre de longueur L et un β égal à 0.9.

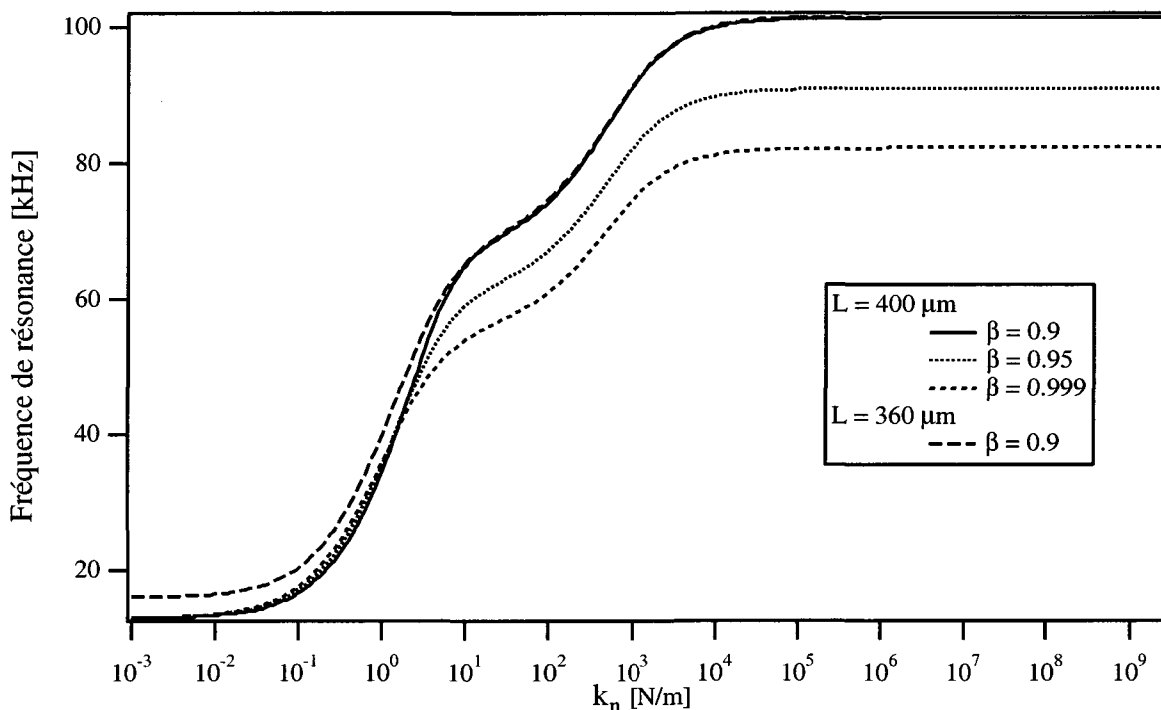


Figure VI-13 : Effet de la position d'attache de la pointe le long de la poutre.

c) *Effet de α , l'angle entre le levier et l'échantillon*

L'inclinaison du levier par rapport à l'échantillon modifie également les modes vibratoires en contact de la poutre, comme illustré à la figure VI-14. Une fois encore, seul le premier mode est présenté, mais les effets sont semblables sur tous les modes. De façon prévisible, l'anisotropie des propriétés mécaniques de l'échantillon joue un rôle primordial ici. En effet, dans le cas d'un échantillon homogène isotrope, la différence entre les interactions latérales et normales est faible. L'orientation de la poutre par rapport à ce système n'a alors qu'un faible effet sur les fréquences

de résonance, comme illustré par les trois courbes de la figure VI-14. La variation des fréquences de résonance n'est pas observable dans ce cas-ci, ce qui signifie qu'elle est inférieure à un pas de fréquence (250 Hz). La gamme d'angles couverte est pourtant large, allant de 0 degré à 45 degrés. Aux modes supérieurs, une influence limitée apparaît dans la zone de transition, cf. figure VI-15 pour le mode 9.

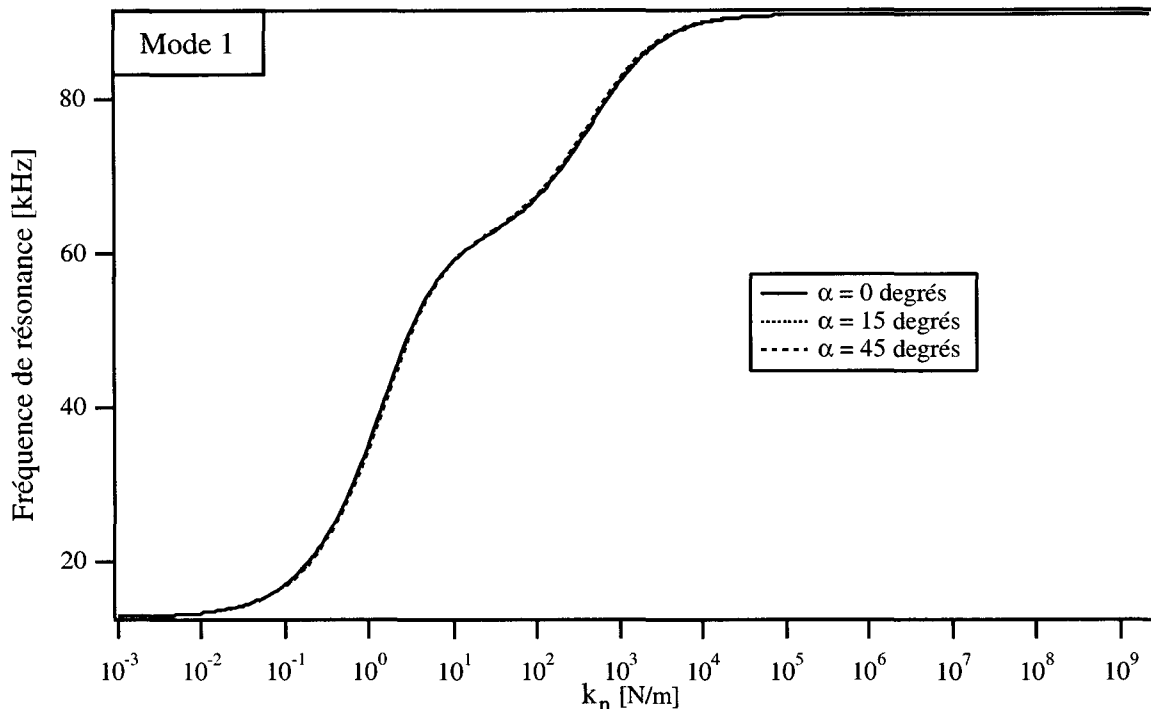


Figure VI-14 : Effet de l'inclinaison du levier sur le premier mode vibratoire. L'influence de l'angle est très faible, largement inférieure au pourcent.

En revanche, dès lors qu'une différence notable de propriétés mécaniques existe entre les directions normales et parallèles à la surface, l'angle d'inclinaison de la poutre par rapport à cette surface prend de l'importance. Cet effet d'anisotropie a été simulé en modifiant le rapport entre k_n et k_{lat} . Sur la figure VI-16, k_{lat} est choisi égal à $0.5 k_n$. Cette fois-ci, l'importance de l'angle d'inclinaison est manifeste dès le premier mode, même si les variations de fréquence de résonance restent faibles pour des angles entre 0 et 15 degrés. La figure VI-17 présente le cas extrême où $k_{lat} = 0.1 k_n$. Les différences sont alors flagrantes, surtout pour des angles supérieurs à 15 degrés. L'effet sur les modes supérieurs est encore plus marqué, comme cela apparaît sur la figure VI-18 qui présente l'évolution du neuvième mode en contact. Sur ce mode, des différences atteignant 15% sont enregistrées dans la valeur des fréquences de résonance entre le cas où $\alpha = 0$ et celui où $\alpha = 45$ degrés. Ce mode se situant à plus de 3MHz, une variation de 15% de sa fréquence correspond à un décalage de plus de 500kHz de la fréquence de résonance! Dans le cas d'un échantillon fortement anisotrope, l'influence de l'inclinaison du levier par rapport à la surface ne devrait donc en aucun cas être négligée, et il faudrait s'attacher à la déterminer le plus précisément possible. Pour la majorité des échantillons néanmoins, l'équation VI.18 est valable en première approximation et le rapport des raideurs latérale et normale est proche de 0.9. De même, l'angle entre le levier et l'échantillon est presque toujours de l'ordre de 15 degrés, à 10 degrés près. Ainsi, l'influence de cet angle sur les fréquences de résonance peut être négligée en première approximation, même pour les modes supérieurs.

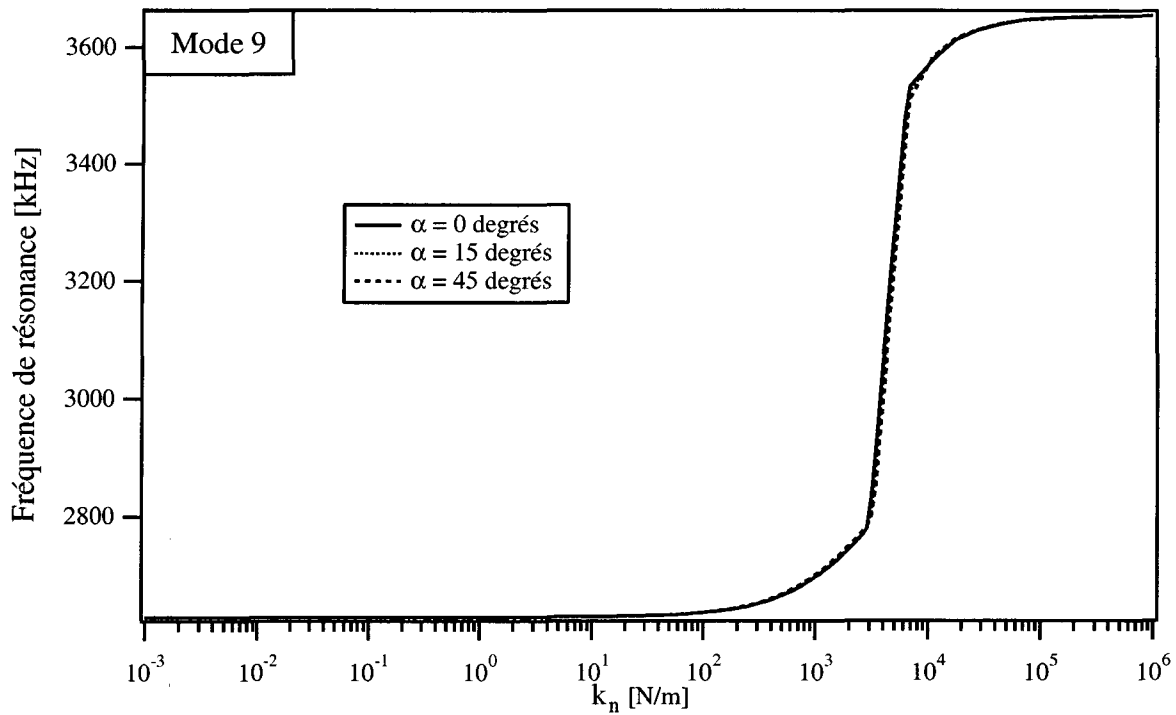


Figure VI-15 : Effet de l'inclinaison du levier sur le neuvième mode en contact. On peut observer un décalage entre les courbes à 0 et 45 degrés, autour de la transition entre les plateaux encastré-libre et encastré-fixé. Cet effet est de l'ordre de 3% au maximum. Pour des valeurs d'inclinaison inférieures à 15 degrés, le décalage de la résonance est inférieur à 1%.

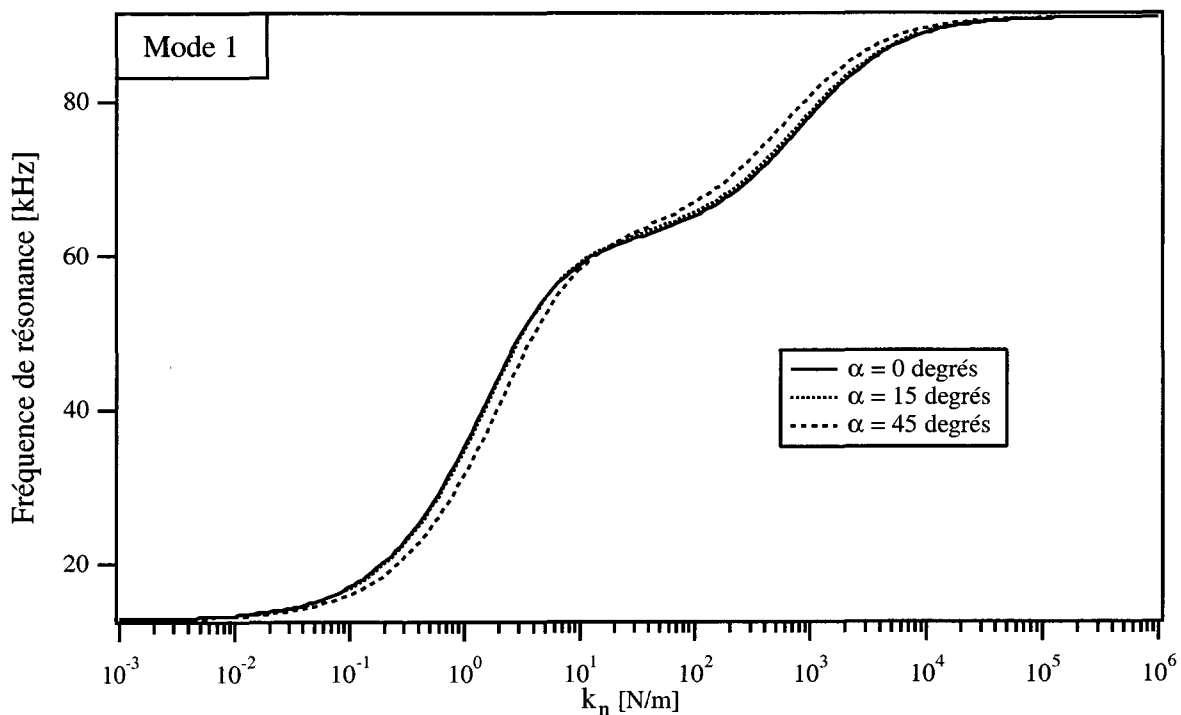


Figure VI-16 : Effet de l'inclinaison du levier sur le premier mode vibratoire pour un échantillon anisotrope, $k_{lat}=0.5k_n$. Les angles inférieurs à 15 degrés n'induisent pas de décalage de fréquence. A 45 degrés, un décalage de l'ordre de 12% au maximum apparaît.

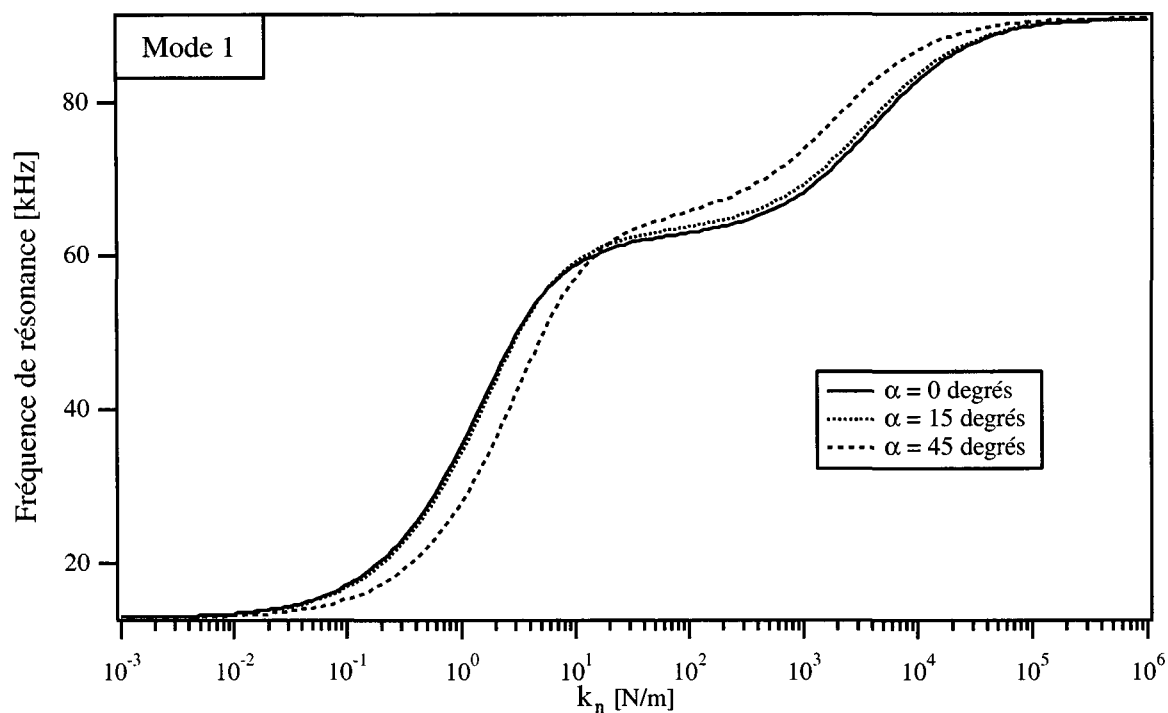


Figure VI-17 : Effet de l'inclinaison du levier sur le premier mode vibratoire pour un échantillon fortement anisotrope, $k_{lat}=0.1k_n$. Les angles inférieurs à 15 degrés induisent déjà un décalage de fréquence. A 45 degrés, un décalage de l'ordre de 20% au maximum apparaît.

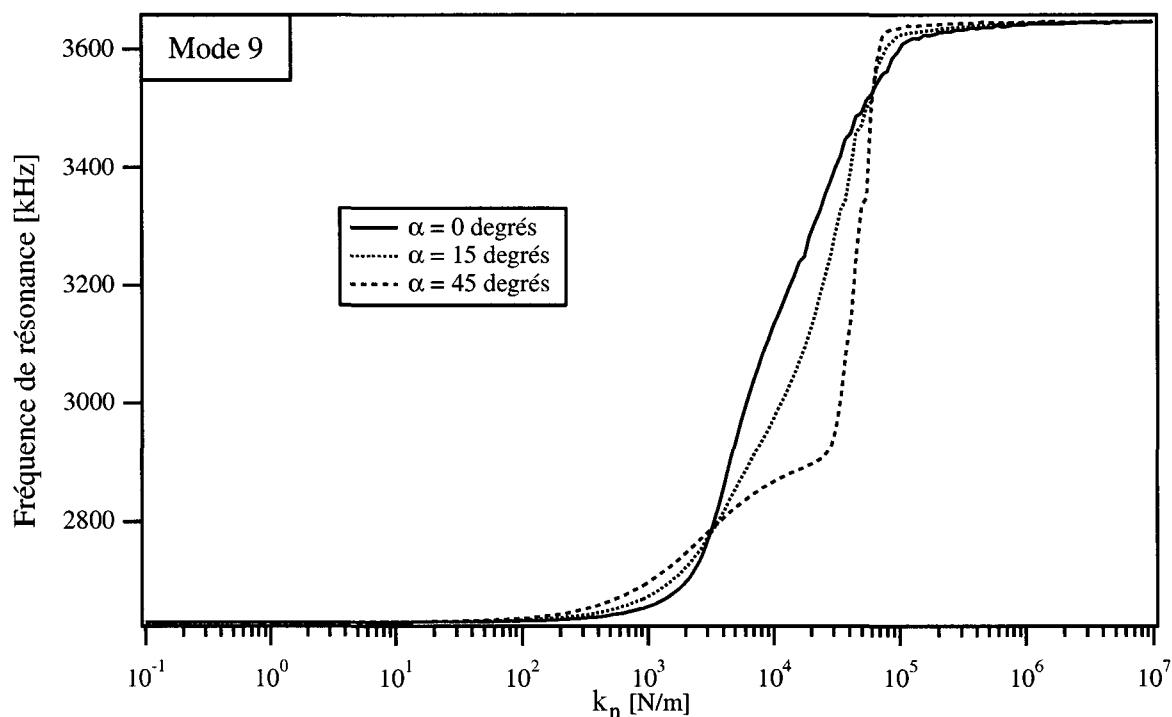


Figure VI-18 : Effet de l'inclinaison du levier sur le neuvième mode vibratoire pour un échantillon fortement anisotrope, $k_{lat}=0.1k_n$. A 45 degrés, un décalage de l'ordre de 15% au maximum apparaît par rapport aux valeurs obtenues pour une inclinaison nulle. Cet écart correspond à plus de 500kHz! Le décalage maximal pour une inclinaison de 15 degrés est d'environ 5%, ce qui équivaut à près de 200kHz.

d) Effet de k_p , le ressort à l'origine

La raideur du ressort k_p figurant le transducteur n'influence quant à elle absolument pas le premier mode vibratoire en contact, comme on peut le constater sur la figure VI-19, dès lors que la valeur de k_p est réaliste (supérieure à 1kN/m). Pour les modes supérieurs, on retrouve le même effet que dans le cas libre, à savoir un décalage des fréquences de résonance vers de plus hautes valeurs pour des valeurs décroissantes de k_p (figure VI-20). Cet effet est quasiment uniforme sur toute la gamme de raideurs normales considérées, de l'ordre de 2% d'écart entre les courbes obtenues avec $k_p=1$ kN/m et 100 kN/m. Dans la zone de transition, cet écart se réduit, jusqu'à atteindre moins de 0.5%, mais sur un intervalle très court de l'ordre de la demi-décade.

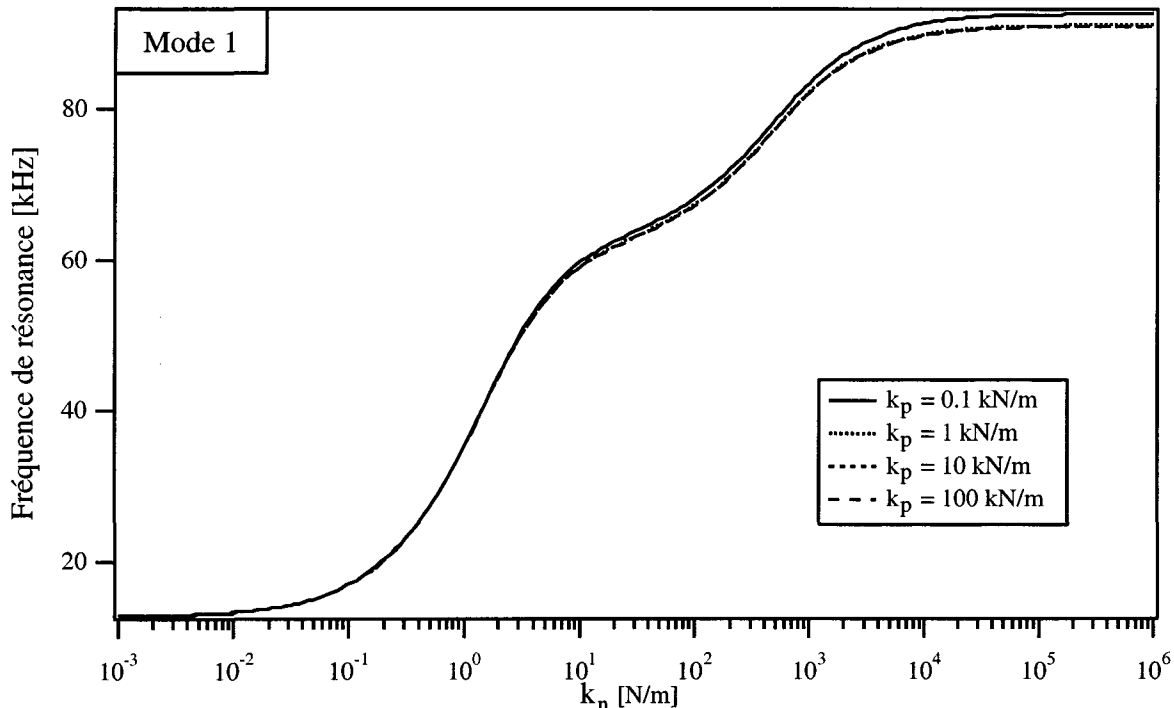


Figure VI-19 : Influence du ressort à l'origine k_p . Le premier mode est indépendant de la raideur de ce ressort, entre 1 et 100 kN/m. Les valeurs très faibles de k_p induisent déjà un décalage des fréquences de résonance.

e) Remarques générales

En résumé, en plus des paramètres géométriques de la poutre identifiés pour le système libre, on constate que la longueur de la pointe et la position à laquelle elle est fixée le long de la poutre ont déjà une forte influence sur le premier mode vibratoire en contact du système. Leur influence se fait sentir sur tous les modes, ce qui implique que leur détermination précise sera primordiale dans l'optique d'une description fidèle du comportement du levier^{78, 79}.

L'inclinaison du levier par rapport à l'échantillon n'a qu'une importance secondaire tant que l'échantillon est isotrope. En cas de forte anisotropie, l'angle induit de fortes variations des modes vibratoires.

Le ressort à l'origine, quant à lui, n'intervient qu'aux modes supérieurs, et ne joue un rôle que pour des raideurs très faibles, 5 kN/m et moins.

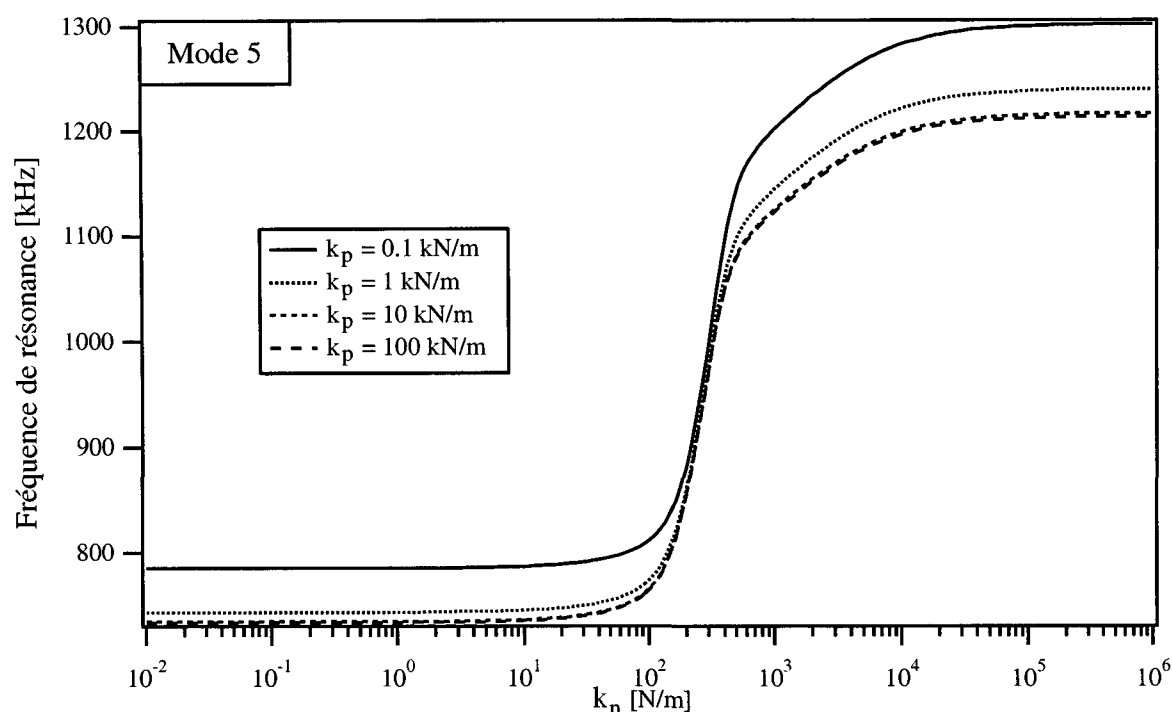


Figure VI-20 : Effet de k_p sur le cinquième mode. Pour des raideurs décroissantes de k_p , on observe un décalage de la résonance vers les hautes fréquences, et ce quelle que soit la raideur de l'interaction normale.

3.3 Effet de l'amortissement

Dans ce paragraphe, l'influence des deux amortisseurs γ_n et γ_{lat} est discutée. Les autres paramètres du modèle sont fixés à leur valeur du tableau VI-1, et les raideurs normale et latérale sont fixées respectivement à 100 N/m et 90 N/m. Ces valeurs sont de l'ordre de grandeur typique des valeurs expérimentales observées, qui couvrent la gamme de 10 à 1000 N/m. De plus, ces valeurs permettent d'examiner les situations encasté-libre (modes supérieurs), encasté-appuyé (premiers modes) et la transition entre les deux: sur la figure VI-11, on voit que pour une raideur normale de 100 N/m, la fréquence de résonance du quatrième mode se situe entre les plateaux encasté-libre et encasté-appuyé.

γ_n et γ_{lat} sont fixés égaux et variés simultanément. Cette situation est présentée pour les neuf premiers modes à la figure VI-21, pour des valeurs d'amortissement entre 0 et 10^{-2} kg/s. Aucune influence de l'amortissement n'est visible pour les valeurs inférieures à 10^{-3} kg/s, si ce n'est une diminution de l'amplitude des pics de résonance. A partir de 10^{-3} kg/s, et pour les amortissements supérieurs, cet effet devient très marqué pour les modes 3 à 5, et s'accompagne d'un déplacement de la résonance, comme cela se voit sur la figure VI-22, qui est un agrandissement de la zone concernée. Plus précisément, les fréquences de résonance des modes inférieurs au quatrième sont déplacées vers des valeurs supérieures, alors que les modes supérieurs au quatrième sont décalés vers des fréquences plus basses. De plus, l'amplitude du pic du quatrième mode est beaucoup plus sensible à l'amortissement, puisqu'il disparaît presque pour un γ_n égal à 10^{-2} kg/s, alors que les autres modes sont encore très bien définis.

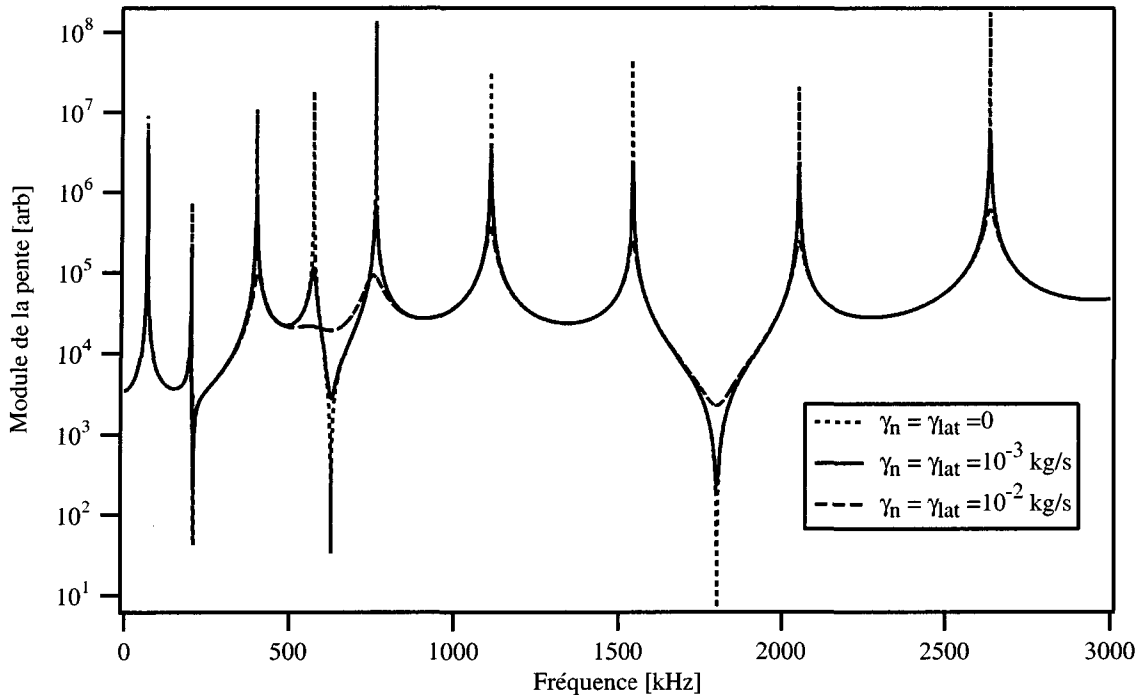


Figure VI-21 : Spectre en contact montrant les neuf premiers modes vibratoires. L'amortissement varie entre 0 et 10^{-2} kg/s. Le quatrième mode est le plus affecté.

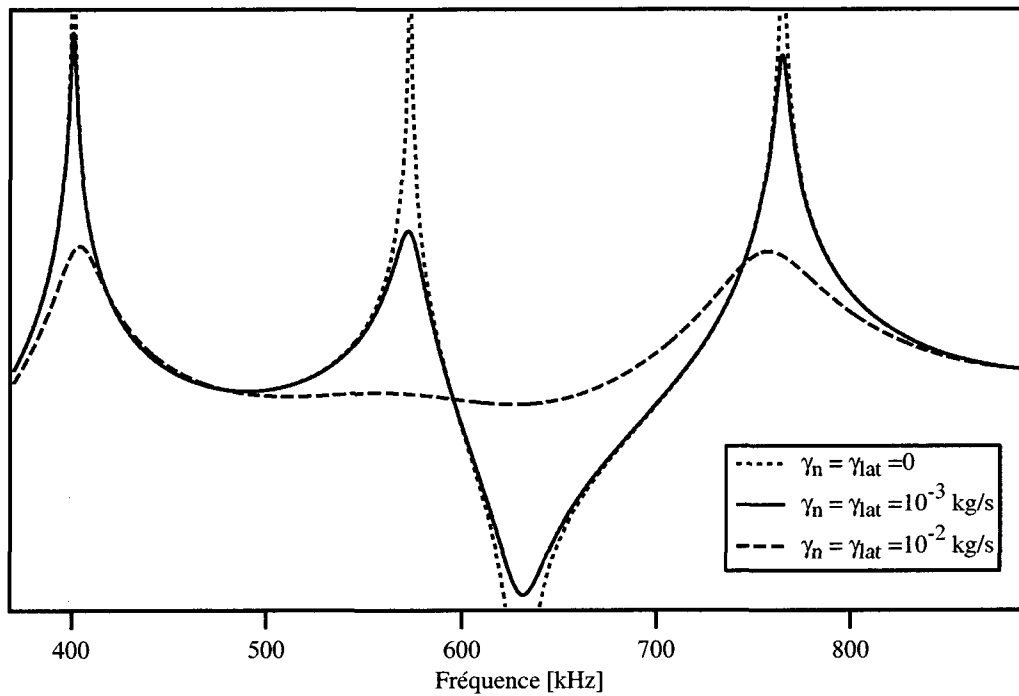


Figure VI-22 : Agrandissement de la figure VI-21 centré autour du quatrième mode. Le décalage du troisième et du cinquième mode est clairement visible, ainsi que l'écrasement du quatrième.

4. Exploitation du modèle

Lors d'une expérience de spectrométrie mécanique locale à fréquence variable, deux spectres au moins sont systématiquement mesurés. Le premier est un spectre du levier libre, sur toute la gamme de fréquence d'intérêt pour l'expérience. Ce spectre est utilisé afin de déterminer au plus près les valeurs des dimensions géométriques de la poutre, et dans une moindre mesure la raideur du ressort à l'origine. Cette détermination est effectuée en ajustant au mieux les paramètres du modèle pour reproduire le spectre, en agissant en premier lieu sur les paramètres causant les plus fortes variations. Le deuxième spectre est mesuré en contact avec l'échantillon, après avoir choisi la zone d'intérêt pour la mesure au moyen d'une image AFM classique. Cette fois-ci, les paramètres géométriques de la poutre déterminés à l'aide du premier spectre sont introduits dans le modèle et fixés. L'ajustement est effectué sur les valeurs de la longueur de la pointe, sa position le long de la poutre ainsi que la valeur de l'interaction normale et des amortisseurs γ_n et γ_{lat} .

L'inspection d'un seul mode n'est jamais suffisante pour déterminer précisément tous ces paramètres. C'est pourquoi la gamme de fréquence inspectée lors de la mesure comporte un maximum de modes vibratoires. En règle générale, un minimum de six modes sont considérés. Au cas où un ajustement satisfaisant du modèle au spectre mesuré ne serait pas obtenu, la valeur de l'angle d'inclinaison du levier par rapport à l'échantillon est également ajustée. Ceci n'est pas nécessaire en général, et une valeur fixe de 15 degrés est utilisée dans le modèle.

Bien entendu, ces ajustements de paramètres nécessitent une connaissance approximative préalable des valeurs de la majorité des paramètres. Plus cette connaissance est précise, meilleur pourra être l'ajustement final. Plusieurs méthodes sont à disposition pour obtenir ces informations: la plus courante est la microscopie électronique à balayage qui permet de mesurer précisément les dimensions de la poutre et de la pointe, ainsi que la distance entre la pointe et le bout de la poutre. Connaissant la forme de la pointe, sa masse peut également être calculée. Cette méthode est lourde, et de plus il existe un risque réel de casser le levier soit en le mettant dans le porte-échantillon du microscope, soit en l'enlevant. En outre, ceci ne peut être appliqué qu'aux leviers conducteurs ou semi-conducteurs. Les leviers en nitrure de silicium se chargent très rapidement, et il devient vite difficile d'en prendre des micrographies.

Suivant le fournisseur des leviers, une fiche signalétique détaillée est fournie pour chacun d'entre eux (Nanosensors¹⁵³ et NT-MDT¹⁵⁴ par exemple). Les valeurs des paramètres qui y figurent ne sont jamais exactes, mais suffisamment proches pour convenir parfaitement comme valeurs initiales de l'ajustement.

Le modèle permet ainsi d'extraire la valeur de l'interaction normale k_n , qui est la meilleure approximation par le modèle des modes mesurés. En ce qui concerne la mesure de l'amortissement local, deux déterminations différentes sont possibles. La première consiste à déterminer la valeur de γ_n et γ_{lat} par ajustement du modèle, de façon similaire à la détermination de k_n . La deuxième exploite l'aspect des pics de résonance des différents modes, comme expliqué à la figure VI-23. L'amortissement est déterminé par la mesure des facteurs de qualité des différents pics de résonance, ou plus précisément l'inverse du facteur de qualité:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = Q^{-1} \quad (\text{VI.20})$$

où Δf représente la largeur à mi-hauteur du pic, et f_0 sa fréquence de résonance.

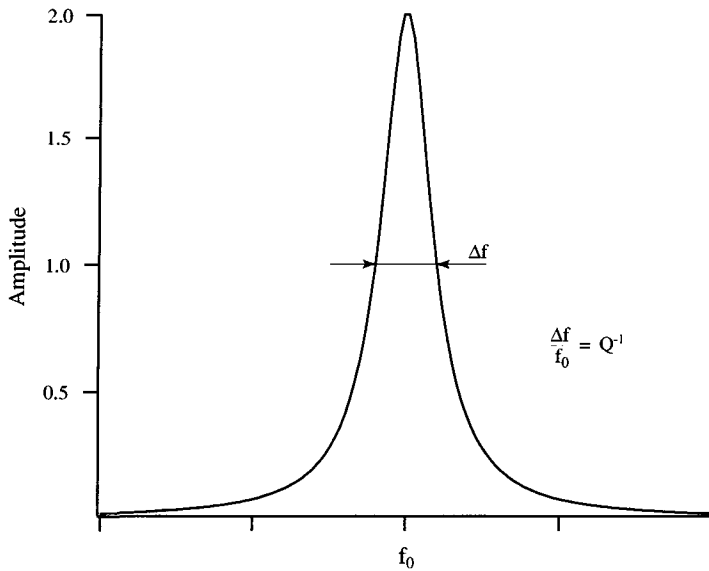


Figure VI-23 : Détermination de l'amortissement par mesure du facteur de qualité d'une résonance. La largeur à mi-hauteur du pic est mesurée, et divisée par la fréquence de la résonance.

Cette méthode permet de mesurer l'amortissement en fonction de la fréquence, sur toute la gamme de fréquence mesurée par le spectromètre mécanique local. Le nombre de points est limité au nombre de modes vibratoires présents dans la mesure, à savoir en général dix ou moins.

Le modèle ne tient pas compte d'une éventuelle variation de l'amortissement en fonction de la fréquence. Ainsi, la valeur de γ_n extraite par ajustement du modèle à la mesure ne sera au mieux qu'une moyenne sur l'amortissement mesuré dans la gamme de fréquence considérée.

Dans l'optique d'une détermination quantitative du module élastique et de l'amortissement local, l'obtention de k_n et de Q^{-1} n'est pas suffisante, même si elle représente un premier pas dans la bonne direction. Le problème restant est de relier k_n au module élastique réduit E^* , d'une part, et γ_n ou Q^{-1} à l'amortissement du matériau d'autre part. La première relation va dépendre de la mécanique du contact employée. Par exemple, dans le cas où la mécanique hertzienne s'applique, on peut dériver une relation liant k_n à E^* :

$$k_n = \sqrt[3]{6FRE^{*2}} \quad (\text{VI.21})$$

avec F la force extérieure appliquée par la pointe sur l'échantillon et R le rayon de la pointe.

Pour l'amortissement, séparer les contributions du levier, du milieu environnant et du matériau est également compliqué. En spectrométrie mécanique globale, le facteur Q^{-1} est défini comme le rapport de l'énergie dissipée lors d'un cycle de contrainte et de l'énergie élastique maximum stockée lors de ce même cycle¹⁰⁰:

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W_{\text{diss}}}{\Delta W_{\text{él}}^{\text{max}}} \quad (\text{VI.22})$$

L'énergie mécanique dissipée est constituée des contributions de l'échantillon, du milieu et du levier, et peut donc s'écrire:

$$\Delta W_{\text{diss}} = \Delta W_{\text{diss}}^{\text{levier}} + \Delta W_{\text{diss}}^{\text{milieu}} + \Delta W_{\text{diss}}^{\text{échantillon}} \quad (\text{VI.23})$$

De même, l'énergie élastique est stockée non seulement dans le levier, mais également dans l'échantillon. Elle se décompose donc en:

$$\Delta W_{\text{él}} = \Delta W_{\text{él}}^{\text{levier}} + \Delta W_{\text{él}}^{\text{échantillon}} \quad (\text{VI.24})$$

Ainsi, Q^{-1} devient:

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W_{\text{diss}}^{\text{levier}} + \Delta W_{\text{diss}}^{\text{milieu}} + \Delta W_{\text{diss}}^{\text{échantillon}}}{\Delta W_{\text{él}}^{\text{levier}} + \Delta W_{\text{él}}^{\text{échantillon}}} \quad (\text{VI.25})$$

Dans le cas où l'énergie élastique stockée dans l'échantillon est largement inférieure à l'énergie élastique stockée dans le levier, on peut écrire:

$$Q_{\text{tot}}^{-1} = Q_{\text{échantillon}}^{-1} + Q_{\text{autres}}^{-1}, \quad (\text{VI.26})$$

$$\text{où } Q_{\text{autres}}^{-1} = \frac{\Delta W_{\text{diss}}^{\text{levier}} + \Delta W_{\text{diss}}^{\text{milieu}}}{\Delta W_{\text{él}}^{\text{levier}}} \text{ et } Q_{\text{échantillon}}^{-1} = \frac{\Delta W_{\text{diss}}^{\text{échantillon}}}{\Delta W_{\text{él}}^{\text{levier}}}.$$

Sous l'hypothèse que l'énergie dissipée et l'énergie stockée dans le levier sont les mêmes lorsque le levier est en contact avec l'échantillon et lorsqu'il vibre librement, le dernier terme de l'équation VI.26 peut être déterminé indépendamment, à l'aide du spectre libre mesuré juste avant le spectre en contact. On obtient ainsi l'amortissement dans le matériau considéré par soustraction de l'amortissement mesuré sur le spectre libre à l'amortissement mesuré en contact.

5. Confrontation à l'expérience

Le modèle sera utilisé extensivement dans le chapitre VII, sur une large gamme d'échantillons. Néanmoins, une première vérification de sa validité est présentée à la figure VI-24. Un spectre libre de levier Nanosensor¹⁵³ acquis par le spectromètre mécanique local, dans sa version sans détecteur synchrone, y est comparé au modèle, après ajustement des paramètres. L'accord entre le modèle et l'expérience est excellent en ce qui concerne la position des résonances, mais il est plus approximatif en ce qui concerne la forme de ces résonances, liée à l'amortissement. Ceci est compréhensible, puisque le modèle ne tient compte ni de l'amortissement dû à l'air environnant, ni de l'amortissement dans le levier. L'amortissement n'intervient que dans les mesures en contact, via les deux amortisseurs en parallèle avec les ressorts d'interaction normale et parallèle.

Le modèle décrit également de façon très satisfaisante les mesures en contact, comme démontré à la figure VI-25. On peut y voir un spectre en contact acquis par le spectromètre mécanique local, dans sa version avec détecteur synchrone, sur un échantillon de Silice fondue. L'accord entre l'expérience et la modélisation est excellent, l'écart maximum ne dépassant pas 0.3%, ceci pour le dixième mode. La figure ne présente que les modes 6 à 10, par souci de clarté, mais l'accord est tout aussi bon pour les modes inférieurs. En plus de présenter un bon accord sur les positions des résonances, le modèle et la mesure s'accordent également en ce qui concerne les largeurs à mi-hauteur des pics. Ceci est encourageant en vue de la détermination quantitative de l'amortissement dans le matériau.

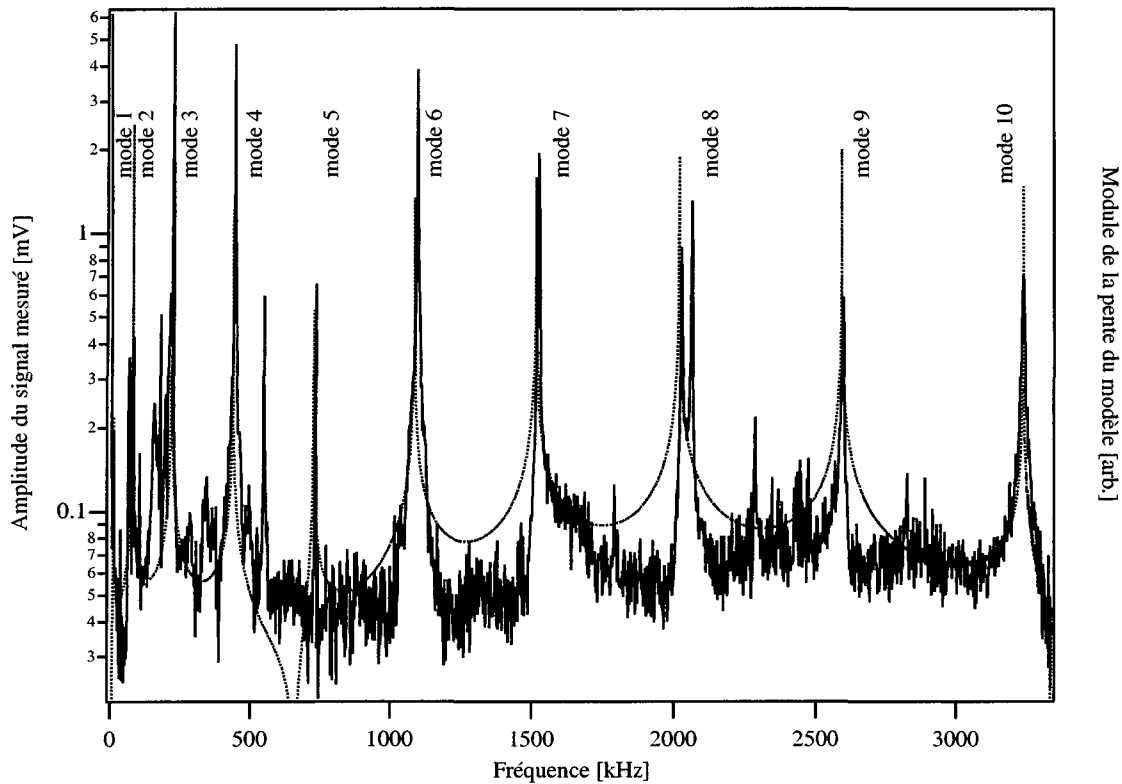


Figure VI-24 : Spectre libre mesuré entre DC et 3.3 MHz par le spectromètre mécanique local sans détecteur synchrone. Les dix premiers modes vibratoires sont clairement visibles. L'accord avec le modèle (courbe traitillée) est excellent.

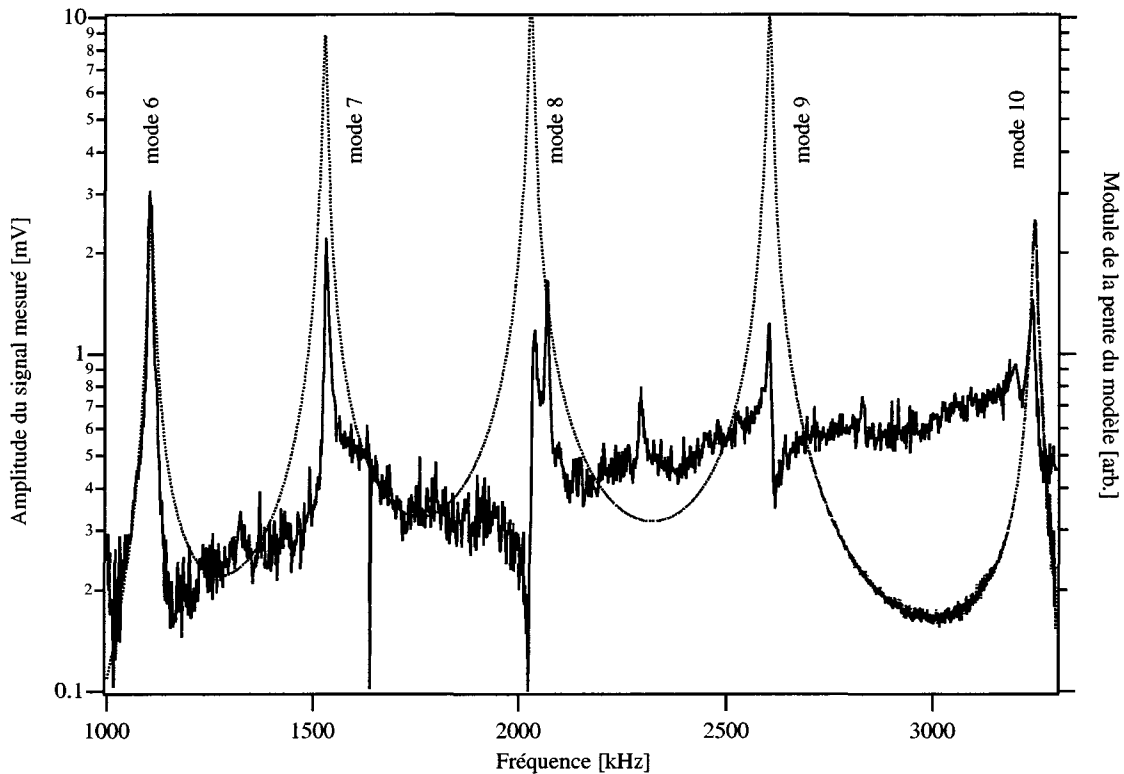


Figure VI-25 : Spectre en contact mesuré par le spectromètre mécanique local avec détecteur synchrone sur un échantillon de Silice fondue. Les modes 6 à 10 figurent sur le graphe, ainsi que l'ajustement obtenu avec le modèle. L'accord entre la mesure et le modèle est meilleur que 0.3% pour toutes les valeurs des fréquences de résonance. De plus, la largeur à mi-hauteur des pics mesurés et modélisés est très proche.

6. Justification de la mesure haute fréquence

Le spectromètre mécanique local tel qu'il a été présenté au chapitre V permet de mesurer des spectres sur une large gamme de fréquence. La raison pour laquelle il est intéressant de disposer de la gamme de fréquence la plus large possible est expliquée au paragraphe 4 de ce chapitre, mais la raison pour laquelle cette fréquence doit être aussi élevée que possible n'a pas encore été abordée.

Comme cela a été montré dans le paragraphe 3, les paramètres du modèle influencent surtout les modes vibratoires dans les zones encastré-appuyé et encastré-fixé. Il existe une zone qui semble relativement peu sensible à la majeure partie des paramètres du modèle. Il s'agit de la première montée de la fréquence de résonance d'un mode, du plateau encastré-libre au plateau encastré-appuyé. Dans ce domaine, la fréquence de résonance d'un mode donné est principalement contrôlée par la valeur de la raideur de l'interaction normale. En vue de la détermination précise de la valeur de ce paramètre, il est donc clair qu'il faut trouver un mode au moins du spectre expérimental qui satisfasse cette condition. Comme présenté à la figure VI-11, le premier mode est dans ce domaine pour des interactions normales très faibles, entre 10^{-2} et 1 N/m. Ceci ne correspond jamais à une situation réelle. Un échantillon typique présentera une valeur de k_n variant entre 50 et 1000 N/m, et il faudra donc inspecter les modes supérieurs au cinquième au moins pour se trouver dans le domaine défini ci-dessus.

Une autre façon de comprendre ceci est présentée à la figure VI-26 (page suivante). Cette figure présente la dérivée de la figure VI-11, en fonction de la valeur de l'interaction normale k_n . On y repère immédiatement deux pics, associés aux deux augmentations de fréquence observées à la figure VI-11. Le premier pic est donc associé à la raideur normale de l'interaction et le second à la raideur latérale combinée à la longueur de la pointe. Il apparaît clairement sur cette figure que l'influence du deuxième pic devient négligeable à partir du sixième mode, pour la gamme de raideurs normales d'interaction considérées. Le rectangle gris correspond aux valeurs expérimentales courantes de la raideur normale du contact, soit entre 10 et 1000 N/m.

Ainsi la nécessité d'effectuer des mesures à haute fréquence, en utilisant les modes vibratoires supérieurs, provient du besoin de précision sur la détermination de k_n . La précision est augmentée par le choix d'un mode pour lequel la fréquence de résonance varie beaucoup pour une faible variation de k_n , mais varie peu en même temps pour de grandes variations de tous les autres paramètres. Ceci n'est réalisé en pratique que pour des modes au-delà du sixième, voire plus.

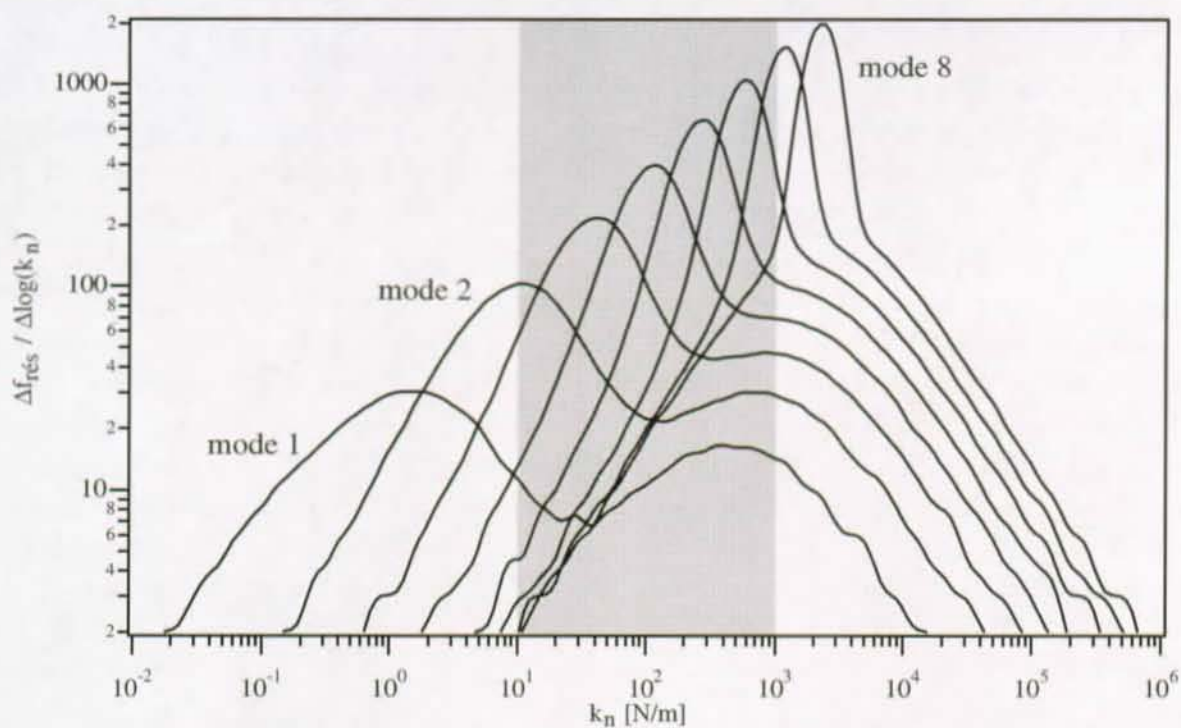


Figure VI-26 : Dérivée de la figure VI-11. Le premier pic, à basse fréquence, est dû à l'existence de l'interaction normale, tandis que le deuxième est lié à l'interaction latérale. La plage grisée représente les valeurs courantes de la raideur normale k_n dans une expérience de spectrométrie mécanique locale.

Une grande variété d'échantillons ont été étudiés à l'aide du spectromètre présenté au Chapitre V. La gamme de propriétés mécaniques couverte est très large, des matériaux mous et dissipatifs aux matériaux très durs et très peu dissipatifs. La grande sensibilité du spectromètre aux variations locales des propriétés mécaniques est démontrée, tout comme l'intérêt de réaliser une étude de ces propriétés sur une plage fréquentielle aussi large que possible.

1. PVC-PB

Cet échantillon est un mélange de deux polymères incompatibles, le chlorure de polyvinyle (PVC) et le polybutadiène (PB). Au microscope optique il se présente comme une matrice uniforme contenant des inclusions de taille variable. Il semble y avoir deux familles d'inclusions, la première, de taille entre 15 et 20 μm , largement espacées, et la deuxième plus finement dispersée, de taille allant de 2 à 5 μm (figure VII-1).

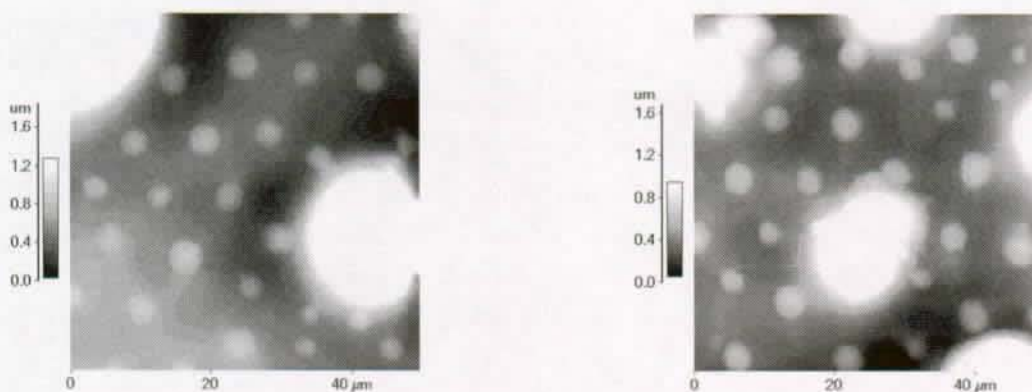


Figure VII-1 : Images topographiques de l'échantillon de PVC-PB. On distingue clairement deux familles d'inclusions, de tailles très différentes. Les distributions spatiales des deux familles sont homogènes et isotropes.

La hauteur de ces inclusions dépend de leur taille, la première famille surplombant la matrice d'environ 1.5 μm et la deuxième de 200 nm ou moins (figure VII-2). Cet échantillon est le même que

celui utilisé par F. Oulevey durant sa thèse⁶. Les deux phases ont été identifiées grâce au SLAM lors de son travail. La matrice est formée de PVC, alors que les inclusions sont constituées de PB.

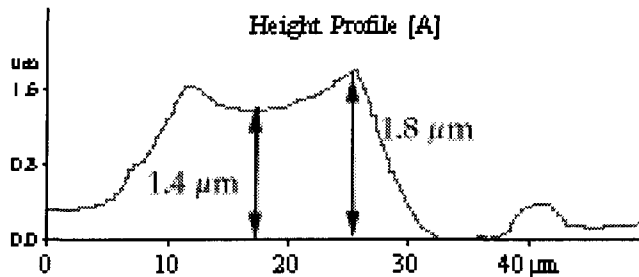


Figure VII-2 : Profil vertical à travers l'inclusion en bas à droite de l'image de gauche, figure VII-1.

Les propriétés mécaniques tabulées de ces deux polymères sont proches, avec un module de Young de l'ordre de 2.5 à 4 GPa pour le PVC¹⁵⁵ et pour le PB⁶. Cet échantillon permet donc de vérifier la sensibilité de notre mesure à de faibles variations de module pour des échantillons de faible module.

Afin de minimiser l'influence de la topographie, la zone étudiée ne contenait pas d'inclusion de grande taille, mais uniquement quelques inclusions de petite taille. Toutes les mesures ont été réalisées avec un levier Nanosensor en silicium (F53-n°1)¹⁵³. Les caractéristiques de ce levier selon le fournisseur sont: épaisseur de 2.2 µm, largeur de 59 µm, longueur de 441 µm, raideur de 0.29 N/m et première fréquence libre de résonance de 15 kHz.

Le microscope utilisé pour la spectrométrie et pour l'imagerie est l'Autoprobe CP de Thermomicroscopes¹²⁷. Les montages avec et sans détecteur synchrone ont été utilisés pour l'obtention des spectres, alors que les images ont toutes été obtenues avec détecteur synchrone.

1.1 Spectrométrie

Le levier et le transducteur PVDF utilisés lors de cette expérience sont neufs. La première mesure est un spectre libre, sur la gamme de fréquence utile à l'expérience. La figure VII-3 montre ce spectre mesuré entre 1 kHz et 2 MHz, et une tension appliquée de 2 V. Le rapport signal sur bruit obtenu est très mauvais pour un spectre libre. Ceci provient vraisemblablement du transducteur, en raison d'un endommagement de la métallisation du film ou d'un mauvais contact.

Néanmoins, six modes de vibration du levier sont clairement visibles, ce qui est tout à fait suffisant pour ajuster les paramètres géométriques du levier et obtenir un très bon accord entre la mesure et le modèle. Par rapport aux valeurs du fabricant, l'écart observé reste dans la marge d'erreur fixée par celui-ci, puisqu'on obtient une épaisseur de 2.16 µm et une longueur totale de 460 µm, soit des erreurs de 2% et 4% respectivement.

L'approche est effectuée sans vibration appliquée au transducteur, de même que la première image topographique qui permet de choisir la position à laquelle le spectre suivant est acquis. La figure VII-4 présente le spectre obtenu entre 1 kHz et 2 MHz sur le PVC. La tension appliquée aux bornes du transducteur a été augmentée à 10 V afin de pallier à la mauvaise qualité du transducteur. Les modes 1, 2, 4, 5 et 6 sont ainsi observés, mais le rapport signal sur bruit reste très mauvais. A cause de cela, seule la raideur du contact k_n peut être déterminée, et aucune information sur l'amortisse-

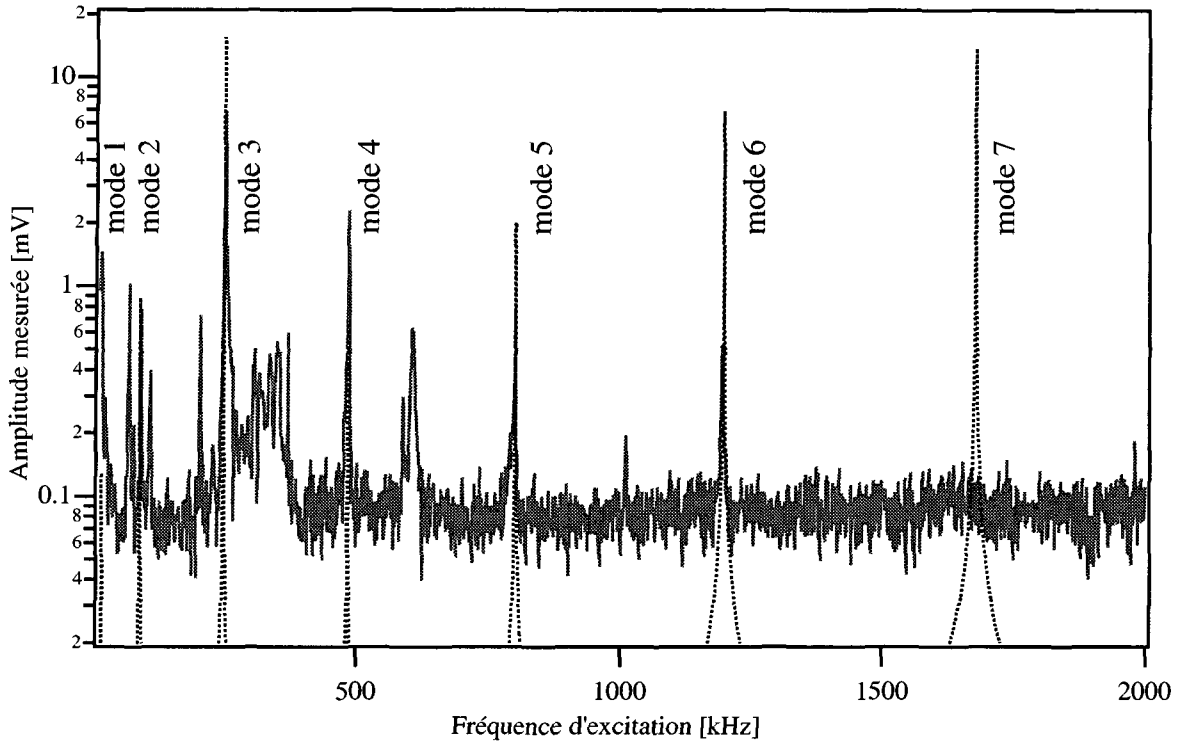


Figure VII-3 : Spectre libre mesuré avant le premier contact avec l'échantillon. Le rapport signal sur bruit est très mauvais, ce qui laisse supposer que le transducteur fonctionne mal (mauvais contacts ou film métallique endommagé). L'ajustement des paramètres du modèle à la mesure permet d'obtenir un très bon accord entre les deux. Un pic excédentaire est présent vers 590 kHz. Il correspond vraisemblablement à une résonance du transducteur.

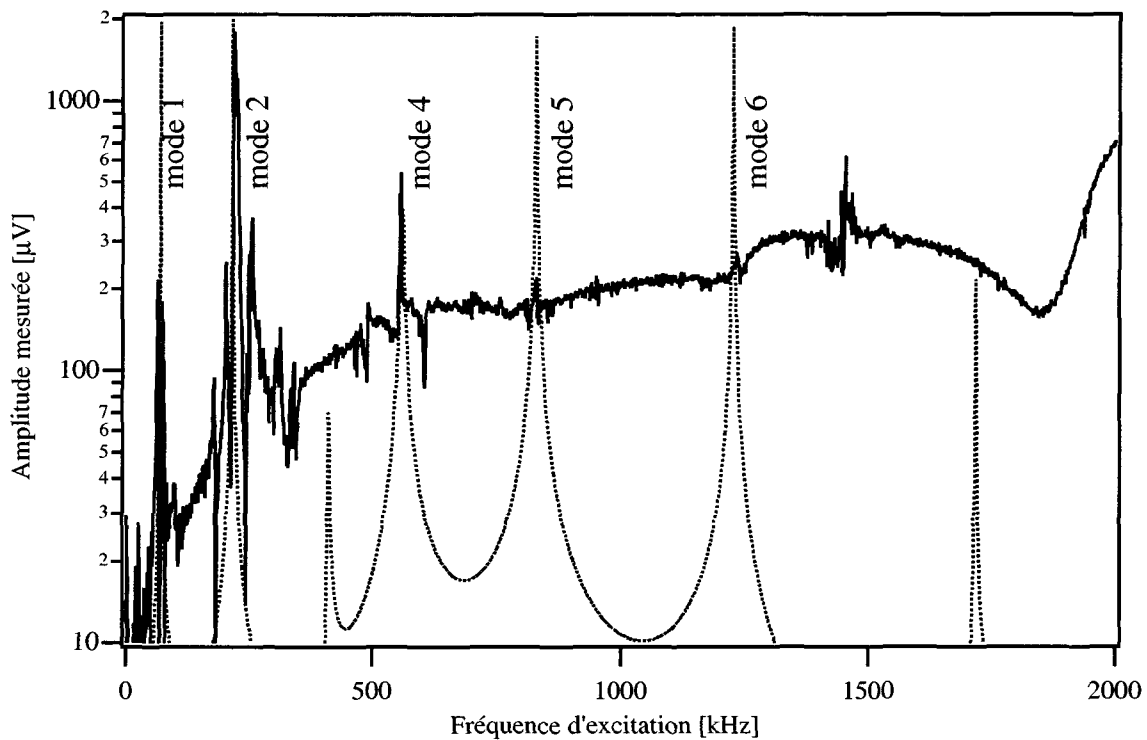


Figure VII-4 : Spectre en contact avec le PVC. Le rapport signal sur bruit est toujours mauvais. Le modèle s'ajuste parfaitement à la mesure, au moins sur les pics détectés. On note l'absence des modes 3 et 7 dans le spectre mesuré.

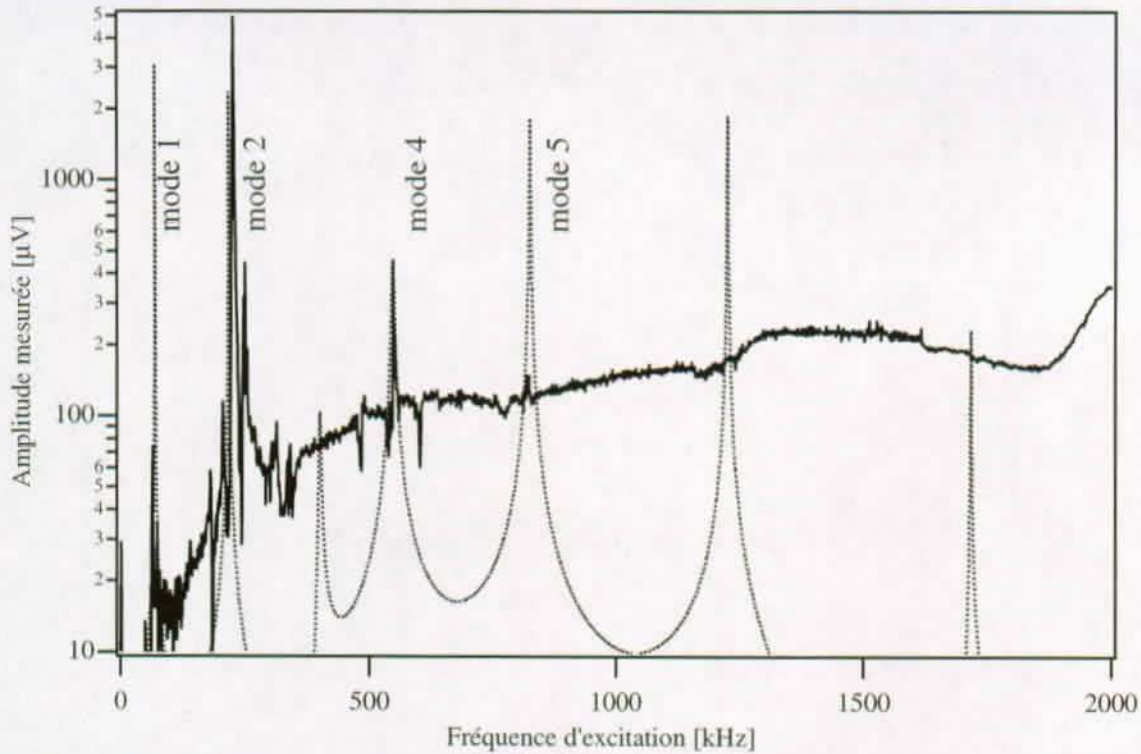


Figure VII-5 : Spectre en contact avec le PB. La mesure est aussi mauvaise que sur le PVC, et l'accord avec le modèle toujours aussi bon.

ment n'est obtenue. Il n'est en effet pas raisonnable d'espérer mesurer le facteur de qualité des résonances observées. L'ajustement du modèle à la mesure fournit une valeur de $k_n = 150 \text{ N/m}$.

Le spectre mesuré ensuite sur le PB (figure VII-5) présente les mêmes caractéristiques que celui du PVC. La valeur de k_n tirée du modèle est de 135 N/m .

1.2 Imagerie

La zone choisie pour les mesures est présentée à la figure VII-6. Le bord d'une inclusion de grande taille est visible sur le côté droit de l'image, mais le reste de l'image montre une distribution homogène d'inclusions de petite taille. La matrice de PVC, entre les inclusions, est également homogène, et ne présente pas de fissure, trou, ou autre défaut.

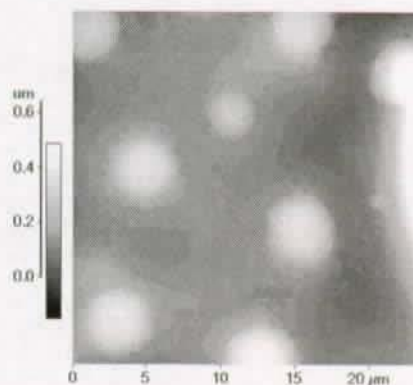


Figure VII-6 : Image topographique de la zone étudiée par spectrométrie mécanique locale.

La fréquence de l'excitation acoustique à la base du levier a été incrémentée, par pas de 100 kHz, entre 80 kHz et 1180 kHz, en gardant tous les autres paramètres constants. Les images d'amplitude et de déphasage obtenues à ces différentes fréquences sont présentées aux figures VII-7 et VII-8.

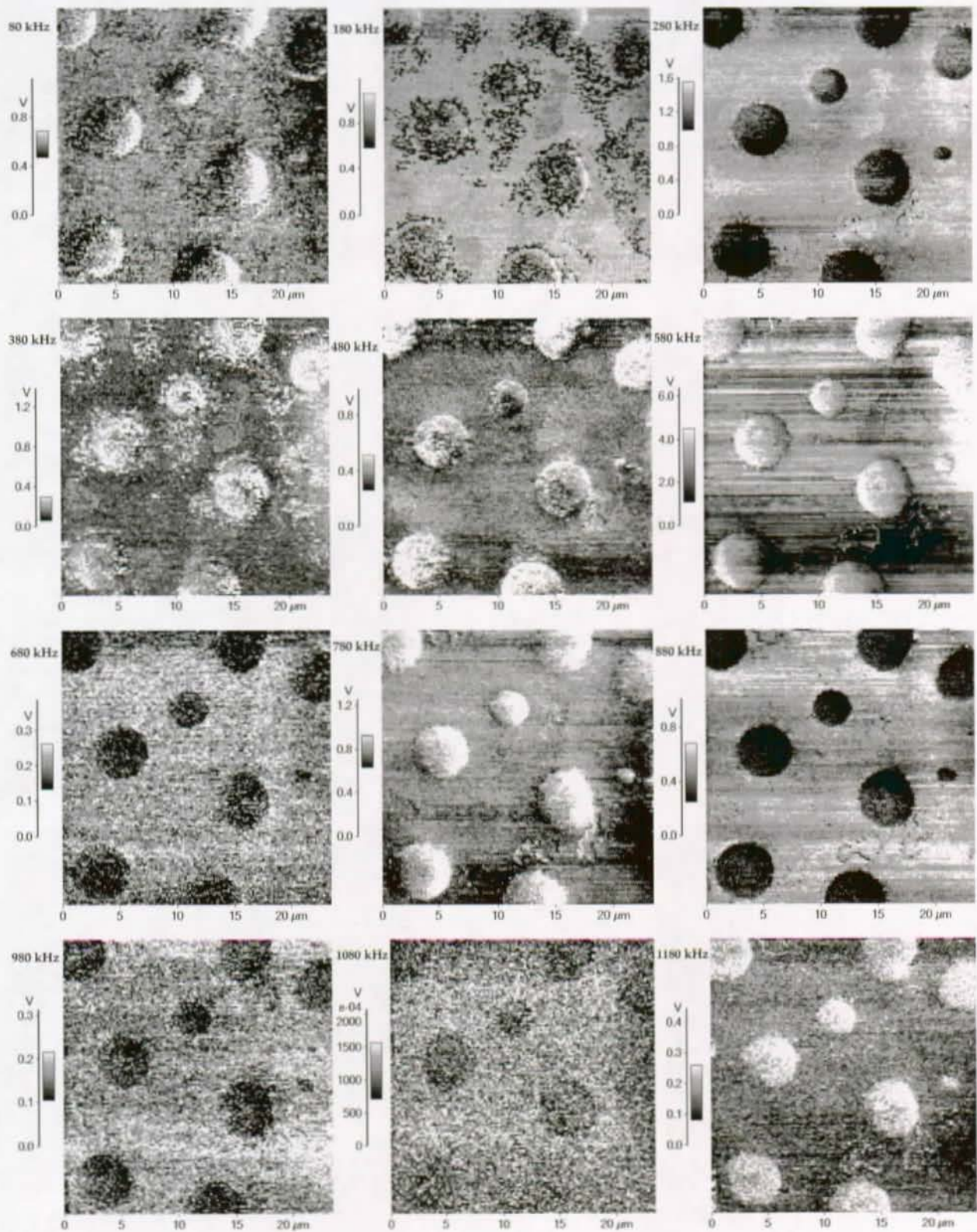


Figure VII-7 : Images d'amplitude à fréquence croissante de 80 kHz en haut à gauche à 1180 kHz en bas à droite.

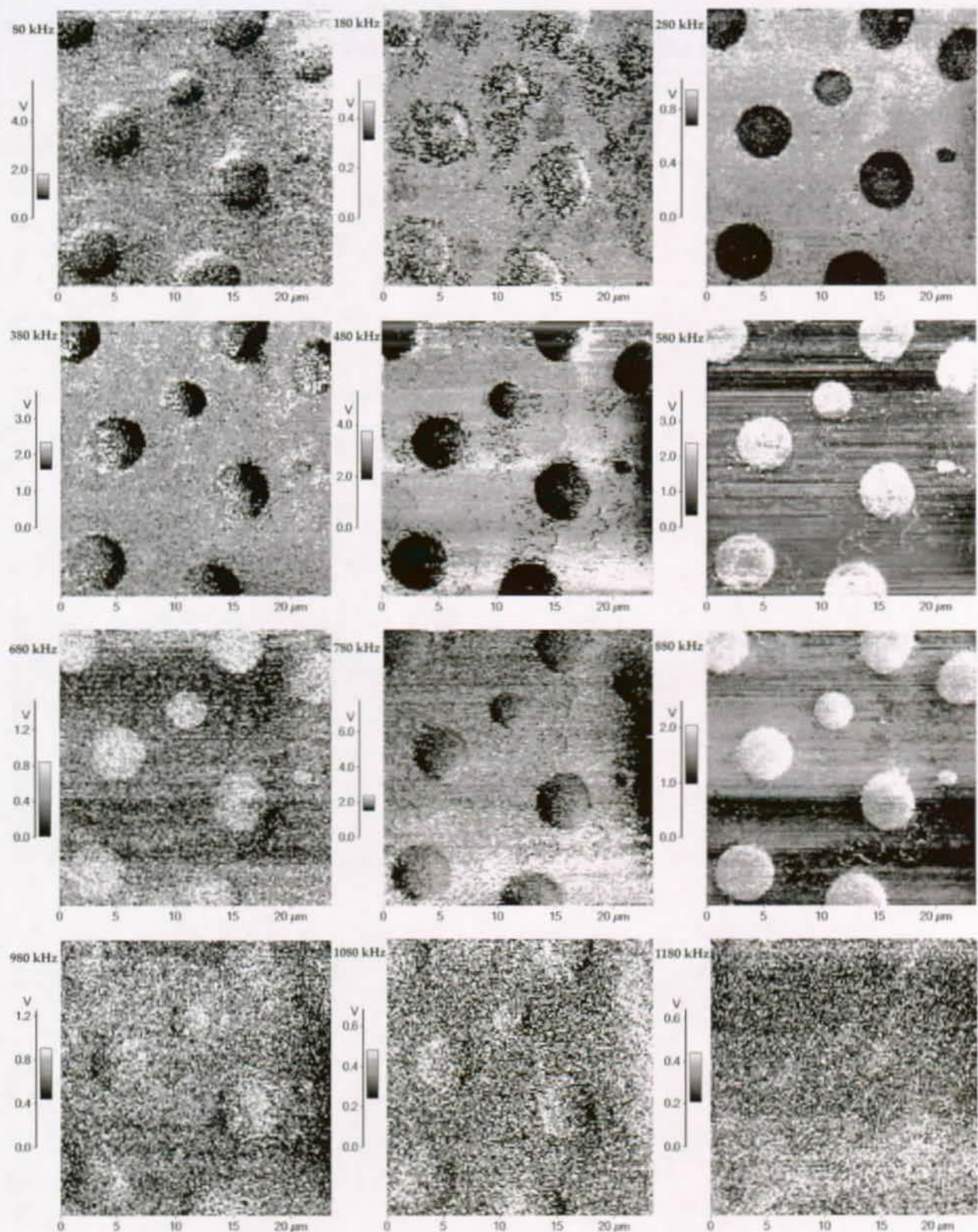


Figure VII-8 : Images de déphasage à fréquence croissante de 80 kHz en haut à gauche à 1180 kHz en bas à droite

On note que les inclusions de PB présentent en général un contraste non uniforme selon une direction gauche-droite. Cet effet est dû à la variation de l'aire réelle de contact entre la pointe et l'échantillon sur les bords des inclusions. Ce contraste additionnel est donc un artefact topographique ¹⁵⁶.

Les fréquences choisies ne sont pas liées à des modes vibratoires en contact du système, mais sont a priori quelconques. Il est intéressant de constater que, pour la plupart des fréquences choisies, tant les images d'amplitude que de déphasage présentent un contraste entre les deux polymères. Le contraste varie avec la fréquence, parfois dans un sens, parfois dans l'autre. Sans un modèle décrivant la réponse du système à une excitation, aucune interprétation, même qualitative, n'est possible.

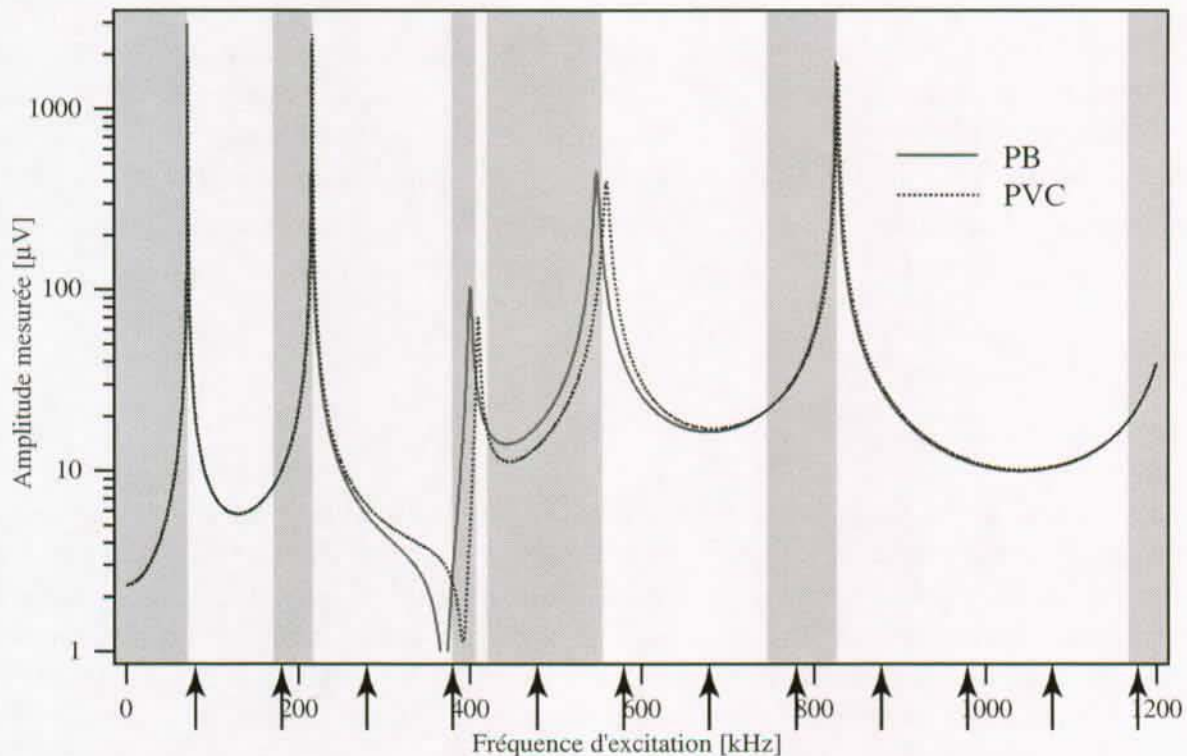


Figure VII-9 : Comparaison des spectres calculés pour le PB et le PVC. Les zones grises indiquent les plages fréquentielles où le PB devrait apparaître en clair par rapport au PVC. Les flèches sur l'axe fréquentiel marquent les fréquences de prise d'images.

En revanche, le choix de la fréquence ne dépend plus que d'un critère de qualité des images dès lors que le modèle existe et rend compte fidèlement de la situation. La figure VII-9 présente les deux fits obtenus pour les spectres montrés aux figures VII-4 et VII-5, ainsi que, en grisé, les plages fréquentielles dans lesquelles l'amplitude sur le PB est plus grande que celle sur le PVC. Les flèches indiquent les fréquences auxquelles les images de la figure VII-7 ont été prises. Sur douze images, neuf présentent le contraste attendu. Les images à 80 kHz et 180 kHz montrent un contraste inversé, mais marqué par un fort artefact topographique. De plus, le contraste attendu est faible, ce qui peut expliquer que l'artefact topographique masque la contribution mécanique. L'image à 580 kHz, elle, ne peut pas s'expliquer de cette façon. Comme observé à la figure VII-3, une résonance parasite est présente à 590 kHz. De ce fait, l'amplitude réelle de vibration du levier est vraisemblablement beaucoup plus importante à 580 kHz qu'à toutes les autres fréquences. L'effet d'une forte augmentation de l'amplitude de vibration sur le contraste est difficile à prévoir, mais il est certain qu'un changement doit intervenir dès lors que l'influence de l'adhésion¹⁵⁷, de l'hystéresse de l'adhésion¹⁵⁸, du frottement¹²⁰, même, ne peuvent plus être négligées.

Sur tout le reste de la plage fréquentielle, les images présentent le contraste attendu. De plus, l'évolution quantitative du contraste est également décrite par le modèle. Les images à 880, 980 et 1080 kHz présentent le même contraste qualitatif, mais les différences de niveau de gris entre le

PVC et le PB vont décroissant avec la fréquence, de 0.28 V, à 0.05 V et enfin 0.03 V soit des ratios 10:2:1 approximativement. Les différences entre les amplitudes déterminées par le modèle pour ces mêmes fréquences sont 1.5, 0.24 et 0.13 correspondant à des ratios 11:2:1, ce qui est remarquablement proche des ratios mesurés.

1.3 Résumé des observations

Les résultats obtenus sur cet échantillon mettent en avant la capacité de notre système à mesurer les propriétés mécaniques de matériaux mous ($E \sim 1 \text{ GPa}$), et surtout à observer des différences de propriétés mécaniques faibles. En effet, malgré le fait que les modules élastiques des deux composants sont très proches, tant l'imagerie que la spectrométrie permet de les identifier facilement.

On constate également que le modèle développé au chapitre VI rend compte des inversions de contraste observées en fonction de la fréquence de mesure de façon très satisfaisante.

2. WC-Co

Après avoir étudié un matériau mou et dissipatif tel le mélange PVC-PB, le dispositif expérimental a été testé sur un échantillon à l'autre extrémité de la plage des propriétés mécaniques, à savoir un cermet Carbure de Tungstène-Cobalt. Ce matériau est constitué d'un squelette de Carbure de Tungstène (82% masse), et d'un liant métallique, le Cobalt (18% masse). Le Carbure de Tungstène est très rigide, avec un module de Young de l'ordre de 700 GPa¹⁵⁹, tandis que le Cobalt a un module d'environ 200 GPa¹⁶⁰. Au niveau des propriétés dissipatives, on s'attend à observer la majeure partie de la dissipation dans le Cobalt⁴.

Les leviers utilisés sont de deux types. Le premier est un levier triangulaire sur lequel une couche de DLC (Diamond-Like Carbon) a été déposée¹⁶¹. C'est un prototype provenant de Thermomicroscopes, modèle ULNC-DCBO, wafer n°013-020¹²⁷. Ce recouvrement a pour principale caractéristique de fortement améliorer le comportement en usure de la pointe¹⁶². Sur un matériau très rigide telle une céramique, ce point est appréciable. Par contre, le rayon de la pointe est plus grand, mais il est difficile de savoir de combien exactement. Ainsi, ce qu'on gagne en usure, on le perd en résolution et en connaissance de la pointe. Toutes les images présentées au paragraphe 2.2 ont été réalisées avec ce levier.

Le deuxième levier est une poutre Nanosensor en silicium (F53-n°4) très semblable à celui utilisé pour le PVC-PB¹⁵³. Les dimensions fournies par le fabricant sont: épaisseur de 1.9 μm , largeur de 59 μm , longueur de 441 μm , pour une raideur de 0.19 N/m et une première fréquence libre de résonance de 13 kHz. Ce levier a été utilisé en spectrométrie, et très peu en imagerie en raison de la forte usure du silicium sur le Carbure de Tungstène. En spectrométrie en revanche, il est nécessaire d'utiliser un levier non-triangulaire pour que le modèle rende compte des résonances observées. Le premier levier ne pouvait donc pas être utilisé.

2.1 Spectrométrie

La figure VII-10 présente la mesure du levier avant le premier contact avec l'échantillon. La mesure a été effectuée entre 1 kHz et 2 MHz avec une tension appliquée aux bornes du transducteur de 1 V. Le rapport signal sur bruit est très bon, ce qui permet d'ajuster le modèle à la mesure sur les huit premiers modes vibratoires. L'ajustement des résonances est réalisé avec une précision supérieure à 1% pour tous les modes considérés. Les dimensions géométriques du levier obtenues lors de cet ajustement sont dans la marge d'erreur des valeurs fournies par le fabricant, à savoir une épaisseur de 1.92 μm , une largeur de 59 μm et une longueur de 463 μm .

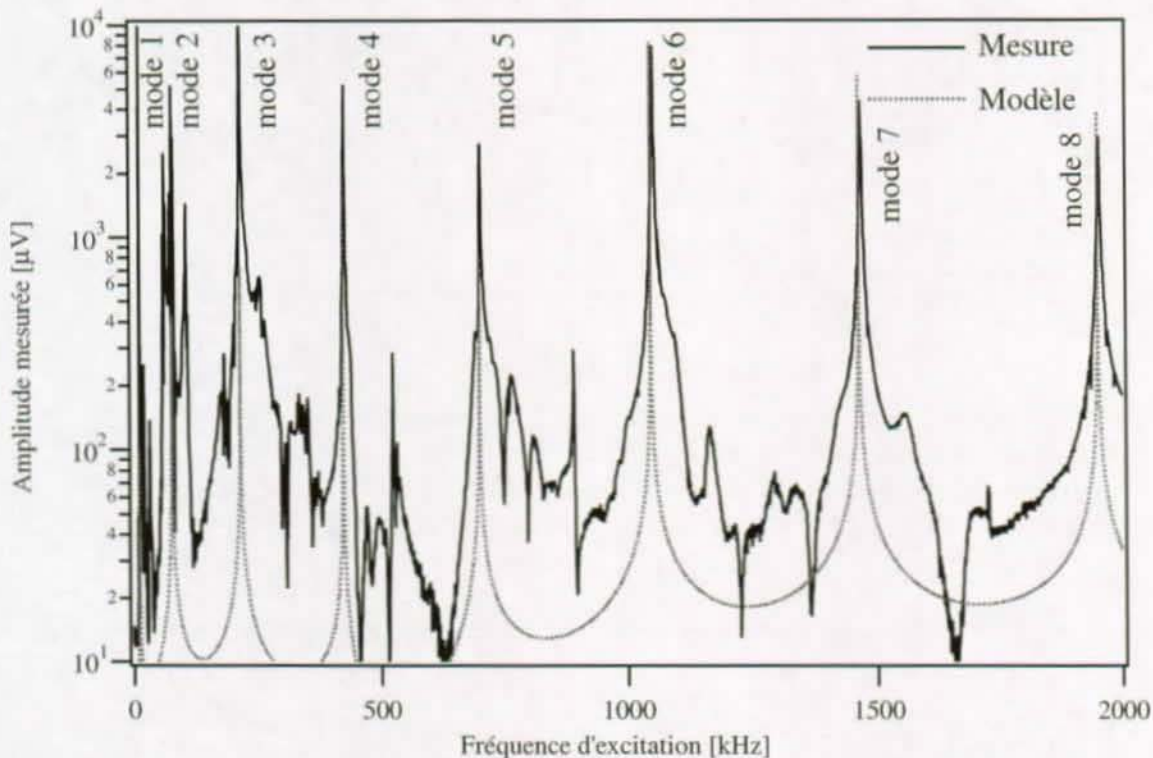


Figure VII-10 : Spectre libre du levier avant contact. Huit modes sont visibles entre 0 et 2 MHz. L'accord avec le modèle est excellent.

Un spectre obtenu sur le Carbure de Tungstène est présenté à la figure VII-11. Une fois encore, le rapport signal sur bruit est excellent, et permet un ajustement sur huit modes. On note toutefois que les modes quatre et cinq sont caractérisés par des pics de résonance très asymétriques, typiques d'un phénomène non-linéaire^{128, 129, 163}. L'interaction pointe-surface étant non-linéaire quelle que soit la mécanique du contact considérée, il n'est pas étonnant d'observer cette signature de la non-linéarité. L'observation de cet effet va vraisemblablement de pair avec une amplitude de vibration importante appliquée au levier. Ceci est consistant avec le bon rapport signal sur bruit obtenu.

La valeur de la raideur du contact k_n extraite du modèle est de 280 N/m.

La figure VII-12 montre la mesure réalisée sur le Cobalt. Ses caractéristiques sont semblables à celles de la mesure sur le Carbure de Tungstène. On note la présence d'un pic de résonance important vers 530 kHz. Ce pic est présent sur les trois graphes et est en conséquence attribué à une résonance du transducteur.

La valeur de la raideur du contact k_n extraite du modèle est de 240 N/m.

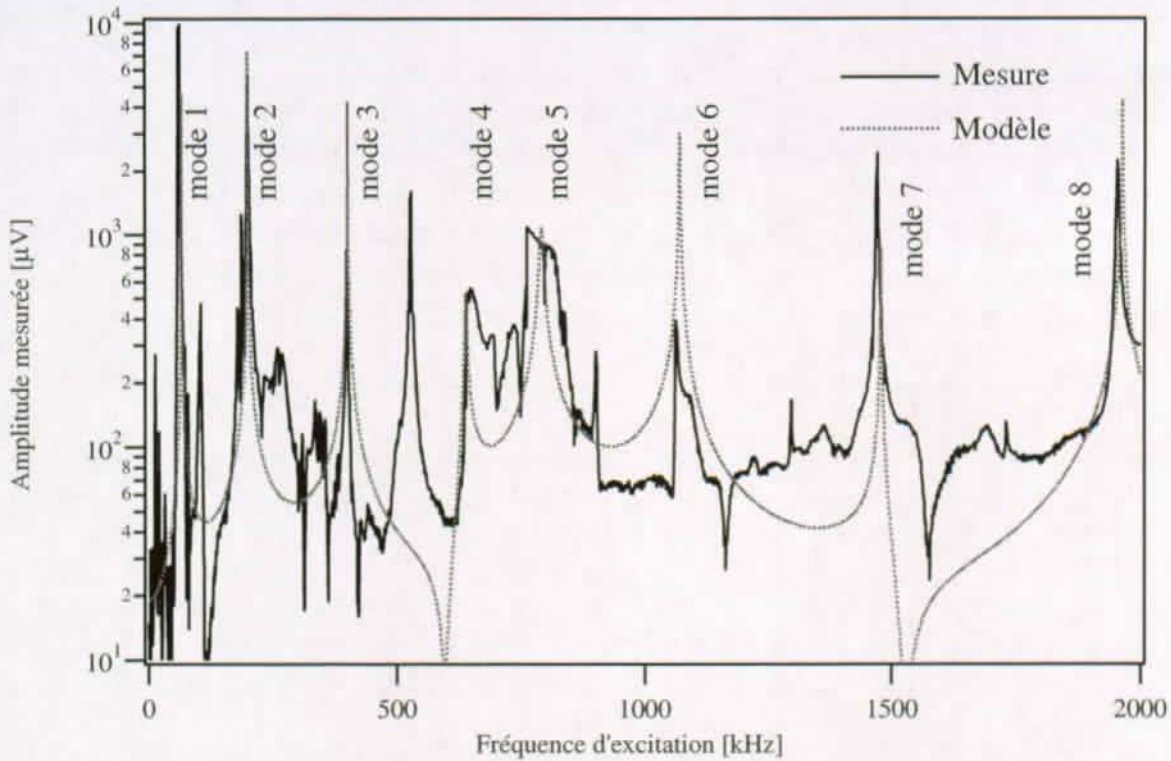


Figure VII-11 : Spectre en contact sur le carbure de tungstène. Les huit premiers modes sont présents dans le spectre. L'accord avec le modèle est très bon. Un pic important vers 530 kHz est lié à une résonance du transducteur; on le retrouve à des degrés divers sur les trois spectres des figures VII-10 à VII-12. Les résonances des quatrième et cinquième mode sont fortement déformées, ce qui est caractéristique d'un phénomène non-linéaire.

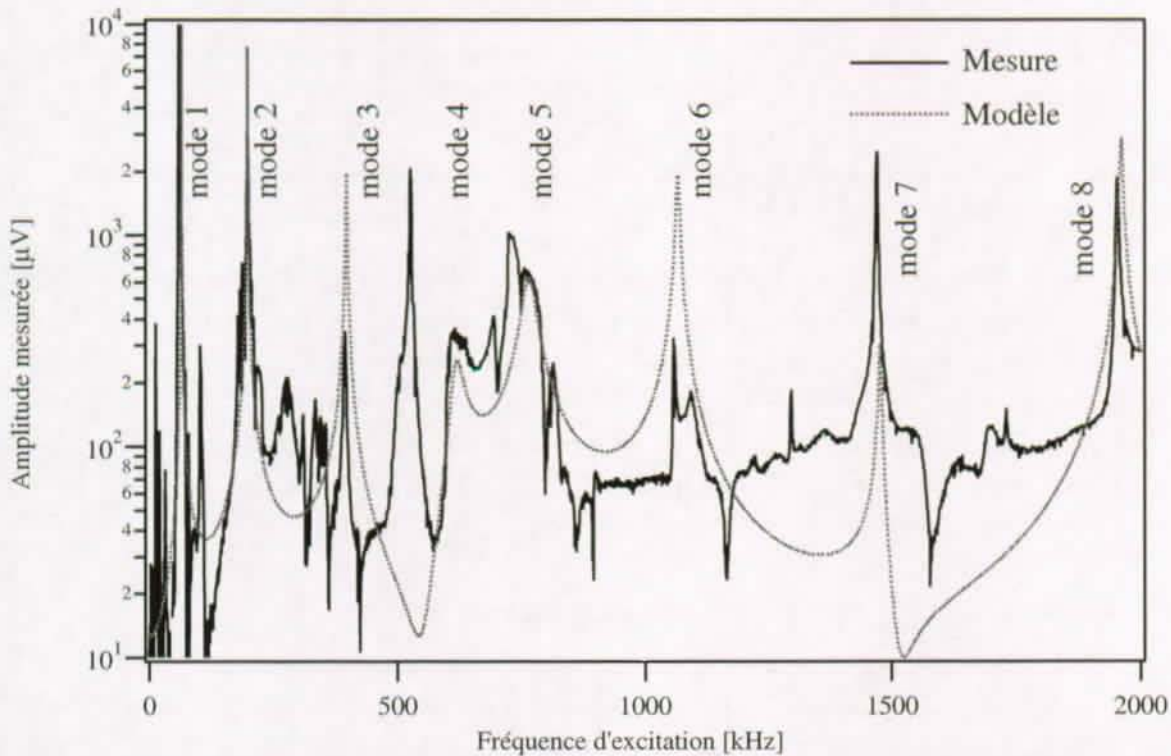


Figure VII-12 : Spectre en contact sur le Cobalt. Ses caractéristiques sont proches de celles du spectre du carbure de tungstène.

Le nombre élevé de modes présents dans les spectres rend possible la détermination de l'amortissement en fonction de la fréquence pour les deux matériaux. Les facteurs de qualité de six des huit modes sont aisément mesurables et sont présentés à la figure VII-13. Les facteurs de qualité des deux modes fortement affectés par la non-linéarité ont été estimés en prenant la largeur de la zone déformée du pic comme largeur à mi-hauteur, ce qui explique qu'ils soient beaucoup surestimés. Ils ne sont pour cette raison pas inclus dans la figure VII-13. Malgré cela, et même sans tenir compte de ces deux modes, on constate que l'amortissement dans le Cobalt est toujours supérieur à celui dans le Carbure de Tungstène, comme prévu. L'amortissement dans le WC semble décroître uniformément sur toute la plage (si on ne tient pas compte des modes déformés) alors que le Cobalt présente une augmentation de l'amortissement vers 400 kHz, avant de diminuer et de rejoindre les valeurs du WC à haute fréquence.

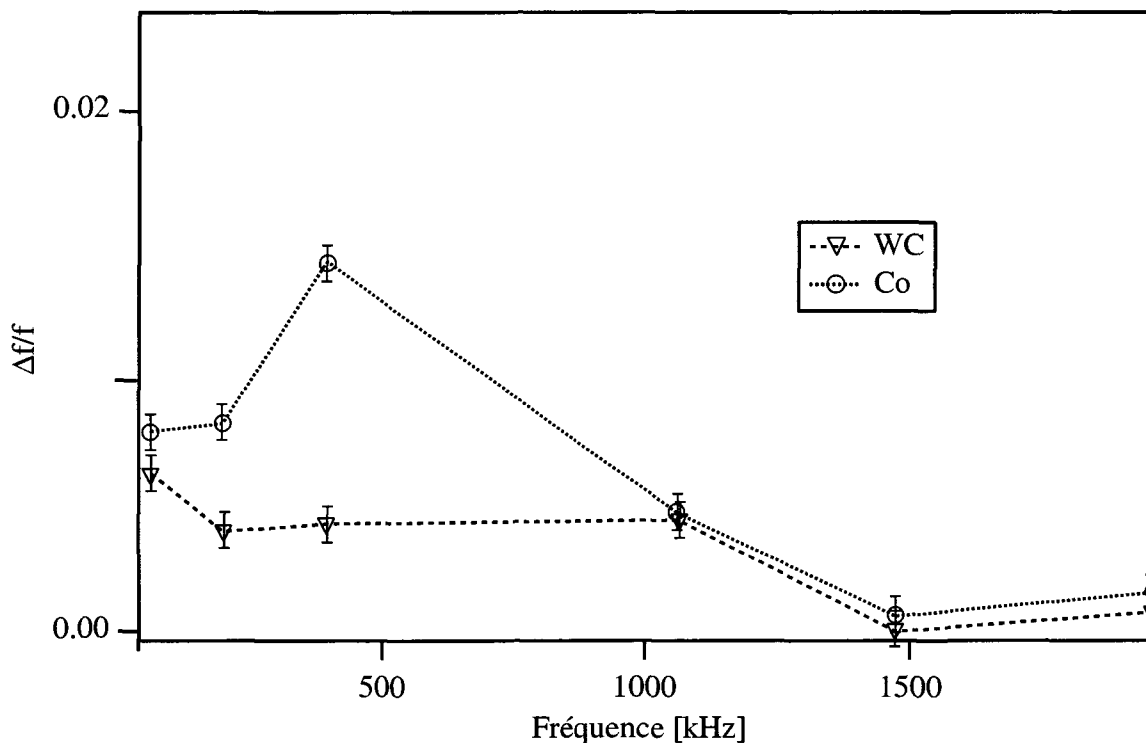


Figure VII-13 : Spectre de l'inverse du facteur de qualité (Q^{-1}) des pics de résonance du Co et du WC. L'amortissement est toujours supérieur dans le Cobalt, particulièrement à basse fréquence.

2.2 Imagerie

L'échantillon a été poli avec soin, en vue d'une utilisation pour la nano-indentation. La rugosité résiduelle est très faible, comme démontré à la figure VII-14. La pleine échelle (noir-blanc) représente environ 30 nm, mais en fait, excepté les quelques trous sur la droite, l'échelle verticale de l'image est plus proche de 8 nm. Ce très bon état de surface a deux conséquences importantes: la première, c'est que l'identification des phases céramique et métal est très difficile sur l'image topographique, comme présenté à la figure VII-15 montrant l'histogramme des niveaux de gris de l'image topographique de la figure VII-14. La deuxième, c'est que les artefacts d'origine topographique, évoqués à propos des inclusions de PB, seront quasiment absents des images de spectrométrie mécanique locale.

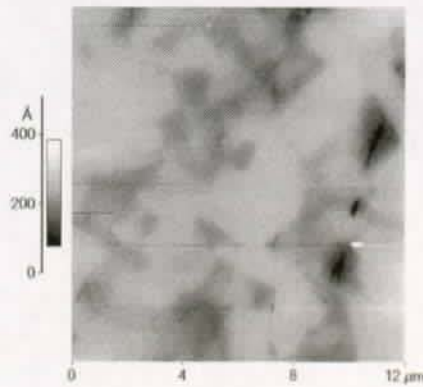


Figure VII-14 : Image topographique de la surface étudiée. L'état de surface est très bon, rendant impossible l'identification des phases céramique (WC) et métal (Co).

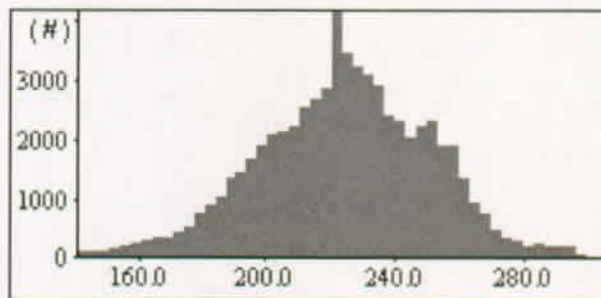


Figure VII-15 : Histogramme des niveaux de gris de l'image topographique (hauteur z [Å] en abscisse, nombre de pixels en ordonnée). Il est impossible de distinguer deux phases séparées dans cet histogramme.

Ceci est vérifié sur la figure VII-16, présentant les images d'amplitude et de déphasage obtenues sur la région de la figure VII-14. La fréquence d'excitation est de 1525 kHz, et la tension appliquée aux bornes du transducteur est de 3 V. La première constatation concerne l'identification des deux phases. Elle est immédiate, et très aisée, avec la céramique présentant un contraste clair en amplitude et sombre en déphasage, alors que le métal présente le contraste opposé. La séparation entre les niveaux de gris des deux phases est excellente, puisqu'elle est même clairement visible sur un histogramme de l'image d'amplitude (figure VII-17). Cet histogramme peut d'ailleurs être utilisé pour doser l'abondance relative des deux phases, en comparant la surface sous les deux pics qu'il présente. Ici, la largeur respective des deux pics semble égale, ce qui permet de simplement comparer leurs hauteurs. La composition mesurée est alors de 78% de WC et 22% de Co, en accord avec les valeurs fournies par le producteur de l'échantillon.

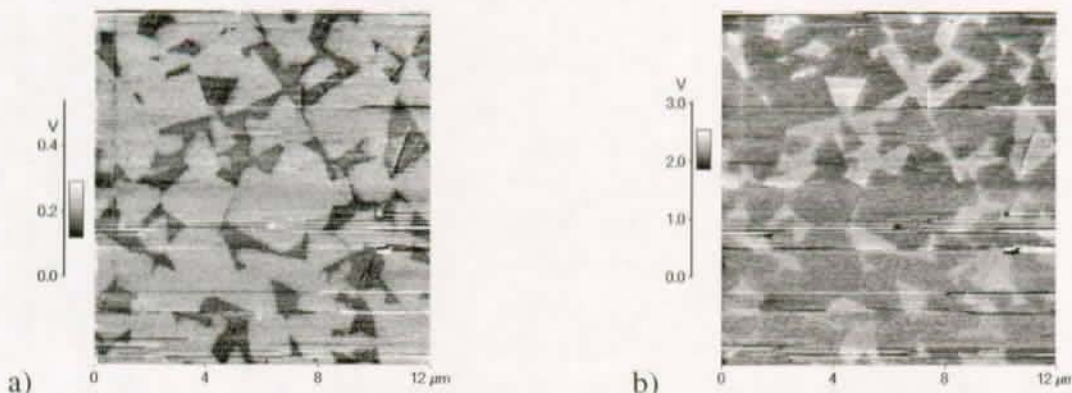


Figure VII-16 : Images d'amplitude (a) et de déphasage (b) obtenues à 1525 kHz. Les deux phases sont aisément identifiables.

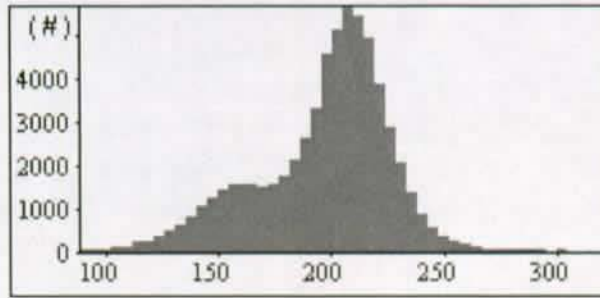


Figure VII-17 : Histogramme des niveaux de gris de l'image d'amplitude. Deux phases sont présentes, l'une à 78% et l'autre à 22%.

Comme attendu, on note également l'absence d'artefact topographique sur les images d'amplitude et de déphasage.

Afin d'éliminer toute contribution du frottement aux images acoustiques, la direction de balayage lors de la prise d'image a été modifiée. La figure VII-18 présente les images topographique et d'amplitude obtenues pour une fréquence d'excitation de 2570 kHz, en balayant verticalement au lieu de horizontalement comme dans toutes les images précédentes. L'image d'amplitude est parfaitement identique à celle obtenue en balayant horizontalement, comme attesté par la figure VII-19 qui présente l'histogramme associé. Les abondances relatives mesurées varient légèrement, ce qui n'est pas surprenant en raison d'une taille d'image inférieure. La détermination précise des concentrations des deux composants ne pourra se faire que sur des images de grandes surfaces.

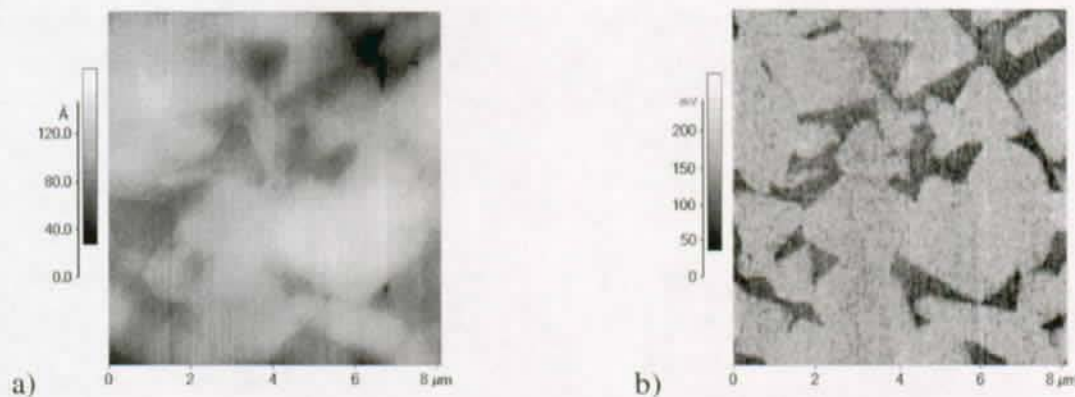


Figure VII-18 : Images topographique (a) et d'amplitude (b) mesurées à 2570 kHz. La direction de balayage rapide est verticale.

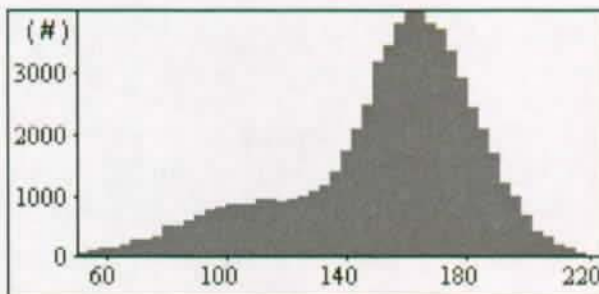


Figure VII-19 : Histogramme des niveaux de gris de l'image d'amplitude. Deux phases sont présentes, l'une à 80% et l'autre à 20%.

2.3 Résumé des observations

Les mesures réalisées sur cet échantillon, conjuguées à celles réalisées sur l'échantillon de polymères, démontrent la capacité du spectromètre mécanique local à étudier n'importe quel type d'échantillon, du plus mou et dissipatif au plus dur et moins dissipatif. En imagerie, le bon rapport signal sur bruit des images d'amplitude acoustique permet de doser les abondances relatives des deux composants. Ce même rapport signal sur bruit élevé rend possible la détermination de l'amortissement sur une large gamme fréquentielle.

En modifiant la direction de balayage rapide lors de la prise d'images, il a également été possible de mettre en évidence l'absence d'influence du frottement sur les images acoustiques. Ce point est traité plus en détail avec l'échantillon suivant.

3. Composite Carbone-Carbone

Un des reproches courants faits aux méthodes de microscopie acoustique en champ proche est que l'influence du frottement entre la pointe et la surface n'est jamais prise en compte. D'aucuns soutiennent même que le contraste dans les images acoustiques dépend principalement du frottement pour certaines configurations expérimentales^{120, 121, 133}. Afin de clarifier ce point, un échantillon de composite carbone-carbone est étudié par spectrométrie mécanique locale. Il consiste en un agglomérat de fibres de carbone autour desquelles une matrice graphitique a crû¹⁴¹. Les coefficients de frottement attendus sur les deux composants sont les mêmes, et ne devraient donc pas pouvoir être rendus responsables d'un éventuel contraste observé.

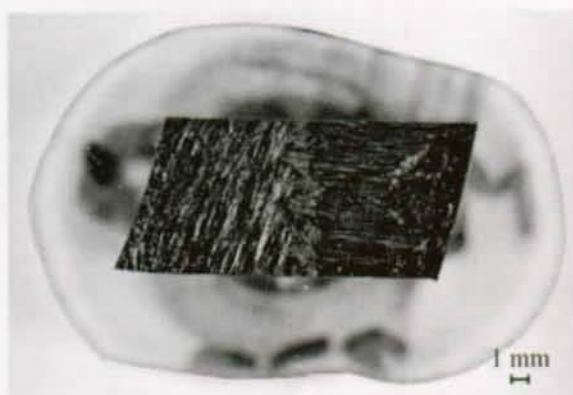


Figure VII-20 : Photo de l'échantillon de composite carbone-carbone. Deux zones sont clairement visibles, caractérisées par une orientation différente des fibres de carbone.

Macroscopiquement, deux zones différentes sont visibles, dépendant de l'orientation générale des fibres de carbone (figure VII-20). Microscopiquement, on distingue les fibres, la matrice graphitique et la résine d'enrobage de l'échantillon (figure VII-21). Les fibres ont deux orientations principales, soit presque perpendiculaires à la surface, soit presque parallèles. Toutes les images présentées au paragraphe 3.2 ont été réalisées dans des zones où les fibres sont perpendiculaires à la surface, soit isolées, soit en groupe.

Le levier utilisé est une poutre en silicium de chez Nanosensor (F66-n°4) dont les dimensions sont $1.9 \mu\text{m}$ d'épaisseur, $59 \mu\text{m}$ de large et $441 \mu\text{m}$ de long d'après le fournisseur¹⁵³. A partir de la figure VII-26, un nouveau levier très semblable est utilisé, le F66-n°6. Enfin, un levier triangulaire muni d'une pointe diamantée¹²⁷ est utilisé pour les figures VII-33 à VII-36.



Figure VII-21 : Microscopie optique du composite. En bas à gauche, les fibres sont perpendiculaires à la surface, tandis qu'en haut à droite elles sont relativement parallèles à celle-ci. Les taches sombres sont la résine d'enrobage de l'échantillon.

3.1 Spectrométrie

En raison de la structure de la matrice graphitique, il est très difficile d'obtenir des spectres reproductibles. En effet, la croissance "en oignon" des couches graphitiques¹⁴¹ autour des fibres de carbone est responsable de variations importantes de la taille réelle du contact pointe-échantillon.

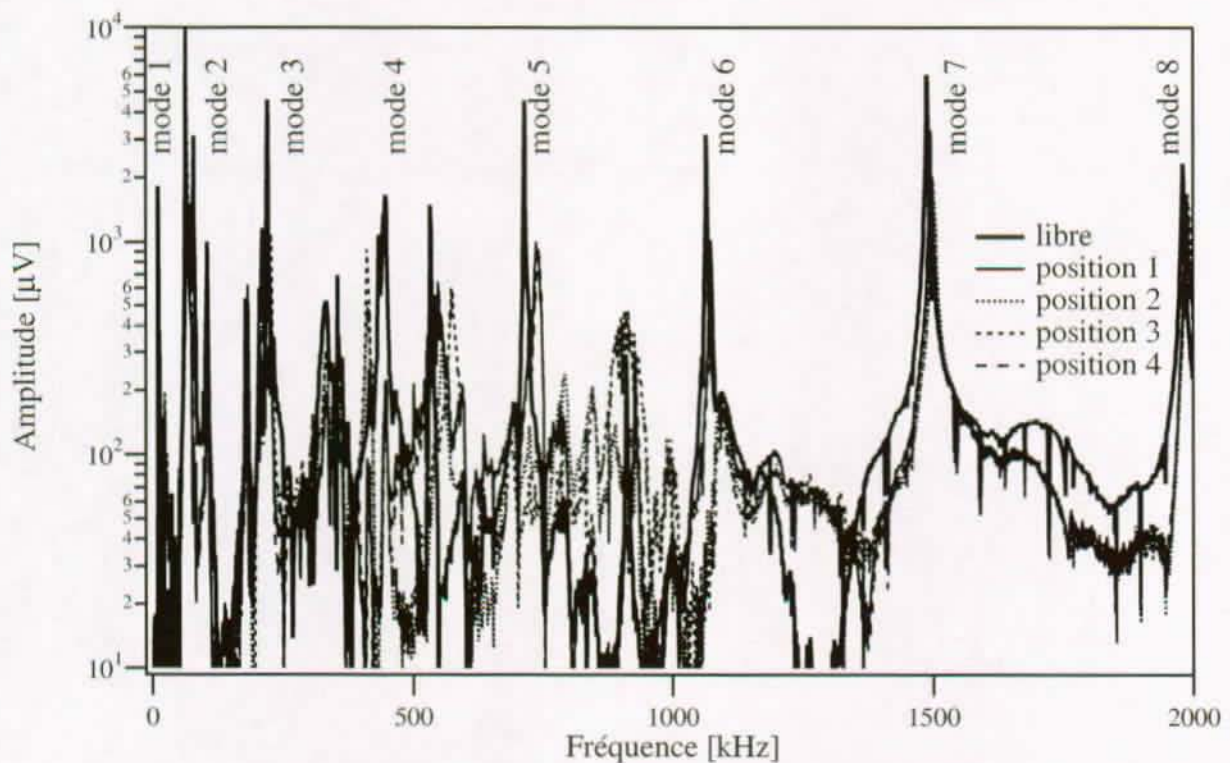


Figure VII-22 : Spectres libre et en contact en quatre points de la matrice graphitique. Les spectres en contact présentent une dispersion importante, caractéristique d'une surface peu homogène.

La figure VII-22 présente le spectre libre ainsi que quatre spectres en contact sur la matrice graphitique, pris en quatre points proches. La figure VII-23 est un agrandissement du septième mode des spectres précédents. Sur les deux figures, il est clair qu'une différence importante existe localement d'un point à un autre de la matrice. La reproductibilité des mesures sur la fibre de carbone est bien meilleure (figure VII-24), ce qui indique une surface plus homogène. Aucun ajustement avec le

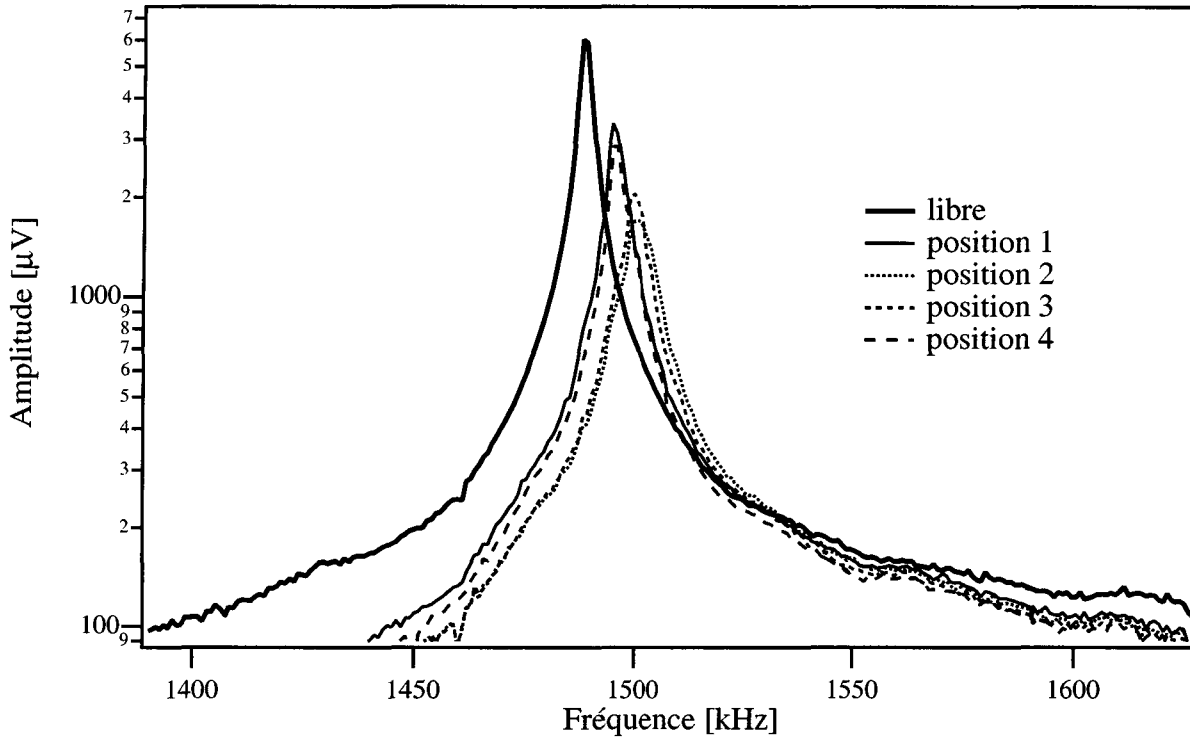


Figure VII-23 : Agrandissement du septième mode de la figure précédente. Une différence importante est enregistrée entre les différentes positions où la mesure est faite. Plus précisément, il semble y avoir deux valeurs différentes de la fréquence de résonance suivant la position de la mesure.

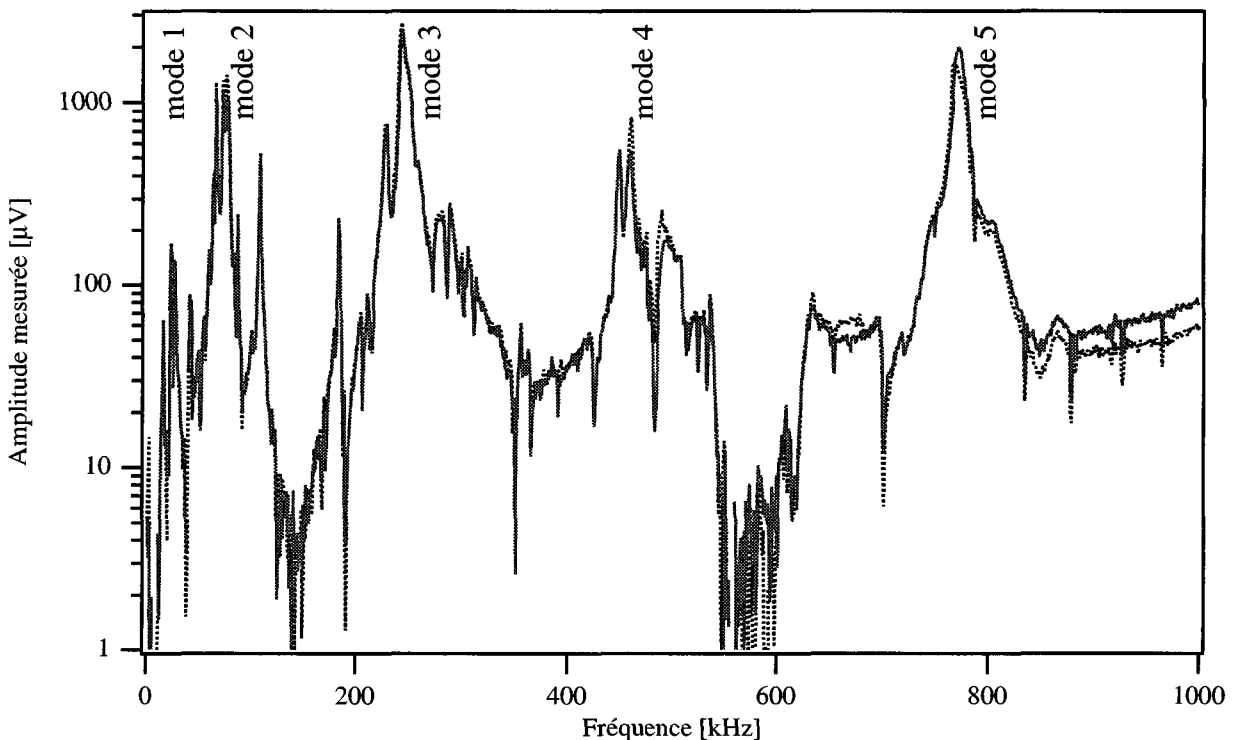


Figure VII-24 : Spectres acquis successivement sur deux fibres proches. La superposition des courbes est presque parfaite, ce qui traduit l'homogénéité des propriétés mécaniques d'une fibre à l'autre.

modèle n'est présenté, puisque les valeurs de raideur obtenues seraient sujettes à une erreur importante, en tout cas dans la matrice.

3.2 Imagerie

La première zone étudiée par spectrométrie mécanique locale est présentée à la figure VII-25. On y distingue clairement les fibres de carbone, légèrement enfoncées dans la matrice graphitique qui les entoure. Quelques trous sont présents, mais tant la matrice que les fibres présentent une surface homogène et lisse. En surface, des déchets de polissage apparaissent comme de petits points blancs, distribués selon des bandes qui traversent l'image en diagonale. A partir de l'image VII-29, ces déchets ont été nettoyés en frottant avec un chiffon doux imbibé de méthanol.

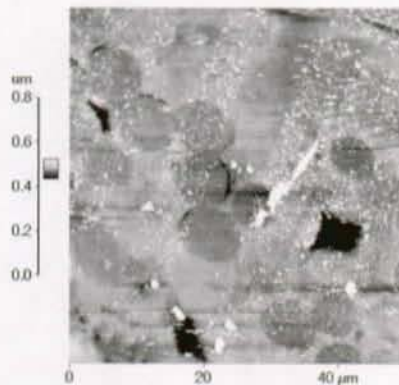


Figure VII-25 : Image topographique du composite carbone-carbone. Les fibres sont distribuées aléatoirement dans la matrice, perpendiculairement à la surface.

Une série d'images acoustiques obtenues entre 1515 kHz et 1550 kHz est présentée aux figures VII-26 et VII-27 pour les signaux d'amplitude et de phase respectivement. L'amplitude d'excitation est de 1 V, et le nombre de points de 128 par 128. Étant donnée la grande taille de l'image (50 µm), ce nombre de points très limité ne permet pas d'obtenir une bonne résolution (400 nm/point). Néanmoins, les images en amplitude entre 1515 et 1525 kHz montrent un contraste qui n'est pas lié à la topographie. Des zones claires et sombres sont visibles sur ces trois images à des endroits où aucun contraste topographique n'est présent. A 1530 kHz, seul reste un contraste lié aux déchets de polissage où la structure en bande de ceux-ci est très marquée. A plus haute fréquence plus aucun contraste n'est observé.

Les images de phase enregistrées simultanément ne présentent un contraste qu'à 1520 kHz. Celui-ci est très similaire au contraste observé à 1530 kHz sur les images d'amplitude, donc lié aux déchets de polissage. Il n'a pas été possible dans ces conditions de mettre en évidence un contraste de phase semblable à celui observé dans la matrice graphitique sur les images d'amplitude. La figure VII-28 présente un agrandissement du centre de la zone précédente, obtenu à 1520 kHz et une amplitude d'excitation de 10 V. Le nombre de points est multiplié par seize (image 512 x 512). La présence de régions exhibant des propriétés mécaniques différentes dans la matrice graphitique est révélée sur l'image d'amplitude alors que tant l'image topographique que l'image de phase ne présente aucun contraste dans la matrice.

Afin de comprendre l'origine de ce contraste, une nouvelle zone du composite est choisie, qui ne présente que deux fibres accolées, entourées d'une poche graphitique plus ou moins circulaire (figure VII-29). On note ici l'absence de déchets de polissage. Par rapport aux images précédentes, le levier utilisé n'est plus le même, mais ses propriétés sont très proches (F66-n°6). La figure VII-29 présente les signaux topographique, lfm (lateral force microscopy: signal lié au frottement), d'amplitude et de phase acoustique sur les lignes successives. Les images des deux premières colonnes sont obtenues à 1225 kHz et 1 V d'excitation, tandis que la troisième est obtenue à

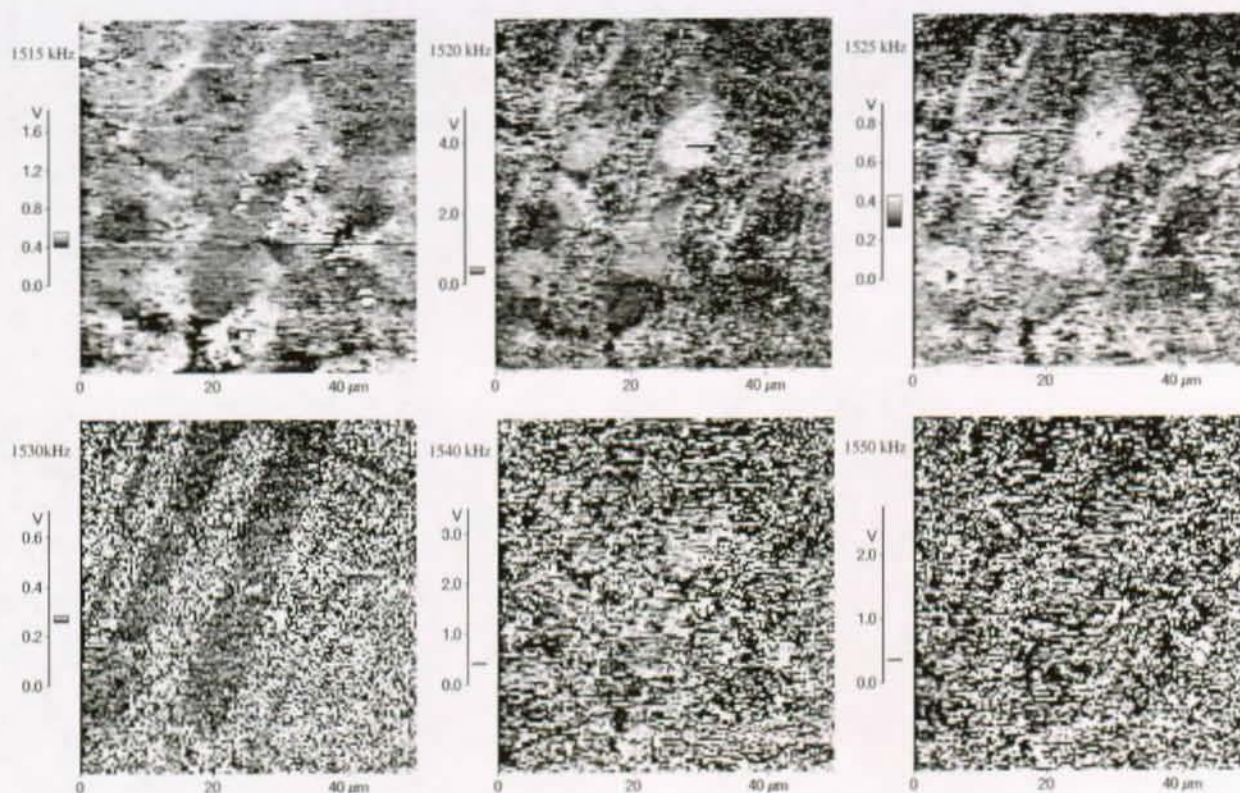


Figure VII-26 : Images d'amplitude acoustique, acquises à 1515, 1520, 1525, 1530, 1540 et 1550 kHz. Un contraste non lié à la topographie est observé entre 1515 et 1525 kHz. Au-delà, seuls les déchets de polissage génèrent un contraste à 1530 kHz, puis aucun contraste ne reste.

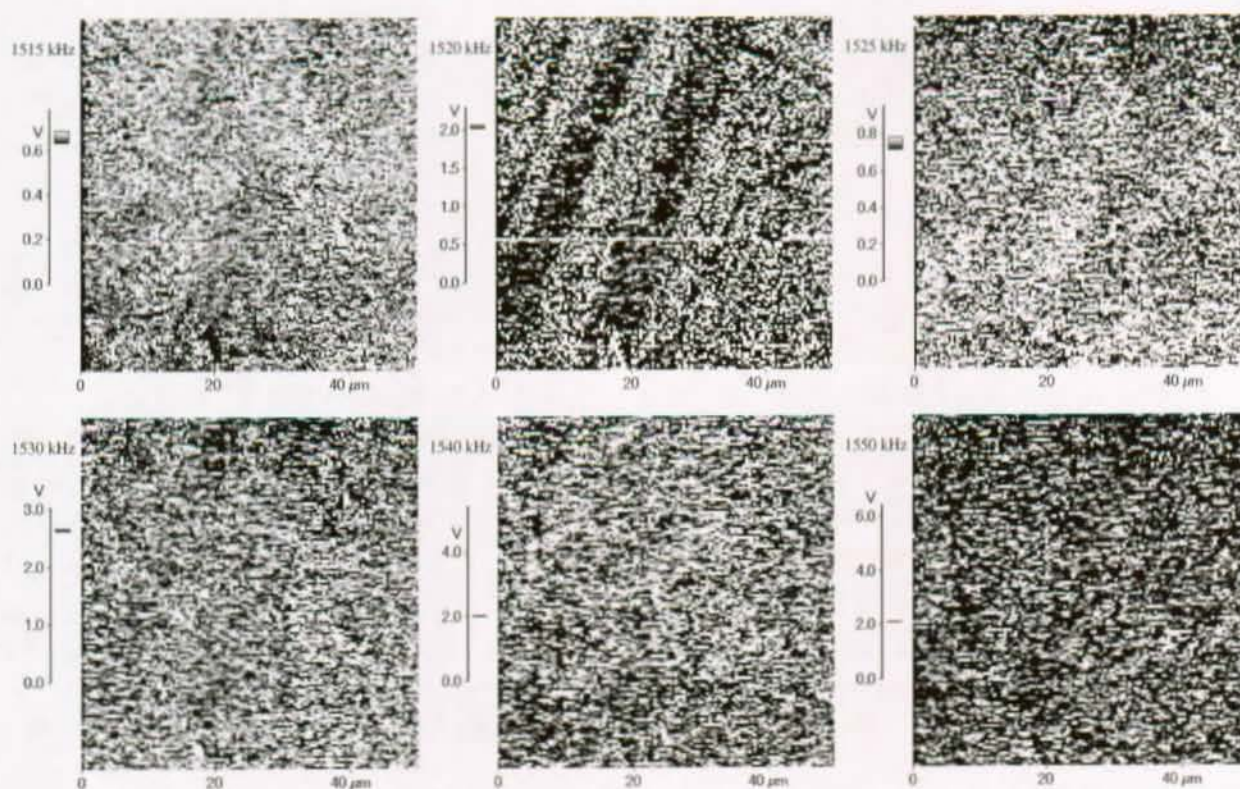


Figure VII-27 : Images de phase acoustique, acquises à 1515, 1520, 1525, 1530, 1540 et 1550 kHz. Seule l'image à 1520 kHz présente un contraste. Celui-ci est lié à la présence des déchets de polissage.

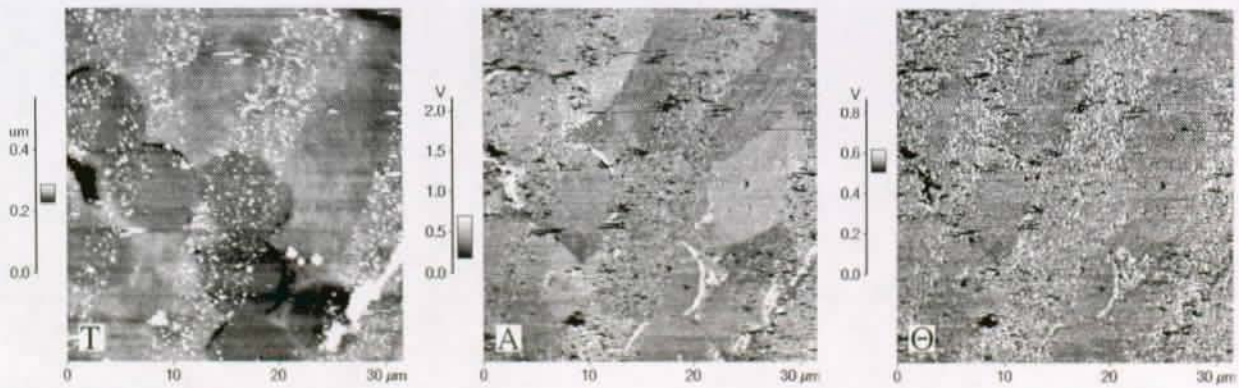


Figure VII-28 : Images topographique, d'amplitude et de déphasage de gauche à droite. La fréquence d'excitation est 1520 kHz, et l'amplitude d'excitation 10 V. Un contraste fort apparaît entre diverses zones de la matrice graphitique, sur l'image d'amplitude.

1235 kHz. Toutes ces images ont une résolution de 256 points par ligne, et les tailles respectives des trois colonnes sont 40 μm , 15 μm et 6.5 μm .

Les trois images topographiques ne présentent aucun contraste autre que celui lié à la présence des deux fibres. L'interface fibre-matrice n'est pas observable, même sur l'image à plus fort agrandissement. Comme attendu, aucun contraste de frottement entre la fibre et la matrice n'est observé, les trois images de frottement étant uniformément grises, si l'on excepte les habituels artefacts topographiques en bord de fibres. Par contre, les images acoustiques présentent toutes un contraste important soit entre la fibre et la matrice, soit à l'intérieur de la matrice elle-même.

A grande échelle, deux types de régions sont observées dans la matrice. D'un côté, de grandes régions présentent un fort contraste homogène. Celles-ci sont principalement situées à droite et à gauche des deux fibres. Par ailleurs, les régions situées au-dessus et en dessous des fibres exhibent un contraste très inhomogène marqué par la présence de "flammas" semblant provenir de la surface des fibres. Ceci est particulièrement visible sur les images à 15 et 6.5 μm . La proximité de la fréquence de résonance est responsable des inversions de contraste observées sur les fibres pour les images à 1225 kHz. C'est la raison pour laquelle la fréquence a été légèrement augmentée à 1235 kHz pour la dernière série d'images. Sur ces images, en plus d'observer la sous-structure de la matrice graphitique, l'interface fibre-matrice est également parfaitement visible.

L'importance de l'amplitude d'excitation sur les signaux observés a été testée à la figure VII-30, à une fréquence de 1235 kHz. Les amplitudes appliquées sont 1, 5 et 10 V respectivement pour les images des colonnes une à trois. A forte amplitude, l'interface fibre-matrice devient visible sur les images de frottement, et un faible contraste est même observable entre la fibre et la matrice (environ 4%). Les images acoustiques conservent un contraste similaire, même si les frontières entre zones deviennent plus nettes lorsque l'amplitude augmente. De même, l'interface fibre-matrice est mieux résolue à forte amplitude qu'à faible amplitude. Un agrandissement du tiers inférieur gauche des images à 10 V est présenté à la figure VII-31, et met en évidence, sur les images acoustiques, la présence d'une couche enrobant la fibre. Cette couche d'une centaine de nanomètres d'épaisseur peut être un enzymage de la fibre présent lors de l'élaboration du composite. Il nous est impossible de trancher ce point puisque la composition exacte ainsi que le mode d'élaboration du composite nous sont inconnus.

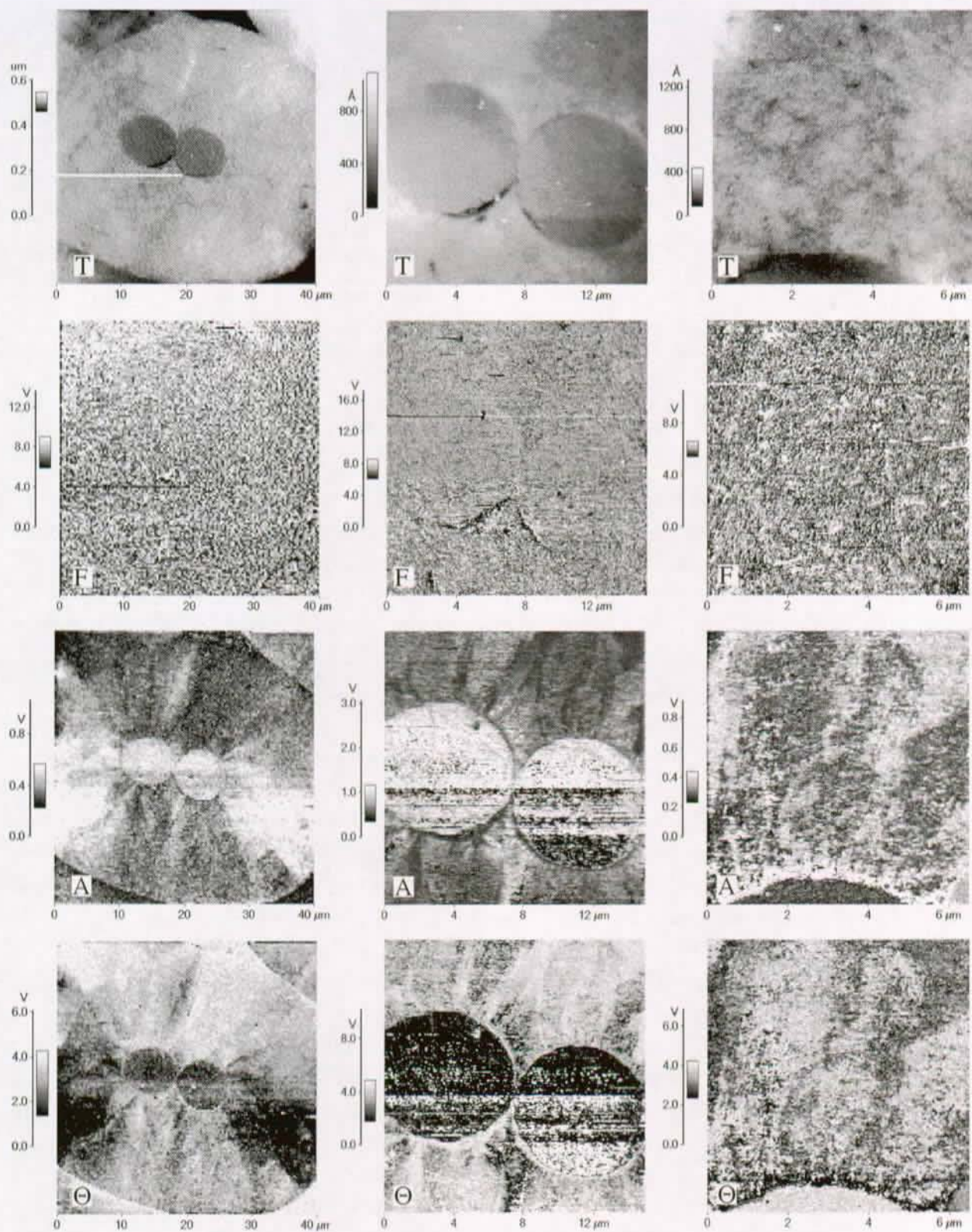


Figure VII-29 : Images topographiques, lfm, d'amplitude et de déphasage acoustique (lignes 1 à 4 respectivement) obtenues à 1225 kHz et 1 V (colonnes 1 et 2) et à 1235 kHz (colonne 3). Les images lfm sont uniformément grises, alors que les images acoustiques exhibent une sous-structure de la matrice graphitique.

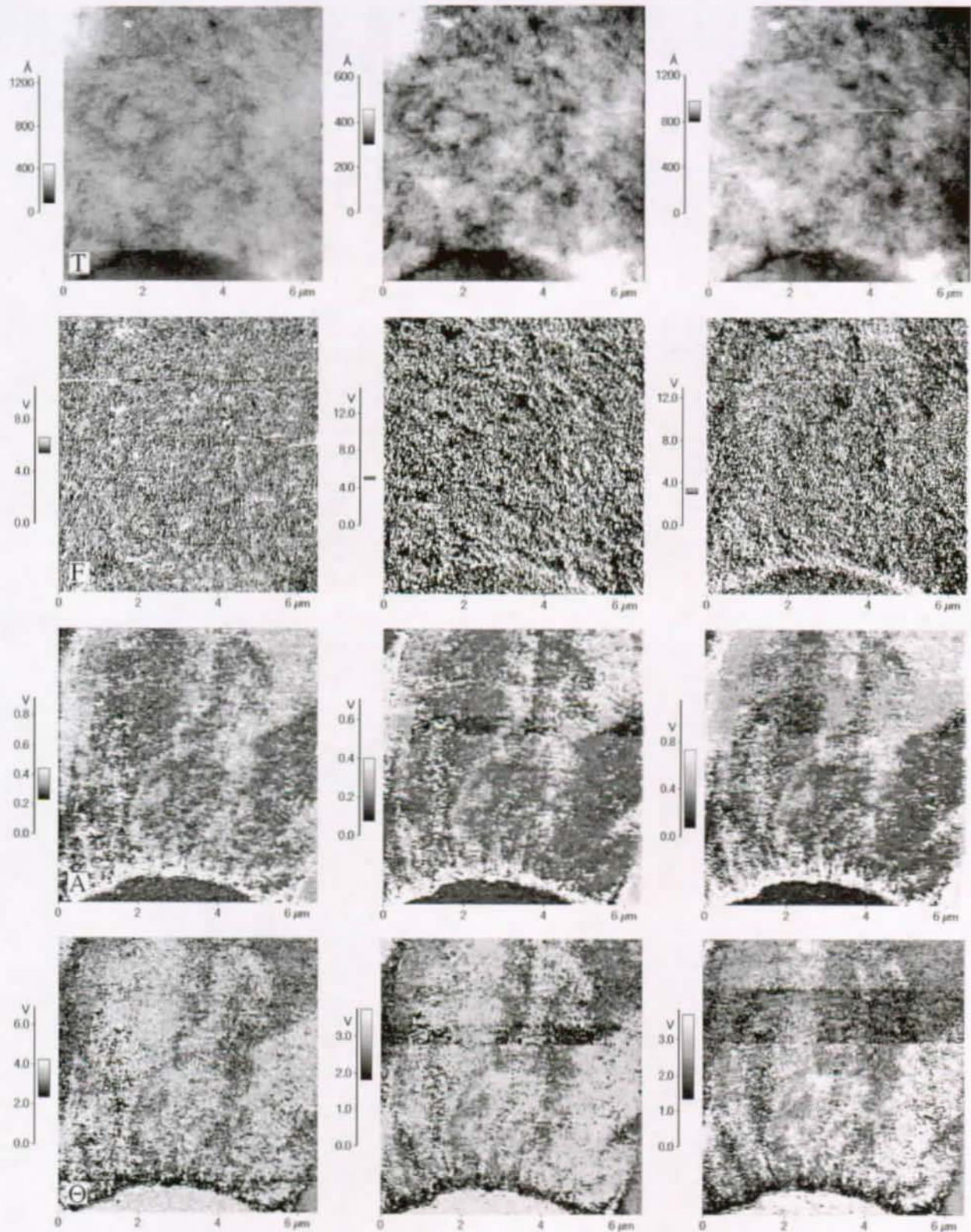


Figure VII-30 : Influence de l'amplitude d'excitation sur les signaux topographique, lfm, d'amplitude et de déphasage acoustique. Les images sont obtenues à 1, 5 et 10 V, de gauche à droite. L'image lfm est celle pour laquelle le changement est le plus important: à 1 et 5 V aucun contraste n'est obtenu. A 10 V, la fibre se distingue de la matrice, par un écart d'environ 4% dans les niveaux de gris.

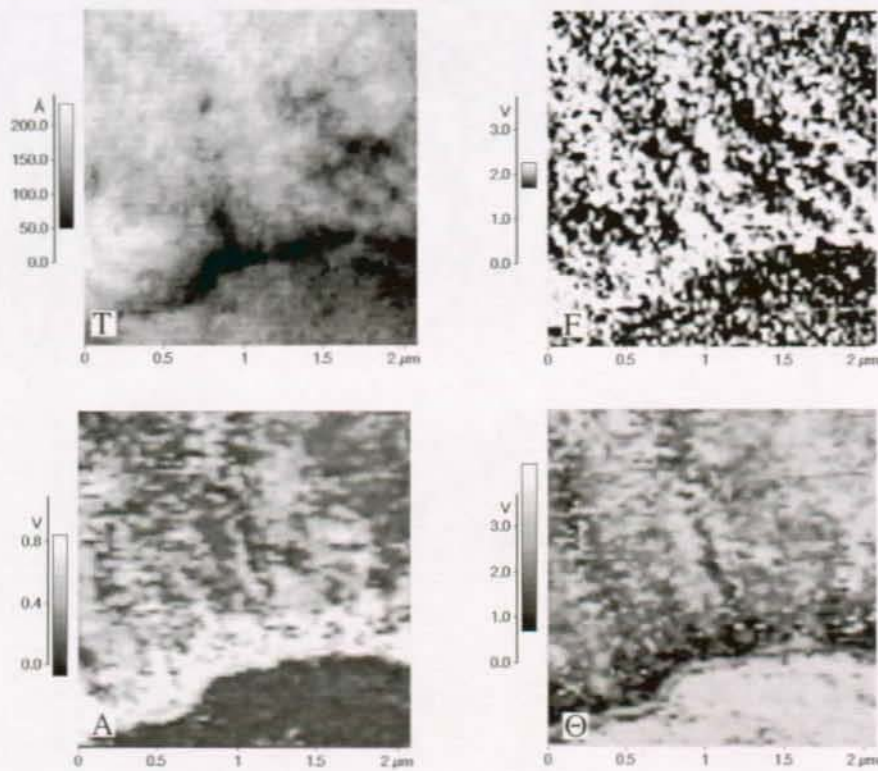


Figure VII-31 : Images topographique, lfm, d'amplitude et de déphasage acoustique correspondant à un agrandissement de la troisième colonne de la figure précédente. L'image de déphasage (en bas à droite) montre la présence d'une couche d'environ 100 nm à la surface de la fibre.

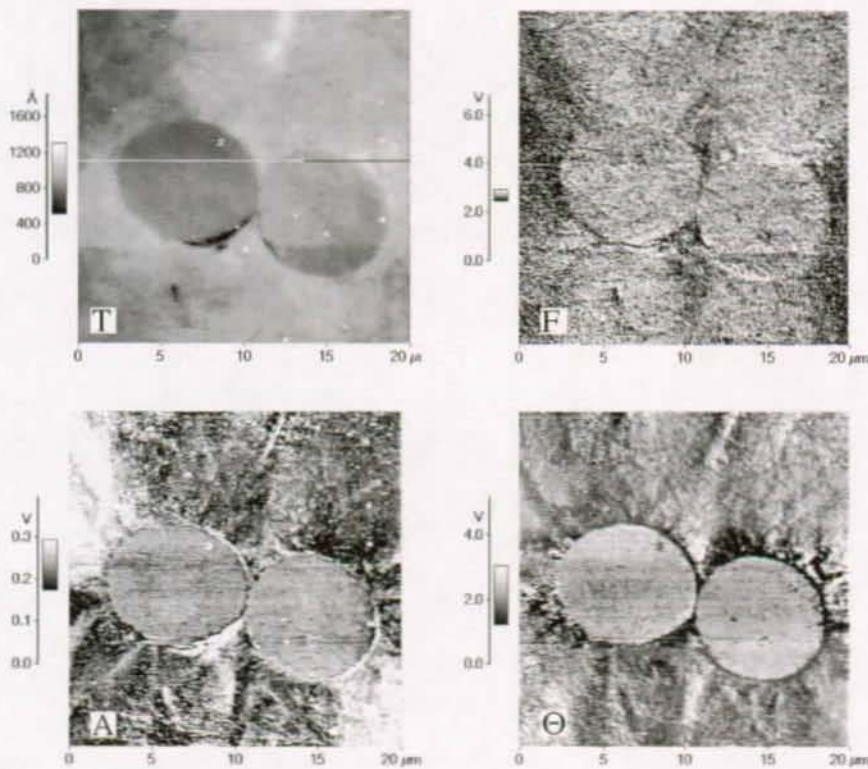


Figure VII-32 : Images topographique, lfm, d'amplitude et de déphasage acoustique obtenues à 1760 kHz et 10 V. Une fois encore, l'image lfm présente un contraste dans la matrice graphitique. L'amplitude importante de l'excitation en est la cause.

L'influence de l'amplitude d'excitation sur le contraste obtenu en frottement est manifeste également sur les images obtenues avec un autre mode vibratoire, à 1760 kHz (figure VII-32). On observe un contraste entre la matrice et les fibres à droite et à gauche de celles-ci, ainsi que dans une petite zone entre les deux fibres.

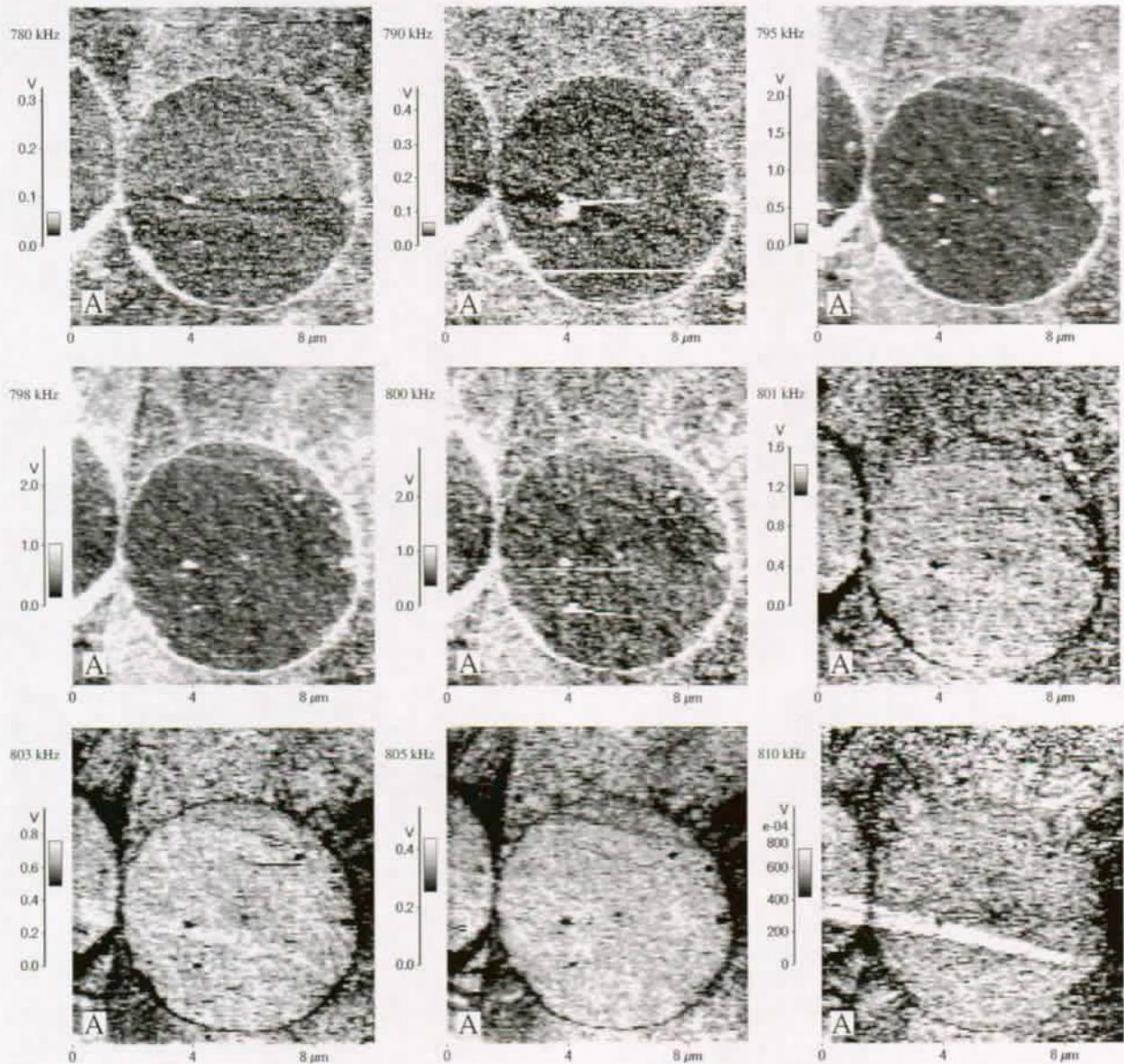


Figure VII-33 : Evolution du contraste d'amplitude entre 780 et 810 kHz. Le trait blanc barrant les deux fibres sur la dernière image n'apparaît que sur celle-ci.

Les figures VII-33 et VII-34 présentent l'évolution du contraste d'amplitude et de déphasage entre 780 et 810 kHz, obtenu avec une pointe diamantée sur les mêmes fibres que précédemment. On y remarque principalement l'apparition et la disparition d'un trait barrant les fibres, qui n'a jamais été observé avec les pointes en silicium. On note également que les fréquences pour lesquelles ce trait est visible ne sont pas les mêmes pour les images de déphasage et d'amplitude. Une explication possible de ce phénomène tient au volume d'échantillon déformé par la sonde¹⁶⁴. Les pointes en diamant étant beaucoup plus dures que celles en silicium, le volume d'interaction est vraisemblablement plus grand. La profondeur sondée dans l'échantillon est ainsi plus grande, et il est possible que les détails observés avec les pointes diamantées uniquement proviennent de zones plus profondes de l'échantillon.

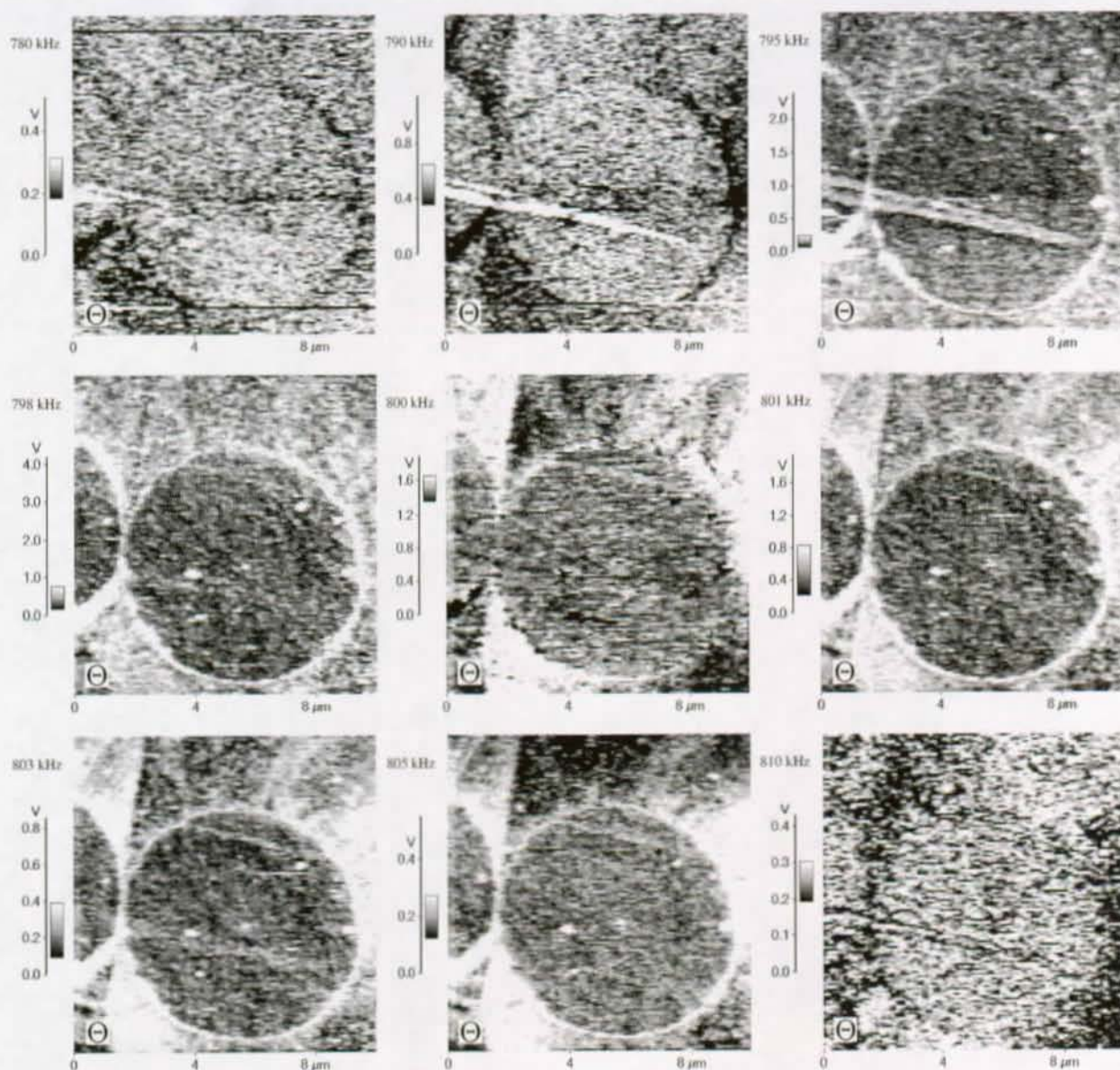


Figure VII-34 : Evolution du contraste de phase entre 780 et 810 kHz. Le trait blanc présent sur les deuxième et troisième images disparaît ensuite, pour réapparaître à 803 kHz.

Ces figures permettent aussi de démontrer la sensibilité de la mesure aux variations de propriétés mécaniques, tout en fournissant une méthode supplémentaire de mesure des spectres. En effet, il n'est pas toujours possible de mesurer un spectre en une position fixe donnée en raison principalement de problèmes de dérive^{99, 122}. Il est possible de pallier à ce problème en prenant une série d'images faiblement espacées en fréquence présentant des inversions de contraste, comme c'est le cas ici. Les spectres des différentes zones de l'image peuvent alors être reconstruits par mesure directe, sur l'image, des niveaux de gris et de leur évolution fréquentielle. Ceci est réalisé avec les images de la figure VII-33, sur la figure VII-35. La zone 1 est celle du coin en haut à gauche, la zone 2 celle directement adjacente, à droite (figure VII-36). Les niveaux de gris moyen sur chacune de ces trois zones ont été mesurés, et reportés dans le graphe de la figure VII-35. Celle-ci présente en plus les spectres ajustés obtenus à partir du modèle. L'ajustement n'est pas très bon, à cause de la forme triangulaire du levier utilisé, néanmoins les courbes ajustées rendent compte, qualitativement, des contrastes observés. Les valeurs de raideurs normales du contact obtenues par le modèle varient entre 990 N/m pour la zone 1 et 1000 N/m pour la fibre. Ces valeurs sont plus

élevées que celles habituellement obtenues pour des leviers en silicium, à cause de la taille du contact qui est elle aussi plus grande, la pointe ayant un rayon de courbure plus large. On note ici qu'une variation de la raideur normale du contact de l'ordre du pourcent génère un contraste d'imagerie marqué.

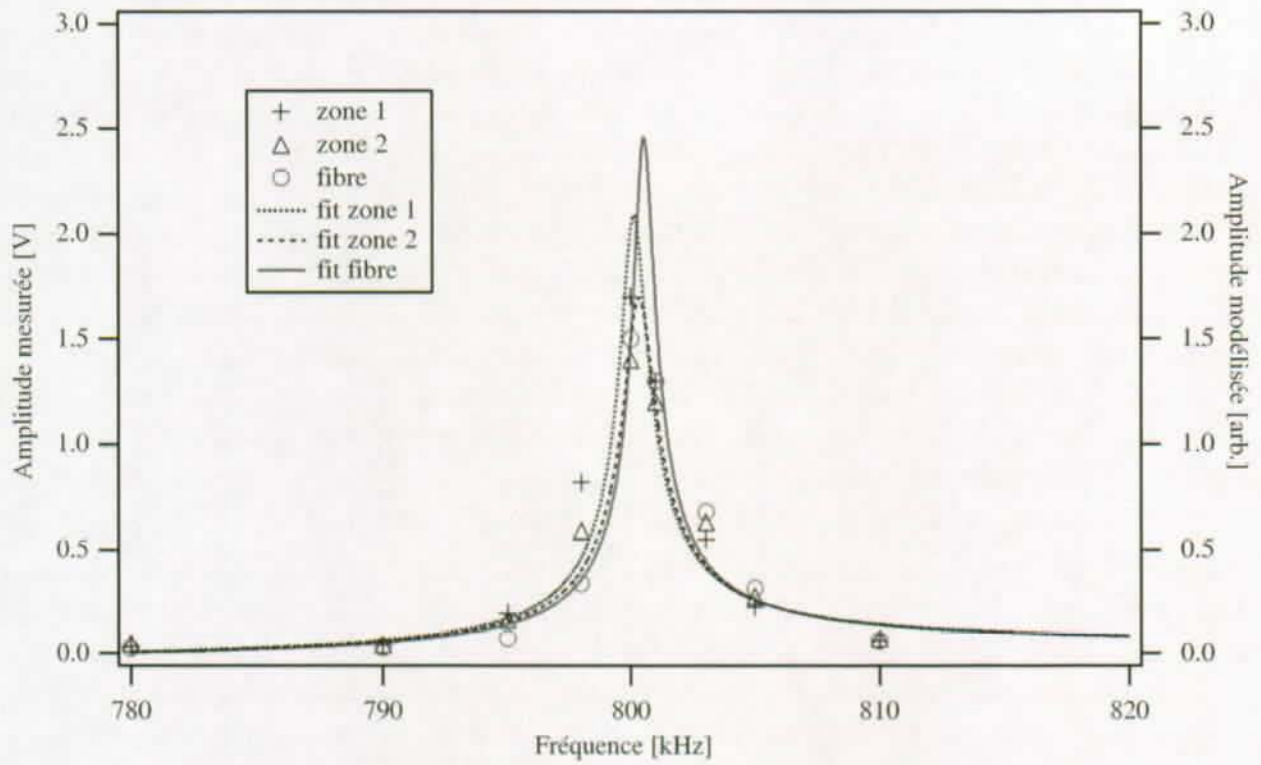


Figure VII-35 : Spectres reconstitués pour les trois zones définies à la figure VII-36, d'après les niveaux de gris mesurés sur les images de la figure VII-33. Les courbes superposées aux points de mesure sont obtenues à partir du modèle.

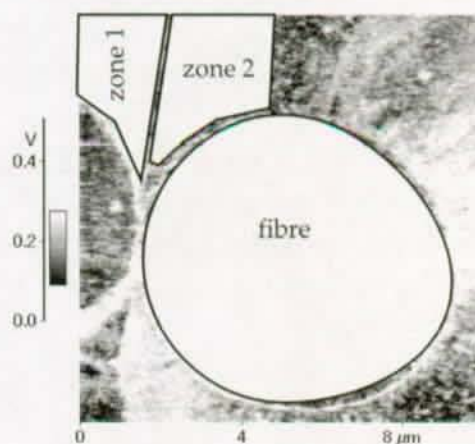


Figure VII-36 : Délimitation des zones de l'image sur lesquelles le niveau de gris moyen a été mesuré.

La présence sur les images acoustiques des régions de grande taille au contraste homogène déjà évoquées à propos de la figure VII-29 nous a conduits à étudier de plus près l'influence de l'angle entre la direction de balayage et les plans graphitiques de la matrice. Pour ce faire, une fibre solitaire enrobée de matrice a été choisie, et des images avant et après rotation de l'échantillon ont été

enregistrées. Quatre positions sont présentées sur la figure VII-37, couvrant plus de 90 degrés de rotation. On constate immédiatement que la tendance générale, quelle que soit la position considérée, est d'observer un contraste clair pour les régions situées à droite et à gauche de la fibre centrale, et un contraste sombre pour celles situées au-dessus et en dessous. Au cours de la rotation, le contraste de toutes les régions évolue donc du clair au sombre et vice-versa. Ceci indique que l'origine du contraste n'est pas uniquement mécanique, mais qu'un paramètre supplémentaire doit être introduit pour rendre compte du contraste. Une confirmation de cette hypothèse peut être obtenue en réalisant des images de l'échantillon au microscope interférentiel ¹⁶⁵. Ceci a été fait à l'aide d'un microscope Olympus PMG3, et les images obtenues sont présentées à la figure VII-38. En a), une image optique incluant la zone étudiée à la figure VII-37 est présentée. En b), un agrandissement de la partie droite de a) est montré, sur lequel on observe les mêmes zones claires et sombres dans la matrice que sur les images acoustiques. L'image c) montre la même zone de l'échantillon, après avoir légèrement modifié le filtre interférentiel. Cette fois-ci, on reproduit exactement le même contraste que sur les images acoustiques, avec les zones sombres au-dessus et en dessous de la fibre, et les zones claires à droite et à gauche de la fibre. En d), l'agrandissement de la fibre solitaire doit être comparé à l'image d'amplitude acoustique de la figure VII-37 d), obtenue dans la même position. La similitude des contrastes observés démontre bien que ceux-ci n'ont pas uniquement une origine mécanique; la structure de l'échantillon doit jouer un rôle ici.

Jusqu'à présent, la taille de la surface de contact entre la pointe et l'échantillon a toujours été supposée constante pour une image donnée. Cependant, la matrice graphitique croît autour de la fibre avec une structure de type oignon. Il semble donc raisonnable de supposer que la surface réelle de contact varie avec l'angle entre la direction de balayage et la direction de croissance de la couche graphitique. De plus, la pointe n'est pas symétrique: il s'agit d'une pyramide ayant un losange pour base, la grande diagonale du losange étant parallèle au levier. Les angles d'ouverture au sommet de la pointe sont de l'ordre de 30° et 15° suivant l'axe du levier et perpendiculairement à celui-ci respectivement (figure VII-39). Lorsque la pointe passe à travers les couches graphitiques l'une après l'autre (situation réalisée à droite et à gauche de la fibre), c'est l'angle d'ouverture le plus faible qui définit la surface réelle de contact. La pointe apparaît très pointue.

Lorsqu'elle balaie une couche graphitique sans passer de l'une à l'autre (situation au-dessus et en dessous de la fibre), c'est cette fois l'angle d'ouverture le plus grand qui caractérise la pointe. Son rayon de courbure apparent est plus grand (figure VII-40).

Une telle influence de la structure de la surface n'a été observée que sur cet échantillon. Ceci est lié au fait que les rayons de courbure de la pointe et de la surface de l'échantillon doivent être du même ordre de grandeur pour que l'effet de l'asymétrie de la pointe soit ressenti. Idéalement, cet effet sera maximum pour un rayon de courbure local de la surface intermédiaire entre les deux rayons de courbure principaux de la pointe. Un artefact similaire a été observé sur les images de phase obtenues en Tapping Mode, et expliqué de la même manière qu'ici par L. Odoni ¹⁶⁶, par une influence prédominante du rayon de courbure local de la surface.

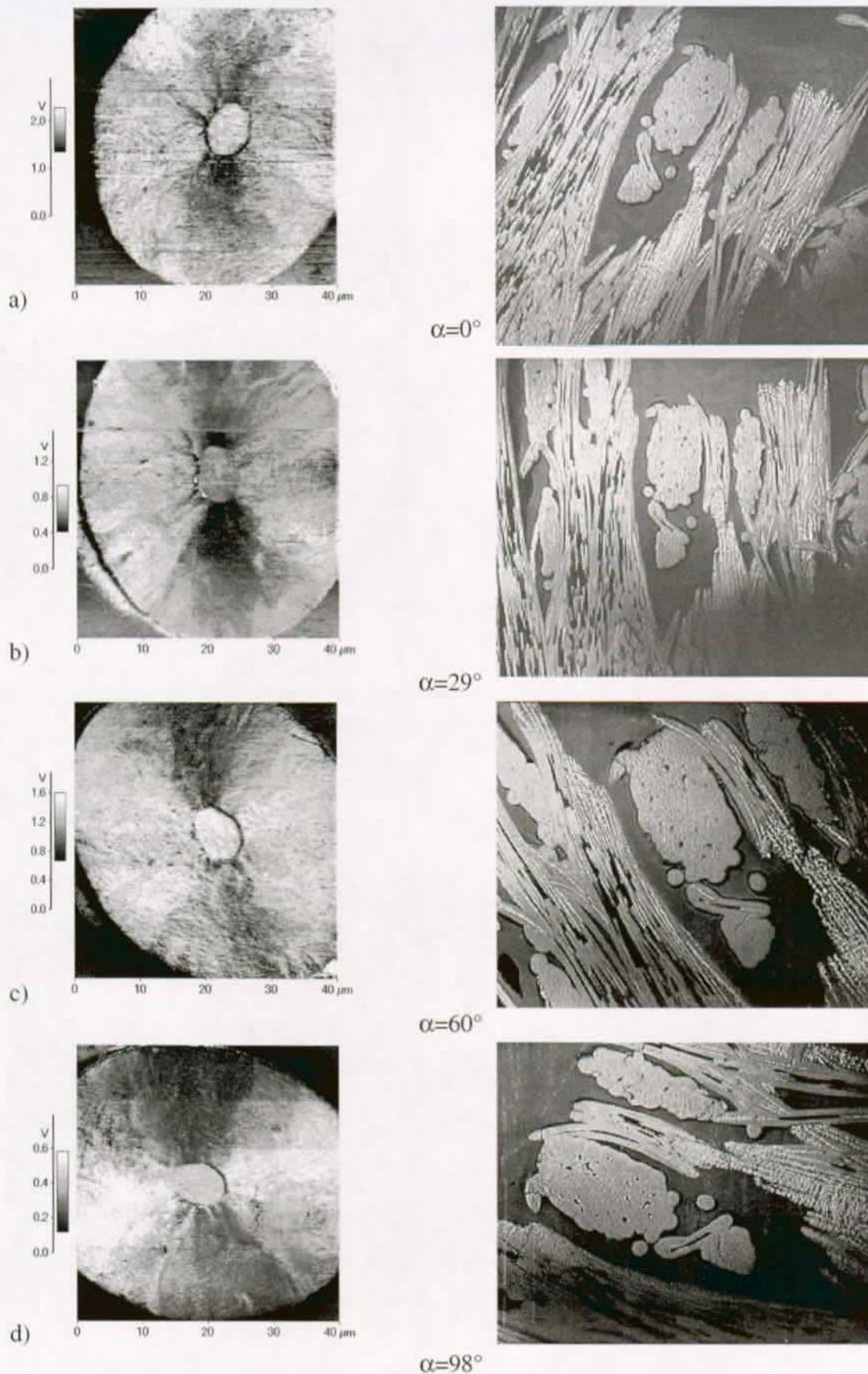


Figure VII-37 : Images d'amplitude acoustique obtenues dans les mêmes conditions pour quatre orientations différentes de l'échantillon. En parallèle, les images optiques permettent de mesurer les angles de rotation d'une position à la suivante.

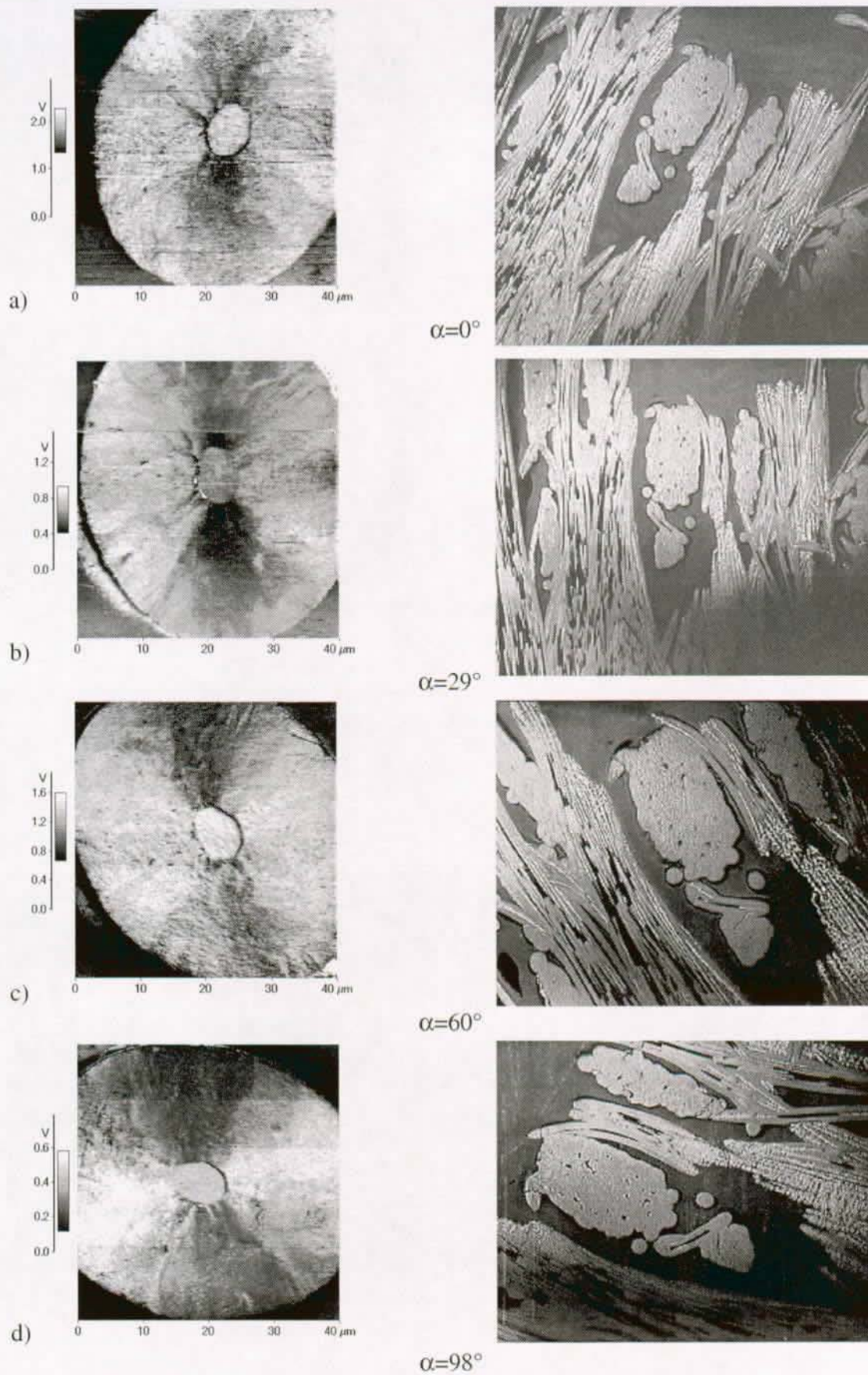


Figure VII-37 : Images d'amplitude acoustique obtenues dans les mêmes conditions pour quatre orientations différentes de l'échantillon. En parallèle, les images optiques permettent de mesurer les angles de rotation d'une position à la suivante.

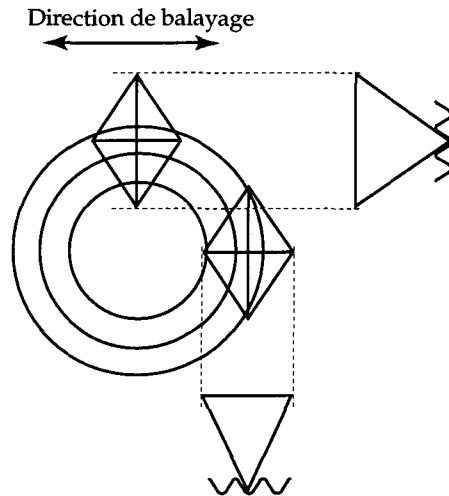


Figure VII-40 : Variation de la taille réelle du contact en fonction de l'orientation respective de la pointe et des couches graphitiques.

3.3 Résumé des observations

L'étude de cet échantillon apporte deux enseignements principaux. D'une part, elle démontre que le frottement entre la pointe et la surface n'est pas responsable du contraste observé sur les images acoustiques. D'autre part, elle met en évidence la très grande influence de la structure de la surface tant sur le contraste obtenu sur les images que sur les spectres.

La grande sensibilité du spectromètre local aux variations locales de propriétés mécaniques est une nouvelle fois mise en évidence avec l'observation de la couche interfaciale entre la fibre et la matrice, possible uniquement sur les images acoustiques.

Enfin, l'influence du volume sondé sur le contraste observé est également démontrée grâce à l'utilisation de pointes diamantées, très dures.

4. HDP (High Density Plasma)

Les échantillons de HDP sont au nombre de trois, distingués par leur numéro, HDP 55, 56 et 58. Ces trois échantillons sont obtenus par PECVD (Plasma-Enhanced Chemical Vapour Deposition), à partir d'un précurseur d'acétylène (C_2H_2) pour les HDP 55 et 56 et d'un mélange d'acétylène et d'hydrogène gazeux (H_2) pour le HDP 58. Ce sont des films de DLC (Diamond-Like Carbon) déposés sur un substrat de Silicium. Une description complète et détaillée de ces échantillons peut être trouvée dans ¹⁶⁷. Extérieurement, ces échantillons se présentent comme des films d'épaisseur proche de $1 \mu m$ avec une rugosité de l'ordre du nanomètre pour les 3 films. Le contenu en hydrogène des films est différent, et varie de 24 % at. pour le HDP 56, à 26 % at. pour le HDP 55 et à 35 % at. pour le HDP 58.

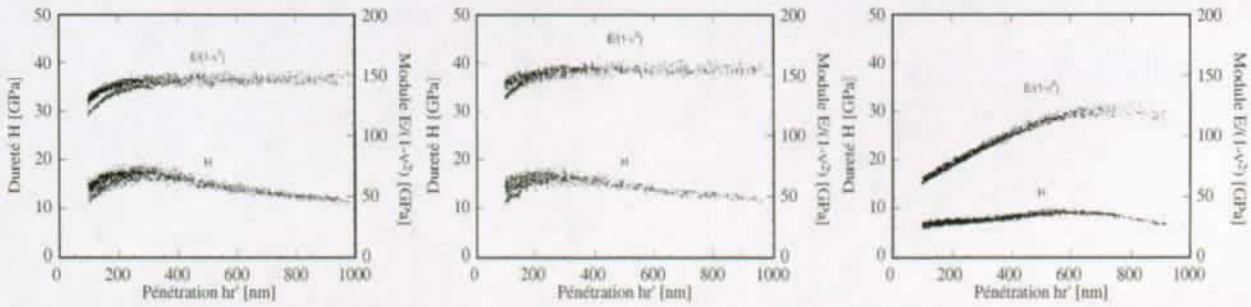


Figure VII-41 : Mesures de module et de dureté effectuées à l'Ecole Centrale de Lyon. De gauche à droite, les échantillons sont le HDP 55, HDP 56 et HDP 58. Le module mesuré du HDP 55 semble évoluer vers deux valeurs différentes à faibles charges.

Ces trois films ont été soumis à des mesures de nano-indentation (figure VII-41) avant les mesures de spectrométrie mécanique locale afin d'obtenir une estimation de leurs modules élastiques. Les résultats de ces mesures sont rassemblés dans le Tableau VII-1:

| | HDP 55 | HDP 56 | HDP 58 |
|-------------------|--------|--------|--------|
| E [GPa], L=400 mN | 102.5 | 115 | 60 |
| H [GPa], L=400 mN | 9.5 | 9.75 | 6 |
| E [GPa], L=100 mN | 118 | 133 | 52 |
| H [GPa], L=100 mN | 11.5 | 13 | 6.5 |

Tableau VII-1 : Modules élastiques et duretés des trois films mesurés par nano-indentation pour deux charges L différentes, 400 mN et 100 mN. On note une différence importante entre le HDP 58 et les deux autres échantillons, tant en module qu'en dureté. (Source: J.-L. Loubet et J.-C. Sanchez, Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes, Ecole Centrale de Lyon)

Au microscope optique (figure VII-42), ces trois films apparaissent parfaitement plats, lisses et homogènes, à part le HDP 58 dans certaines zones. Ceci est attribué à une dégradation du film suite à des conditions de conservation inappropriées, voire à un endommagement du film lors de son nettoyage à l'alcool avant les mesures de spectrométrie mécanique.

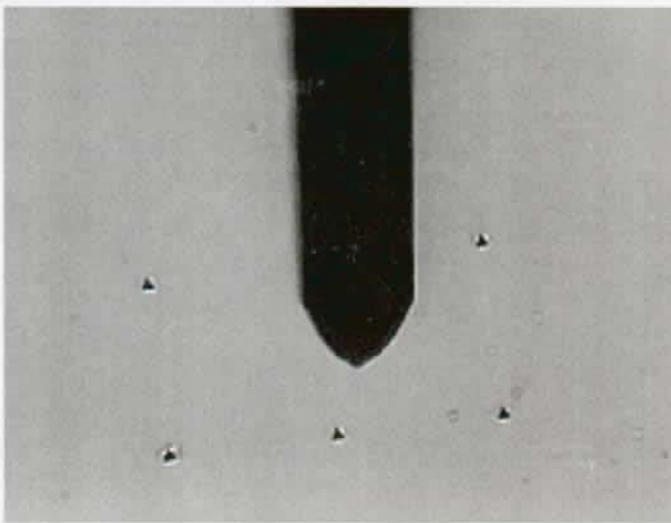


Figure VII-42 : Image au microscope optique du film de HDP 56. Le levier utilisé pour la spectrométrie mécanique ainsi que quelques empreintes d'indentation sont clairement visibles.

Au microscope à force atomique, les films présentent toujours une topographie plate et lisse, mais les images lfm du HDP 55 quant à elles mettent en évidence la présence de deux phases (figure VII-43).

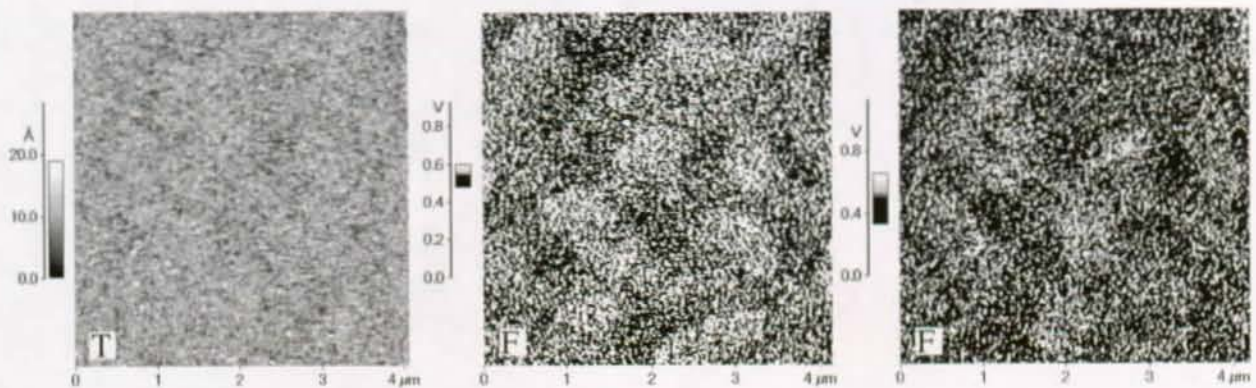


Figure VII-43 : De droite à gauche, images topographique, lfm aller et retour d'une région du HDP 55. La surface présente une rugosité très faible, mais les images lfm permettent de mettre en évidence la présence de deux phases.

De plus, on peut noter que le fait de prendre une image AFM modifie localement les propriétés tribologiques du film, puisqu'on peut repérer sur une image lfm l'emplacement de l'image précédente, quand bien même rien n'apparaît en topographie (figure VII-44).

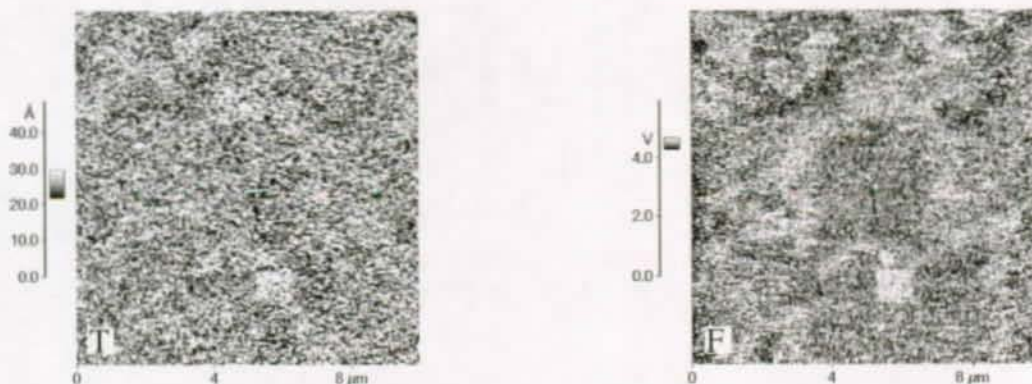


Figure VII-44 : Images topographique et lfm prises après celles de la figure VII-43, avec un agrandissement moindre. On distingue un carré sombre au centre de l'image lfm, correspondant à la zone balayée lors de l'image VII-43.

4.1 Spectrométrie

Les trois échantillons de HDP sont étudiés successivement avec le même levier, calibré au préalable grâce à un spectre libre. Les spectres obtenus entre 1 kHz et 2.5 MHz sont présentés à la figure VII-45. Ces spectres présentent de nombreux pics parasites qui masquent partiellement les modes vibratoires, spécialement à basse fréquence. L'ajustement entre la mesure et le modèle est très bon pour le spectre libre, mais il n'est satisfaisant que pour les modes supérieurs sur les trois échantillons. Une cause possible de ce mauvais accord peut être liée à la non-linéarité de l'interaction. Les pics de résonance de la majorité des modes sont en effet déformés, ce qui est une signature de la non-linéarité¹²⁸. De plus, l'influence de la non-linéarité se fait surtout sentir pour de fortes am-

plitudes de vibration, ce qui explique que ce soient surtout les premiers modes qui sont influencés. En effet, l'amplitude de l'excitation appliquée au levier décroît avec la fréquence.

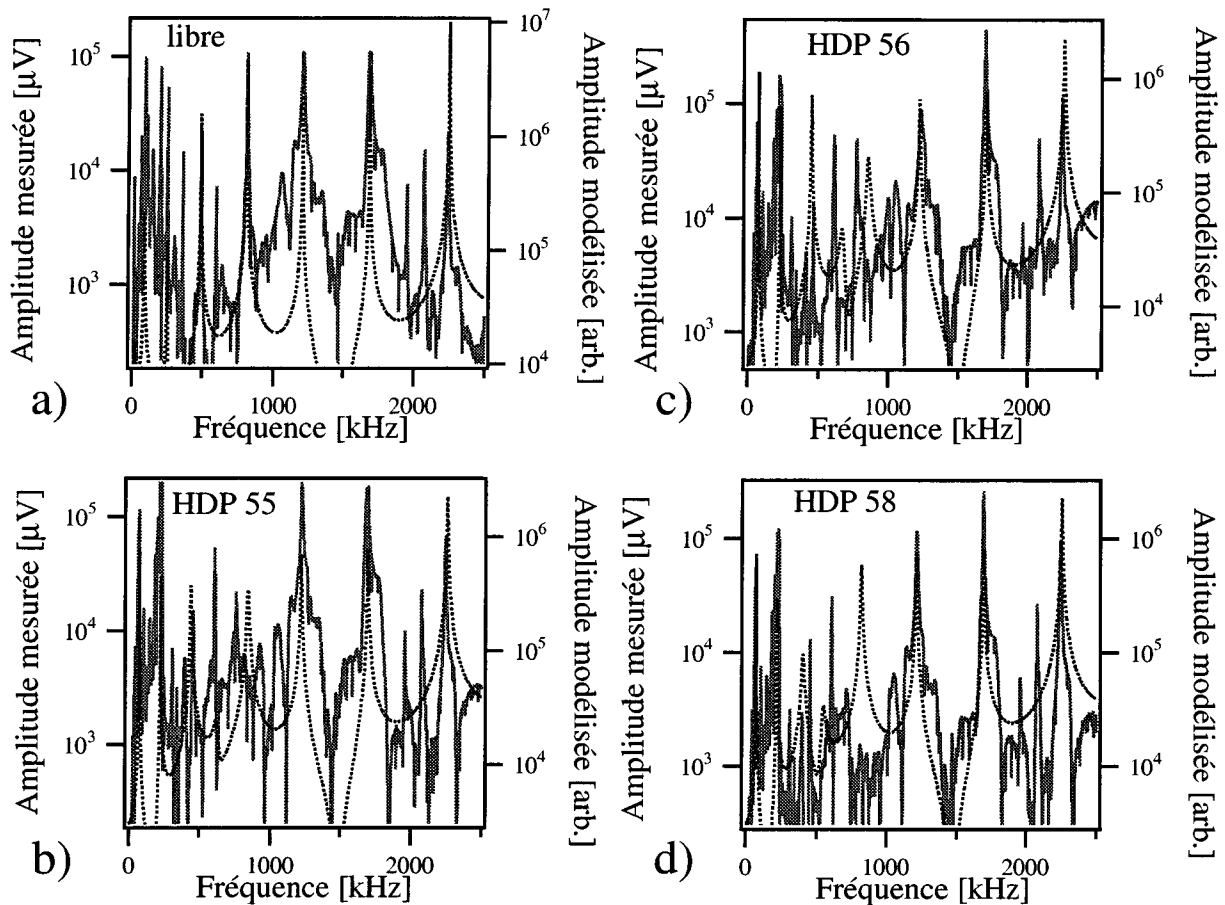


Figure VII-45 : Spectres des huit premiers modes vibratoires du levier libre (a) et en contact sur les trois échantillons de HDP (b, c, d). L'accord entre la mesure et le modèle est bon pour les modes supérieurs seulement.

La figure VII-46 montre en détail le sixième mode des quatre spectres de la figure VII-45, et permet de se rendre compte de l'effet de la non-linéarité, particulièrement pour le HDP 56. L'accord avec le modèle, pour ce qui concerne la position des pics, est bon, même si les pics mesurés sont plus larges que ceux obtenus dans le modèle.

Afin de vérifier l'hypothèse de l'influence de la non-linéarité sur les spectres, le modèle a été ajusté mode par mode aux résultats, et les valeurs de la raideur normale du contact nécessaires à un bon ajustement sont présentées pour tous les modes à la figure VII-47. On y constate tout d'abord l'absence des modes 1 et 9, en raison d'un trop faible rapport signal sur bruit rendant leur localisation précise impossible. Les valeurs de raideur obtenues semblent se diviser, pour chaque échantillon, en deux groupes. Pour les modes dont la fréquence est inférieure à 1 MHz environ, les valeurs sont très élevées, et présentent même une tendance à la hausse. Pour les modes supérieurs, les valeurs de raideur sont beaucoup plus faibles, et se stabilisent rapidement. Cette observation est en contradiction avec l'hypothèse d'un effet de non-linéarité pour expliquer le mauvais accord entre mesure et modèle. En effet, on s'attend à une influence inverse de la non-linéarité, qui causerait un adoucissement des résonances, et donc une diminution à basse fréquence de la raideur équivalente du contact¹⁶³.

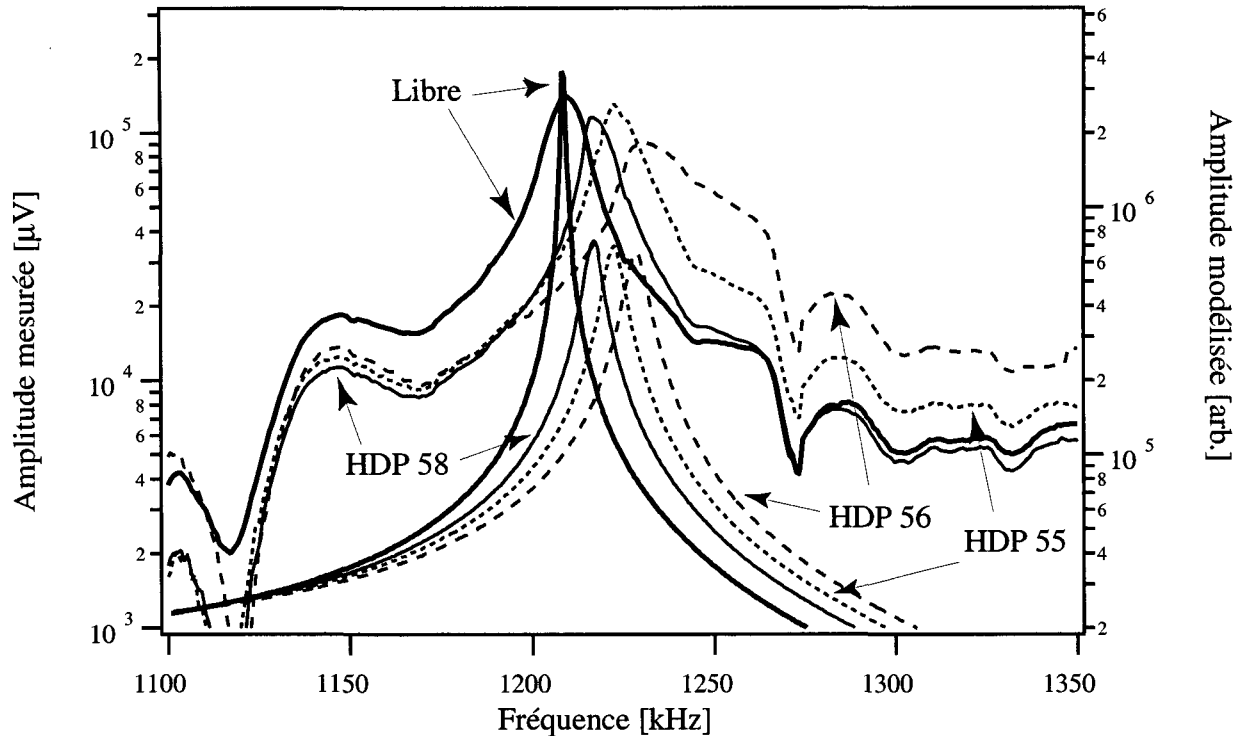


Figure VII-46 : Comparaison des spectres expérimentaux et théoriques obtenus sur les trois échantillons de HDP, pour le sixième mode. Le pic de résonance sur le HDP 56 est fortement déformé et aplati.

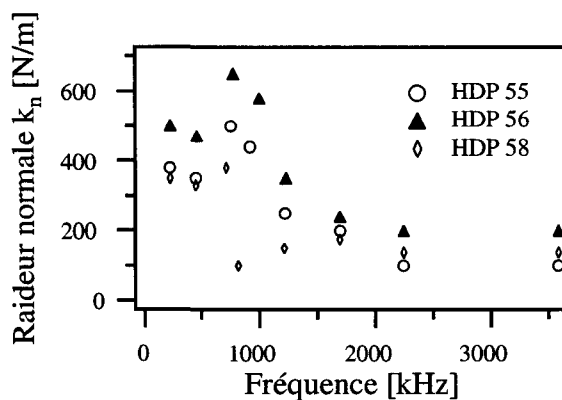


Figure VII-47 : Evolution de la raideur normale en fonction du mode vibratoire. Les valeurs pour les modes 1 et 9 sont absentes, en raison d'un rapport signal sur bruit trop faible de la mesure. Le mode 5 est très atténué, et la détermination de sa position, surtout pour le HDP 58, est sujette à caution.

Une autre explication possible du raidissement apparent des échantillons à basse fréquence est liée à l'action de la boucle de régulation de la position statique du levier. Cette boucle de régulation a pour fonction de s'opposer aux variations de la déflexion du levier. A basse fréquence, et suivant les valeurs des paramètres de cette boucle, elle est capable de suivre les vibrations du levier, ce qui induit bien un raidissement apparent du système. A haute fréquence, les vibrations sont moyennées par la boucle qui ne réagit plus qu'à une variation de la déflexion moyenne du levier. Cette explication est également cohérente avec le fait que le spectre libre est ajusté parfaitement par le modèle sur toute la gamme fréquentielle, puisque la boucle de régulation n'intervient pas dans ce cas.

Enfin, il ne faut pas oublier non plus l'effet de l'interaction latérale sur les valeurs des fréquences de résonance, comme cela a été discuté au chapitre VI. La stabilisation des valeurs de raideur à haute fréquence est en accord avec l'analyse présentée au paragraphe VI-6, page 105, qui montre que les premiers modes vibratoires sont dominés par l'interaction latérale et que seuls les modes supérieurs peuvent fournir une mesure fiable de la raideur normale du contact.

L'inversion observée sur la figure VII-47 entre la raideur normale du HDP 55 et celle du HDP 58 pour les deux modes supérieurs provient de la modification de l'aire de contact réelle sur le HDP 58. En effet, la dureté du HDP 58 est inférieure de 50% à celle du HDP 56, ce qui rend plus facile l'initiation d'une empreinte plastique résiduelle. Celle-ci a été mise en évidence sur l'image topographique de la zone de mesure, réalisée après l'acquisition du spectre.

Finalement, les mesures de nano-indentation (figure VII-41) ainsi que les images de frottement (figure VII-43) obtenues sur le HDP 55 laissaient prévoir la présence de deux phases aux propriétés mécaniques légèrement différentes, dont la taille caractéristique est de l'ordre du micron. Ces deux phases n'ont jamais été mises en évidence par le spectromètre mécanique local. Dix spectres acquis le long d'une ligne, en des points séparés de 1 μm , sont parfaitement superposables (figure VII-48). On note une légère séparation verticale des spectres, en deux groupes, pour des fréquences supérieures à 1.5 MHz. Cette séparation verticale ne s'accompagne pas d'une séparation horizontale, qui serait un signe de changement de module élastique.

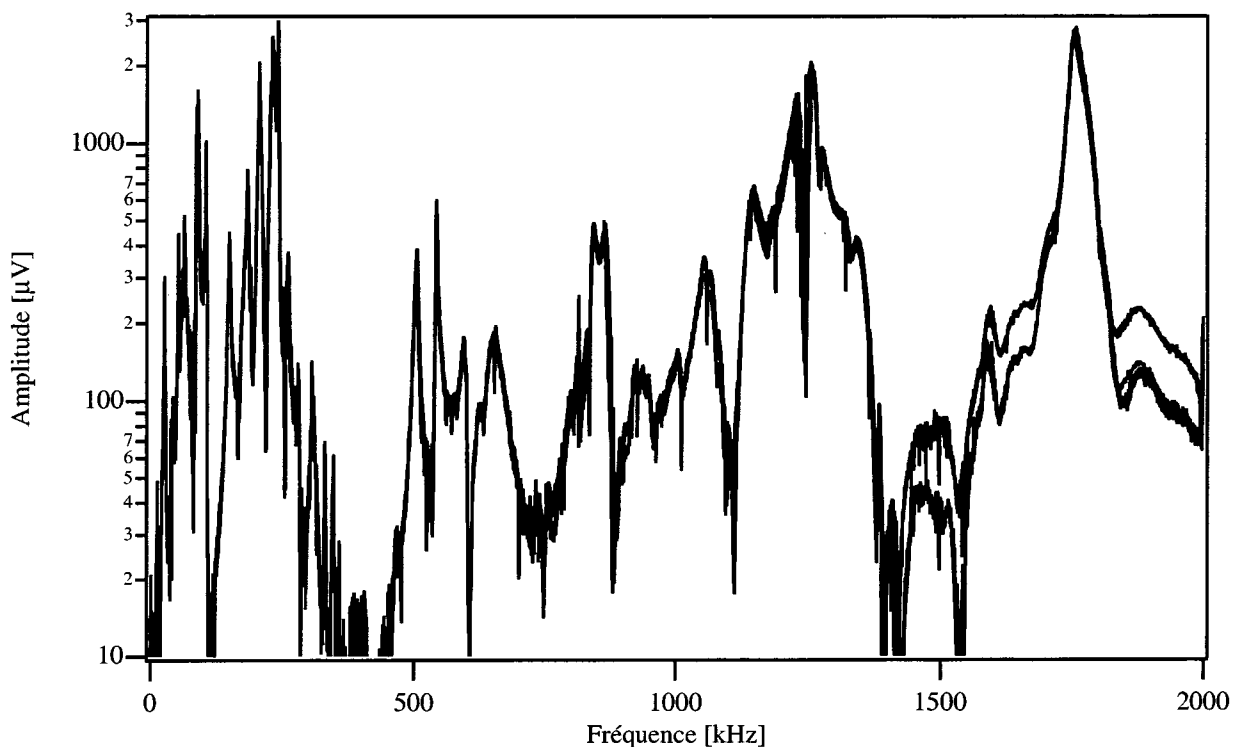


Figure VII-48 : Spectres en contact sur le HDP 55, mesurés successivement en dix points séparés de 1 μm le long d'une ligne. Les dix spectres sont parfaitement superposables, au moins en ce qui concerne les positions des résonances.

4.2 Imagerie

Les trois échantillons sont homogènes. Présenter de nombreuses images n'exhibant aucun contraste n'a pas beaucoup d'intérêt, c'est pourquoi ce paragraphe insiste sur un phénomène observé sur l'échantillon de HDP 56. Le microscope optique combiné au spectromètre mécanique local permet de retrouver les traces des indentations réalisées auparavant avec le nano-indenteur. Les images des empreintes résiduelles présentent un contraste inattendu, lié à la délamination du film de HDP du support en Silicium. Les figures VII-49 et VII-50 montrent les images d'amplitude et de dé-

phasage obtenues entre 1.675 MHz et 1.73 MHz, qui mettent en évidence une modification du contraste de la zone délaminée.

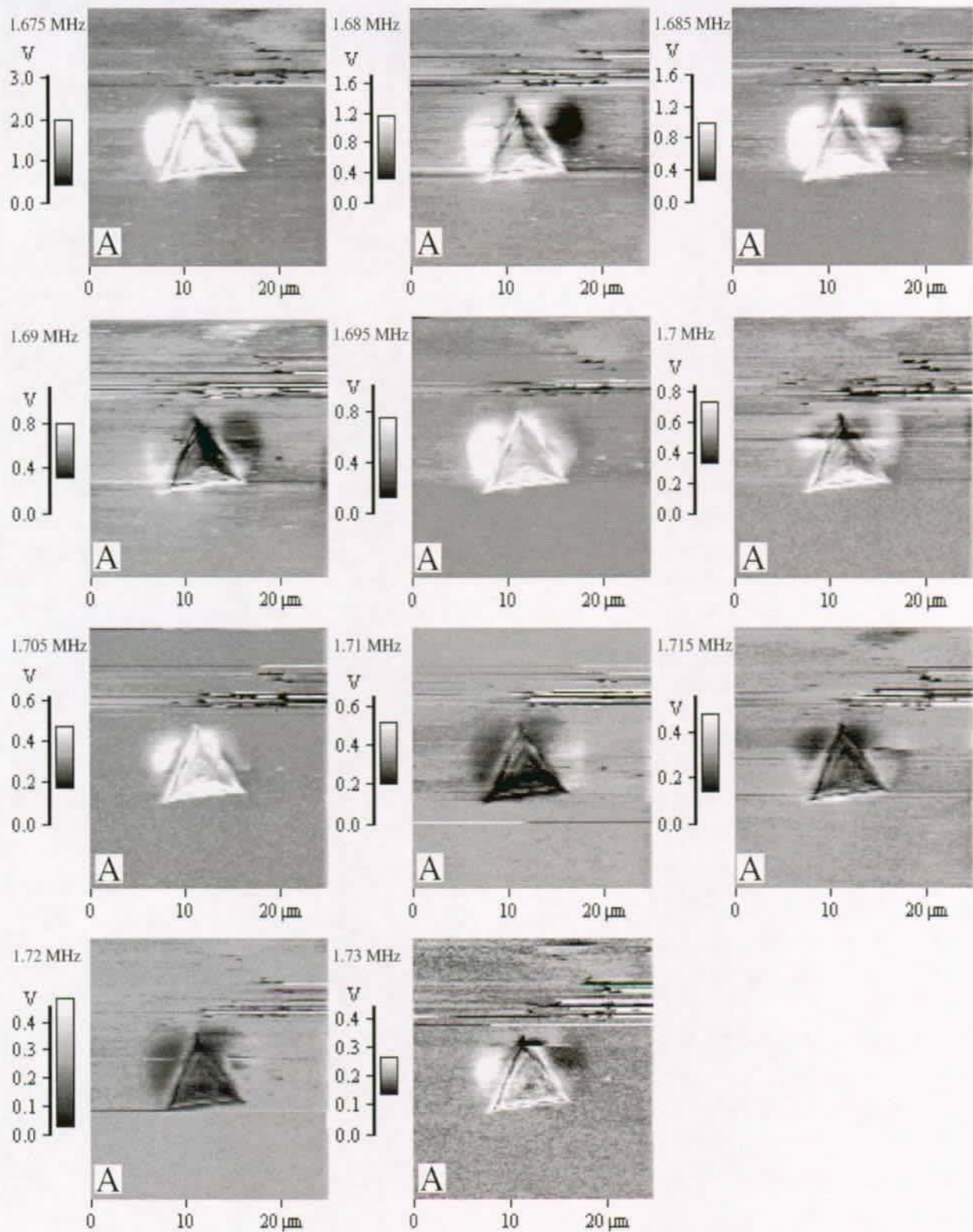


Figure VII-49 : Images d'amplitude acoustique acquises sur l'échantillon de HDP 56. Le triangle central est la trace d'une indentation, autour de laquelle la zone de délamination du film est clairement visible.

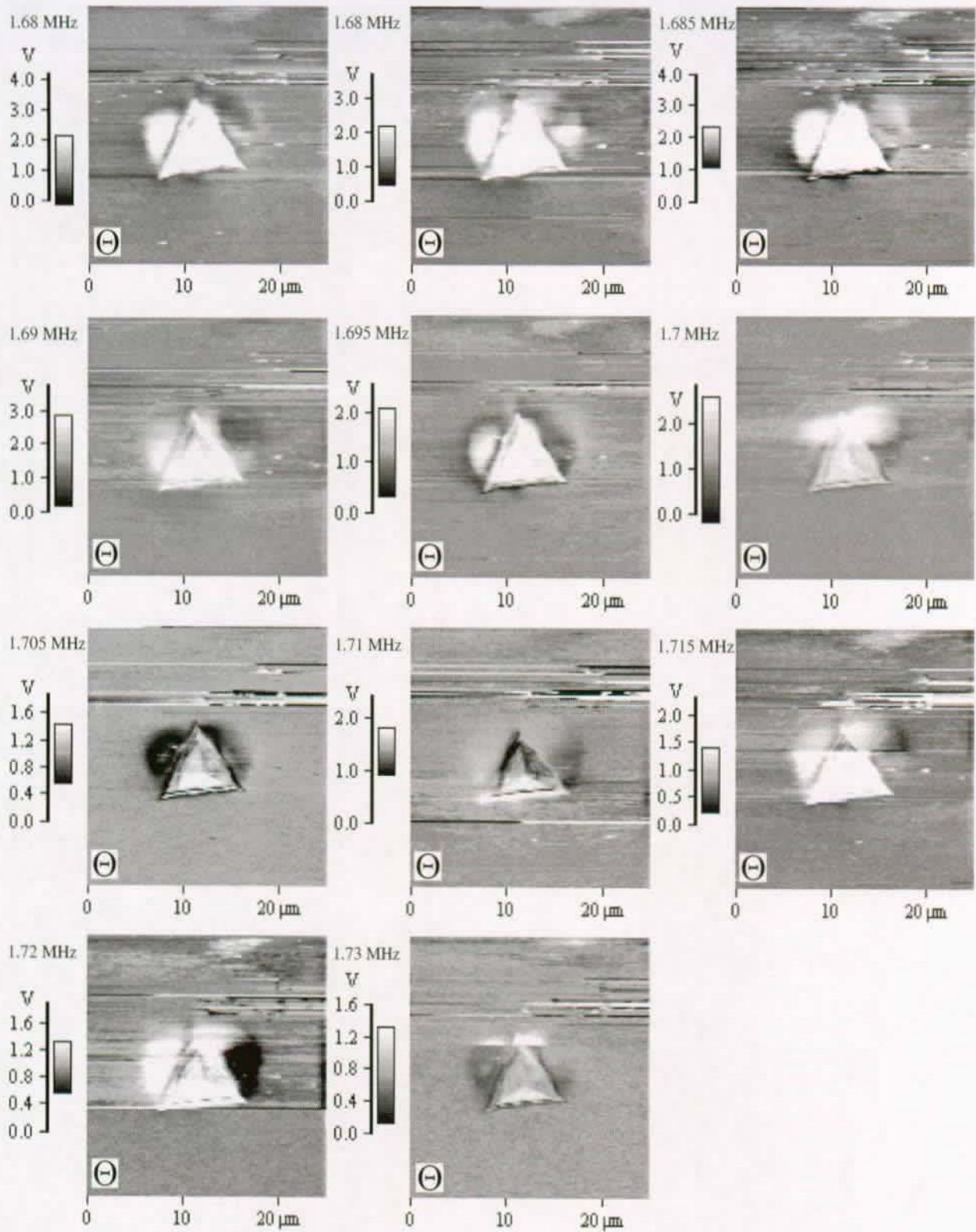


Figure VII-50 : Images de déphasage acoustique, acquises simultanément aux images de la figure VII-49.

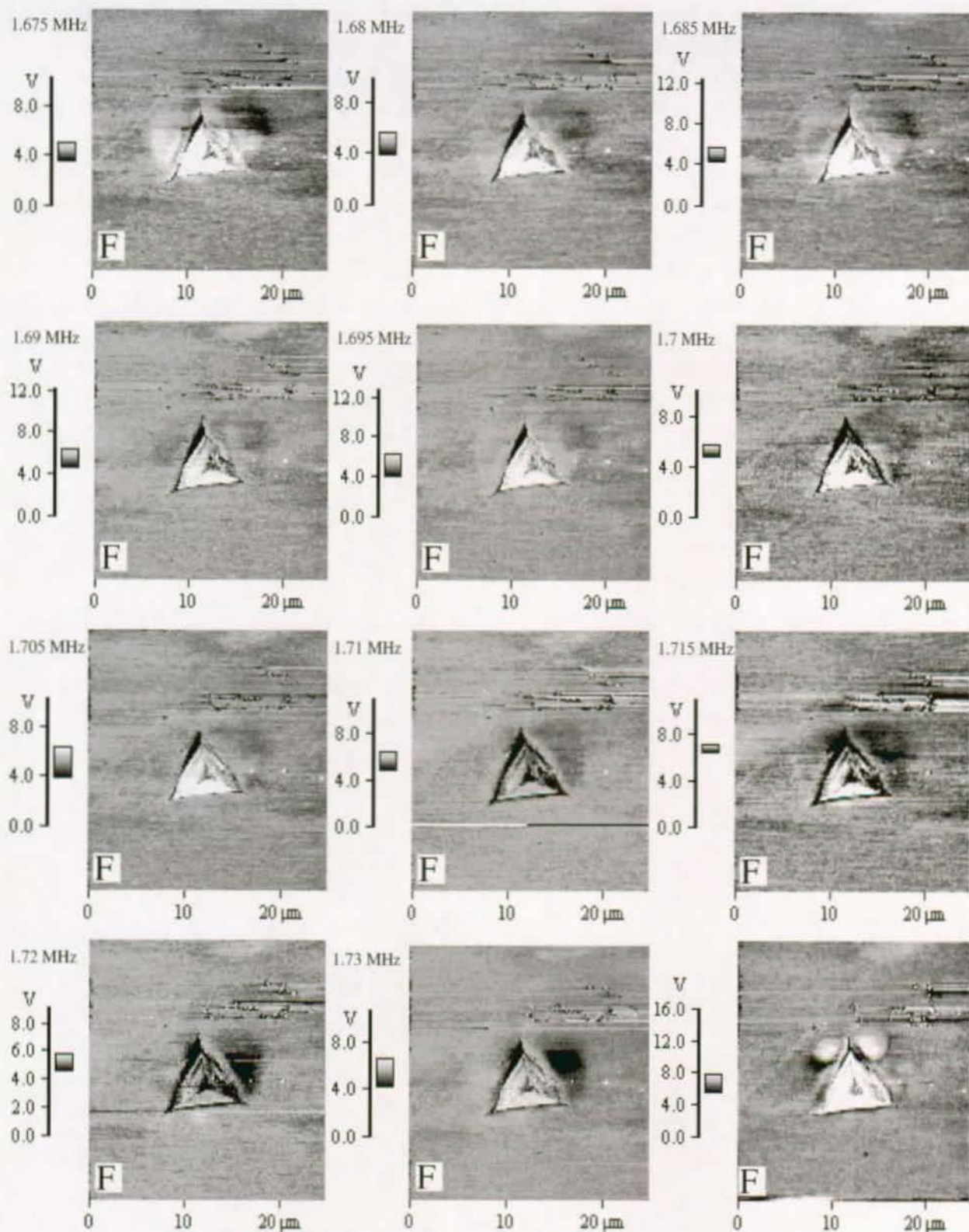


Figure VII-51 : Images de frottement (signal I_{fm}) acquises simultanément aux images des figures VII-49 et VII-50. La dernière image, en bas à droite, est une image de référence obtenue sans excitation acoustique appliquée.

Une interprétation possible de cet effet est que la profondeur d'échantillon à laquelle la mesure est sensible dépend de la fréquence d'excitation, tout comme en microscopie acoustique classique^{47, 54, 58}. Cependant, la longueur d'onde acoustique dans cette expérience est de l'ordre du millimètre, alors que l'épaisseur de la couche est de l'ordre du micron. Une sensibilité à l'épaisseur est donc peu probable. Une autre explication possible est l'existence de modes vibratoires de type vibration de plaque encastrée-libre dans la zone de film délaminé¹⁶⁸. Ces modes sont très rapprochés en fréquence, ce qui permet d'expliquer les modifications observées du contraste par des changements de mode vibratoire d'une image à l'autre. Les fréquences d'excitation ont été choisies de sorte à être légèrement supérieures à une résonance du système, située à 1.65 MHz.

La figure VII-51 quant à elle présente les images de frottement acquises simultanément aux images acoustiques des figures précédentes, ainsi qu'une image de référence obtenue sans excitation acoustique. Il est intéressant de constater ici aussi une variation du contraste en fonction de la fréquence d'excitation, et particulièrement par rapport à la situation de référence. Cet effet de frottement induit par une vibration ultrasonore a déjà été évoqué dans ce chapitre, ainsi que dans une thèse récente⁶².

4.3 Résumé des observations

Les mesures comparatives réalisées sur les trois échantillons ont permis de justifier la nécessité évoquée au paragraphe VI-6, page 105, de réaliser la mesure à la plus haute fréquence possible. On observe une stabilisation de la raideur normale du contact mesurée à partir du septième ou huitième mode, en accord avec les prévisions du modèle.

L'observation de la zone délaminée du film confirme l'influence de la vibration acoustique appliquée sur les propriétés tribologiques de la surface étudiée.

5. NiTi-époxy

Le dernier échantillon est un composite fibre de NiTi-époxy, qui se présente sous la forme d'un arrangement irrégulier de fibres de NiTi¹⁶⁹, enrobées dans une matrice d'époxy (figure VII-52).

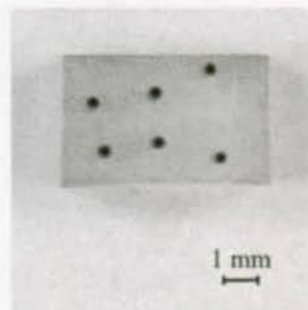


Figure VII-52 : Photo de l'échantillon de NiTi-époxy. Les fibres de NiTi (cylindres sombres) sont aisément identifiables au milieu de la matrice d'époxy.

Beaucoup de soin a été apporté à la préparation de cet échantillon afin de réussir à polir les deux phases sans induire de différence de niveau entre les deux. Les mesures de spectrométrie permettront de juger de la qualité de cette préparation. Le levier utilisé pour tous les spectres et toutes les

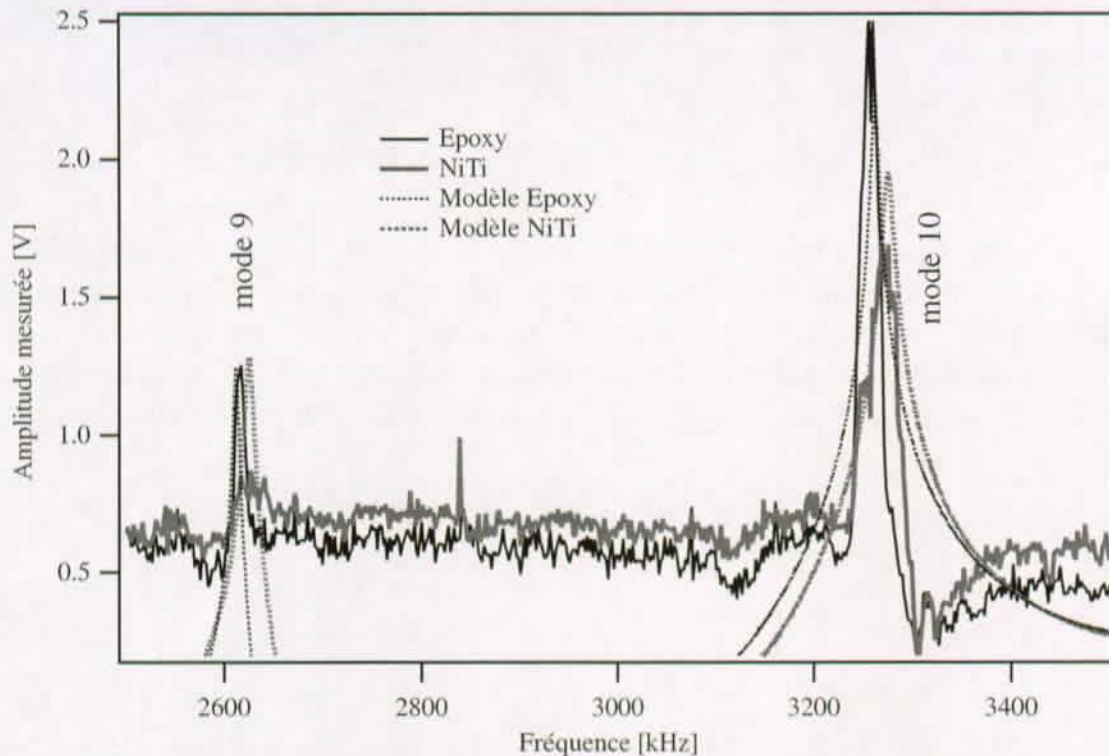


Figure VII-54 : Modes neuf et dix en contact sur l'époxy (trait fin continu) et le NiTi (trait épais continu). Les meilleurs ajustements de ces deux modes par le modèle sont superposés aux mesures. L'accord est très bon, les positions des pics étant ajustées mieux qu'au pourcent.

5.2 Imagerie

Les fibres de NiTi présentes dans l'échantillon sont de très grande taille. Leur diamètre est de l'ordre de 300 μm . Pour cette raison, seule une petite zone incluant l'interface fibre-matrice a été choi-

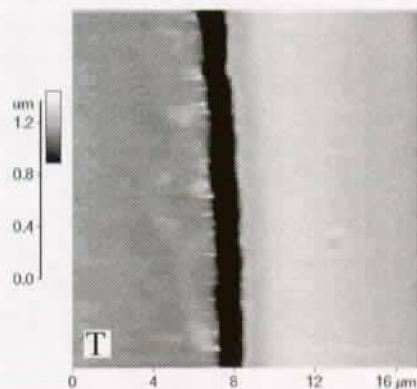


Figure VII-55 : Image topographique de l'échantillon de NiTi-époxy. La fibre de NiTi est à gauche sur l'image. La différence de niveau entre l'époxy et le NiTi est de 130 nm.

sie pour réaliser les images de spectrométrie mécanique. Une image topographique de 17.5 μm de côté d'une telle zone est présentée à la figure VII-55. On y discerne, sur la gauche, la fibre de NiTi, reconnaissable à la courbure de l'interface, et la matrice d'époxy sur la droite. Le contraste de chacune des phases est homogène, mis à part quelques irrégularités aux abords de l'interface. La fibre est légèrement en retrait, de 130 nm environ, par rapport à la matrice.

images est un levier en silicium de Nanosensor¹⁵³, dont les dimensions d'après le fabricant sont: épaisseur 1.9 μm , largeur 59 μm et longueur 440 μm .

5.1 Spectrométrie

Les spectres ont été acquis par le spectromètre local dans sa version sans détecteur synchrone. La qualité de la mesure est néanmoins satisfaisante, et les pics de résonance sont aisément discernables jusqu'au dixième mode (figure VII-53). L'ajustement au modèle est une fois encore très bon, et les dimensions géométriques de la poutre obtenues sont dans la limite des erreurs fixées par Nanosensor, avec une épaisseur de 1.96 μm et une longueur de 460 μm . La largeur a été conservée à 59 μm .

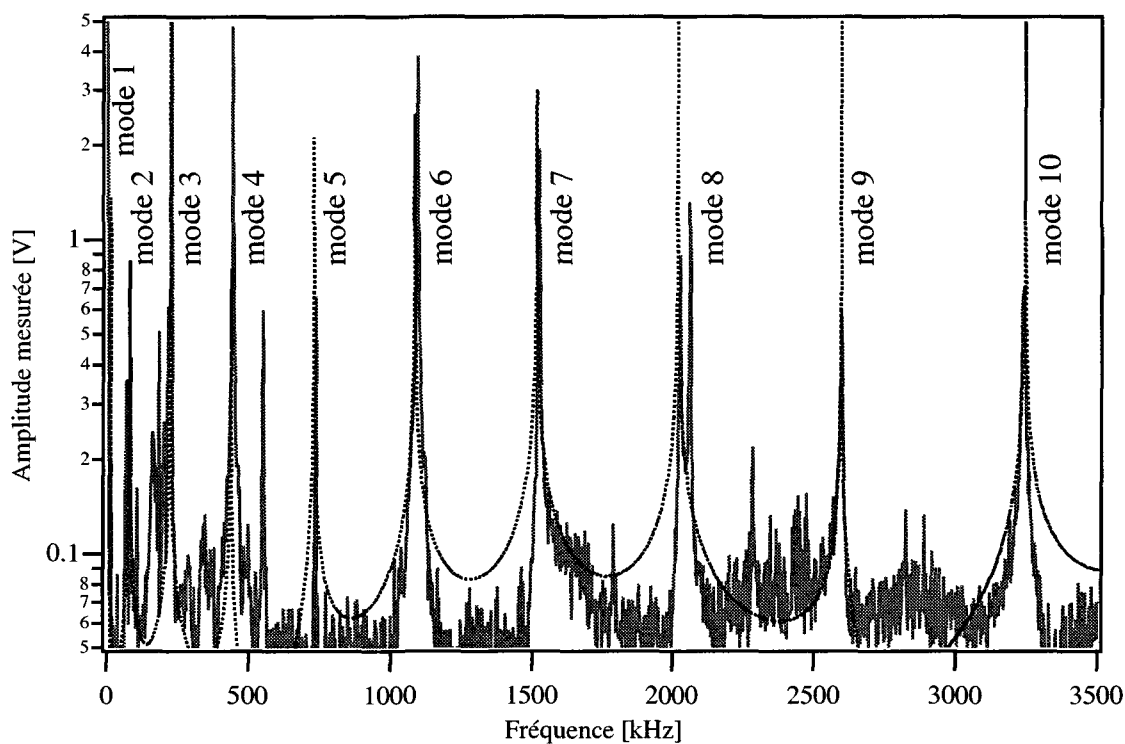


Figure VII-53 : Spectre libre du levier entre 1 et 3500 kHz, mesuré sans détecteur synchrone. L'ajustement obtenu avec le modèle, en traitillés, est excellent pour les dix premiers modes vibratoires.

Sur la figure suivante (figure VII-54), les modes neuf et dix en contact sur les deux matériaux sont présentés, en compagnie des ajustements réalisés à l'aide du modèle. Comme pour tous les autres spectres présentés dans ce chapitre, l'accord entre la mesure et le modèle est meilleur qu'au pourcent. Les valeurs de rigidités normales du contact obtenues pour les deux matériaux sont 650 N/m pour le NiTi et 350 N/m pour l'époxy. L'amortissement n'a pas été ajusté dans le modèle, en raison du rapport signal sur bruit assez faible, spécialement pour le NiTi, qui rend aléatoire la détermination de ce paramètre (contrairement aux autres spectres, l'échelle d'amplitude est ici linéaire).

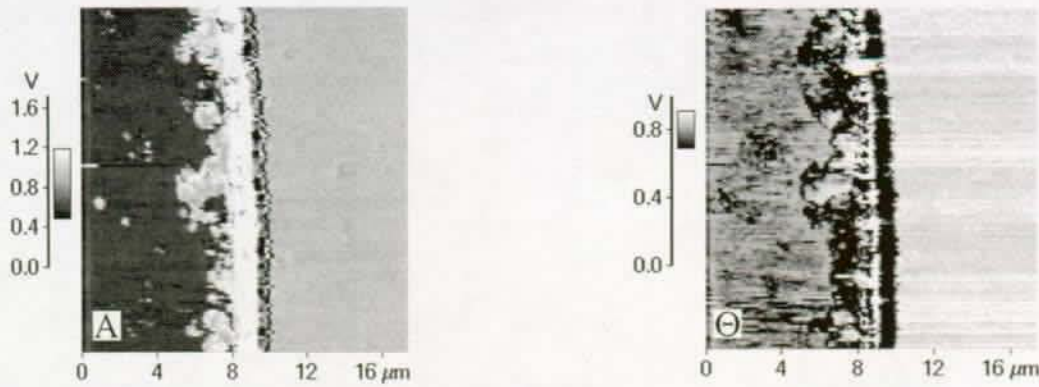


Figure VII-56 : Images d'amplitude et de déphasage acoustique mesurées à 3.25 MHz. La fibre de NiTi est à gauche sur les images. On distingue clairement des débris d'époxy emportés sur la fibre lors du polissage. Le rapport signal sur bruit est excellent et de nombreux détails sont visibles.

Deux séries d'images acoustiques, à 3.25 MHz et à 3.3 MHz, ont été acquises successivement. Elles sont présentées aux figures VII-56 et VII-57 respectivement. D'après les spectres de la figure VII-54, on s'attend à observer une inversion de contraste sur les images d'amplitude dans cette plage fréquentielle, ce qui est le cas. Aucune information sur les images de déphasage n'est disponible, en raison du mode d'acquisition des spectres, qui ne faisait pas appel à un détecteur synchrone. Il faut noter ici que l'image d'amplitude à 3.25 MHz est beaucoup plus riche en détails que celle à plus haute fréquence, quand bien même son contraste est inversé par rapport à celui qui est couramment recherché dans les images de type SLAM, à savoir clair=rigide et sombre=compliant. On distingue en effet très clairement la présence de débris d'époxy sur la fibre de NiTi, à proximité de l'interface. Ces déchets ont été arrachés lors du polissage et sont identifiables à leur contraste, similaire à celui de la matrice d'époxy. Ce contraste n'est pas exactement le même, en raison de la faible épaisseur de ces débris; leurs propriétés mécaniques apparaissent ainsi intermédiaires entre celles de l'époxy et celles du NiTi.

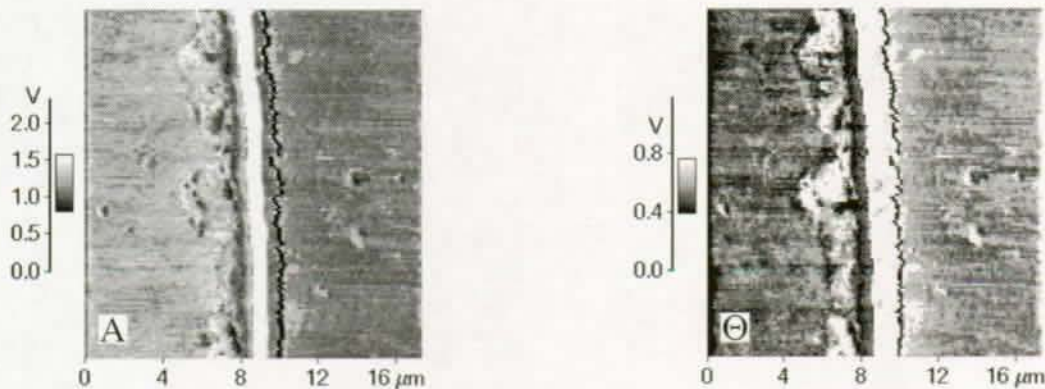


Figure VII-57 : Images d'amplitude et de déphasage acoustique mesurées à 3.3 MHz. Le contraste de l'image d'amplitude est inversé par rapport à la mesure précédente. Il correspond au contraste couramment observé en SLAM, avec le matériau le plus rigide apparaissant en clair. Le rapport signal sur bruit est moins bon, et on ne distingue plus les débris d'époxy sur la fibre.

5.3 Résumé des observations

L'étude de cet échantillon composite, aux propriétés mécaniques mixtes (dur et peu dissipatif pour le NiTi et compliant et dissipatif pour l'époxy), confirme les observations réalisées sur les échan-

tillons précédents. En plus, on observe la grande importance du choix de la fréquence d'excitation pour l'observation d'une couche mince molle sur un substrat dur (les débris d'époxy sur la fibre de NiTi).

Les différents problèmes soulevés au chapitre VII sont étudiés dans ce chapitre, qui présente également les perspectives futures du spectromètre mécanique local. Plus largement, les applications potentielles de la détection stroboscopique sont également évoquées.

1. Remarques générales

L'intérêt principal de la spectrométrie mécanique locale à fréquence variable est la possibilité d'acquérir les spectres fréquentiels en un point précis de l'échantillon, avant de prendre une image. Cet avantage apparaît clairement au paragraphe VII-5, page 144, puisque le critère de choix de la fréquence d'excitation n'obéit plus qu'à des considérations visuelles: à quelle fréquence l'image est-elle la meilleure? Il n'est ainsi plus nécessaire de forcément choisir une fréquence supérieure à la plus haute fréquence de résonance en contact du système, comme cela se faisait pour le SLAM, pour être en mesure d'interpréter les images obtenues. Ceci est également mis en évidence à la figure VIII-1 qui montre des images acoustiques d'amplitude (a et c) et de déphasage (b et d) obtenues à 1680 et 1720 kHz. L'inversion de contraste observée tant sur les images d'amplitude que de phase est reproduite fidèlement sur les spectres mesurés auparavant, et présentés à la figure VIII-2.

Combiné au modèle développé au chapitre VI, le spectromètre local permet une analyse semi-quantitative des propriétés mécaniques de n'importe quel échantillon, comme cela a été démontré tout au long du chapitre VII. La détermination du module élastique nécessite la connaissance préalable de la surface de contact, ainsi que de la force réelle d'interaction entre la pointe et la surface. Néanmoins, la raideur normale du contact, déterminée à l'aide des modes vibratoires supérieurs, offre déjà une mesure des propriétés élastiques des échantillons étudiés.

L'étude de l'amortissement sur une large gamme fréquentielle est également possible, comme démontré au paragraphe VII-2, page 114.

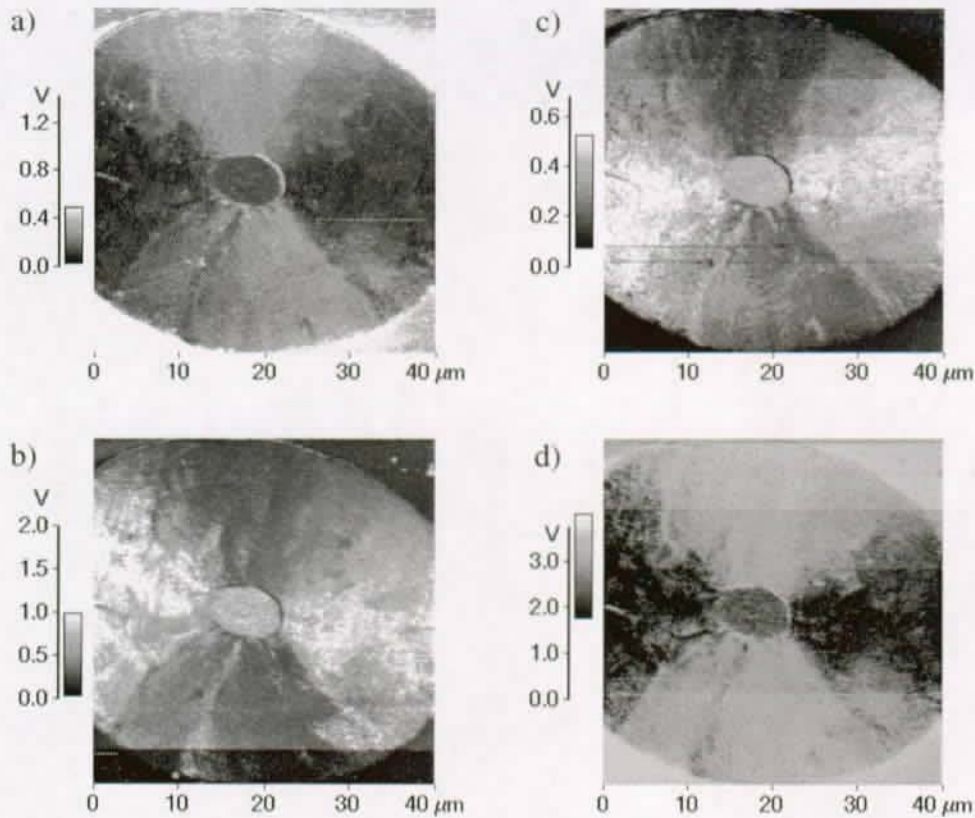


Figure VIII-1 : Images acoustiques du composite carbone-carbone. a) et b), amplitude et phase, respectivement, acquises à 1680 kHz. c) et d), amplitude et phase, respectivement, acquises à 1720 kHz.

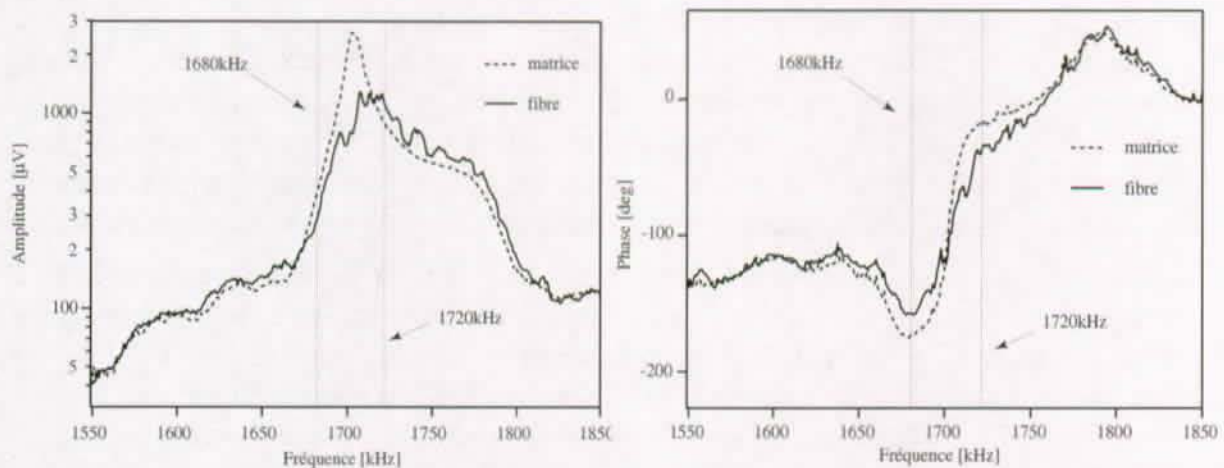


Figure VIII-2 : Spectres d'amplitude et de phase mesurés sur la matrice et sur la fibre. Les inversions de contraste observées sur les images (figure VIII-1) sont en accord avec les courbes présentées ici.

2. Grandeurs accessibles

Le point de départ de ce travail consistait à mettre au point un appareil permettant de mesurer quantitativement l'élasticité et l'amortissement de matériaux divers, sur une plage fréquentielle aussi large que possible. Ce but n'est que partiellement atteint, comme discuté aux paragraphes suivants.

2.1 Elasticité

Tout au long du chapitre VII, des valeurs de raideur normale du contact k_n sont obtenues. Comment ces valeurs se comparent-elles aux valeurs tabulées des modules élastiques réduits? Pour mémoire, ces valeurs sont rappelées dans le tableau VIII-1:

| | PVC | PB | WC | Co | HDP55 | HDP56 | HDP58 | NiTi | Epoxy |
|-------------|-----|-----|-----|-----|-------|-------|------------|---|-------|
| k_n [N/m] | 150 | 135 | 280 | 240 | 100 | 200 | <i>130</i> | 650 | 350 |
| E [GPa] | ~3 | ~3 | 700 | 200 | 118 | 133 | 52 | 70 ¹⁷⁰ , 70-98 ¹⁷¹ | ~10 |

Tableau VIII-1 : Raideurs normales k_n et modules élastiques tabulés E pour les échantillons du chapitre VII. Aucune relation immédiate n'apparaît entre les valeurs de module et de raideur. La valeur de k_n pour le HDP58 (en italique) est trop élevée, comme discuté dans le paragraphe VII.4.1, page 137.

Supposons que la mécanique hertzienne s'applique. De plus, choisissons une valeur raisonnable de R, le rayon de la pointe, et de F, la force d'interaction, et calculons les modules élastiques obtenus à partir des valeurs mesurées de k_n . Pour ce faire, on utilise la formule (IV.16):

$$k_n = \sqrt[3]{6FRE^*{}^2},$$

avec $R=2 \cdot 10^{-8}$ m, et $F=1 \cdot 10^{-8}$ N. Les valeurs de E^* obtenues sont rassemblées dans le tableau VIII-2:

| | PVC | PB | WC | Co | HDP55 | HDP56 | HDP58 | NiTi | Epoxy |
|------------------------|-------|-------|--------|--------|-------|-------|--------------|----------------------|--------|
| E^* [GPa] | 17-53 | 14-45 | 43-135 | 34-107 | 9-29 | 26-81 | <i>13-43</i> | 150-470 | 60-190 |
| E^*_{tab} ["] | 3 | 3 | 110 | 78 | 62 | 66 | 37 | 46-56 ¹⁷¹ | 9 |
| $F_{\text{éq}}$ [nN] | 3300 | 2400 | 15 | 18 | 2 | 16 | 13 | 1100 | 4400 |

Tableau VIII-2 : Module réduit mesuré (E^*) et tabulé (E^*_{tab}) pour les différents échantillons étudiés. La troisième ligne ($F_{\text{éq}}$) présente les valeurs de force d'interaction nécessaires pour que $E^*=E^*_{\text{tab}}$. Seuls les trois échantillons les plus durs présentent des valeurs raisonnables de $F_{\text{éq}}$.

Pour les trois échantillons les plus durs (WC, Co et HDP56), un bon accord est obtenu entre valeurs tabulées et mesurées. Les valeurs de force d'interaction nécessaires pour trouver le module tabulé ($F_{\text{éq}}$) sont de l'ordre de 15 à 20 nN, ce qui correspond à la force appliquée par le levier dans chacune des expériences. On peut noter que, pour ces trois échantillons, le module de la pointe est inférieur à celui de la surface. Pour les autres échantillons, ce n'est pas le cas.

Etonnamment, l'accord est également bon pour le HDP58, quand bien même la raideur mesurée du contact est plus élevée qu'elle ne devrait (voir la légende du Tableau VIII-1).

Les valeurs de module réduit obtenues sur les échantillons de PVC, PB, NiTi et Epoxy sont très largement supérieures aux valeurs tabulées (plus ou moins 10 fois trop grandes). Les forces d'interaction qui expliqueraient un tel écart sont de l'ordre de 1 à 5 μN , ce qui correspond à 100 fois la force appliquée par le levier. Même en tenant compte des forces capillaires et de l'adhésion, de telles forces ne sont pas envisageables.

Pour le NiTi, il est possible de justifier l'écart observé par l'activation de la transformation martensitique du NiTi¹⁰⁴, à température ambiante, sous l'effet de la charge appliquée. Des mesures récentes effectuées avec le SMM (voir chapitre II) sur des échantillons de NiTi mettent en évidence un tel effet¹⁷².

Le module réduit mesuré sur le HDP55 est quant à lui beaucoup plus faible que le module tabulé. Des mesures supplémentaires sur cet échantillon seraient nécessaires, afin de comprendre l'origine de cet écart, peut-être d'origine expérimentale (la pointe aurait-elle cassé au cours de la mesure?).

En résumé, on constate que, sur les échantillons durs, le spectromètre mécanique local permet une mesure quantitative du module élastique réduit, en supposant des valeurs raisonnables de la force d'interaction et du rayon de la pointe. Sur les échantillons compliant (polymères ici), la mesure est qualitativement correcte; l'époxy apparaît plus rigide que le PVC, lui-même plus rigide que le PB. Cependant, aucun accord quantitatif n'est obtenu. Pour les échantillons de module intermédiaire (HDP55 et HDP58), il est difficile de conclure; le résultat pour le HDP58 étant faussé par l'initiation d'une empreinte plastique, et celui du HDP55 étant entaché d'un doute.

2.2 Amortissement

La mesure de l'amortissement telle qu'elle est effectuée sur l'échantillon de WC-Co (VII-2, page 114) présente un intérêt certain. L'ordre de grandeur de l'amortissement mesuré est en accord avec les mesures de spectrométrie mécanique globale, de l'ordre de 10^{-3} - 10^{-2} . Néanmoins, le nombre de points de mesure est limité au nombre de modes vibratoires présents dans le spectre, qui est très faible (typiquement inférieur à 10). Afin d'avoir accès à l'amortissement sur toute la plage fréquentielle, avec autant de points de mesure que l'on désire, une approche similaire à celle développée au paragraphe IV-3, page 38 doit être suivie. Il faudrait donc calculer le frottement intérieur à partir de sa définition (IV.7) en introduisant le modèle de la poutre encastree à la place du modèle de la masse ponctuelle. Ce calcul n'a pas été effectué.

3. Imagerie de surface ou sous-surfacique?

L'observation, aux figures VII-33 et VII-34, d'un détail absent de toutes les images obtenues avec des leviers en silicium pose la question de la taille du volume sondé lors de la mesure. En effet, les leviers munis de pointes diamantées sont plus rigides que les leviers en silicium, et leurs pointes ont un rayon de courbure supérieur. Ces deux caractéristiques impliquent que le rayon de contact est plus grand. Ceci est confirmé par la perte de résolution constatée entre les images obtenues avec les leviers en silicium et ceux munis de pointes diamantées. L'influence du rayon de contact sur la profondeur d'échantillon sondée n'a pas, à ma connaissance, été étudiée pour le cas du spectromètre mécanique local. Cependant, cette étude a été réalisée pour le SMM¹⁶⁴. Il en ressort que la profondeur sondée est de l'ordre de 50 fois le rayon de contact.

Dans le cas qui nous intéresse, le rayon de contact, estimé avec la mécanique hertzienne, est de l'ordre de 1 nm pour les leviers en silicium, et de 2 à 3 nm pour les pointes diamantées. Il en découle que le contraste sur les images du spectromètre mécanique local est gouverné par les propriétés des 50 à 100 nm en surface, et que les détails observés sur les figures sus-mentionnées sont des défauts situés environ 100 nm sous la surface.

4. Contraste LFM induit par la vibration du levier

Deux effets principaux de la vibration acoustique appliquée ont été mis en évidence sur le signal LFM. En premier lieu, l'apparition d'un contraste sur les images de frottement a été attribué à un effet de l'amplitude de la vibration (voir paragraphe VII.3.2, page 123). A basse amplitude de vibration, aucun contraste n'est présent, alors qu'à forte amplitude un contraste semblable au contraste acoustique est observé. Une fois encore, le glissement de la pointe sur la surface, activé pour de fortes amplitudes uniquement, est vraisemblablement responsable de cet effet.

Le deuxième effet n'est pas lié à une variation de l'amplitude acoustique, mais bien de la fréquence appliquée (voir paragraphe VII.4.2, page 140). L'observation des modes vibratoires de la zone de film délaminé n'est possible que grâce à la "lubrification ultrasonore" évoquée par Dinelli¹⁷³ dans le cas des mesures UFM.

5. Le microscope stroboscopique: autres applications possibles

Les applications de la détection stroboscopique du mouvement du levier ne se limitent pas à la spectrométrie mécanique locale. Il est possible d'en imaginer une grande variété, allant de la résonance magnétique nucléaire locale¹⁷⁴, au Tapping Mode à très haute fréquence. Cette dernière application est peut-être celle qui est appelée à se développer le plus rapidement. En effet, les développements théoriques récents concernant l'origine du contraste en microscopie à force atomique opérée en mode non-contact démontrent que la sensibilité est meilleure pour de faibles amplitudes de vibration¹⁷⁵⁻¹⁷⁷. Ces faibles amplitudes impliquent des raideurs de levier beaucoup plus grandes que les raideurs actuelles, de l'ordre du kN/m. De telles raideurs signifient que les fréquences de résonance de ces leviers seront très élevées, et qu'il faudra recourir à la détection stroboscopique pour enregistrer leur mouvement.

Suite aux deux thèses réalisées sur ce sujet, le développement du spectromètre mécanique local est maintenant en grande partie terminé. La communauté scientifique dispose dorénavant d'un outil capable de mesurer quantitativement (sur des échantillons durs) les propriétés mécaniques de phases submicroniques. Ce spectromètre mécanique est ainsi parfaitement adapté à l'étude des composites.

De plus, l'élargissement de la plage fréquentielle accessible (plusieurs décades) permet de s'affranchir des problèmes liés au chauffage de l'échantillon. Comme il a été discuté au chapitre IV, le chauffage de l'échantillon est à l'origine de dérives thermiques difficiles à compenser complètement. La sonde elle-même est également fortement influencée par les variations de température. Ainsi, la possibilité d'effectuer une rampe de fréquence est une amélioration notable de la technique (voir annexe-1.4, page 161, pour une justification de l'équivalence fréquence-température).

En parallèle au progrès réalisé dans l'acquisition des données, l'analyse des résultats bénéficie également du développement du nouveau modèle, qui tient compte de la géométrie du système. La mesure quantitative de l'élasticité locale sur des échantillons durs est ainsi rendue possible, alors que la mesure qualitative de cette même quantité est fiable sur une très large gamme d'échantillons, même très mous comme le polybutadiène.

En ce qui concerne la mesure locale de l'amortissement, des progrès restent à faire afin d'être en mesure de calculer le frottement intérieur sur toute la plage fréquentielle accessible, et non plus seulement aux fréquences des modes observés. La voie à suivre pour ce faire est similaire à celle suivie par F. Oulevey dans sa thèse, mais est rendue ardue par la plus grande complexité du modèle utilisé dans ce travail.

Finalement, un des apports majeurs de ce travail est sans doute la détection stroboscopique du mouvement du levier. Cette technique ne se limite en effet pas à une utilisation en spectrométrie mécanique locale, mais a des applications fort diverses, aussi bien pour des techniques déjà bien établies comme le mode de contact intermittent ou le mode non-contact, que pour des techniques de spectrométrie locale qui restent à développer: détection de la polarisation électrique, de la susceptibilité diélectrique, des variations locales du champ magnétique, etc...

ANNEXES

1. Propriétés mécaniques

1.1 Les modes de déformation

a) Définitions

Trois modes de déformation permettent à un matériau soumis à une contrainte d'accommoder celle-ci. A faible contrainte, la déformation du matériau est dite élastique si elle est linéaire, réversible et instantanée. Le coefficient de proportionnalité entre contrainte et déformation est appelé E , le module de Young. Lorsque la contrainte appliquée augmente, une contrainte critique est atteinte, au-delà de laquelle la déformation n'est plus réversible, ni instantanée. On entre alors dans la déformation plastique. Si la contrainte est encore augmentée, le seuil de rupture sera finalement atteint et le matériau se brisera (figure A-1).

A côté de ces deux modes de déformation, il en existe un troisième, caractérisé par une déformation non-instantanée, comme la déformation plastique, mais récupérable, comme la déformation élastique. Ce mode de déformation est appelé la déformation anélastique (figure A-2).

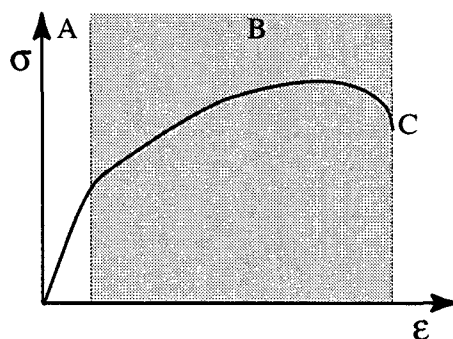


Figure A-1 : Courbe de traction. Trois domaines sont visibles: celui de la déformation élastique (A), de la déformation plastique (B), et la rupture (C).

b) Interprétation phénoménologique

Tout corps est constitué d'un arrangement d'atomes. Si cet arrangement est périodique, sans le moindre défaut, on parle alors d'un cristal parfait. En réalité, tout cristal contient des défauts qui peuvent être ponctuels, à une, deux ou trois dimensions. On parle de défaut ponctuel lorsqu'un atome du cristal est absent (lacune), qu'il est remplacé par un atome d'une autre sorte (impureté subs-

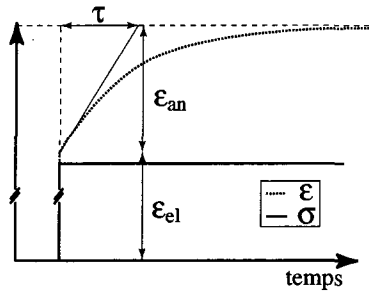


Figure A-2 : La déformation anélastique est caractérisée par son amplitude après un temps infini ϵ_{an}^{∞} et par son temps de relaxation τ .

titutionnelle) ou qu'un atome s'est inséré entre 2 atomes du réseau (impureté interstitielle) (figure A-3).

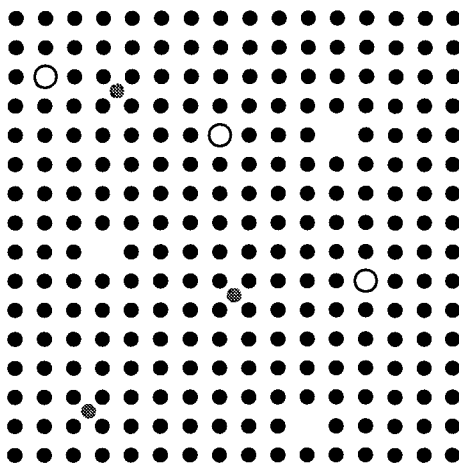


Figure A-3 : Cristal réel. Certains atomes du réseau sont absents (lacunes), d'autres ont été remplacés par des atomes d'un autre type (substitutionnels), et enfin, certains atomes du même type ou d'un autre se sont insérés entre les positions stables du réseau (interstitiels).

Lorsqu'il manque un demi-plan atomique, on ne parle plus de lacune, mais de dislocation. C'est un défaut à une dimension du cristal, qui est crucial dans la compréhension de l'anélasticité. Les défauts de dimension 2 du cristal sont de deux types, les macles et les joints de grain. Les macles sont des zones du cristal, limitées par deux dislocations, dans lesquelles l'arrangement périodique des atomes est différent du reste du cristal. Les précipités sont des défauts de dimension 3.

Si un cristal réel est soumis à une contrainte faible, les liaisons entre atomes du réseau vont être étirées, et reviendront en place dès que la contrainte sera relâchée. C'est la déformation élastique. Au cas où la contrainte serait appliquée pendant un temps suffisamment long, les dislocations vont se déformer, afin d'accommoder cette contrainte. Il n'y a pas encore de mouvement à grande distance des dislocations puisqu'elles sont épinglées par les défauts ponctuels présents dans leur environnement (figure A-4). La déformation associée à cet allongement des dislocations est la déformation anélastique. Quand la contrainte dépasse un certain seuil, enfin, les dislocations commencent à se désancrer des défauts ponctuels, et plus rien n'empêche leur mouvement à longue distance. On est ici en présence de la déformation plastique (figure A-5).

1.2 L'amortissement

Lors de l'étude d'un matériau, la valeur de son module de Young n'est pas la seule quantité intéressante. Les mécanismes de dissipation de l'énergie mécanique fournie à ce matériau sont tout

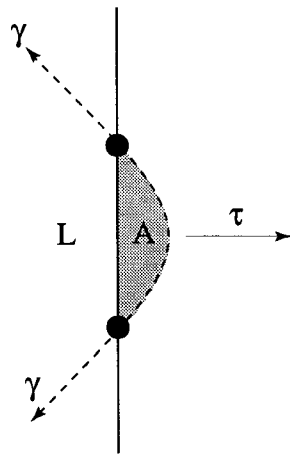


Figure A-4 : Déformation anélastique. Sous l'effet d'une contrainte, le segment de dislocation de longueur L épinglé par 2 défauts ponctuels se déforme. Cette déformation engendre une tension de ligne γ qui ramènera la dislocation à sa position originale lorsque la contrainte aura été relâchée. (A: aire balayée par la dislocation.)

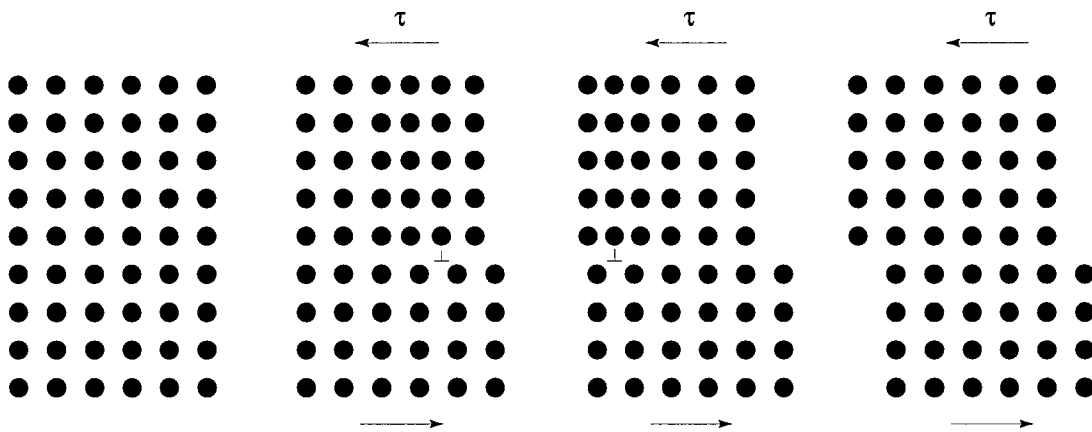


Figure A-5 : Déformation plastique. La contrainte est suffisante pour désancrer la dislocation. Elle est libre de bouger sur une grande distance et d'engendrer ainsi une déformation permanente du cristal.

aussi importants. Ces mécanismes sont décrits par l'amortissement du matériau et sont en général liés à la déformation anélastique. La capacité d'amortissement du matériau est proportionnelle à l'aire balayée par une dislocation soumise à une contrainte (figure A-4). Un matériau très amortissant présentera des dislocations balayant une grande surface, alors que, dans un matériau peu amortissant, les dislocations seront très peu libres.

La connaissance des propriétés amortissantes d'un matériau donné est tout à fait cruciale dans les industries automobiles ou horlogères par exemple. Les uns chercheront des matériaux amortissants, de façon à minimiser les vibrations tandis que les autres seront plus intéressés par des matériaux très peu amortissants, pour réaliser des résonateurs mécaniques entre autres.

1.3 Techniques courantes de mesure des propriétés mécaniques

a) L'essai de traction

Un essai de traction est réalisé sur un échantillon en lui imposant une vitesse de déformation constante, et en mesurant la contrainte nécessaire pour ce faire (figure A-6). Une telle mesure donne accès au module de Young E de l'échantillon (pente à l'origine de la courbe contrainte-déforma-

tion), à la limite élastique σ_{el} (contrainte au-delà de laquelle la plasticité commence), à la contrainte à la rupture σ_R (contrainte maximale supportée par l'échantillon) et à la déformation à la rupture ϵ_R (déformation rémanente après rupture de l'échantillon).

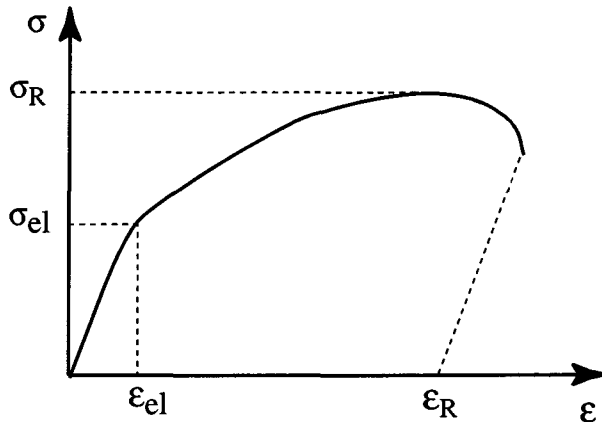


Figure A-6 : Courbe de traction. La vitesse de déformation est imposée et constante. La limite élastique σ_{el} , la contrainte à la rupture σ_R et la déformation à la rupture ϵ_R sont définies sur le graphe.

b) L'essai de fluage

Lors d'un essai de fluage, une contrainte constante est imposée à l'échantillon, et sa déformation est enregistrée au cours du temps (figure A-7). Le stade stationnaire est défini comme celui où la

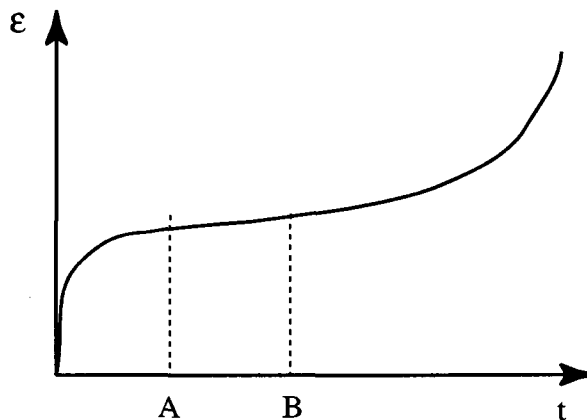


Figure A-7 : Essai de fluage. La contrainte est imposée et constante. Le stade de fluage stationnaire (entre A et B) est celui où la vitesse de déformation est constante.

vitesse de fluage est constante. En mesurant cette vitesse, à différentes températures, l'énergie d'activation du mécanisme principal responsable de la déformation peut être obtenue. De même, la mesure de la vitesse de fluage stationnaire pour différentes valeurs de la contrainte donne accès au volume d'activation du mécanisme principal.

c) Autres essais

De nombreux autres essais mécaniques existent, et permettent chacun de mesurer une, ou plusieurs, propriétés mécaniques. Citons l'essai de dureté, l'essai de fatigue, l'essai de flexion,... Tous ces essais ont un défaut majeur: ils sont destructifs. Après l'expérience, la structure du matériau testé est différente de la structure initiale, quand l'échantillon n'a pas été cassé.

1.4 Mesure dynamique, le spectromètre mécanique

Le spectromètre mécanique a été mis au point afin de mesurer le module de Young et l'amortissement d'un matériau de façon non-destructive. L'échantillon y est soumis à une contrainte cyclique, et sa déformation est mesurée. Les contraintes appliquées sont faibles, afin d'être certain de ne pas occasionner de mouvement à grande distance des dislocations.

Le rapport entre la contrainte et la déformation est une mesure du module élastique de l'échantillon, alors que l'amortissement sera proportionnel à la tangente du déphasage entre contrainte et déformation (figure A-8). Le spectromètre mécanique permet de mesurer ces deux quantités en

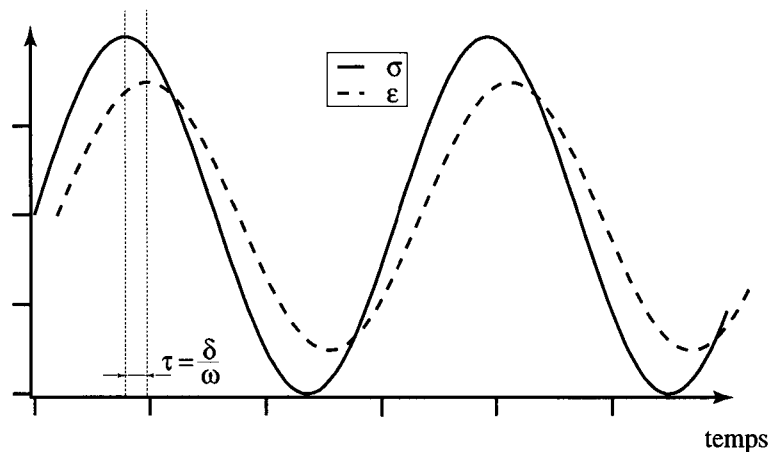


Figure A-8 : Principe de la mesure dans un spectromètre mécanique. Une contrainte cyclique est appliquée à l'échantillon. La déformation de celui-ci ainsi que le déphasage entre contrainte et déformation sont mesurés.

variant la température de l'échantillon, la fréquence d'excitation, ou l'amplitude d'excitation. L'évolution du module et du déphasage en fonction de ces paramètres renseigne sur les mécanismes microscopiques responsables de la déformation anélastique. La connaissance de ces mécanismes est primordiale afin de définir les conditions d'utilisation possibles d'un matériau donné (température, contrainte).

Le spectromètre mécanique est tout particulièrement adapté à l'étude des mécanismes de relaxation dans les matériaux¹⁷⁸. En effet, une relaxation est caractérisée dans un spectre mécanique par un pic de phase prononcé, associé à une variation de l'amplitude mesurée. La fréquence à laquelle le maximum du pic de phase est enregistré est reliée à la température de l'échantillon, dans le cas d'un mécanisme de relaxation thermiquement activé, par la relation suivante¹⁰⁰:

$$\omega \tau = 1 \quad (\text{IX.1})$$

$$\text{où } \tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_{\text{act}}}{k_B T}\right) \quad (\text{IX.2})$$

avec E_{act} l'énergie d'activation du mécanisme responsable de la relaxation, k_B la constante de Boltzmann et T la température. L'équation (IX.1) présente un grand intérêt, puisqu'elle permet de remplacer une variation de température par une variation de fréquence. En d'autres termes, l'étude d'une relaxation est possible quelle que soit la température à laquelle elle survient et quelle que soit la gamme de température couverte par le spectromètre mécanique: il suffit d'adapter la fréquence d'excitation afin de ramener le pic de phase dans la gamme de températures accessibles.

2. Liste complète des appareils utilisés

2.1 Microscopes à Force Atomique

- Universal, Park Scientific Instruments
- Autoprobe CP, Park Scientific Instruments, tête contact/LFM, Signal Access Module

2.2 Générateurs

- 2 HP33120A, Hewlett-Packard, avec option 001 (Phase-lock Assembly)
- 1 HP3325A, Hewlett-Packard

2.3 Détecteurs Synchrones

- SR844, Stanford Research Systems
- SR850, Stanford Research Systems

2.4 Filtres

- 3 SR560, Stanford Research Systems

2.5 Unité d'acquisition

- HP7500, Hewlett-Packard, avec les modules HP E1353A (16-channel multiplexer) et HP E1364A (switch)

2.6 Mixer

- TAK-5, Industrial Electronics
- 50/97 ZP-10 514, Industrial Electronics

2.7 Thermo-hygromètre

- T870, Dostmann Electronic, avec sortie analogique.

3. Fonction décrivant le comportement du modèle (chapitre VI)

La fonction qui suit est celle qui est utilisée pour tous les fits des spectres, dans les chapitres VI et VII. Elle calcule le module de la pente du levier, à l'endroit où le laser se réfléchit. Les coefficients principaux du modèle sont réunis dans un fichier de variables, appelé w. De nombreuses variables auxiliaires sont introduites en cours de calcul, afin d'obtenir les coefficients A₁ et A₂ décrivant la réponse du levier. Ces deux coefficients, complexes, sont ensuite utilisés pour déterminer la pente de la poutre.

Function poutre_finale(w,f)

Wave w

Variable f

Variable E, alpha, l1, mt, k, rho, a0

Variable alpha1r, alpha1i, alpha2r, alpha2i, alpha3r, alpha4r

Variable beta1r, beta1i, beta2r, beta2i, beta3r, beta4r

Variable gamma1r, gamma2r, gamma3r, gamma4r

Variable delta1r, delta2r, delta3r, delta4r

Variable epsilon1r, epsilon1i, epsilon2r, epsilon2i, epsilon3r, epsilon4r

Variable Br, Bi, Cr, Ci, Dr, Di, Er, Ei, Fr, Fi, Gr, Gi, Hr, Hi

Variable Jr, Ji, Kr, Ki, Lr, Li, Mr, Mi, Nr, Ni, Pr, Pim, Qr, Qi

Variable A1r, A1i, A2r, A2i

E=169e9

alpha=pi/180*w[6]

rho=2330

l1=0.33

mt=5e-13

a0=1e-9

l=w[7]*w[9]^3/12

k=sqrt(sqrt(3*rho/E)*f*4000*pi/w[9])

coefficients du modèle

fréquence

variables accessoires

variables auxiliaires

"

"

"

"

"

"

coefficients A1 et A2 de la réponse

module élastique du levier

angle en radians

densité du levier

centre de masse de la pointe

masse de la pointe

amplitude d'excitation

moment d'inertie

vecteur d'onde

$$\alpha 1r = k^2 * E * I * (-\cos(k * w[11] * w[8]) + \cosh(k * w[11] * w[8]) + w[12] / E / k^3 * (\sin(k * w[11] * w[8]) + \sinh(k * w[11] * w[8]))) + k * w[3]^2 * (w[0] * \sin(\alpha)^2 + w[10] * \cos(\alpha)^2 + mt * 4 * \pi^2 * f^2 * l1) * (-\sin(k * w[11] * w[8]) + \sinh(k * w[11] * w[8]) - w[12] / E / k^3 * (\cos(k * w[11] * w[8]) - \cosh(k * w[11] * w[8]))) + w[3] * (\cos(k * w[11] * w[8]) + \cosh(k * w[11] * w[8]) - w[12] / E / k^3 * (\sin(k * w[11] * w[8]) - \sinh(k * w[11] * w[8]))) * \sin(\alpha) * \cos(\alpha) * (w[10] - w[0])$$

$$\alpha 1i = (-\sin(k * w[11] * w[8]) + \sinh(k * w[11] * w[8]) - w[12] / E / k^3 * (\cos(k * w[11] * w[8]) - \cosh(k * w[11] * w[8]))) * 2 * \pi * f * k * (w[1] * \sin(\alpha)^2 + w[2] * \cos(\alpha)^2) * w[3]^2 + w[3] * (\cos(k * w[11] * w[8]) + \cosh(k * w[11] * w[8]) - w[12] / E / k^3 * (\sin(k * w[11] * w[8]) - \sinh(k * w[11] * w[8]))) * \sin(\alpha) * \cos(\alpha) * (w[2] - w[1]) * 2 * \pi * f$$

$$\beta 1r = k^2 * E * I * (-\cos(k * w[11] * w[8]) - \cosh(k * w[11] * w[8]) + k * w[3]^2 * (w[0] * \sin(\alpha)^2 + w[10] * \cos(\alpha)^2 + mt * 4 * \pi^2 * f^2 * l1) * (-\sin(k * w[11] * w[8]) - \sinh(k * w[11] * w[8])) + w[3] * (\cos(k * w[11] * w[8]) - \cosh(k * w[11] * w[8])) * \sin(\alpha) * \cos(\alpha) * (w[10] - w[0])$$

$$\beta 1i = k * w[3]^2 * 2 * \pi * f * (w[1] * \sin(\alpha)^2 + w[2] * \cos(\alpha)^2) * (-\sin(k * w[11] * w[8]) - \sinh(k * w[11] * w[8])) + w[3] * 2 * \pi * f * (\cos(k * w[11] * w[8]) - \cosh(k * w[11] * w[8])) * \sin(\alpha) * \cos(\alpha) * (w[2] - w[1])$$

$$\gamma 1r = k^2 * E * I * (\cos(k * (1 - w[11]) * w[8]) - \cosh(k * (1 - w[11]) * w[8]))$$

$$\delta 1r = k^2 * E * I * (\sin(k * (1 - w[11]) * w[8]) - \sinh(k * (1 - w[11]) * w[8]))$$

$$\epsilon 1r = -(w[3] * mt * 9.81 * \sin(\alpha) * l1 - a0 * w[12] / 2 * k * (\sin(k * w[11] * w[8]) + \sinh(k * w[11] * w[8])) + k * w[3]^2 * (w[0] * \sin(\alpha)^2 + w[10] * \cos(\alpha)^2 + mt * 4 * \pi^2 * f^2 * l1) * a0 * w[12] / 2 * E / k^3 * (\cos(k * w[11] * w[8]) - \cosh(k * w[11] * w[8])) + w[3] * \sin(\alpha) * \cos(\alpha) * (w[10] - w[0]) * (\sin(k * w[11] * w[8]) - \sinh(k * w[11] * w[8])) * a0 * w[12] / 2 * E / k^3$$

$$\epsilon_{1i} = -(k^3 w[3]^2 \pi^2 f^*(w[1] \sin(\alpha)^2 + w[2] \cos(\alpha)^2) a_0 w[12] / 2 E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8])) + w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha) (w[2] - w[1]) (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8])) a_0 w[12] / 2 E I k^3$$

$$\alpha_{2r} = k^3 E I (\sin(k w[11] w[8]) + \sinh(k w[11] w[8]) + w[12] / E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) + \cosh(k w[11] w[8])) - k^3 w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha) (w[10] - w[0]) (-\sin(k w[11] w[8]) + \sinh(k w[11] w[8]) - w[12] / E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8]))) - (w[0] \cos(\alpha)^2 + w[10] \sin(\alpha)^2 - m t^4 \pi^2 f^2) (\cos(k w[11] w[8]) + \cosh(k w[11] w[8]) - w[12] / E I k^3 (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8])))$$

$$\alpha_{2i} = -2 \pi^2 f^* k^3 w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha) (w[2] - w[1]) (-\sin(k w[11] w[8]) + \sinh(k w[11] w[8]) - w[12] / E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8]))) - 2 \pi^2 f^* (w[1] \cos(\alpha)^2 + w[2] \sin(\alpha)^2) (\cos(k w[11] w[8]) + \cosh(k w[11] w[8]) - w[12] / E I k^3 (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8])))$$

$$\beta_{2r} = k^3 E I (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8]) + k^3 w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha) (w[10] - w[0]) (\sin(k w[11] w[8]) + \sinh(k w[11] w[8])) - (w[0] \cos(\alpha)^2 + w[10] \sin(\alpha)^2 - m t^4 \pi^2 f^2) (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8])))$$

$$\beta_{2i} = k^3 \pi^2 f^* w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha) (w[2] - w[1]) (\sin(k w[11] w[8]) + \sinh(k w[11] w[8])) - 2 \pi^2 f^* (w[1] \cos(\alpha)^2 + w[2] \sin(\alpha)^2) (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8]))$$

$$\gamma_{2r} = k^3 E I (\sin(k (1 - w[11]) w[8]) + \sinh(k (1 - w[11]) w[8]))$$

$$\delta_{2r} = k^3 E I (-\cos(k (1 - w[11]) w[8]) + \cosh(k (1 - w[11]) w[8]))$$

$$\epsilon_{2r} = -(m t^9 8.1 \cos(\alpha) - a_0 w[12] / 2 (\cos(k w[11] w[8]) + \cosh(k w[11] w[8])) - k^3 w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha) (w[10] - w[0]) w[12] a_0 / 2 E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8])) - (w[0] \cos(\alpha)^2 + w[10] \sin(\alpha)^2 - m t^4 \pi^2 f^2) w[12] a_0 / 2 E I k^3 (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8])))$$

$$\epsilon_{2i} = -(k^3 w[3] \sin(\alpha) \cos(\alpha)^2 \pi^2 f^* (w[2] - w[1]) w[12] a_0 / 2 E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8])) - 2 \pi^2 f^* (w[1] \cos(\alpha)^2 + w[2] \sin(\alpha)^2) (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8])) w[12] a_0 / 2 E I k^3$$

$$\alpha_{3r} = \cos(k w[11] w[8]) + \cosh(k w[11] w[8]) - w[12] / E I k^3 (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8]))$$

$$\beta_{3r} = \cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8])$$

$$\gamma_{3r} = -\cos(k (1 - w[11]) w[8]) - \cosh(k (1 - w[11]) w[8])$$

$$\delta_{3r} = -\sin(k (1 - w[11]) w[8]) - \sinh(k (1 - w[11]) w[8])$$

$$\epsilon_{3r} = -a_0 w[12] / E I / 2 k^3 (\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8]))$$

$$\alpha_{4r} = -\sin(k w[11] w[8]) + \sinh(k w[11] w[8]) - w[12] / E I k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8]))$$

$$\beta_{4r} = -\sin(k w[11] w[8]) - \sinh(k w[11] w[8])$$

$$\gamma_{4r} = -\sin(k (1 - w[11]) w[8]) + \sinh(k (1 - w[11]) w[8])$$

$$\delta_{4r} = \cos(k (1 - w[11]) w[8]) + \cosh(k (1 - w[11]) w[8])$$

$$\epsilon_{4r} = -a_0 w[12] / E I / 2 k^3 (\cos(k w[11] w[8]) - \cosh(k w[11] w[8]))$$

$$M_r = \epsilon_{2r} \delta_{1r} - \delta_{2r} \epsilon_{1r}$$

$$M_i = \epsilon_{2i} \delta_{1r} - \delta_{2r} \epsilon_{1i}$$

$$N_r = \gamma_{2r} \delta_{1r} - \gamma_{1r} \delta_{2r}$$

$$P_r = \alpha_{2r} \delta_{1r} - \delta_{2r} \alpha_{1r}$$

$$P_{im} = \alpha_{2i} \delta_{1r} - \delta_{2r} \alpha_{1i}$$

$$Q_r = \beta_{2r} \delta_{1r} - \delta_{2r} \beta_{1r}$$

$$Q_i = \beta_{2i} \delta_{1r} - \delta_{2r} \beta_{1i}$$

$$B_r = M_r / N_r$$

$$B_i = M_i / N_r$$

$$C_r = P_r / N_r$$

$$C_i = P_{im} / N_r$$

$$D_r = Q_r / N_r$$

$$D_i = Q_i / N_r$$

$$J_r = \epsilon_{3r} \delta_{1r} - \delta_{3r} \epsilon_{1r} + B_r (\delta_{3r} \gamma_{1r} - \gamma_{3r} \delta_{1r})$$

$$\begin{aligned}
J_i &= -\delta_{3r} \epsilon_{li} + B_i (\delta_{3r} \gamma_{lr} - \gamma_{3r} \delta_{lr}) \\
K_r &= \beta_{3r} \delta_{lr} - \delta_{3r} \beta_{lr} + D_r (\delta_{3r} \gamma_{lr} - \gamma_{3r} \delta_{lr}) \\
K_i &= -\delta_{3r} \beta_{li} + D_i (\delta_{3r} \gamma_{lr} - \gamma_{3r} \delta_{lr}) \\
L_r &= \alpha_{3r} \delta_{lr} - \delta_{3r} \alpha_{lr} + C_r (\delta_{3r} \gamma_{lr} - \gamma_{3r} \delta_{lr}) \\
L_i &= -\delta_{3r} \alpha_{li} + C_i (\delta_{3r} \gamma_{lr} - \gamma_{3r} \delta_{lr}) \\
E_r &= (J_r K_r + J_i K_i) / (K_r^2 + K_i^2) \\
E_i &= (J_i K_r - J_r K_i) / (K_r^2 + K_i^2) \\
F_r &= (L_r K_r + L_i K_i) / (K_r^2 + K_i^2) \\
F_i &= (L_i K_r - L_r K_i) / (K_r^2 + K_i^2)
\end{aligned}$$

$$G_r = \epsilon_{4r} - \beta_{4r} E_r - \gamma_{4r} B_r + \gamma_{4r} (D_r E_r - D_i E_i) - \delta_{4r} / \delta_{lr} (\epsilon_{lr} - (\beta_{lr} E_r - \beta_{li} E_i) - \gamma_{lr} B_r + \gamma_{lr} (D_r E_r - D_i E_i))$$

$$G_i = -\beta_{4r} E_i - \gamma_{4r} B_i + \gamma_{4r} (D_i E_r + D_r E_i) - \delta_{4r} / \delta_{lr} (\epsilon_{li} - (\beta_{lr} E_i + \beta_{li} E_r) - \gamma_{lr} B_i + \gamma_{lr} (D_i E_r + D_r E_i))$$

$$H_r = \alpha_{4r} - \beta_{4r} F_r - \gamma_{4r} C_r + \gamma_{4r} (D_r F_r - D_i F_i) - \delta_{4r} / \delta_{lr} (\alpha_{lr} - (\beta_{lr} F_r - \beta_{li} F_i) - \gamma_{lr} C_r + \gamma_{lr} (D_r F_r - D_i F_i))$$

$$H_i = -\beta_{4r} F_i - \gamma_{4r} C_i + \gamma_{4r} (D_i F_r + D_r F_i) - \delta_{4r} / \delta_{lr} (\alpha_{li} - (\beta_{lr} F_i + \beta_{li} F_r) - \gamma_{lr} C_i + \gamma_{lr} (D_i F_r + D_r F_i))$$

$$A_{1r} = (G_r H_r + G_i H_i) / (H_r^2 + H_i^2)$$

partie réelle de A1

$$A_{1i} = (G_i H_r - G_r H_i) / (H_r^2 + H_i^2)$$

partie imaginaire de A1

$$A_{2r} = E_r - (F_r A_{1r} - F_i A_{1i})$$

partie réelle de A2

$$A_{2i} = E_i - (F_r A_{1i} + F_i A_{1r})$$

partie imaginaire de A2

return

$$\begin{aligned}
& k/a_0 w[5] \sqrt{(A_{1r} (-\sin(w[4] k w[8]) + \sinh(w[4] k w[8])) - w[12] / E / k^3 (\cos(w[4] k w[8]) - \cosh(w[4] k w[8]))) + A_{2r} (-\sin(w[4] k w[8]) - \sinh(w[4] k w[8])) + w[12] / 2 E / k^3 (\cos(w[4] k w[8]) - \cosh(w[4] k w[8])) * a_0^2 + (A_{1i} (-\sin(w[4] k w[8]) + \sinh(w[4] k w[8])) - w[12] / E / k^3 (\cos(w[4] k w[8]) - \cosh(w[4] k w[8]))) + A_{2i} (-\sin(w[4] k w[8]) - \sinh(w[4] k w[8]))^2} \\
& \text{module de la pente au point} \quad \epsilon L
\end{aligned}$$

End

coefficients du modèle:

- w[0]=k_n
- w[1]=γ_n
- w[2]=γ_{lat}
- w[3]=l_{tip}
- w[4]=ε
- w[5]=facteur de normalisation
- w[6]=α
- w[7]=a
- w[8]=L
- w[9]=b
- w[10]=k_{lat}
- w[11]=β
- w[12]=k_p

BIBLIOGRAPHIE

1. Progin, O., G. Gremaud, and W. Benoit, *Low Temperature Mechanical Loss Spectroscopy of 5N and 6N Lead*. J. Alloys Compounds, 1994. **211/212** : p. 128-131.
2. Mayencourt, C. and R. Schaller. *Development and characterisation of a new high damping composite: Mg₂Si/Mg*. in ICCM. 1996. Gold Coast (Australia).
3. Carreño-Morelli, E., A.A. Ghilarducci, and S.E. Urreta, *Dislocation pinning in a low dose neutron irradiated Al-Mg-Si industrial alloy*. Phil. Mag. (a), 1999. **79** (2): p. 293-304.
4. Mari, D., *Déformation à haute température des composites WC-Co*, thèse de doctorat, 1991, EPFL: Lausanne.
5. Oulevey, F., *et al. Phase transitions in polymers: Towards dynamic mechanical analysis with submicrometer spatial resolution*. in EPS : Surfaces and interfaces in polymers and composites. 1997. Lausanne: European Physical Society.
6. Oulevey, F., *Cartographie et spectrométrie des propriétés mécaniques à l'échelle nanométrique par microscopie acoustique en champ proche*, thèse de doctorat, 1999, EPFL: Lausanne.
7. Synge, E.H., *A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region*. Phil. Mag., 1928. **6**: p. 356-362.
8. Ash, E.A. and G. Nicholls, *Super-resolution Aperture Scanning Microscope*. Nature, 1972. **237** (June 30): p. 510-512.
9. Binnig, G., *et al.*, *Tunneling through a controllable vacuum gap*. Appl. Phys. Lett., 1981. **40** : p. 178-80.
10. Binnig, G., *et al.*, *Surface studied by scanning tunneling microscopy*. Phys. Rev. Lett., 1982. **49** (1): p. 57-61.
11. Chen, C.J., *Introduction to Scanning Tunneling Microscopy*. 1993, New York: Oxford University Press.
12. Hues, S.M., *et al.*, *Effect of PZT and PMN actuator hysteresis and creep on nanoindentation measurements using force microscopy*. Rev. Sci. Instrum, 1994. **65** (5): p. 1561-65.
13. Newnham, R.E., *Molecular mechanisms in smart materials*. MRS Bulletin, 1997(May): p. 20-34.
14. Bonnell, D.A., ed. *Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy. Theory, techniques and applications*. 1993, VCH publishers: New York, USA.
15. Binnig, G., C.F. Quate, and C. Gerber, *Atomic Force Microscope*. Phys. Rev. Lett., 1986. **56** (9): p. 930-933.
16. Binnig, G., *et al.*, *Atomic resolution with atomic force microscope*. Surf. Sci., 1987. **189/190** : p. 1-6.
17. Cappella, B. and G. Dietler, *Force-distance curves by atomic force microscopy*. Surface Science Reports, 1999. **34** (1-3): p. 1-104.

18. Burnham, N.A., A.J. Kulik, and G. Gremaud, *Tip-Surface Interactions*, in *Procedures in Scanning Probe Microscopy*. 1995, J. Wiley and Sons: New York.
19. Burnham, N.A. and A. Kulik, *Surface forces and adhesion*, in *Handbook of Micro/Nanotribology*, B. Bushan, Editor. 1998, CRC Press: Boca Raton, FL. p. 247-71.
20. Burnham, N.A., R.J. Colton, and H.M. Pollock, *Interpretation of force curves in force microscopy*. *Nanotechnology*, 1993. **4**: p. 64-80.
21. Sarid, D., *Scanning Force Microscopy (with Applications to Electric, Magnetic, and Atomic Forces)*. 1991, New York: Oxford University Press.
22. Mate, C.M., *et al.*, *Atomic-scale friction of a tungsten Tip on a graphite surface*. *Phys. Rev. Lett.*, 1987. **59** (17): p. 1942-45.
23. Griggs, D.A., P.E. Russell, and J.E. Griffith, *Tip-Sample force in scanning probe microscopy in air and vacuum*. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 1992. **10** (4): p. 680-683.
24. Jarvis, S.P., *et al.*, *Tip-surface interactions studied using a force controlled atomic force microscope in ultrahigh vacuum*. *Appl. Phys. Lett.*, 1997. **70** (17): p. 2238-2240.
25. Giessibl, F.J. and B.M. Traftas, *Piezoresistive cantilevers utilized for scanning tunneling and scanning force microscope in ultrahigh vacuum*. *Rev. Sci. Instrum.*, 1994. **65** (6): p. 1923-29.
26. Koga, K. and X.C. Zeng, *Scanning motions of an atomic force microscope tip in water*. *Phys. Rev. Lett.*, 1997. **79** (5): p. 853-856.
27. Putman, C.A.J., *et al.*, *Tapping mode atomic force microscopy in liquid*. *Appl. Phys. Lett.*, 1994. **64** (18): p. 2454-56.
28. Delain, E., *et al.*, *Comparative observations of biological specimens, especially DNA and filamentous actin molecules in atomic force, tunneling and electron microscopes*. *Microsc. Microanal. Microstruct.*, 1992. **3**: p. 457-470.
29. Zhong, Q., *et al.*, *Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy*. *Surf. Sci. Lett.*, 1993. **290** : p. L688-L692.
30. Pérez-Murano, F., *et al.*, *Nanometer-scale oxidation of Si(111) surfaces by tapping mode atomic force microscopy*. *J. Appl. Phys.*, 1995. **78** (11): p. 6797-01.
31. Burnham, N.A., *et al.*, *How does a tip tap?* *Nanotechnol.*, 1996. **8**: p. 67-75.
32. Berg, J. and G.A.D. Briggs, *Nonlinear dynamics of intermittent-contact mode atomic force microscopy*. *Phys. Rev. B*, 1997. **55** (22): p. 14899-14908.
33. Behrend, O.P., *et al.*, *Intermittent contact: tapping or hammering?* *Appl. Phys. A*, 1998. **66** : p. S219-S221.
34. Winkler, R.G., *et al.*, *Imaging material properties by resonant tapping-force microscopy: A model investigation*. *Physica review B*, 1996. **54** (12): p. 8908-12.
35. Betzig, E., *et al.*, *Breaking the diffraction barrier: optical microscopy on a nanometric scale*. *Science*, 1991. **251** (22 mars): p. 1468-1470.
36. Pohl, D.W., W. Denk, and M. Lanz, *Optical stethoscopy: Image recording with resolution $\lambda/20$* . *Appl. Phys. Lett.*, 1984. **44** : p. 651-53.
37. <http://monet.physik.unibas.ch/~tarrach/rsi95/node4.html>
38. Martin, Y. and H.K. Wickramasinghe, *Magnetic imaging by "force microscopy" with a 1000 Å resolution*. *Appl. Phys. Lett.*, 1987. **50** (20): p. 1455-57.
39. Bruland, K.J., *et al.*, *Anharmonic modulation for noise reduction in magnetic resonance force microscopy*. *Rev. Sci. Instrum.*, 1995. **66** (4): p. 2853-2856.
40. Florin, E.-L., *et al.*, *Atomic force microscope with magnetic force modulation*. *Rev. Sci. Instrum.*, 1994. **65** : p. 639-643.

-
41. Martin, Y., D.W. Abraham, and H.K. Wickramasinghe, *High-resolution capacitance measurement and potentiometry by force microscopy*. Appl. Phys. Lett., 1988. **52**(13): p. 1103-1105.
 42. Dinwiddie, R.B., R.J. Pylkki, and P.E. West, *Thermal conductivity contrast imaging with a Scanning thermal microscope*, in *Thermal Conductivity 22*, T.W. Tong, Editor. 1994, Technomics. p. 668-77.
 43. Hammiche, A., et al., *Sub-surface imaging by scanning thermal microscopy*. Meas. Sci. Technol., 1996. **7**: p. 142-50.
 44. Hammiche, A., et al., *Scanning thermal microscopy: subsurface imaging, thermal mapping of polymer blends, and localized calorimetry*. J. Vac. Sci. Technol., 1996. **B 14** (2): p. 1486-91.
 45. Hammiche, A., et al., *Localised Thermal Analysis Using a Miniaturized Resistive Probe*. Rev. Sci. Instrum., 1996. **67** (12): p. 4268-74.
 46. Pollock, H.M., et al., *Interfaces in polymeric systems as studied by CASM - A new combination of localised calorimetric analysis with scanning microscopy*. J. Adhesion, 1998. **67** : p. 217.
 47. Briggs, G.A.D., *Acoustic Microscopy*. 1992: Oxford University Press.
 48. Kulik, A., G. Gremaud, and S. Sathish. *Acoustic microscopy as a polyvalent tool in materials science*. in *Micro 90*. 1990. London: IOP Publishing Ltd.
 49. Atalar, A., *Penetration depth of the scanning acoustic microscope*. IEEE transactions on sonics and ultrasonics, 1985. **SU 32** (2): p. 164-167.
 50. Briggs, G.A.D., *Recent acoustic microscopy - an update*, 1990.
 51. Sinclair, D.A., I.R. Smith, and H.K. Wickramasinghe. *Elastic constants measurements in the acoustic microscope*. in *Ultrasonics symposium*. 1982.
 52. Veters, H.R. and S.B. P. Mayr, Th. Luebben, R. Matthaei, A. Schulz, *Scanning acoustic microscopy in materials characterization*. Scanning electron microscopy, 1985. **3**: p. 981-989.
 53. Kushibiki, J., T. Ueda, and N. Chubachi. *Determination of elastic constants by LFB acoustic microscope*. in *Ultrasonics symposium*. 1987.
 54. Richard, P., G. Gremaud, and A. Kulik. *Thin film adhesion investigations with the acoustic microscope*. in *IEEE International ultrasonics symposium*. 1994. Cannes, France.
 55. Sathish, S., G. Gremaud, and A. Kulik, *Theory of continuous wave scanning acoustic microscope*. Acoustical imaging, 1993. **20** : p. 259-264.
 56. Sathish, S., et al., *V(z) of continuous wave reflection scanning acoustic microscope*. J. Acoust. Soc. Am., 1994. **96** (5): p. 2769-2775.
 57. Weglein, R.D., *SAW dispersion and film-thickness measurement by acoustic microscopy*. Appl. Phys. Lett., 1979. **35** (3): p. 215-217.
 58. Briggs, G.A.D. and O. Kolosov, *Acoustic microscopy for imaging and characterization*. MRS bulletin, 1996(october): p. 30-35.
 59. Sternitzke, M., et al., *Surface mechanical properties of alumina matrix nanocomposites*. Acta Mater., 1997. **45** (10): p. 3963-3973.
 60. Kolosov, O. and K. Yamanaka, *Nonlinear detection of ultrasonic vibrations in an atomic force microscope*. Jpn. J. Appl. Phys., 1993. **32** (8A): p. 22-25.
 61. Yamanaka, K., *Ultrasonic force microscopy*. MRS bulletin, 1996(october): p. 36-41.
 62. Dinelli, F., *Ultrasonic force microscopy: surface elastic properties mapping and stiffness evaluation at a nanoscale level*, thèse de doctorat, Department of Materials, 1999, Oxford University: Oxford.

-
63. Kolosov, O., *et al.*, *Nanoscale imaging of mechanical properties by UFM*, in *Acoustic Imaging*. 1996.
 64. Kolosov, O., *et al.*, *Imaging the elastic nanostructure of Ge islands by ultrasonic force microscopy*. *Phys. Rev. Lett.*, 1998. **81** (5): p. 1046-1049.
 65. Gruverman, A., *et al.*, *Domain structure and polarization reversal in ferroelectrics studied by atomic force microscopy*. *J. Vac. Sci. Technol*, 1995. **B 13** (3): p. 1095-99.
 66. Kolosov, O., *et al.*, *Nanoscale visualization and control of ferroelectric domains by atomic force microscopy*. *Phys. Rev. Lett.*, 1995. **74** (21): p. 4309-4312.
 67. Cretin, B. and F. Stahl, *Scanning microdeformation microscopy*. *Appl. Phys. Lett.*, 1993. **62** (8): p. 829-31.
 68. Cretin, B. and P. Vairac. *Near-field acoustic microscopy: principle and application to sample characterization*. in *International Seminar on Quantitative Microscopy*. 1995. Braunschweig, Germany.
 69. Cretin, B. and P. Vairac, *Measurement of cantilever vibrations with a new heterodyne laser probe: application to scanning microdeformation microscopy*. *Appl. Phys. A*, 1998. **66** : p. S235-38.
 70. Vairac, P., F. Stahl, and B. Cretin. *Scanning microdeformation microscopy transmission and reflection operating modes*. in *Ultrasonics symposium*. 1994. Cannes.
 71. Vairac, P. and B. Cretin. *Scanning microdeformation microscopy using an electromechanical oscillator*. in *Acoustical imaging*. 1995. Florence.
 72. Vairac, P. and B. Cretin, *Scanning microdeformation microscopy in reflection mode*. *Appl. Phys. Lett.*, 1996. **68** (4): p. 461-463.
 73. Rabe, U. and W. Arnold, *Acoustic microscopy by atomic force microscopy*. *Appl. Phys. Lett.*, 1994. **64** (March): p. 1493-1495.
 74. Crozier, K.B., *et al.*, *Thin film characterization by atomic force microscopy at ultrasonic frequencies*. *Appl. Phys. Lett.*, 2000. **76** (14): p. 1950-1952.
 75. Rabe, U., *et al.*, *Nanomechanical surface characterization by atomic force acoustic microscopy*. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1997. **B 15** (4): p. 1506-11.
 76. Kester, E., *et al.* *Measurement of mechanical properties of nanoscaled ferrites using atomic force microscopy at ultrasonic frequencies*. in *Nano'98*. 1998. Stockholm.
 77. Hirsekorn, S., *et al.*, *Measurement of elastic impedance with high spatial resolution using Acoustic Microscopy*. *Appl. Phys. Lett.*, 1995. **67** (6): p. 745-47.
 78. Rabe, U., *et al.*, *Quantitative determination of contact stiffness using atomic force acoustic microscopy*. *Ultrasonics*, 2000. **38** (1-8): p. 430-437.
 79. Kester, E., *et al.*, *Measurement of Young's modulus of nanocrystalline ferrites with spinel structures by atomic force acoustic microscopy*, *J. Phys. Chem. Solids*, 2000. **61** (8) : p. 1275-1284.
 80. Cuberes, M.T., G.A.D. Briggs, and O. Kolosov, *AFM-modes for non-linear detection of ultrasonic vibration*. 1998, Oxford university: Oxford.
 81. Burnham, N.A., *et al.*, *Scanning Local-Acceleration Microscopy*. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 1996. **14** (2): p. 794-99.
 82. Oulevey, F., *et al.* *Mechanical properties studied at the nanoscale using Scanning Local-Acceleration Microscopy (SLAM)*. in *ICIFUAS 11*. 1996. Poitiers (France): Les éditions de physique.
 83. Burnham, N.A., *et al.*, *Materials' properties measurement: Choosing the optimal SPM configuration*. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 1996. **14** (2): p. 1308-12.

-
84. Troyon, M., *et al.*, *Force modulation microscopy for the study of stiff materials*. Nanotechnology, 1997. **8**(4): p. 163-171.
 85. Greenwood, J.A. and K.L. Johnson, *The mechanics of adhesion of viscoelastic solids*. Phil. Mag. A, 1981. **43**(3): p. 697-711.
 86. Calladine, C.R. and J.A. Greenwood, *Line and point loads on a non-homogeneous incompressible half-space*. The quarterly journal of mechanics and applied mathematics, 1978. **31** : p. 507-529.
 87. Hertz, H., *Ueber die Berührung fester elastischer Körper*. J. Reine Angew. Math., 1881. **92** : p. 156-171.
 88. Johnson, K.L., *Contact mechanics*. 1st ed. 1985, Cambridge: Cambridge University Press.
 89. Derjaguin, B.V., V.M. Muller, and Y.P. Toporov, *Effect of Contact Deformations on the Adhesion of Particles*. J. Coll. Interface Sci., 1975. **53** : p. 314-26.
 90. Tabor, D., *Surface Forces and Surface Interactions*. Journal of Colloid and Interface Science, 1977. **58** (1): p. 2-13.
 91. Israelachvili, J., *Intermolecular and Surface Forces*. 2nd ed. 1991, London: Academic press.
 92. Johnson, K.L., K. Kendall, and A.D. Roberts, *Surface Energy and the Contact of Elastic Solids*. Proc. R. Soc. London, 1971. **A324** : p. 301-13.
 93. Landman, U. and W.D. Luedtke, *Nanomechanics and dynamics of tip-substrate interactions*. 1991. J. Vac. Sci. Technol. **B** (9): p. 414-423.
 94. Maugis, D., *Adhesion of spheres: The JKR-DMT Transition using a Dugdale model*. J. Colloid Interface Sci., 1992. **150** (1): p. 243-69.
 95. Maugis, D. and B. Gauthier-Manuel, *The JKR-DMT transition in presence of a liquid meniscus*. J. Adhesion Sci. Technol., 1994. **8**(11): p. 1311-22.
 96. Burnham, N.A., *et al.* *A beginner's guide to LPM materials properties measurements*. in *NATO ASI on micro/nanotribology*. 1996. Lisbon: Kluwer Academic Publishers, Netherlands.
 97. Chilla, E., T. Hesjedal, and H.-J. Fröhlich, *Scanning acoustic force microscope detection of SAWs*. Ultrasonics symposium, 1994: p. 363-366.
 98. Oulevey, F., *et al.* *Spectroscopie mécanique locale: vers une analyse thermomécanique à l'échelle submicronique*. in *Imagerie des polymères*. 1998. Nancy (France).
 99. Oulevey, F., *et al.*, *Local mechanical spectroscopy with nanometer scale lateral resolution*. Rev. Sci. Instrum., 1998. **69** (5): p. 2085-2094.
 100. Nowick, A.S. and B.S. Berry, *Anelastic relaxation in crystalline solids*. 1972, New York: Academic Press.
 101. Mayencourt, C., *Relaxation des contraintes d'interface dans les composites à matrice magnésium étudiée par spectroscopie mécanique*, thèse de doctorat, 1999, EPFL: Lausanne.
 102. Ward, I.M. and D.M. Hadley, *An Introduction to the Mechanical Properties of Solid Polymers*. 1993, Chichester, West Sussex, England: John Wiley & sons.
 103. Oulevey, F., *et al.*, *Dynamic Mechanical Analysis at the submicron scale*. Polymer Communications, 1999. **41** (8): p. 3087-3092.
 104. Mari, D., *et al.*, *Martensitic transformation of NiTi and NiTi-TiC composites*. J. Phys. IV, 1995. **5**: p. C8-659-664.
 105. Zhao, J.-C. and M.R. Notis, *Kinetics of the FCC to HCP phase transformation and the formation of martensite in pure cobalt*. Scripta metall. mater., 1995. **32** (10): p. 1671-1676.
 106. Oulevey, F., *et al.*, *Martensitic transformation of NiTi studied at the nanometer scale by local mechanical spectroscopy*. Scripta Mater., 1999. **42** (1): p. 31-36.

-
107. Mari, D. and D.C. Dunand, *NiTi and NiTi-TiC composites: Part I. Transformation and thermal cycling behavior*. Metal. Mater. Trans. A, 1995. **26A** : p. 2833-47.
 108. Fukami-Ushiro, K.L., D. Mari, and D.C. Dunand, *NiTi and NiTi-TiC composites: Part II. Compressive mechanical properties*. Metal. Mater. Trans. A, 1996. **27A** : p. 183-91.
 109. Dunand, D.C., *et al.*, *Neutron diffraction study of NiTi during compressive deformation and after shape-memory recovery*. J. Phys. IV, 1995. **5**: p. C8-653-668.
 110. Hirsekorn, S., U. Rabe, and W. Arnold, *Theoretical description of the transfer of vibrations from a sample to the cantilever of an atomic force microscope*. Nanotechnology, 1997.
 111. Rabe, U., K. Janser, and W. Arnold, *Vibrations of free and surface-coupled AFM cantilevers: Theory and experiment*. Rev. Sci. Instrum., 1996. **67** (9): p. 3281-3293.
 112. Nakano, S., R. Maeda, and K. Yamanaka, *Evaluation of the elastic properties of a cantilever using resonant frequencies*. Jpn. J. Appl. Phys. Part 1, 1997. **36** (5B): p. 3265-3266.
 113. Tonck, A., J.-L. Loubet, and J.-M. Georges, *Indentation curves of surface films*. ASLE Transactions, 1985. **29** (4): p. 532-538.
 114. Greenwood, J.A. and J.H. Tripp, *The elastic contact of rough spheres*. Trans. ASME, Series E, Journal of Applied Mechanics, 1967. **34** (March 1967): p. 153-159.
 115. Johnson, K.L., *Non-Hertzian contact of elastic spheres*, in *The Mechanics of Contact between Deformable Bodies*, d.P. Kalker, Editor. 1975, University Press: Delft. p. 26-40.
 116. Greenwood, J.A., *A unified theory of surface roughness*. Proc. R. Soc. Lond., 1984. **A 393** : p. 133-157.
 117. Greenwood, J.A., K.L. Johnson, and E. Matsubara, *A surface roughness parameter in Hertz contact*. Wear, 1984. **100** : p. 47-57.
 118. Berger, C.E.H., *et al.*, *Functional-group Imaging by Adhesion AFM Applied to Lipid Monolayers*. Langmuir, 1995. **11** (Nov.): p. 4188-4192.
 119. Wright, O.B. and N. Nishiguchi, *Vibrational dynamics of force microscopy: effect of tip dimensions*. Appl. Phys. Lett., 1997. **71** (5): p. 626-628.
 120. Mazeran, P.-E. and J.-L. Loubet, *Normal and lateral modulation with a scanning force microscope, an analysis: implication in quantitative elastic and friction imaging*. Trib. Lett., 1999. **7**(4): p. 199-212.
 121. Mazeran, P.-E. and J.-L. Loubet, *Force modulation with a scanning force microscope: an analysis*. Trib. Lett., 1997. **3**: p. 125-32.
 122. Oulevey, F., *et al.*, *Simple Low-Drift Heating Stage for Scanning Probe Microscopes*. Rev. Sci. Instrum., 1999. **70** (3): p. 1889-1890.
 123. Ferry, J.D., *Viscoelastic properties of polymers*. Third ed. 1980, New York: John Wiley & Sons.
 124. Stanford Research Systems, *Modèle SR844*.
 125. Maple V, Release 5, 1998, Waterloo Maple Inc.
 126. Stanford Research Systems, *Modèle SR850*.
 127. Thermomicroscopes, 1171 Borregas Avenue, Sunnyvale, California 94089, USA.
 128. Timoshenko, S.P., D.H. Young, and J. W. Weaver, *Vibration problems in engineering*. 1990: John Wiley & Sons, Inc.
 129. Nayfeh, A.H. and D.T. Mook, *Nonlinear oscillations*. 1979: John Wiley & Sons, Inc.
 130. Sabot, J., P. Krempf, and C. Janolin, *Nonlinear vibrations of a sphere-plane contact excited by a normal load*. Journal of Sound and Vibration, 1998. **214** (2): p. 359-375.

-
131. Thompson, J.M.T. and H.B. Stewart, *Chaotic Motions of an Impacting System*, in *Nonlinear Dynamics and Chaos*. 1991, Wiley.
 132. Crassous, J., E. Charlaix, and J.-L. Loubet, *Nanoscale investigation of wetting dynamics with a surface force apparatus*. *Phys. Rev. Lett.*, 1997. **78** (12): p. 2425-2428.
 133. Mazeran, P.-E., *Microscopie à Force Atomique et Imagerie Mécanique*, thèse de doctorat, 1998, Ecole Centrale de Lyon: Lyon.
 134. Freeman, M.R., *What to do when it's too fast to see: freeze-frame imaging, from racehorses to atoms*. *Physics in Canada*, 1998(March/April 1998): p. 148-157.
 135. Cretin, B., *Communication personnelle*, 2000.
 136. Neumeister, J.M. and W.A. Ducker, *Lateral, normal, and longitudinal spring constant of atomic force microscopy cantilevers*. *Rev. Sci. Instrum.*, 1994. **65** (8): p. 2527-2531.
 137. Sader, J.E., J.W.M. Chon, and P. Mulvaney, *Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers*. *Rev. Sci. Instrum.*, 1999. **70** (10): p. 3967-3969.
 138. Turner, J.A., *et al.*, *High-frequency response of atomic force microscope cantilevers*. *J. Appl. Phys.*, 1997. **82** (3): p. 966-979.
 139. Yamanaka, K. and S. Nakano, *Ultrasonic atomic force microscope with overtone excitation of cantilever*. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 1996. **35** (june): p. 3787-3792.
 140. EHAG, <http://www.ehag.ch>
 141. Coffin, L.J., *Structure-property relations for pyrolytic graphite*. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1964. **47** (10): p. 473-478.
 142. Drobek, T., *et al.*, *Overtone atomic force microscopy studies of decagonal quasicrystal surfaces*. *New Journal of Physics*, 1999. **1**: p. 15.1-15.11.
 143. Vairac, P. and B. Cretin, *Frequency shift of a resonating cantilever in a.c. force microscopy: towards a realistic model*. *Appl. Phys. A*, 1998. **66**: p. S227-S230.
 144. Rabe, U., J. Turner, and W. Arnold, *Analysis of the high-frequency response of atomic force microscope cantilevers*. *Appl. Phys A*, 1997. **66**: p. S277-82.
 145. Yamanaka, K., *et al.*, *Quantitative Material Characterization by Ultrasonic AFM*. *Surf. Interface Anal.*, 1999. **27**: p. 600-606.
 146. Prescott, J., *Applied Elasticity*, New York: Dover Publications.
 147. Rabe, U., *Akustische Kraftmikroskopie im Ultraschallfrequenzbereich*, thèse de doctorat, 1996, Universität des Saarlandes: Saarbrücken.
 148. Mindlin, R.D. and H. Deresiewicz, *Elastic spheres in contact under varying oblique forces*. *Journal of applied mechanics*, 1953: p. 327-344.
 149. Heuberger, M., G. Dietler, and L. Schlapbach, *Mapping the local Young's modulus by analysis of the elastic deformations occurring in atomic force microscopy*. *Nanotechnol.*, 1994. **5**: p. 12-23.
 150. Heuberger, M., G. Dietler, and L. Schlapbach, *Elastic deformation of tip and sample during atomic force microscope measurements*. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1996. **B 14** (2): p. 1250-54.
 151. Vairac, P., *Microscopie acoustique à pointe vibrante: approche quantitative en mode réflexion*, thèse de doctorat, 1996, Université de Franche-Comté: Besançon.
 152. Vairac, P. and B. Cretin, *Electromechanical resonator in Scanning Microdeformation Microscopy: theory and experiment*. *Surf. Interface Anal.*, 1999. **27** (5-6): p. 588-591.
 153. Nanosensors, *Catalogue 1999*.
 154. NT-MDT, *Catalogue 1999*.
 155. Goodfellow, *Catalogue 1998-1999*.

-
156. Topometrix, *Artifacts in SPM*, 1993, Topometrix Corporation.
 157. Cross, G., *et al.*, *Adhesion interaction between atomically defined tip and sample*. Phys. Rev. Lett., 1998. **80** (21): p. 4685-4688.
 158. Yoshizawa, H., Y.L. Chen, and J. Israelachvili, *Mechanisms of interfacial friction 1: relation between adhesion and friction*. J. of Phys. Chem., 1993. **97** : p. 4128 et suivantes.
 159. Lee and Gilmore, J. Mater. Sci., 1982. **17** : p. 2657-2660.
 160. Fuller and Weston, J. Appl. Phys., 1974. **45** : p. 3772-3776.
 161. Niedermann, P., *et al.*, *CVD diamond tips in nanoprobe experiments*. J. Vac. Sci. Technol. A, 1996. **14** (3): p. 1233-36.
 162. Enachescu, M., *et al.*, *Atomic Force Microscopy Study of an ideally hard contact: the diamond(111)/tungsten carbide interface*. Phys. Rev. Lett., 1998. **81** (9): p. 1877-1880.
 163. Nayak, P.R., *Contact vibrations*. Journal of Sound and Vibration, 1972. **22** (3): p. 297-322.
 164. Robert, L. and B. Cretin, *Determination of the observation depth in Scanning Microdeformation Microscopy*. Surf. Interf. Anal., 1999. **27** (5-6): p. 568-571.
 165. Ajayan, P.M., *et al.*, *Growth of carbon micro-trees*. Nature, 2000. **404** (16 March 2000): p. 243.
 166. Odoni, L., thèse de doctorat, 1999, Ecole Centrale de Lyon: Lyon.
 167. Sanchez-Lopez, J.C., *et al.*, *Diamond-like carbon prepared by high-density plasma*. Diamond and Related Materials, 2000. **9**: p. 638-642.
 168. Richard, P., *Etude de l'adhésion de films minces par microscopie acoustique*, thèse de doctorat, 1996, EPFL: Lausanne.
 169. Bataillard, L., *Transformation martensitique multiple dans un alliage à mémoire de forme Ni-Ti*, thèse de doctorat, 1996, EPFL: Lausanne.
 170. Spinner, S. and A.G. Rozner, J. Acoust. Soc. Am., 1966. **40** : p. 1009-1015.
 171. Mellor, B.G., *The science and technology of shape memory alloys*, ed. V. Torra. 1987, Barcelona.
 172. Vairac, P., *Communication personnelle: transformation martensitique du NiTi dans le SMM*, 2000.
 173. Dinelli, F., *et al.*, *Ultrasound induced lubricity in microscopic contact*. Appl. Phys. Lett., 1997. **71** (9): p. 1177-1179.
 174. Marohn, J.A., R. Fainchtein, and D.D. Smith, *Mechanical modulation of sample magnetization in magnetic resonance force microscopy*. J. Appl. Phys., 1999. **86** (8): p. 4619-4625.
 175. Giessibl, F.J., *et al.*, *Calculation of the optical imaging parameters for frequency modulation atomic force microscopy*. Appl. Surf. Sci., 1999. **140** (3-4): p. 352-357.
 176. Giessibl, F.J. and H. Bielefeldt, *Physical interpretation of frequency-modulation atomic force microscopy*. Phys. Rev. B, 2000. **61** (15): p. 9968-9971.
 177. Giessibl, F.J., *Atomic resolution on Si(111)-(7x7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork*. Appl. Phys. Lett., 2000. **76** (11): p. 1470-1472.
 178. Feusier, G., *Etude des propriétés mécaniques à haute température des cermets Ti(C,N)-Mo-Co par mesures de frottement intérieur et par essais de flexion trois points*, thèse de doctorat, 1997, EPFL: Lausanne.

LISTE DES PUBLICATIONS

1. Behrend, O.P., F. Oulevey, D. Gourdon, E. Dupas, A. J. Kulik, G. Gremaud, N. A. Burnham, *Intermittent contact: tapping or hammering?* Appl. Phys. A, 1998. **66** : p. S219-S221.
2. Burnham, N.A., A. J. Kulik, F. Oulevey, C. Mayencourt, D. Gourdon, E. Dupas, G. Gremaud, *A beginner's guide to LPM materials properties measurements.* in NATO ASI on micro/nano-tribology. 1996. Lisbon: Kluwer Academic Publishers, Netherlands.
3. Burnham, N.A., O. P. Behrend, F. Oulevey, G. Gremaud, P.-J. Gallo, D. Gourdon, E. Dupas, A. J. Kulik, *How does a tip tap?* Nanotechnol., 1996. **8**: p. 67-75.
4. Gourdon, D., N. A. Burnham, A. Kulik, E. Dupas, F. Oulevey, G. Gremaud, D. Stamou, M. Liley, Z. Dienes, H. Vogel, C. Duschl, *The dependence of friction anisotropies on the molecular organisation of LB films as observed by AFM.* Tribology Letters, 1997(3): p. 317-324.
5. Oulevey, F., G. Gremaud, A. Sémoroz, A. Kulik, N. A. Burnham, E. Dupas, D. Gourdon, *Local mechanical spectroscopy with nanometer scale lateral resolution.* Rev. Sci. Instrum., 1998. **69** (5): p. 2085-2094.
6. Sternitzke, M., E. Dupas, P. Twigg, B. Derby, *Surface mechanical properties of alumina matrix nanocomposites.* Acta Mater., 1997. **45** (10): p. 3963-3973.
7. Oulevey, F., D. Gourdon, A. Kulik, N. A. Burnham, E. Dupas, G. Gremaud, *Spectroscopie mécanique locale: vers une analyse thermomécanique à l'échelle submicronique.* in *Imagerie des polymères*. 1998. Nancy (France).
8. Hammiche, A., D. M. Price, E. Dupas, G. Mills, A. Kulik, M. Reading, J. M. R. Weaver, H. M. Pollock, *Two new microscopic variants of thermomechanical modulation: SThEM and Dynamic L-TMA (scanning thermal expansion microscopy and dynamic localised thermomechanical analysis).* J. of Microscopy, 2000. **199** (3): p. 180-190.



REMERCIEMENTS

Quatre années de travail pour réaliser une thèse, c'est à la fois très long et très court. Très long parce qu'il m'est souvent arrivé de me retrouver seul au laboratoire, aux prises avec des problèmes qui toujours semblent insolubles et que, dans ces moments-là, la "quille" paraît bien lointaine!

C'est en de telles occasions que l'on apprend à connaître ses collègues de travail. Je tiens donc ici à exprimer mes plus vifs remerciements au Professeur Willy Benoit pour m'avoir accueilli dans son groupe, et pour toutes ses petites remarques, durant ces quatre ans, qui m'ont souvent remis en selle... Dans le même ordre d'idées, il me faut également remercier mon directeur de thèse, Gérard Gremaud, le "théoricien" du groupe. Gérard a toujours répondu avec beaucoup de gentillesse et de compétence aux questions que je lui posais. Enfin, pour ce qui concerne l'encadrement proprement dit de mon travail, je dois mentionner le rôle d'Andrzej Kulik qui est doué d'un optimisme et d'un enthousiasme inébranlables... parfois même un peu trop!

Le docteur Jean-Luc Loubet, chargé de recherches à l'Ecole Centrale de Lyon, a droit ici à une mention spéciale, puisque, sans lui, cette thèse n'aurait pas le visage qu'elle a aujourd'hui. Les nombreuses discussions enrichissantes que nous avons eues m'ont permis de finaliser la mise au point du spectromètre mécanique. Merci Jean-Luc.

Tout au long de mon travail, j'ai pu compter sur les compétences du personnel technique de l'Institut de Génie Atomique, et tout particulièrement celles de Gérald Beney en ce qui concerne la préparation des échantillons. Gérald ne s'est jamais découragé, quelle que soit la difficulté de la tâche que je lui demandais, et les résultats ont toujours été à la hauteur de mes attentes. Bernard Guisolan m'a également été d'une grande aide dans les premiers stades de mon travail pour l'élaboration de nouvelles pièces mécaniques. Finalement, Alessandro Ichino, notre électronicien, mérite également mes remerciements pour m'avoir appris tout ce que je sais en électronique... et pour avoir réparé tout ce que j'ai cassé!

Mes collègues doctorants ont activement contribué à entretenir une bonne ambiance de travail dans l'institut. Merci donc à Corinne, Bolo, Manue, Øystein (c'est juste comme ça?), christine, Vincent, Lise, Philippe, Olivier, Christian, Sybille, Catherine, Michaël, Marc, Omid, Andras, Robert... et j'en oublie sans doute! Enfin, un merci tout spécial aux deux personnes qui m'ont supporté dans notre bureau, Frédéric et Delphine, pour leurs questions, leurs réponses et leur bonne humeur perpétuelle!

CURRICULUM VITAE

Emmanuel Dupas

Né le 31 juillet 1972 à Grenoble, de nationalité française

1996-2000 Assistant à l'Institut de Génie Atomique, EPFL

1991-1996 Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne
Diplôme d'ingénieur physicien en mars 1996

1987-1991 Collège du Sud à Bulle (FR)
Maturité Type C, scientifique

Enseignement

Assistant au cours de physique générale

Assistant au cours de métrologie

Assistant aux travaux pratiques débutants et avancés

Divers

Moniteur de judo