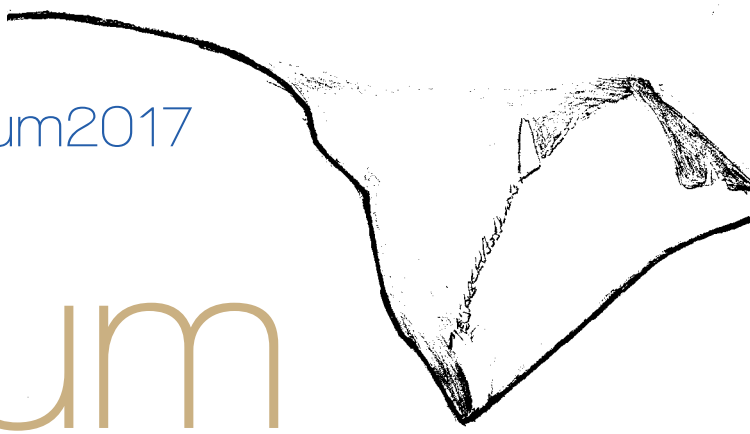
www.sondeslocales.fr/forum2017



Forum

des Microscopies à Sonde Locale

20ème Édition

20 > 24 mars 2017

au Vichy Spa de Juvignac

Avant-propos

Montpellier accueille le Forum pour la deuxième fois après l'édition de 2003 qui avait été un franc succès et suivie de la première édition de l'école Nanosciences inscrite dans le cadre de la formation permanente du CNRS à la Grande Motte. Cette année c'est la 20ème édition ! Après Lille (Sangate, 1998), Grenoble (Autrans, 1999), Paris (Marly le Roy, 2000), Marseille (Aix en Provence, 2001), Mons, Louvin-La-Neuve (Spa, 2002), Montpellier (La Grande Motte, 2003), Toulouse (Bonascre, 2004), Bordeaux (Anglet, 2005), Grenoble (Autrans, 2006), Troyes (Forêt d'Orient, 2007), Marseille (La Londe les Maures, 2008), Lille (Neufchâtel-Hardelot, 2009), Strasbourg-Mulhouse (Mittelwihr, 2010), Lyon (Ecully, 2011), Rennes - Le Mans - Nantes (St Jacut de la Mer, 2012), Mons, Louvin-La-Neuve (Spa, 2013), Toulouse (Montauban 2014), Paris-Troyes (Forêt d'Orient, 2015) et Besançon Belfort Montbéliard (Montbéliard, 2016) le Forum s'ancre dans le midi entre mer et garrigue. La forte participation de notre communauté francophone des sondes locales a une fois de plus montré que cette réunion annuelle rythme notre communauté et est très attendue. Pas moins de 120 participants feront, et nous n'en doutons pas, la pleine réussite de ce Forum. Cet engouement pour le Forum témoigne plus que jamais de sa bonne santé et de son intérêt pour fédérer et structurer la communauté francophone (ou plus exactement franco-limitrophe) des microscopistes « à sonde locale ».

Les objectifs exprimés lors de la genèse du Forum étaient :

- Faire le point sur les récents développements en microscopie à sonde locale.
- Favoriser les échanges interdisciplinaires.
- Faciliter au maximum les contacts entre les participants.

Ils sont toujours d'actualité et sont les garants de la pérennité du Forum.

Cet évènement exceptionnel se devait de se dérouler dans un cadre propice aux échanges scientifiques mais également au bien-être et à l'évasion. Le Vichy SPA de Juvignac situé aux portes de Montpellier, en lieu et place des anciens thermes de la ville s'est naturellement imposé. Tout au long du Forum, les participants pourront également s'imprégner de la culture languedocienne, aussi bien d'un point de vue gastronomique que géographique et culturel au décours de la lecture de ce livret. Une visite des salins d'Aigues-Mortes permettra de découvrir les tables salantes, le fabuleux sel de Camargue et ses eaux roses qui rendent le lieu magique et exceptionnel. Du haut de la camelle vous pourrez apprécier un point de vue extraordinaire sur le plus grand salin de Méditerranée et la ville d'Aigues-Mortes, où vous profiterez d'un temps libre pour la découvrir.

Le comité local, sur la base des travaux du conseil scientifique du Forum, vous propose un programme riche et varié, organisé par sessions thématiques (biologie, mécanique, électrique, optique, auto-organisation, nano-manipulation, non-contact, STM…) autorisant des grands écarts sur les sujets présentés. Cette édition sera constituée de 40 présentations orales ponctuées par deux interventions sur des thématiques locales, « Biologie et nano-mécanique ». Pierre Emmanuel Milhiet nous présentera les principales applications AFM en biologie notamment dans le domaine des membranes ainsi que les stratégies expérimentales mises en place. Olivier Arnould et Philippe Leclère formeront à cette occasion un duo de contact pour faire un point sur le mode « contact résonant » qui permet la mesure en tout point de l'image de la fréquence de résonance, passage obligé pour calculer les constantes élastiques locales du matériau exploré. Comme ils le disent si bien : « Restons en contact ».

Trois sessions posters vous permettront d'apprécier la diversité des thématiques « sondes locales » en parcourant les 35 affiches. C'est un temps fort du forum car il favorise les échanges interdisciplinaires et reste très fructueux pour les nouveaux utilisateurs.

Le Forum ne serait pas « Le Forum » sans ses exposants qui cette année encore seront présents en nombre et qui soutiennent notre communauté tout le reste de l'année (fabricants de microscopes, de sondes et d'instrumentation de pilotage ou de contrôle…). Visitez leur stand durant les pauses et n'hésitez pas à les solliciter pour imager vos échantillons. Une mention spéciale pour nos sponsors, Bruker (tickets boisson) et Scienta Omicron (Prix du meilleur poster).

Enfin nous tenions à remercier l'ensemble des institutions et collectivités locales pour leur soutien financier : la région Occitanie, Montpellier Méditerranée Métropole, l'Université de Montpellier, le labex Numev, l'institut d'électronique et des systèmes, le laboratoire Charles Coulomb, le pôle chimie Balard, l'institut Charles Gerhard, le Centre de Technologie en Micro et nano-électrique de Montpellier, RéMiSoL (CNRS).

Soyez les bienvenus !

Au nom du comité local d'organisation,

Michel Ramonda et Richard Arinéro.

Partenaires

Conseil scientifique

David ALBERTINI	Lyon	Institut des Nanotechnologie de Lyon (INL)
Renaud BACHELOT	Troyes	Laboratoire de Nanotechnologie et d'Instrumentation Optique (LNIO)
Ludovic BELLON	Lyon	Laboratoire de Physique (LP)
Elizabeth BOER-DUCHEMIN	Paris	Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO)
Xavier BOUJU	Toulouse	Le Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES)
Jean-Pierre BUCHER	Strasbourg	Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS)
Jean-Luc BUBENDORFF	Mulhouse	Institut de Science des Matériaux de Mulhouse (IS2M)
Touria COHEN-BOUHACINA	Bordeaux	Laboratoire Ondes et Matière d'Aquitaine (LOMA)
Céline FIORINI	Gif sur Yvette	Laboratoire d'Electronique et nanoPhotonique Organique (LEPO)
Samuel GRESILLON	Paris	Laboratoire Photons Et Matière (LPEM)
Benoît HACKENS	Louvain-la-Neuve (B)	Institute of Condensed Matter and Nanosciences, Nanoscopic Physics (IMCN/NAPS)
Hubert KLEIN	Marseille	Centre Interdisciplinaire de Nanoscience de Marseille (CINaM)
Frank LAFONT	Lille	Institut Pasteur de Lille, CNRS UMR8204, INSERM U1019, Univ. Lille Nord de France
Philippe LECLERE	Mons (B)	Laboratory for Chemistry of Novel Materials (CNM)
Pierre MALLET	Grenoble	Institut NÉEL
Denis MARIOLLE	Grenoble	CEA LETI
Thierry MELIN	Lille	Institut d'Electronique de Microelectronique et de Nanotechnologie (IEMN)
Pierre-emmanuel MILHIET	Montpellier	Centre de Biochimie Structurale (CBS)
Bernard NYSTEN	Louvain la Neuve (B)	Laboratoire de science des polymères (POLY)
Frank PALMINO	Besançon	Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies (FEMTO - ST)
Lionel PATRONE	Toulon	Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence
Agnès PIEDNOIR	Lyon	Institut Lumière Matière (ILM)
Michel RAMONDA	Montpellier	Laboratoire de Microscopie en Champ Proche (LMCP)
Véronique VIE	Rennes	Interactions Cellulaires et Moléculaires
Tomaso ZAMBELLI	Zurich (CH)	Laboratory of Biosensors and Bioelectronics

Comité d'organisation

Michel RAMONDA	CTM - Plateforme de ressources technologiques UM
Richard ARINERO	IES - UM/CNRS
Olivier ARNOULD	LMGC - UM/CNRS
Pascal FALGAYRETTES	IES - UM/CNRS
Pascale GALL-BORRUT	IES - UM/CNRS
Matthieu GEORGE	L2C - UM/CNRS
Pierre-Emmanuel MILHIET	CBS - UM/CNRS/INSERM
Andrea PIARRISTEGUY	ICGM - UM/CNRS
Anne PONTIER	IES - UM/CNRS

Sommaire

Programme p.7

REMISOL p.9

Session 1 Réseau p.13

Session 2 Exposants 1 ..... p.21

Session 3 bio p.31

Session 4 Auto-Organisation p.39

Session 5 Électrique1 ..... p.47

Session 6 Lou vin p.57

Session 7 Exposants 2 ..... P.65

Session 8 Optique p.75

Session 9 NC-AFM p.85

Session 10 Électrique2 ..... p.93

Session 11 Sonde et nano-manipulation p.101

Session 12 Mécanique p.109

Session 13 interaction p.117

Session 14 STM p.125

Session 15 Instrumentale p.133

Posters p.141

Liste des participants p.176

Liste des exposants p.179

Programme

LUNDI 20 MARS

10h Accueil des participants -12h Cocktail déjeunatoire

15h15 RéMisoL
15h35 Session 1 Réseau

16h50 Pause

17h15 Session 2 Exposants 1
18h00 Posters

20h-22h Dîner

MARDI 21 MARS

8h30 Session 3 Bio

10h10 Pause

10h35 Session 4 Auto-Organisation

12h-14h Déjeuner

14h00 Session 5 Electrique 1

15h40 Pause

16h05 Session 6 Lou vin
17h20 Session 7 Exposants 2
18h10 Posters

20h-22h Dîner

MERCREDI 22 MARS

8h30 Session 8 Optique

10h10 Pause

10h35 Session 9 NC-AFM

12h-14h Déjeuner

14h00 Session 10 Electrique 2

15h15 Posters (pause incluse)

17h30 Session 11 sonde et nano-manipulation

20h-22h Dîner

JEUDI 23 MARS

8h30 Session 12 Mécanique

10h10 Pause

10h35 Session 13 interaction

12h-14h Déjeuner

15h00 Excursion les Salins du Midi Aigues-Mortes

18h45 Réunion du Comité Scientifique

20h-22h Dîner de Gala

VENDREDI 24 MARS

8h30 Session 14 STM

9h45 Pause

10h10 Session 15 Instrumentale

11h30 Clôture du Forum

12h-14h Cocktail déjeunatoire

Molière, portrait par Charles Antoine Coype

Molière

« Jean-Baptiste Poquelin est né à Paris. Molière est né à Pézenas », Marcel Pagnol

C'est probablement vers la fin de 1645 que le jeune Jean-Baptiste Poquelin, dit Molière, rejoint, avec quelques comédiens rescapés du naufrage de « L'Illustre Théâtre «, la troupe de Charles Dufresne pour sillonner les routes du Languedoc. Au cours de ces années d'apprentissage, durant lesquelles il devient directeur de la troupe, il apprend son métier d'acteur et perfectionne son jeu comique en jouant devant les publics les plus divers, qui parfois ne comprennent pas le français de la capitale. En 1650, les Etats Généraux du Languedoc se tiennent à Pézenas et la troupe est retenue pour divertir ces messieurs des Etats. Puis, trois ans plus tard, Molière devient Comédien des Etats Généraux et de son Altesse Royale le Prince de Conti, un grand seigneur libertin et amateur de théâtre, qui est le troisième personnage du royaume. Une ère de prospérité s'ouvre pour la troupe, jusqu'à la crise mystique du prince, qui vire à la dévotion sous l'influence de son confesseur, l'abbé Rouquette. C'est la fin de la protection du prince et les comédiens décident de quitter la région. Ces années en Languedoc auront marqué Molière, et certains de ses personnages sont peut-être inspirés par ses rencontres. On a pu dire que Dom Juan, le «grand seigneur méchant homme» avait pour modèle le Prince de Conti, que Tartuffe avait pris certains des traits de l'abbé Rouquette, ou encore que la Comtesse d'Escarbagnas était issue de l'aristocratie méridionale... On raconte aussi que Molière se rendait volontiers dans la boutique du barbier Gély, juste pour le plaisir d'observer les uns et les autres...

La parfaite raison fuit toute extrémité
Et veut que l'on soit sage avec sobriété.
Molière, Le misanthrope

TRISSOTIN - J'ai cru jusques ici que c'était l'ignorance
Qui faisait les grands sots, et non pas la science.
CLITANDRE - Vous avez cru fort mal, et je vous suis garant,
Qu'un sot savant est sot plus qu'un sot ignorant
Molière, Les femmes savantes

RéMiSoL

David ALBERTINI Bilan des actions menées par le réseau des microscopies à sonde locale, RéMiSoL, et perspectives

Bilan des actions menées par le réseau des microscopies à sonde locale, RéMiSoL, et perspectives

Agnès PIEDNOIR, Hubert KLEIN, **David ALBERTINI**

Le réseau RéMiSoL (Réseau des Microscopies à Sonde Locale) propose chaque année de soutenir les actions qui permettent de fédérer des communautés autour du champ proche. Ces actions émanent principalement des besoins des membres du réseau RéMiSoL, mais aussi du besoin d'ouverture aux autres réseaux technologiques du CNRS afin d'apporter à des problématiques particulières, l'éclairage de plusieurs communautés et ainsi faire sauter certains verrous scientifiques et techniques.

Nous proposons, dans un premier temps, de présenter le réseau (rapidement pour les nouveaux) et faire le bilan de ses actions menées avec succès en 2016 :

- Atelier PFM (Lyon)
- Atelier Nanomécanique (Montpellier)
- Atelier KFM (Grenoble)
- Atelier traitement d'images (Mulhouse)

Nous exposerons ensuite les actions que nous comptons mener en 2017 et les pistes que nous voulons lancer pour les années suivantes.

Parmi les actions transversales en 2017, RéMiSoL continue son implication dans deux groupes de travail avec les réseaux RCCM (Réseau des Centre Communs de Microscopies) et RTMFM (Réseau de Microscopie Photonique de Fluorescence Multidimensionnelle). Les problématiques sont les suivantes : le **repositionnement** de la zone d'observation de l'échantillon et enfin l'**utilisation couplée** de la microcopie de fluorescence et de l'AFM. RéMiSoL soutiendra les prochaines actions de ces GT décidées cette année. De plus, RéMiSoL initie plusieurs autres GT sur les sujets suivants : la nanomécanique, les formats d'images, le couplage AFM/MEB et l'interfaçage GxSM.

Notre réseau proposera en 2017 **une journée liquide et polarisation en champ proche** pour réunir la communauté autour de ce thème très spécifique.

RéMiSoL organisera la deuxième édition de l'atelier sur le traitement d'images en microscopie champ proche à Paris. Suite au succès de l'édition qui s'est tenue en juin 2016 à Mulhouse, nous avons décidé de reconduire cette action sous le label ANF (Action Nationale de Formation).

La deuxième édition de l'atelier sur la KFM single pass en suivi de fréquence (DFRT) autour de l'électronique ZI se tiendra à Grenoble sous le label ANF.

RéMiSoL soutient le Forum des microscopies à sonde locale dans son édition de 2017 à Montpellier. RéMiSoL dispose d'un créneau dans une session plénière pour présenter ses activités (sous forme de bilan), se faire connaitre des nouveaux membres du champ proche et leur proposer de rejoindre le réseau, présenter les actions programmées en 2017 et lancer des appels à idées pour 2018. De plus, nous organiserons et animerons une table ronde scientifique afin d'écouter les problématiques du moment et proposer des actions pour y répondre.

Nous proposons un moyen de favoriser/faciliter le transfert de compétences en finançant la mobilité de personnel.

Nous finirons notre exposé par un appel à idée et nous inciterons la communauté à nous payer des verres durant les pauses pour discuter de projets. En effet, **RéMiSoL, c'est vous** ! Votre participation est indispensable.

Leçon de dissection à la faculté de Médecine de Montpellier. Tiré de La Grande Chirurgie, Gui de Chauliac, 1363

Faculté de médecine de Montpellier

De devise Olim Cous nunc Monspeliensis Hippocrates1, la Faculté de médecine de Montpellier est la plus ancienne Faculté de médecine encore en exercice au monde. Fondée en 1220, l'université fut le creuset des savoirs des médecins juifs, arabe et latin. L'université bénéficia de la protection et de l'indulgence des comtes de Toulouse, des rois d'Aragon, des papes puis des rois de France. Aussi célèbre au Moyen Age que les écoles de médecine de Salerne, Padoue Bologne ou Paris, la faculté de médecine de Montpellier conserva toujours une autonomie qui lui permit d'accueillir des étudiants venus de toute l'Europe. En dépit des conflits religieux qui ravagèrent la ville au XVIIe siècle, son pouvoir d'attraction perdura jusqu'à la Révolution, quand près de la moitié des médecins exerçant en France avait obtenu leur diplôme à Montpellier. Un an seulement après sa dissolution par décret du 15 septembre 1793, la faculté renaît de ses cendres et investit l'ancien palais épiscopal qui jouxte la cathédrale Saint Pierre, site historique qui est toujours utilisé par la faculté aujourd'hui.
Parmi les personnalités liées à la Faculté de médecine de Montpellier, on peut citer : les précurseurs Gui de Chauliac et Arnaud de Villeneuve ; des étudiants notables tels que Nostradamus, François Rabelais et Guillaume Rondelet ; d'illustres professeurs comme Pierre-Marie-Auguste Broussonet, Grimaud, Paul-Joseph Barthez et Jean-Antoine Chaptal.
Avec la mise au point du procédé de chaptalisation, ce dernier peut d'ailleurs être considéré comme le père de la vinification moderne. Et comme l'écrivait Rabelais dans le prologue de Gargantua, « Savoir est beuvant et mangeant ».

1 Jadis, Hippocrate était de Cos, maintenant il est de Montpellier

Session 1

Réseau

Lundi 20 Mars / 15h35 - 16h50

Modérateur : Frank LAFONT

Frédéric FOUCHER GT Repositionnement-Relocalisation **PAGE 14**

Alexandra DELVALLEE Intercomparaison de mesures par AFM et MEB sur des réseaux 2D dans le cadre du Club nanoMétrologie **PAGE 16**

Sébastien DUCOURTIEUX Mise en place d'une solution complète pour assurer la traçabilité des mesures dimensionnelles des SPM français **PAGE 18**

GT Repositionnement-Relocalisation

Frédéric FOUCHER[1,a], Isabelle PIGNOT-PAINTRAND[1,2,b], Astrid CANIVET[3,c], Isabelle GILLOT[3,d], Lorena KLEIN[1,e], Adeline MALLET[2,f], Jean-François BERGAMINI[1,g]

[1]RéMiSoL, [2]RCCM, [3]MFM
[a]CBM, CNRS Orléans, [b]Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, LMGP, F-38000 Grenoble, France, [c]CPTP, INSERM-CNRS, Toulouse-Pupran,[d]Univ. Côte d'Azur, INSERM, CNRS, iBV, France, [e]IRCP, CNRS, Paris, [f]Institut Pasteur, Paris, [g]MaCSE,CNRS, Rennes*

L'augmentation constante du nombre de techniques d'imagerie et d'analyse permet maintenant d'obtenir une multitude d'informations complémentaires pour caractériser un échantillon (topographie, microstructure, composition élémentaires, composition moléculaire, cristallographie…). Cependant, la spécificité d'un objet peut impliquer de devoir obtenir toutes les informations sur une seule et même structure, et à différentes échelles. C'est alors qu'interviennent les problèmes de repositionnement et de relocalisation.

Le repositionnement consiste à replacer un objet dans un système de manière reproductible puis à le bouger à l'aide d'une platine de déplacement afin de retrouver une zone particulière déjà étudiée. Il permet de passer d'une technique à une autre sur les systèmes couplant plusieurs méthodes d'analyse. Il peut également être utilisé pour réaliser des analyses sur différents instruments disposant d'une platine calibrée à condition d'avoir préalablement défini un système de coordonnées XY(Z), à partir d'un coin de l'échantillon par exemple. Enfin, il peut être utilisé pour compenser une dérive thermique ou mécanique et rester sur la structure d'intérêt tout au long de l'analyse (repositionnement continu).

Malheureusement, le repositionnement n'est pas toujours possible pour des raisons instrumentales ou parce que l'on cherche à identifier une structure particulière n'ayant pas encore été observée sur l'échantillon étudié. L'approche générale consiste alors à réaliser des images à différentes échelles de façon à disposer de zones de recouvrement suffisamment larges pour pouvoir reconnaitre la zone d'intérêt à partir de structures caractéristiques originelles (trous, fissures…) ou artificielles (gravures, traits de feutre…). On parle alors de relocalisation. Pour faciliter la reconnaissance ou pour additionner des données, il peut être utile de superposer les images obtenues pour les recaler les unes par rapport aux autres en les redimensionnant, en les faisant pivoter, voir en les déformant. Ce recalage d'images peut également être utilisé pour le repositionnement continu.

Afin de réfléchir à ces problématiques, les réseaux RéMiSoL, RCCM et MFM de la mission pour l'interdisciplinarité du CNRS ont créé un groupe de travail (GT) en 2015. Ce GT a organisé une journée de travail de mise en commun des informations sur le repositionnement et la relocalisation à l'Institut Pasteur, à Paris, le 29 Juin 2016, et une table ronde aux journées MiFoBio 2016. Ces journées ont permis de dégager trois principales méthodes de repositionnement et relocalisation :

1- l'utilisation de supports avec repères,
2- les systèmes de déplacements utilisés notamment dans les instruments couplant différentes techniques,
3- le traitement d'image.

De nombreuses solutions permettant la mise en œuvre de ces méthodes ont été présentées : le recalage d'image « manuelle » avec Excel et Gimp, semi-automatique avec Icy et le module easy Cell CLEM, ou avec Registax 6 en utilisation détournée, et automatique avec le module Image Registration App pour MatLab, les modules TrackEM, iTomo et TurboReg pour Image J, et les logiciel Amira et Ilastik, le repositionnement avec des supports particuliers MatTek « Glass bottom dishes », Ibidi µ-dish, Aclar, Sapphir disks, EM finder grids, des lamelles gravées pour Shuttle and Find, des substrats vitreux gravés Argolight ou gravés par ToF-SIMS, des lamelles avec repère, ou encore des techniques telle que celle de la pointe d'aiguille ou des nanoparticules d'or fluorescentes, et enfin les méthodes dédiées au repositionnement Serial EM et NanoMAPS.

Intercomparaison de mesures par AFM et MEB sur des réseaux 2D dans le cadre du Club nanoMétrologie

Alexandra DELVALLEE[1], Sébastien DUCOURTIEUX[1], Christian ULYSSE[2]

[1]*Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE), 29 avenue Roger Hennequin, Trappes (France)*
[2]*Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies (C2N), Marcoussis (France)*

Le club nanoMétrologie [1] (http://club-nanometrologie.fr/) créé en 2011 par le LNE et le C'Nano a organisé en 2014 la première comparaison de mesure de caractéristiques dimensionnelles de réseaux 2D (pas, hauteur). Cette comparaison s'est déroulée entre juin 2014 et décembre 2015. 26 participants provenant du secteur industriel et de laboratoires académiques ont mesuré, avec leurs propres instruments, un étalon de transfert et une structure inconnue. A l'occasion de cette étude, un protocole de mesure a été développé, trois étalons de transfert VLSI ont été approvisionnés et des structures ont spécialement été conçues et produites au LPN (Laboratoire Photonique et Nanostructure, Marcoussis). Le pas de réseau ainsi que la hauteur étaient respectivement d'environ 1,8 µm et 42 nm pour les étalons VLSI et 0,9 µm et 31 nm pour les structures inconnues. L'organisation de la comparaison est détaillée sur la figure 1.

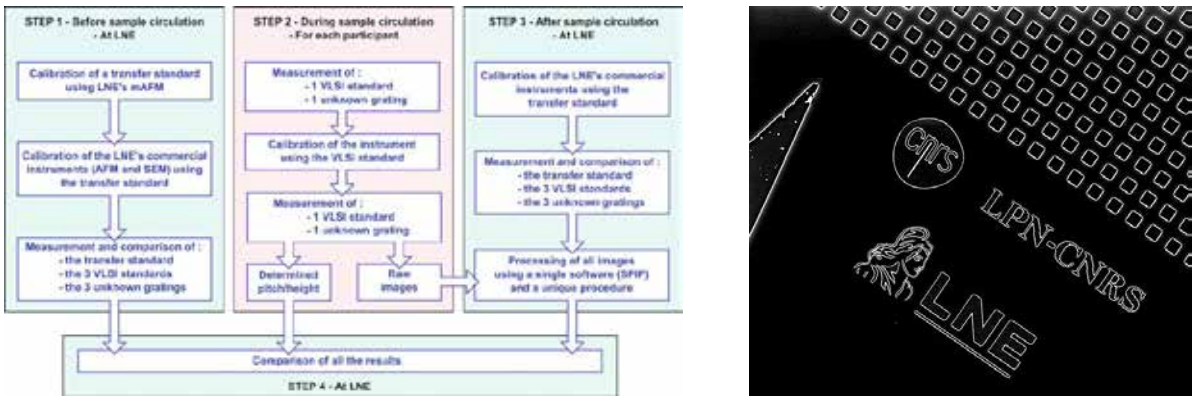


Figure 1 : (gauche) organisation de la comparaison et (droite) structure « inconnue » spécialement réalisée pour la comparaison (collaboration LPN-LNE)

Avant circulation des échantillons, les réseaux ont été caractérisés au LNE en utilisant un AFM et un MEB commerciaux (respectivement Bruker Nanoman V et Zeiss Ultra plus). Les deux instruments avaient été étalonnés auparavant en utilisant un étalon de transfert lui-même caractérisé par l'AFM métrologique du LNE [2]. Toutes les structures, y compris le réseau utilisé pour étalonner les instruments, ont été mesurées et comparées les unes avec les autres.

Après cette étape, les structures ont été envoyées à chaque participant. Le protocole spécifiait les conditions expérimentales pour obtenir les meilleurs résultats mais les participants étaient libres d'adapter le protocole afin d'optimiser la mesure. La démarche consistait à effectuer deux mesures de l'étalon et de l'échantillon. La première permettait d'évaluer l'étalonnage de leurs instruments. Après constatation des éventuels biais de mesure les participants avaient ensuite l'opportunité de les réduire en étalonnant leurs instruments avec la structure VLSI fournie avec un certificat d'étalonnage. La seconde mesure devait permettre d'avoir une vue d'ensemble des capacités des instruments après étalonnage. Chaque participant a dû ensuite fournir une évaluation du pas de réseau et de la hauteur de marche en respectant au maximum le protocole. Les données brutes ont également été collectées (plus de 650 images au total) pour être traitées au LNE par un seul opérateur en suivant une seule méthode de traitement/mesure et en utilisant un seul logiciel (SPIP, Image Metrology) effectué.

Après circulation des réseaux, une nouvelle série de caractérisation a été effectuée au LNE dans le but d'évaluer les possibles dérives des paramètres géométriques notamment dues à la contamination inévitable des structures.

L'exercice, complexe, a permis de mettre en avant la nécessité de définir, à l'échelle nationale, un langage commun autour de la métrologie et nous encourage à poursuive les efforts concernant la sensibilisation aux concepts métrologique et à l'amélioration que la métrologie pourrait apporter aux résultats de mesures obtenus à l'échelle nanométrique.

Références

[1] Khalifa Aguir *et al.*, AFNOR, MET-A-V-90-10, février 2016
[2] S. Ducourtieux *et al.*, Measurement Science and Technology **2011**, 9, 094010

Mise en place d'une solution complète pour assurer la traçabilité des mesures dimensionnelles des SPM français

Sébastien Ducourtieux[1], Younes Boukellal[1], Paul Ceria[1,3], Christian Ulysse[2]

[1] *Laboratoire national de métrologie et d'essai (LNE), Trappes (France)*
[2] *Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies (C2N), Marcoussis (France)*
[3] *Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES-CNRS), Toulouse, France (France)*

Pour assurer la traçabilité des mesures dimensionnelles à l'échelle nanométrique, les utilisateurs de microscope en champ proche doivent étalonner périodiquement leurs instruments. Cet étalonnage s'effectue grâce à des réseaux et des marches étalons dont le pas et la hauteur ont été étalonnés par un AFM dit métrologique. Ces instruments de référence sont disponibles au sein des Instituts Nationaux de Métrologie. En France, c'est le LNE qui a pris en charge le développement d'un tel instrument afin d'assurer la traçabilité des mesures dimensionnelles à l'échelle nanométrique et ainsi promouvoir les activités de nanométrologie.

L'AFM métrologique (mAFM) français [1] est un instrument intégralement développé au LNE et dont les mesures sont directement traçables au Système International d'unités (SI). Il intègre quatre interféromètres différentiels qui mesurent en temps réel la position de la pointe par rapport à l'échantillon. La tête AFM est immobile et fonctionne sur un principe de détection de zéro. Elle utilise un capteur original basé sur un bundle de fibre optique [2-3] pour mesurer les déflexions du cantilever et limiter les sources de température dans l'instrument. L'ensemble des déplacements (60 µm x 60 µm x 15 µm) est assuré par une platine piézo-électrique à lame flexible spécialement conçue pour maîtriser les rotations parasites. Le design du mAFM a été optimisé afin de réduire drastiquement les dérives thermiques et compenser en temps réel les variations d'indice de réfraction de l'air qui ont un impact très important sur la mesure de position par interférométrie. Le contrôleur a été spécifiquement développé sur des cibles temps réel (1 PC RT, 2 FPGA). Le développement de l'instrument a également nécessité une lourde de tâche de caractérisation expérimentale ainsi qu'une modélisation fine de sa chaîne métrologique afin d'être en capacité d'établir le bilan d'incertitude.

L'instrument a fourni très récemment ses premières images sur des échantillons d'intérêt comme des réseaux étalons développés en collaboration avec le C2N ou bien des dépôts de nanoparticules de référence. Les premiers résultats obtenus valident plus de 10 années de recherche.

La présentation donnera un aperçu de l'ensemble des développements qui permettent aujourd'hui, d'assurer en France, la traçabilité des mesures dimensionnelles. Elle abordera l'instrument, sa caractérisation ainsi que l'estimation de l'incertitude de mesure par développement d'une instrumentation virtuelle et d'une une approche Monté Carlo [4]. Enfin nous concluerons en présentant les développements complémentaires tels que les étalons qui permettent aujourd'hui de maitriser avec une incertitude de quelques nanomètres l'ensemble de la chaîne de traçabilité française.

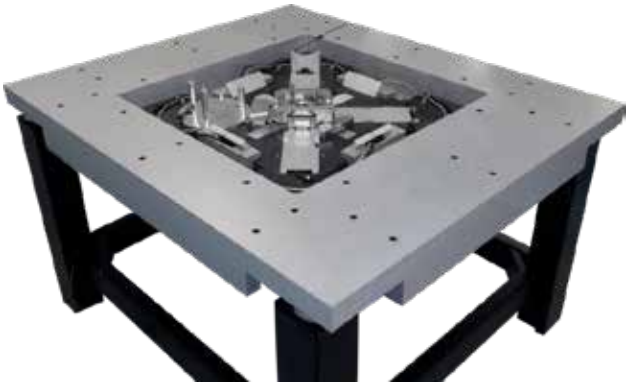


Figure 1 : (gauche), photo de l'AFM métrologique, (droite) exemple de structure de référence développée en collaboration avec le C2N pour servir d'étalon pour la miscroscopie champ proche ou électronique.

Références

[1] S. Ducourtieux and B. Poyet, *Measurement Science and Technology* **2011**, *9,* 094010
[2] Y. Boukellal and S. Ducourtieux, *Measurement Science and Technology* **2014**, 26*,* 015201
[3] Y. Boukellal and S. Ducourtieux, *Measurement Science and Technology* **2015**, 26*,* 9
[4] P. Ceria *et al.*, *Measurement Science and Technology* **2017**, *3,* 034007

Vue de village (1868)

Frédéric Bazille

Frédéric Bazille, est né à Montpellier en 1841. Il a passé son enfance au domaine familial de Méric, un lieu aujourd'hui très apprécié des Montpelliérains pour leurs promenades dominicales. C'est en ce lieu qu'il a probablement inventé l'impressionnisme. Il meurt à 28 ans au combat pendant la guerre de 1870 avant que cette mouvance ne soit reconnue.

Frédéric Bazille est presqu'un miraculé de l'Histoire de l'art. Après sa mort, il s'en est fallu de peu qu'il disparaisse définitivement car il n'avait rien vendu de son vivant. Tous ses tableaux (une soixantaine) étaient conservés dans sa famille, auprès de ses parents et de quelques amis.

Il réalise le chef-d'oeuvre intitulé « Vue de village », pendant un séjour à Méric, durant l'été 1868. Il peint, sur le motif, la fille du métayer italien de ses parents, assise face à lui. En arrière-plan on distingue les méandres du fleuve local, le Lez, et dans le fond le village de Castelnau-le-Lez dominé par le clocher roman de l'église Saint-Jean-Baptiste.

Session 2

Exposants

Lundi 20 Mars / 17h15 - 18h00

Modérateur : Richard ARINERO

NT-MDT PAGE 22

OXFORD PAGE 23

BRUCKER PAGE 24

JPK PAGE 25

FRANCESCIENTIFIQUE PAGE 26

NANOANDMORE PAGE 27

HORIBA PAGE 28

AXESS TECH PAGE 29

SOLVER Nano

Versatile & Affordable AFM/STM system with advanced Capabilities

- Solver Nano is a complete easy-to-use system that helps teachers to educate the next generation of researchers in nanoscience by means of thorough hands-on training in all important nanotechnology areas.
- It is designed to capture the students' interest in science and train future nanotechnologists using both AFM and STM techniques. Robust and foolproof,
- Solver Nano is providing an interdisciplinaryeducation with a broad understanding of differentfields of nanoscience.

NTEGRA SPECTRA

AFM-Raman-SNOM-TERS
The most open, versatile & customaizable system for any research needs.

- Universal integration of AFM with light microscopy and spectroscopy
- Advanced light microscopy capabilities simultaneously with AFM: confocal Raman & fluorescence, high speed confocal microscopy, lifetime imaging etc.
- Controlled environment: atmosphere, humidity, temperature, liquid, electrochemistry, external magnetic field.
- Excellent TERS performance.
- With new PX controller Spectra comes with more than 50 built-in modes.

Asylum Research

INTRODUCING

Cypher VRS Video-Rate AFM

DNase1 ***binding*** *to a DNA strand and* ***cleaving*** *it. Imaged at a 500 nm scan, at 8.7 frames per second.*

High-resolution video-rate imaging at up to 625 lines per second

Exceptional ease of use — even at 10 frames per second

Full range of modes — unlimited capabilities at normal scan speeds

The **first and only video-rate** imaging on a full-featured research AFM

oxinst.com/**WatchCypherVRS**

Scan for the movie

AFM.info@oxinst.com
(805) 696-6466
www.oxinst.com/AFM

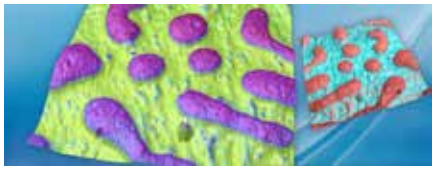
OXFORD INSTRUMENTS
The Business of Science®

Bruker is a leading provider of high-performance scientific instruments and solutions for molecular and materials research, as well as for industrial and applied analysis. Bruker Nano Surfaces Division manufactures atomic force microscopy, white light optical profilers, stylus profilers, tribology & mechanical testing tools and fluorescence microscopes. Whatever your surface measurement and surface analysis needs, Bruker has a specialized high-performance solution for you.

Our atomic force microscopes and other nano technologies incorporate the very latest advances in AFM techniques, including the revolutionary self-optimizing ScanAsyst™ AFM imaging mode and the PeakForce QNM® atomic force microscopy imaging mode to ideally suit a wide array of application areas.

Dimension FastScan: Capture the Most Complete Mechanical Nanoscale Data

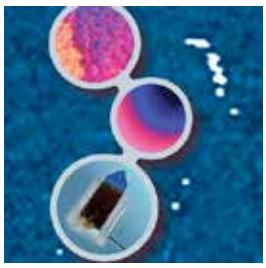
- Achieve Consistent and Repeatable Contact Resonance Results
- Redefine the Material Characterization Workflow
- Achieve routine quantifiable mechanical data



- Capture the entire force cube to fully characterize contact mechanics - down to the atomic scale
- Perform electrical investigation on previously impossible samples

PeakForce SECM: AFM-Based Scanning Electrochemical Microscopy, a Complete SECM Solution

- Acquire previously unattainable electrochemical information
- Perform simultaneous electrochemical, electrical, and mechanical mapping in liquid
- Benefit from reliable, easy-to-use probes specifically designed for SECM
- Experience high-resolution AFM and SECM performance



Contact us for more information: productinfo.emea@bruker.com

Innovation with Integrity

From the pioneers of BioAFM

NanoWizard® 4 BioScience AFM

The latest generation AFM to answer advanced and complex questions in tomorrow's research.

Fast scanning up to 70 Hz line rate for tracking dynamic processes

Outstanding high-resolution quantitative imaging made easy

Industry-leading technology integrating optical microscopy in real time

Unique nanomechanics solutions for brilliant results

Fully flexible design with the widest range of modes & accessories

visit our web site: www.jpk.com
e-mail: nanowizard@jpk.com

JPK Instruments

Nanotechnology for Life Science

Follow us on Facebook, Youtube and Linkedin.

FRANCESCIENTIFIQUE

Microscope à force atomique

Systèmes AFM et STM : compacts, faciles d'utilisation, adaptés pour la recherche, l'industrie et l'enseignement

nanosurf

NaioAFM

NaioSTM

FlexAFM

CoreAFM

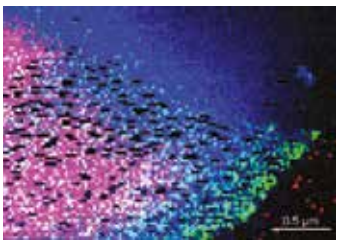
www.france-scientifique.fr

NANOANDMORE
The world of science and technology
Your number one source
for SPM supplies
NanoAndMore France
33 rue Vital 75016 PARIS
Tél: 01 42 88 29 67
Fax 01 42 88 32 07
www.nanoandmore.fr

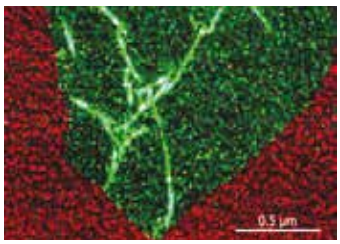
HORIBA
Scientific

NanoRaman-TERS Proven System

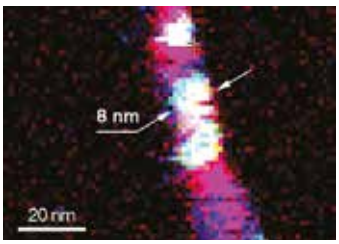
Address your NanoRaman challenges with an integrated and compact AFM/Raman platform for high speed TERS imaging at the nanoscale.



MoS_2



Graphene Oxide



Carbon Nanotube

Stay Connected

www.horiba.com/afmraman | info-sci.fr@horiba.com

JOBIN YVON Technology

Explore the future Automotive Test Systems | Process & Environmental | Medical | Semiconductor | Scientific HORIBA

AxessTech conçoit et réalise des systèmes UHV sur mesures pour les laboratoires recherche depuis plus de 15 ans.
Axesstech fabrique la majeure partie de ses produits grâce notamment une expertise en chaudronnerie (un atelier pour la soudure TIG et usinage) et un personnel qualifié (un atelier de montage mécanique et un bureau d'étude). Axesstech représente en France trois grands fabricants d'instrumentation UHV (Focus GmbH, Sigma Surface Science GmbH et Mantis Deposition Ltd) L'instrumentation est distribuée et/ou intégrée dans nos systèmes. Ainsi, AxessTech est en mesure de répondre aux besoins de la recherche dans le domaine des technologies du vide.

Composants et systèmes complets pour le vide

Conception, fabrication de **composants à vide** et ultra-vide :
-Enceinte à vide (jusqu'à Ø 800 mm)
-Manipulateur multi-axes, 120K-1200K, Polarisable
-Système de transfert
-Accessoires (Pièces sur mesure)

Sources de dépôts

-Source d'évaporation par effet Joule
-Source d'évaporation par bombardement électronique
-Source de pulvérisation cathodique
-Source de nanoparticules
-Source de décomposition thermique

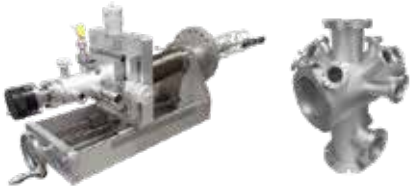
Spectroscopie

-Source de rayon X double anode
-Source de rayon X monochromatique
-Analyseur hémisphérique (XPS, UPS, AES et ISS)

Microscopie champ proche

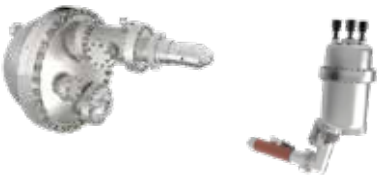
-Systèmes STM basse température
-Scanner STM
-Cryostat
-Electronique de contrôle STM

Composants



Sources de dépôts

Spectroscopie



Champ proche

Aigues Mortes

Aigues-Mortes, ville médiévale fortifiée, affiche un prestigieux patrimoine au coeur de la Camargue. Elle a été marquée successivement par l'empreinte des croisades et des templiers, puis par les guerres de religion. La principale ressource économique est le sel. La couleur rose des salins est due à l'Archaea Halobacterium salinarum qui exprime la bactériorhodopsine, protéine référence en AFM.

Session 3

Bio

Mardi 21 Mars / 8h30 - 10h10

Modérateur : Véronique VIE

Pierre-Emmanuel MILHIET AFM et biologie, de la structure à la dynamique **PAGE 32**

Jean-Luc PELLEQUER Qu'est ce qui perturbe le plus la topographie d'objets biologiques en imagerie AFM ? **PAGE 34**

Touria COHEN-BOUHACINA Cytotoxicité des nanoparticules de silice sur des bactéries Escherichia coli et Bacillus subtilis **PAGE 36**

AFM et biologie, de la structure à la dynamique

Pierre-Emmanuel Milhiet

Centre de Biochimie Structurale, UMR5048 CNRS & 1054 INSERM,
Université Montpellier, France.

La microscopie à force atomique est devenue une technique de choix pour l'analyse structurale en biologie, principalement grâce à la possibilité de l'utiliser en conditions physiologiques. Elle permet de visualiser en temps réel aussi bien des structures biologiques complexes que des molécules uniques, avec une résolution sub-nanométrique dans les 3 dimensions. Elle permet également d'accéder aux propriétés mécaniques des échantillons et de sonder les interactions inter- ou intra-moléculaires.

Au cours de cet exposé, je présenterai quelques guides expérimentaux et les principales applications de cette technique en biologie, notamment dans le domaine des membranes. Je m'intéresserai également aux récents développements en AFM.

Qu'est ce qui perturbe le plus la topographie d'objets biologiques en imagerie AFM ?

Jean-Luc PELLEQUER[1], Christian GODON[2], Jean-Marie TEULON[1], Michael ODORICO[3], Luc VELLUTINI[4], Shu-wen W. CHEN[5]

1 Institut de Biologie Structurale, Univ. Grenoble Alpes/CNRS/CEA, F-38044 Grenoble
2 CEA, BIAM, LBDP, F-13108 Saint Paul lez Durance
3 ICSM-UMR5257 CEA/CNRS/UM2/ENSCM, F-30207 Bagnols sur Cèze
4 Univ. Bordeaux, ISM, UMR 5255, F-33400 Talence
5 478 rue Cyprien Jullin, 38470 Vinay

Une des interrogations récurrentes lors de l'imagerie de molécules biologiques par la microscopie à force atomique est la déformation de ces molécules au cours de la mesure. Une telle déformation est évidemment préjudiciable à toute exploitation quantitative de la topographie de surface de ces échantillons biologiques. Les déformations de ces échantillons ont plusieurs origines : instabilité des molécules, adsorption sur un substrat minéral, écrasement dû à la pression de la pointe AFM. Pour démêler ces causes, nous avons entrepris de mesurer la hauteur d'un objet biologique bien connu : le virus de la mosaïque du tabac (VMT). Le VMT est un virus stable à température ambiante aussi bien à l'air qu'en liquide ce qui le rend parfait pour une étude multiparamétrique. Le VMT a une forme cylindre d'environ 300 nm de long et un diamètre maximum estimé à 19 nm [1] à partir d'une structure cristallographique [2].

Pour caractériser les sources de déformation, nous nous sommes focalisés sur trois paramètres fondamentaux : le substrat de dépôt de l'échantillon, le mode AFM d'imagerie, et l'environnement d'imagerie. Sur des trois paramètres, deux choix ont été testés : pour le substrat nous avons sélectionné le mica ou une monocouche auto-assemblée (SAM), pour le mode AFM nous avons choisi le tapping ou le peak-force tapping (PFT), et pour l'environnement nous avons imagé le VMT à l'air ou en liquide. Les paramètres d'imagerie ont été préservés autant que possible entre toutes ces variantes (force d'appui minimum, vitesse 1 Hz) et des images de 1.1 ou 1.7 µm ont été enregistrées avec un échantillonnage de 1024 pixels par ligne. Le piézo en Z a été calibré à l'aide d'un calibre H8 de Nanosensors.

Nous avons évalué la déformation du VMT en mesurant sa hauteur moyenne. Les résultats montrent que seul le mode d'imagerie en tapping produit systématiquement une réduction de hauteur par rapport au mode PFT. Les conditions les plus défavorables à l'imagerie sont la combinaison du substrat mica avec une imagerie à l'air. Enfin, selon les conditions et les limites de notre étude, les meilleurs paramètres sont une imagerie en liquide avec le mode PFT aussi bien sur le mica que les SAM mais aussi l'imagerie à l'air avec le mode PFT mais seulement sur SAM [3].

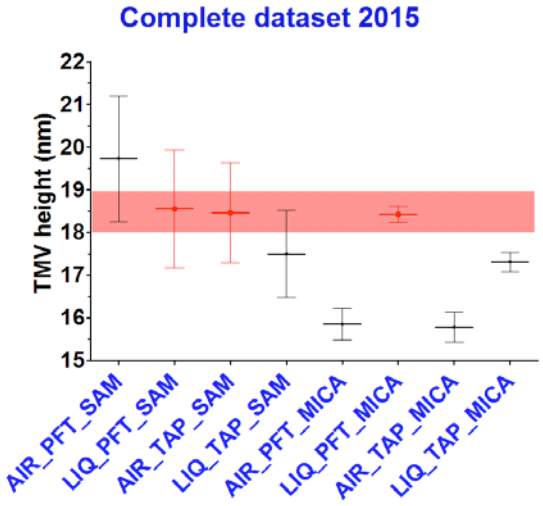


Figure 1 : Mesure de la hauteur du VMT selon les huit conditions expérimentales de l'étude. La bande rouge correspond à une mesure acceptable de la taille du VMT connaissant sa structure cristallographique.

Références

[1] Chen S-wW; Odorico M; Meillan M; Vellutini L; Teulon J-M; Parot P; Bennetau B; Pellequer J-L. *Nanoscale* **2013**, *22*, 10877.
[2] Pattanayek R; Stubbs G. *J. Mol. Biol.* **1992**, 228, 516.
[3] Godon C, Teulon J-M, Odorico M, Basset C, Meillan M, Vellutini L, Chen S-wW and Pellequer J-L. *J. Struct. Biol.* **2017**, in press.

Cytotoxicité des nanoparticules de silice sur des bactéries *Escherichia coli* et *Bacillus subtilis*

Marion Mathelié-Guinlet[a,b], Laure Beven[c], Ibtissem Gammoudi[a], Fabien Moroté[a], Christine Grauby-Heywang[a], Marie-Hélène Delville[b], Touria Cohen-Bouhacina[a]

[a] LOMA, Université de Bordeaux, UMR CNRS 5798, 351 cours de la Libération, Talence, France
[b] ICMCB, 87 avenue du Dr Albert Schweitzer, Pessac, France
[c] INRA, UMR 1332 Biologie du Fruit et Pathologie, Villenave-d'Ornon,France

Malgré l'engouement croissant pour les nanotechnologies, les nanoparticules (NPs) présentent un danger potentiel, étant capables d'interagir avec des systèmes biologiques et d'en affecter le fonctionnement. Il est donc primordial de connaître les mécanismes d'interactions afin, non seulement de prévenir les risques potentiels liés aux NPs, mais également d'en tirer parti pour des applications, notamment biomédicales. Dans ce contexte, nous étudions par microscopie de force atomique (AFM) les propriétés morphologiques et nanomécaniques de bactéries Gram$^-$, *Escherichia coli* (*E. coli*) et Gram$^+$, *Bacillus subtilis* (*B. subtilis*), en présence (ou non) de NPs de silice, en nous intéressant principalement à l'effet de la taille et de la charge des NPs.

E. coli est une bactérie de forme allongée, qui, observée à l'air, présente une séparation de phase au niveau de sa membrane externe (OM pour *outer membrane*) imputable à la présence de lipopolysaccharides (LPS). Ceci est confirmé par l'absence d'une telle organisation chez *B. subtilis*, dépourvue d'OM et donc de LPS et ne possédant qu'une couche de peptidoglycanes.

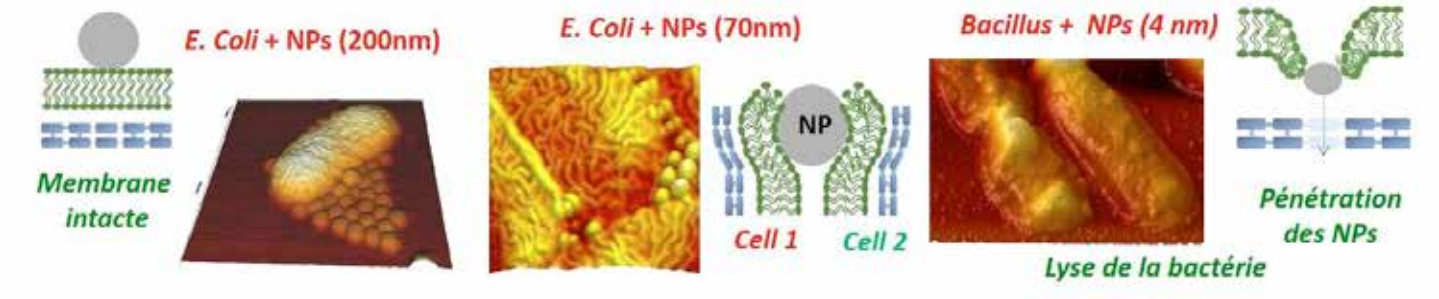


Figure 1 : Effets potentiels des NPs$^-$ sur des bactéries E. coli et B. subtilis, révélés par AFM ; proposition de modèles d'interactions.

Les tests de viabilité montrent que les NPs chargées négativement (NPs-), de diamètre inférieur à 50-80nm (ϕ_c) mènent à la dissociation des agrégats de bactéries. A l'inverse, les NPs chargées positivement (NPs+), quel que soit leur diamètre, conduisent à une forte agrégation des cellules du fait d'interactions électrostatiques. Les observations AFM précisent ces phénomènes. Chez *E. coli*, les NPs- de diamètre inférieur à ϕ_c induisent un « arrondissement » de la cellule, des invaginations membranaires type « pore », une réorganisation de la structure de la membrane externe (attribuée à la réorganisation des LPS, molécules au comportement polymérique) et potentiellement la lyse cellulaire, particulièrement visible pour ϕ = 4nm. Chez *B. subtilis*, bien que la morphologie soit inchangée, des dommages similaires sont observés au niveau membranaire. Pour les deux souches, les NPs- de diamètre supérieur à ϕ_c, n'ont, quant à elles, aucun effet sur la population, la morphologie et la structure bactérienne. Par ailleurs, indépendamment de ce diamètre critique, les NPs+ tendent à favoriser la formation d'invaginations membranaires, n'impliquant pas forcément la lyse cellulaire.

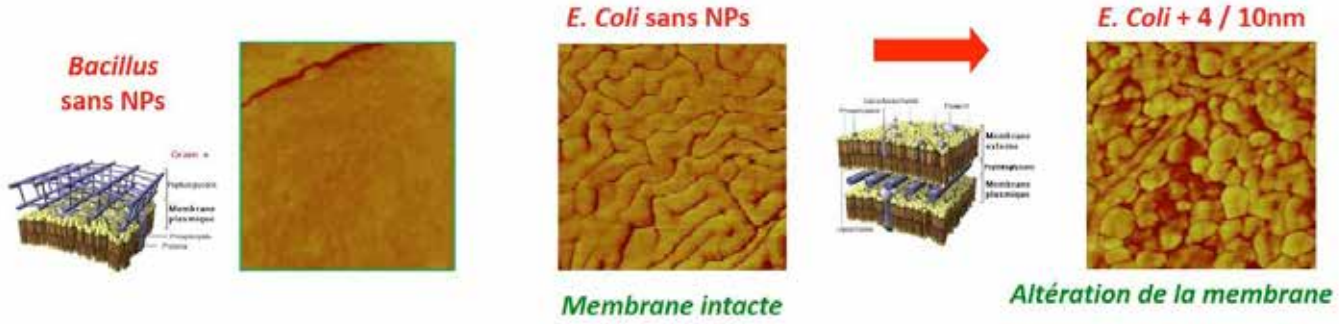


Figure 2: mise en évidence par AFM de la destructuration de la OM de E. coli par des NPs- de petit diamètre ($\leq\phi_c$).

Des tests supplémentaires (courbes de force en milieu liquide) ont été effectués pour suivre l'évolution des propriétés mécaniques (module élastique) de la bactérie *E. coli* en présence ou pas de NPs.

Cette étude a donc montré que la diminution du diamètre et une charge surfacique positive favorisent l'action bactéricide des NPs de silice. Elle sert actuellement à l'élaboration d'un biocapteur électrochimique pour la détection de bactéries, l'intégration de NPs permettant une détection non seulement rapide et ultrasensible mais également peu onéreuse. La taille et la charge des NPs, précédemment optimisées, permettront non seulement la détection (NPs non toxiques) mais également l'élimination (NPs toxiques) des bactéries ciblées.

Ile de Maguelone et la cathédrale Saint-Pierre-et-Saint-Paul

Maguelone

Au bord de la mer Méditerranée (à 4 km à l'ouest de Palavas-les-Flots) Maguelone est une ancienne île volcanique, connectée actuellement au continent par des cordons littoraux, plantée de vignes et de pins centenaires. Le site est notamment occupé par la cathédrale Saint-Pierre-et-Saint-Paul (de style roman, fortifiée, classée monument historique) ainsi que par un centre d'aide par le travail depuis 1969 : Les Compagnons de Maguelone (viticulture – cépage principal cinsault sur un terroir original composé de tuf volcanique –, restauration, protection du site, animation comme le célèbre festival de Musique Ancienne en juin). « Magalona » est en occitan l'un des noms de la planète Vénus.

L'île fut habitée dès le premier âge du Fer. Le commerce maritime se développa au VIIème siècle avant notre ère. Lieu d'origine gauloise, des traces gallo-romaines montrent une exploitation de saline. Ce fut une ancienne cité occupée par les Wisigoths à partir du Ve siècle. En raison de sa position sur un cordon sableux facile à défendre, entre une lagune et la mer, l'île devint le siège d'un évêché dès 533 malgré son éloignement de la voie Domitienne : l'explication pourrait en être la récupération d'un ancien lieu sacré. Ruiné par les Francs en 737, plusieurs fois détruites et reconstruites, la cathédrale renaît au XIème siècle par la volonté de l'Evêque Arnaud. Il fait construire une ceinture de fortifications et un pont jusqu'à Villeneuve les Maguelone. Propriété de l'Eglise Romaine, elle sert à plusieurs reprises de terre d'asile aux pontifes fuyant Rome et l'Italie. En 1536, le siège épiscopal est transféré à Montpellier. Elle devient alors terre d'accueil pour les troupes protestantes. Richelieu obtient du roi Louis XIV en 1632 l'ordre de détruire la forteresse médiévale « afin que les facétieux ne puissent se prévaloir de cette place pour troubler l'ordre public ». Après le démantèlement des fortifications et l'arasement des tours, ne restent plus debout que la cathédrale mutilée et une modeste maison permettant au prêtre d'assurer le service divin. Les derniers pans de murs et les pierres de taille provenant des démolitions servent à la construction des berges du canal du Rhône à Sète.

[D'après Wikipédia, les Compagnons de Maguelone, Hérault tourisme]

Session 4

Auto-Organisation

Mardi 21 Mars / 10h35 - 12h10

Modérateur : Lionel PATRONE

Luca COSTA Imagerie in-situ d'assemblages de nanoparticules ou polymères aux interfaces liquides par AFM **PAGE 40**

Rabei BARHOUMI Formation de réseau métallo-organique en vue du positionnement d'aimants moléculaires **PAGE 42**

Rémy PAWLAK Effet de la reconstruction de la surface Au(111) sur le déplacement contrôlé de molécules uniques **PAGE 44**

Imagerie *in-situ* d'assemblages de nanoparticules ou polymères aux interfaces liquides par AFM

Luca COSTA[1], Giovanni LI-DESTRI[2], Diego PONTONI[2], Oleg KONOVALOV[2], Neil THOMSON[3]

[1] *Centre de Biochimie Structurale, 29 rue de Navacelles, 34090, Montpellier, France*
[2] *ESRF, The European Synchrotron, 71, avenue des Martyrs, 38000, Grenoble, France*
[3] *Department of Oral Biology, School of Dentistry and Molecular and Nanoscale Physics Group, University of Leeds, Leeds, LS2 9JT, United Kingdom*

Depuis son invention en 1986, la Microscopie à Force Atomique (AFM) a été utilisée pour caractériser les surfaces solides exposées à différents milieux (air, vide ou liquide) à l'échelle nano. Dans notre contribution, nous montrons que l'AFM permet également de caractériser des assemblages de matière molle aux interfaces liquide/liquide [1,2]. Nous présentons un protocole de préparation d'échantillon dédié à ce type de mesure par AFM qui permet de réduire les problèmes d'ondes de gravité et de dérive latérale des surfaces liquides.

In primis, nous avons caractérisé des monocouches de nanoparticules de silice mélangées avec du CTAB (cetyltrimethylammonium bromide), à l'interface eau/hexane, par AFM en mode dynamique. Les nanoparticules de silice utilisées dans ce travail, d'un diamètre de 19 nm, sont clairement observées dans les images AFM (Fig. 1a-c) [1]. La distance moyenne entre les nanoparticules varie avec la concentration de CTAB comme démontré par des mesures complémentaires de diffusion de rayons X. L'existence de défauts locaux comme l'inclusion d'agrégats de nanoparticules (cercles rouge en Fig. 1d) ou de trous sub-micrométrique serait impossible à révéler avec des techniques de diffusion à incidence rasante (neutrons ou rayons X). La résolution de ~ 10 nm obtenue ici n'avait jamais été obtenue aux interfaces liquide-liquide.

Enfin, nous montrons des images AFM de couches minces d'un copolymère de PS-PMMA à l'interface eau/octane. Nous avons pu caractériser la mécanique et la force de rupture de la couche à l'échelle nano. Ces observations permettent d'évaluer une composante de la tension de surface de l'interface [2].

Ces images représentent un important progrès dans le domaine de la microscopie. De plus, notre travail élargit l'utilisation de l'AFM à la caractérisation structurale et dynamique de la matière molle et biologique, sans utiliser de supports solides.

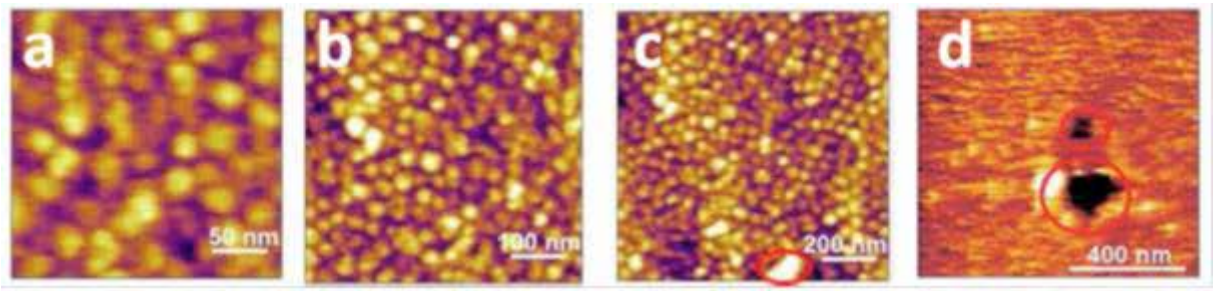


Figure 1 : (a-c) Images d'AFM *in-situ* de nanoparticules adsorbées à l'interface eau/heptane à une concentration de CTAB de 10 mM. La monocouche de nanoparticules est imagée à différentes résolutions. d) trou sub-micrométrique dans une monocouche de nanoparticules.

Références

[1] Costa, L.; LiDestri, G.; Thomson, N. H.; Konovalov, O.; Pontoni, D. *Nano Letters* **2016**, *16*, 5463.
[2] Costa, L.; LiDestri, G.; Pontoni, D.; Konovalov, O.; Thomson, N. H. *Submitted* **2017**.

Formation de réseau métallo-organiquesen vue du positionnement d'objets moléculaires

Rabei BARHOUMI[1], Svetlana KLYATSKAYA[2], Mario RUBEN[1,2], Jean-Pierre BUCHER[1]

[1]*Université de Strasbourg, AssociéIPCMS UMR 7504,F-67034 Strasbourg,France*
[2]*Institut für Nanotechnologie, Forschungszentrum Karlsruhe, D-76021 Karlsruhe, Germany*

Notre équipe a utilisé les réseaux de coordination principalement pour la synthèse de systèmes destinés à l'étude fondamentale de réseaux de spins [1]. Ces réseaux forment également l'état précurseur pour la synthèse des composés covalents sur des surfaces sous ultravide [2]. Les pores de ces réseaux 2D sont néanmoins trop petits pour rendre possible la croissance et le confinement d'objets tels que des agrégats ou des molécules. C'est la raison pour laquelle nous abordons ici la réalisation de réseau poreux 2D avec des mailles plus grandes destinées au confinement d'aimants moléculaires. En guise de précurseurs organiques notre choix s'est porté sur les molécules de dicarbonitrile polyphenyl qui sont évaporées sous ultravide (UHV). Elles s'assemblent sur une surface de Ag(111) d'une manière qui leur est propre comme le montrent les images STM de la Figure 1a à 1c pour NC-Ph_5-CN et NC-Ph_6-CN. Les études sont réalisées par STM et STS sousUHV.

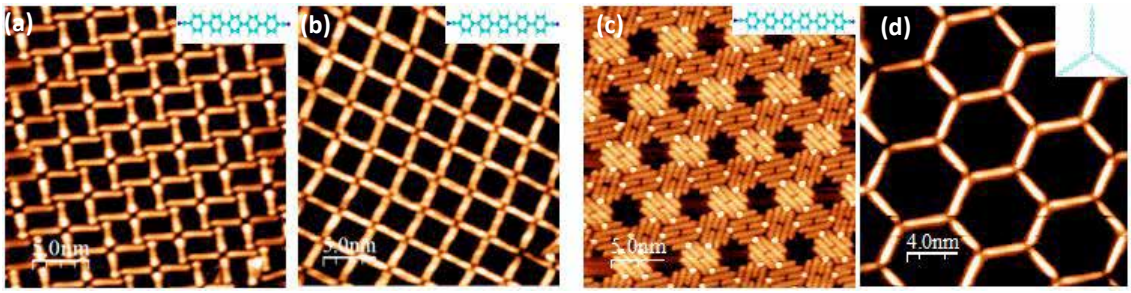


Figure 1 : a) et b)Images STM topographiques (V_s=-2V, I_t=80 pA) des deux architectures différentes des molecules NC-Ph_5-CN sur Ag(111) ; c) Image STM topographique (V_s=-1.5V, I_t=50 pA) d'un réseau des molecules NC-Ph_6-CN sur Ag(111) ; d) Image STM topographique (V_s=0.5V, I_t=40 pA) d'un réseau hexagonal en nid d'abeille formé par coordination des molecules NC-Ph_6-CN avec des atomes de cobalt sur Ag(111).

Malgré les différentes phases formées par le précurseur organique, nous montrons que le réseau final après ensemencement de la couche moléculaire avec des atomes de cobalt conduit invariablement au même réseau de coordination hexagonal (NC-Ph_6-CN)Co_2 de la Figure 1d. La taille des cavités hexagonales peut être ajustée et dépend de la longueur des molécules de NC-Ph_n-CN (n=2 à 6), elle est de 6.7 nm [3] pour un réseau à base de dicarbonitrile hexaphenyl (NC-Ph_6-CN). Les arrangements moléculaires ainsi obtenus sont robustes et répondent bien à notre cahier des charges.

Références

[1] S. Kezilebieke, A. Amokrane, M. Boero, S. Clair, M. Abel. J.P. Bucher, Nano Research, **7**, 888 (2014).

[2] A. Amokrane, S. Kezilebieke, M. Abel, M. Boero, J.P. Bucher,J. Phys. Chem. Lett.**5**, 3175 (2014).

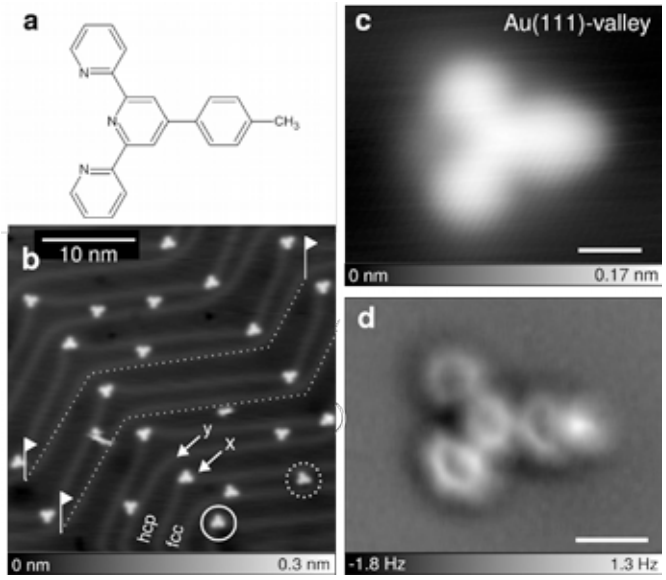
[3]U. Schlickum et al. , Nano. Lett. **7**, 3813 (2007).

Effet de la reconstruction de la surface Au(111) sur le déplacement contrôlé de molécules uniques

Rémy PAWLAK[1], Tobias Meier[1], Marcin Kisiel[1], Antoine Hinaut[1], Thilo Glatzel[1], Catherine Housecroft[1], Ernst Meyer[1]

[1] *Department of Physics, University of Basel, Klingelbergstr. 82, 4056, Basel (Switzerland)*

En Avril 2017, la première course international de véhicules moléculaires aura lieu à Toulouse (France) à l'aide d'un microscope «quatre-pointes» opéré à basses température (4K). Durant cette compétition, les participants devront conduire simultanément leurs véhicules moléculaires sur une distance de 100 nm le long de la reconstruction en chevron de l'Au(111) en excitant leurs molécules avec des électrons d'une des pointes STM. Dans cette contribution, nous présenterons les caractéristiques techniques de notre véhicule molécule sur Au(111): la molécule de 4'-(4-Tolyl)-2,2':6',2"-terpyridine (Fig. 1a), aussi appelé *Swiss Nano Dragster* [1]. En combinant les microscopies STM et AFM, nous montrerons que plusieurs sites d'adsorptions moléculaires coexistent sur la surface ce qui influence leurs conformations ainsi que leurs déplacements contrôlés. A l'heure actuelle, notre record de vitesse est de 20 nm/heures. Plus particulièrement, nous avons déterminé par spectroscopie de force les forces latérales nécessaires pour déplacer chaque molécule en fonction de leurs sites d'adsorption. Une augmentation de 170 pN de cette force a été détecté aux coudes de la reconstruction (Fig. 1b, site x) par rapport au reste de la surface. Ces résultats soulignent le rôle prépondérant de la reconstruction de l'Au(111) sur les processus de diffusion d'atomes et de molécules.



a, Structure chimique du Swiss Nano Dragster. b, Image STM des molécules sur la surface d'Au(111). c. Image STM d'une molécule isolée et d, l'image AFM correspondante.

Références:

[1] Pawlak *et al*. In preparation.

Tournoi de joutes lors de la Saint-Louis (Sète)

Fête de la Saint Louis

La «Saint Louis» est la fête patronale de Sète, la prochaine, en 2017, sera la 275ème depuis la création du port le 29 juillet 1666, jour qui fut également consacré au premier tournoi de joutes languedociennes à Sète. En 1745, Louis XV assista aux joutes nautiques de la Saint-Louis à Sète.

La joute nautique de méthode languedocienne est un sport pratiqué dans les villes de l'Aude (port-la-nouvelle, Narbonne), l'Hérault (Béziers, Agde, Marseillan, Mèze, Balaruc, Frontignan, Sète, Palavas) et dans une ville du Gard (Le Grau-du-Roi).

Deux grandes barques de type « mourre de porc » sont propulsées par 8 à 10 rameurs et 2 barreurs, appelés des « patrons ». A l'extrémité de chaque barque, un jouteur se tient debout sur la tintaine, plateforme qui surplombe la bigue des barques, à environ trois mètres de l'eau. Il doit déséquilibrer et faire tomber son adversaire en arrière dans un canal. Il est armé d'une lance et d'un pavois, et doit porter une tenue blanche réglementaire (pantalon, chemise et chaussettes blanches, et facultatif, un tricot de marin rayé).

Le tournoi de la Saint-Louis est la plus importante compétition de la discipline, une sorte de « championnat du monde » non officiel.

Il se tient fin août le long du canal royal sur six jours. Chaque année, le vainqueur reçoit un pavois décoré par un artiste de la région sélectionné après un concours.

Parmi les grands jouteurs du passé, il convient de citer Louis Vaillé (dix victoires à la Saint-Louis) et Barthélémy-Louis Aubenque, dit « le terrible », qui défia (selon la légende) un pont en 1749.

«N'est pas sétois qui n'a pas jouté» a-t-on l'habitude de dire à Sète.

Session 5

Électrique 1

Mardi 21 Mars / 14h00 - 15h40

Modérateur : Philippe LECLERE

Brice GAUTIER Une nouvelle méthode pour mesurer la ferroélectricité à l'échelle locale : le nano-PUND **PAGE 48**

Van Son NGUYEN Etude de la commutation de cellules de mémoires résistives d'oxydes de cobalt par AFM à pointe conductrice **PAGE 50**

David MOERMAN Corrélation des propriétés électroniques et de photoluminescence au sein des films minces de pérovskites hybrides **PAGE 52**

Diana EL KHOURY Détection de couche diélectrique de nanoparticules de forme coeur-coquille par microscopie à force électrostatique **PAGE 54**

Une nouvelle méthode pour mesurer la ferroélectricité à l'échelle locale : le nano-PUND

Simon MARTIN, Nicolas BABOUX, David ALBERTINI, **Brice GAUTIER**

Institut des Nanotechnologies de Lyon, UMR CNRS 5270, Université de Lyon, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 7 Avenue Capelle 69621 VILLEURBANNE, FRANCE

Le mode Piezoresponse Force Microscopie est à ce jour la méthode la plus employée pour faire une cartographie des domaines sur les couches minces ou les mono-cristaux ferroélectriques. Elle est également très fréquemment invoquée comme preuve de l'existence de la ferroélectricité sur ces mêmes échantillons. La plupart du temps, l'obtention d'un contraste en mode PFM après l'application de tensions de sens opposé, associé à la mesure d'un cycle d'hystérésis, constitue une preuve suffisante de la propriété recherchée. Or, de plus en plus, de telles preuves sont obtenues sur des matériaux qui à l'évidence ne peuvent pas être ferroélectriques (comme par exemple des oxydes amorphes [1]), ce qui questionne les résultats obtenus sur des matériaux qui peuvent l'être. Dans certains cas en effet, l'obtention d'images et de cycles ne peut pas être considérée comme une preuve suffisante de l'existence de la ferroélectricité, même sur des matériaux dont la structure le permet explicitement [2].

Il est donc nécessaire de développer d'autres méthodes capables de sonder la ferroélectricité à l'échelle nanométrique. Nous en proposons une : la méthode nano-Positive Up Negative Down (nano-PUND). Couramment utilisée à l'échelle macroscopique lors d'une mesure sur des électrodes de grande taille, elle consiste à mesurer le courant I_P résultant du retournement des dipôles dans les matériaux ferroélectriques, en présence de courants parasites comme les courants de fuite I_F et/ou les courants de déplacement diélectriques $I_D = C\ \partial V/\partial t$, où C est la capacité totale du système et V la tension appliquée. Lors de l'application d'une impulsion de tension, le courant total I_T obtenu est donc : $I_T = I_P + I_F + I_D$

Le principe de la méthode PUND consiste à appliquer deux impulsions de tensions : V_P et V_U en polarité positive, V_N et V_D en polarité négative. Les courants mesurés en polarité positive sont donc : $I_T(P) = I_P(P) + I_F(P) + I_D(P)$ et $I_T(U) = I_P(U) + I_F(U) + I_D(U)$. Or, lors de la seconde impulsion (U ou D), tous les dipôles ayant été retournés, le courant I_P doit être nul : $I_P(U) = 0$. Donc la soustraction des courants obtenus pendant l'impulsion V_P et l'impulsion V_U (I_{P-U}) ne doit laisser apparaître que le courant I_P. Sur la Figure 1, ce courant I_{P-U} présente un pic de retournement de polarisation (courbe verte), absent si l'échantillon n'est pas ferroélectrique. L'application de cette méthode à toute petite échelle se heurte à l'existence d'une capacité parasite C très importante, générant des courants de déplacement très supérieurs au courant à détecter. Il est possible de s'en affranchir par une procédure de soustraction de bruit qui sera explicitée.

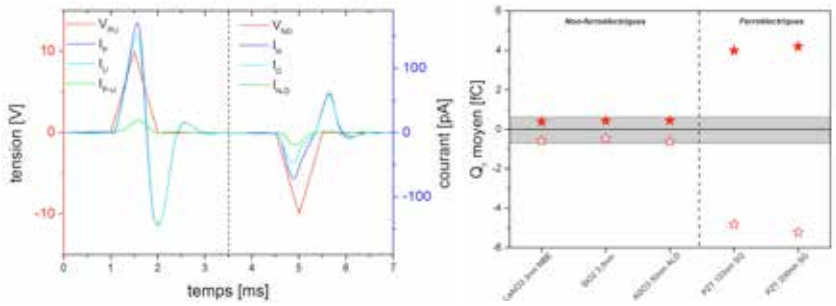


Figure 1 : Gauche : Chronogrammes des courants. V_{PU} (resp. V_{ND}) est l'impulsion de tension appliquée. I_P (resp. I_U) est le courant détecté pendant l'impulsion V_P (resp. V_U). I_N (resp. I_D) est le courant détecté pendant l'impulsion V_N (resp. V_D) La soustraction des deux courants (I_{P-U} en tension positive et I_{N-D} en tension négative) ne laisse apparaître que la composante I_P. Droite : Polarisation rémanente déduite des mesures pour PZT et d'autres diélectriques non ferroélectriques.

Nous avons appliqué cette méthode à des couches minces de $PbZrTiO_3$ (PZT) et comparé à des couches notoirement non ferroélectriques (oxydes amorphes)[3]. Les tensions sont appliquées par la pointe du microscope. La polarisation rémanente P_R est calculée par intégration du courant I_{P-U}. De cette manière, une valeur de P_R de 4,2 fC est mesurée et comparée aux valeurs obtenues sur électrode métallique à l'échelle macroscopique, permettant de remonter à un diamètre de 158 nm pour le contact pointe-échantillon. Cette valeur est discutée, ainsi que les développements de la méthode.

Références

[1] Alexis S. Borowiak, Nicolas Baboux, David Albertini, Bertrand Vilquin, Guillaume Saint Girons, Sylvain Pelloquin, Brice Gautier, *Appl. Phys. Lett.*, 105(1), 012906, 2014

[2] Simon Martin, Nicolas Baboux, David Albertini, Brice Gautier, *Ultramicroscopy*, 172 (2017):47-51

[3] Simon Martin, Nicolas Baboux, David Albertini, Brice Gautier, *Review of Scientific Instruments* 2017, to be published.

Étude de la commutation de cellules de mémoires résistives d'oxydes de cobalt par AFM à pointe conductrice

Van Son Nguyen,[1] Van Huy Mai,[2] Alec Moradpour,[3] Pascale Auban Senzier,[3] Claude Pasquier,[3] Kang Wang,[3] Pierre-Antoine Albouy,[3] Marcelo J. Rozenberg,[3] John Giapintzakis,[4] Christian N. Mihailescu,[4] Charis M. Orfanidou,[4] Thomas Maroutian,[5] Philippe Lecoeur,[5] Guillaume Agnus,[5] Pascal Aubert,[5] Sylvain Franger,[6] Raphaël Salot,[7] Nathalie Brun,[3] Katia March,[3] David Alamarguy,[1] Pascal Chrétien[1] et Olivier Schneegans[1]

1 Lab. Génie Élect. et Électronique de Paris, CNRS, UPMC et Univ. Paris-Sud, CentraleSupélec, Gif/Yvette, France
2 Department of Optical Electronic Devices, Le Quy Don Technical University, Hanoi, Vietnam
3 Laboratoire de Physique des Solides, CNRS, Université Paris-Sud, Orsay, France
4 Department of Mechanical & Manufacturing Engineering, University of Cyprus, Nicosia, Chypre
5 Centre de Nanosciences et de Nanotechnologies, CNRS, Université Paris-Sud, Orsay, France
6 Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay, CNRS, Université Paris-Sud, Orsay, France
7 Liten-CEA de Grenoble, Grenoble, France

Il a été observé que la conductivité de certains oxydes de cobalt (Na_xCoO_2, Li_xCoO_2) peut être modifiée par l'application de tensions adéquates [1]. Il est ainsi possible de commuter des cellules {électrode/film/électrode} d'un état de haute résistance R_{OFF} (état initial de la cellule) vers un état de basse résistance R_{ON} (résistance la plus basse atteignable), avec un rapport R_{OFF}/R_{ON} pouvant atteindre 4 ordres de grandeur. Il est aussi possible d'obtenir plusieurs états de résistance intermédiaires. Ce phénomène de commutation, réversible, peut potentiellement être exploité pour stocker l'information à haute densité, sous forme de mémoires résistives non volatiles (Re-RAM).

L'état de résistance atteint par une cellule individuelle dépend de plusieurs facteurs : de la forme des impulsions appliquées entre les électrodes (durée et valeur de la tension des impulsions), mais aussi d'autres facteurs (dimensions latérales des électrodes [2], état précédent de la résistance de la cellule, etc…). La microscopie AFM à pointe conductrice permet l'application d'impulsions (via une pointe en contact avec l'une des électrodes), ainsi que la mesure de l'état final d'une ou plusieurs cellules micrométriques (exemple figure ci-dessous); par ce type d'AFM en mode électrique (Résiscope), l'évolution de l'état de résistance de cellules micrométriques peut ainsi être aisément étudiée en fonction de divers paramètres.

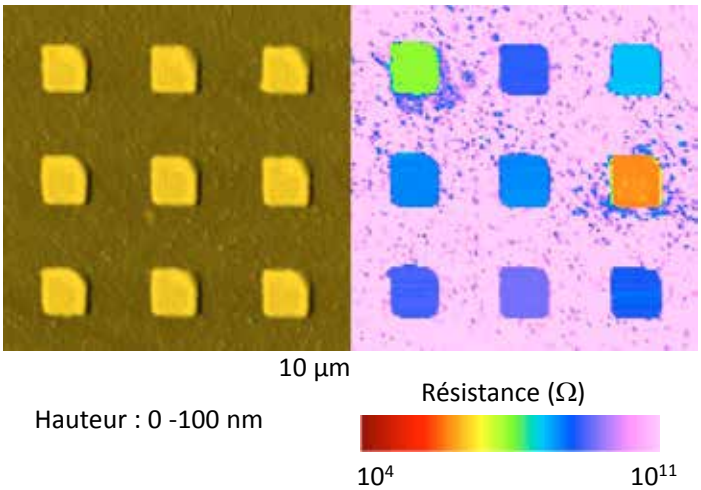


Figure 1 : À gauche : image topographique de la surface d'un film de Li_xCoO_2 et d'un ensemble de 9 cellules {Au/Li_xCoO_2/Si dopé} (dimensions latérales : 1.3 x 1.3 µm²). À droite : image électrique de la même surface (tension de lecture : 1V) : une cellule avait auparavant été commutée vers une résistance plus faible (10^6 Ω, en orange sur l'image électrique), et une autre cellule successivement vers une résistance faible puis à nouveau vers une résistance plus élevée (3.10^7 Ω, en vert sur l'image électrique).

Références

[1] Moradpour, A et al, *Adv. Mater.*, **2011**, *23*, 4141
[2] Mai V.H. et al, *Sci. Rep.*, **2015**, *5*, 7761

Corrélation des propriétés électroniques et de photoluminescence au sein des films minces de pérovskites hybrides pour leur utilisation dans des dispositifs optoélectroniques

David MOERMAN, Giles E. EPERON, Jake T. PRECHT, David. S. GINGER

Department of Chemistry, University of Washington, Seattle, Washington 98195, United States

Les pérovskites hybrides d'halogénures organo-métalliques sont actuellement utilisées comme matériaux actifs pour le développement de dispositifs optoélectroniques ; tels que des cellules solaires atteignant des rendements photovoltaïques de 22% en laboratoire, des transistors à effet de champs, des diodes électroluminescentes, et des lasers [1, 2]. Cette polyvalence est attribuée aux d'excellentes propriétés d'absorption et de transport de charges, des faibles énergies de liaison des excitons, et de hauts taux de recombinaison radiative [3]. Cependant, les films minces de pérovskites hybrides présentent des propriétés de photoluminescence hétérogènes et des recombinaisons non-radiatives induites par la présence de pièges qui limitent leur performances [4].

Afin de comprendre l'origine et les effets de ces hétérogénéités optiques et électroniques, nous avons corrélé des mesures de fluorescence par microscopie optique confocale (PL), et des images AFM en mode Kelvin Probe (KPFM) et en mode conducteur (c-AFM) au sein de films minces de pérovskites semiconductrices de type bromure de plomb méthyl ammonium. Nous avons comparé les cartographies PL obtenues sur des films déposés sur verre et sur des contacts anodiques transporteurs de trous. Dans chacun de ces systèmes, nous avons observé des cartographies PL hétérogènes mais attribuées à des mécanismes physiques différents. Sur verre, les cartographies PL sont dominées par une diffusion latérale des porteurs de charges photo-générés. En revanche, sur les contacts anodiques, nous observons une « anticorrélation » entre PL et le courant d'injection mesuré par c-AFM. Dans ce travail, nous montrerons que ces hétérogénéités anticorrélées sont essentiellement associées à un couplage électronique non homogène à l'interface entre la pérovskite et le contact électrique. De plus, nous établissons que les mesures corrélées de PL et d'AFM sont déterminantes pour mieux comprendre les hétérogénéités (opto-)électroniques des pérovskites. Ces dernières sont actuellement écrantées par les interfaces pérovskite-contact électrique. Nos travaux suggèrent ainsi la nécessité de considérer de nouveaux matériaux anodiques afin d'améliorer les transferts de charges aux interfaces pérovskite-contact électrique [5, 6].

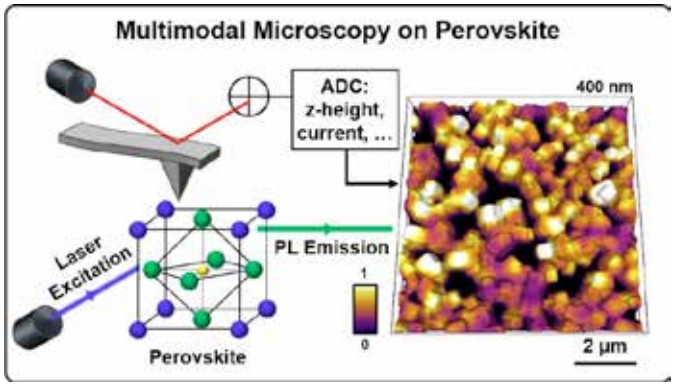


Figure 1 : Illustration des mesures corrélées des propriétés de photoluminescence (via microscopie optique confocale de photoluminescence) et de propriétés morphologiques et électroniques (via KPFM et c-AFM). L'image présente une cartographie PL normalisée superposée sur l'image 3D de la topographie obtenue par AFM sur un film de pérovskite de type bromure de plomb methylammonium déposé sur verre.

Références

[1] Zhang, W.; Eperon, G. E.; Snaith, H. J., *Nature Energy* **2016,** *1*, 16048.
[2] NREL Best Research-Cell Efficiencies. http://www.nrel.gov/pv/assets/images/efficiency_chart.jpg (01/2017),
[3] Sutherland, B. R.; Sargent, E. H., *Nat Photon* **2016,** *10*, 295-302.
[4] deQuilettes, D. W.; Vorpahl, S. M.; Stranks, S. D.; Nagaoka, H.; Eperon, G. E.; Ziffer, M. E.; Snaith, H. J.; Ginger, D. S., *Science* **2015,** *348*, 683-6.
[5] Eperon, G. E.; Moerman, D.; Ginger, D. S., *ACS Nano* **2016,** *10*, 10258-10266.
[6] Moerman, D.; Eperon, G. E.; Precht, J. T.; Ginger, D. S., **2017,** *En révision*.

Détection de couche diélectrique de nanoparticules de forme cœur-coquille par microscopie à force électrostatique

Diana El Khoury[1], Jérôme Castellon[1], Viktoriia Fedorenko[2], Jean-Charles Laurentie[1], Mikhael Bechelany[2], Michel Ramonda[3], Sébastien Balme[2], Michel Fréchette[4], Richard Arinero[1]

[1]Institut d'Electronique et des Systèmes, Université de Montpellier, 34095 Montpellier Cedex 5, France
[2]Institut Européen des Membranes, IEM UMR-5635, Université de Montpellier, ENSCM, CNRS, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier Cedex 5, France
[3]Centre de technologie de Montpellier, Université de Montpellier, 34095 Montpellier Cedex 5, France
[4]Hydro-Québec's Research Institute, Varennes, QC, Canada, J3X 1S1

Les interphases sont souvent considérées comme responsables de la variation des propriétés des nanocomposites non-explicables par les lois de mélange conventionnelles. La prédiction de la permittivité diélectrique des nanodiélectriques nécessite la considération de la permittivité intrinsèque de l'interphase et du volume qu'elle occupe. Le microscope à force électrostatique (EFM) constitue une technique prometteuse pour sonder localement les interphases [1]. Ainsi, une première série de matériaux modèles de nanodiélectriques, sous forme de cœur-coquille, aux dimensions et permittivités connues a été conçue et synthétisée. La coquille est censée représenter l'interphase à sonder et le cœur de la nanoparticule. Le but est de vérifier la capacité de l'EFM à détecter la couche diélectrique autour des particules et à différencier les différentes épaisseurs de couche. Nos échantillons sont constitués de particules de dioxyde de silicium (SiO_2) et de polystyrène (PS), respectivement de 20nm et 250nm de diamètre. Les particules de SiO_2 ont été recouvertes d'une couche d'alumine de 40nm, et les particules de PS de couches d'épaisseur variable d'alumine de 20 à 200nm. L'alumine a été déposée par ALD (atomic layer deposition). Nous avons réalisé les expériences EFM en utilisant des polarisations DC et AC en mode détection de gradient de force électrostatique. Parallèlement, nous avons effectué des simulations numériques de l'interaction entre la sonde et l'échantillon par la méthode des éléments finis en utilisant le module AC/DC du logiciel Comsol Multiphysics®. Les résultats expérimentaux démontrent l'efficacité de l'EFM pour différencier des couches d'alumine ayant des épaisseurs allant de 20 à 200nm et recouvrant des nanoparticules de SiO_2 et de PS. Les calculs numériques nous ont permis également de quantifier approximativement les épaisseurs des différentes couches. Ces résultats ouvrent la voie à l'utilisation de l'EFM pour caractériser une superposition de couches diélectriques ayant des géométries nanométriques non-planes tout en utilisant la permittivité diélectrique comme empreinte de ces matériaux. Nous montrons aussi que la corrélation avec un modèle numérique approprié permet le passage vers une quantification des propriétés dimensionnelles et/ou diélectriques de ces couches. Une extension importante de ce travail est le recouvrement de ces échantillons de type cœur-coquille par une matrice polymère afin de détecter les couches d'alumine présentes à l'interface entre les particules et la matrice. Ce dernier type d'échantillons modélise complètement un nanodiélectrique et devrait permettre de vérifier la possibilité de détecter les interphases dans ce type de matériaux par EFM.

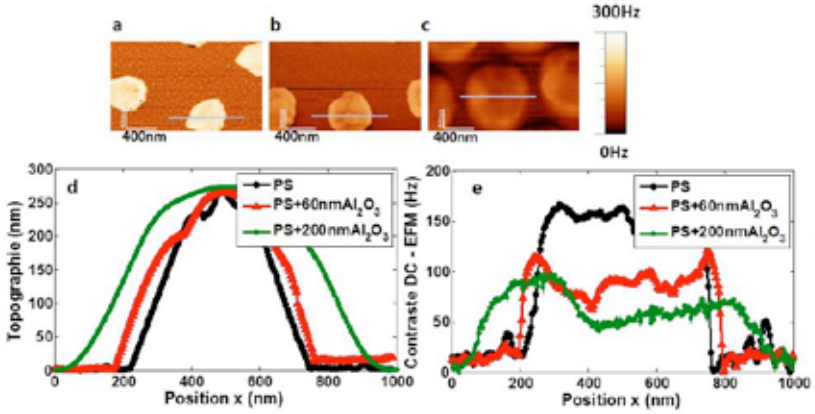


Fig. 1

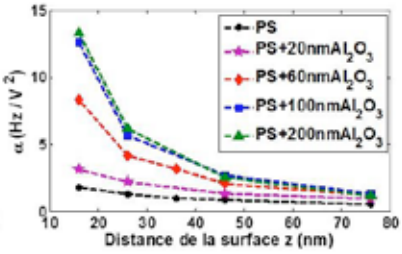


Fig. 2

Fig. 1 a, b et c: Images du contraste EFM pour les particules de PS, PS avec 60 nm d'alumine et PS avec 200 nm d'alumine; d: coupe transversale de topographie des particules dans les images des Fig. 1 a, b et c ; et e: leur contraste EFM à 5 V et 26 nm de la surface de l'échantillon.

Fig. 2: Signal EFM au niveau du centre des particules de PS en fonction de la distance pointe-surface de l'échantillon pour différentes épaisseurs de couches d'alumine. Le signal augmente avec l'épaisseur de la couche, démontrant que les mesures EFM sont sensibles à l'épaisseur et à la permittivité de la couche.

Références

[1] E. Khoury, D; Arinero, R; Laurentie, J. C; Castellon, J; Fréchette, M, *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*, **2016**, pp. 800-803.

Picpoul (piquepoul)

L'appellation Picpoul de Pinet couvre un vignoble unique à quelques pas de la Méditerranée, en bordure de l'étang de Thau. Traversée par la voie Domitienne, tout proche des antiques ports de Sète et d'Agde, il compte parmi les plus anciens vignobles de France. Son histoire se concrétise en 1773, quand Turgot, futur ministre de Louis XVI, donne permission d'apposer sur chaque tonneau du cru la célèbre «Marque à feu», signe de reconnaissance de la qualité du vignoble de Pinet.

Le "Picpoul de Pinet" est une référence chez les amateurs de coquillages qui ne manqueront pas de le savourer avec les huîtres locales autre spécialité de l'étang de Thau. Son nez aux senteurs florales et d'agrumes s'alliant très agréablement avec sa vivacité en bouche et le goût iodé si prononcé des fruits de mer.

Session 6

Lou vin

Mardi 21 Mars / 16h05 - 17h20

Modérateur : Pierre MALLET

Hailu KASSA Novel flexible-nanostructured Silicon-based anode architectures for lithium ion batteries **PAGE 58**

Boris BRUN-BARRIERE Imaging thermoelectric transport at the nanoscale **PAGE 60**

Sébastien TOUSSAINT Imaging and tuning electron transport inside nanodevices **PAGE 62**

Novel flexible-nanostructured Silicon-based anode architectures for lithium ion batteries

Hailu G. Kassa[1], Georgiana Sandu[2], Sorin Melinte[2], and Philippe Leclère[1]

[1]*Laboratory for Chemistry of Novel Materials, Center for Innovation and Research in Materials and Polymers (CIRMAP) University of Mons - UMONS, Place du Parc 20, B-7000 Mons, Belgium.*

[2]*ICTEAM, Université catholique de Louvain (UCL), Place du Levant 3, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgium.*

Silicon is an attractive material to replace graphite as anode for lithium ion battery because it potentially offers ten times higher theoretical specific capacity (4200 mAh g^{-1}) than conventional graphite. However, the intercalation of Li with Si leads to the formation of a lithium rich phase that causes up to 300% volume expansion inducing stresses and ultimately, material pulverization. One way to minimize active silicon pulverization is by using nanowires, nanotubes, and nanoparticles which can accommodate volume changes during charging and discharging cycles. Interestingly, these nanostructured Si materials could be incorporated with multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) networks to fabricate flexible and high energy density Li-ion batteries. Figure 1 (a) illustrates this new architecture.

But still for a widespread realization of Si anode based Li-ion batteries; many questions remain to be answered on the structural integrity, enhancement of electronic and ionic conduction, and solid electrolyte interface (SEI) stability of the electrodes. This necessitates a direct visualization of the structural and chemical evolution of the nanostructured electrode materials and electrolytes under dynamic operating conditions.

In this communication, we report a novel nanostructured composite anode electrode architecture. The fabrication of silicon nanowires of different shape, length, and diameter is done by metal assisted chemical etching. First we present a standard electrochemical study of these electrodes using conventional ionic electrolytes. Our preliminary results show a higher specific capacitance and sustainable cycling. In addition, to supplement the macroscopic characterizations, we have investigated the nanoscale mechanical properties by Intermodulation Atomic Force Microscopy (ImAFM) [1] of individual kinked-SiNW that are deposited on top of bulk silicon wafers. Figure 1 (b) is a typical topography and Figure 1 (c) illustrates the corresponding effective elastic modulus map of a single kinked-SiNW.

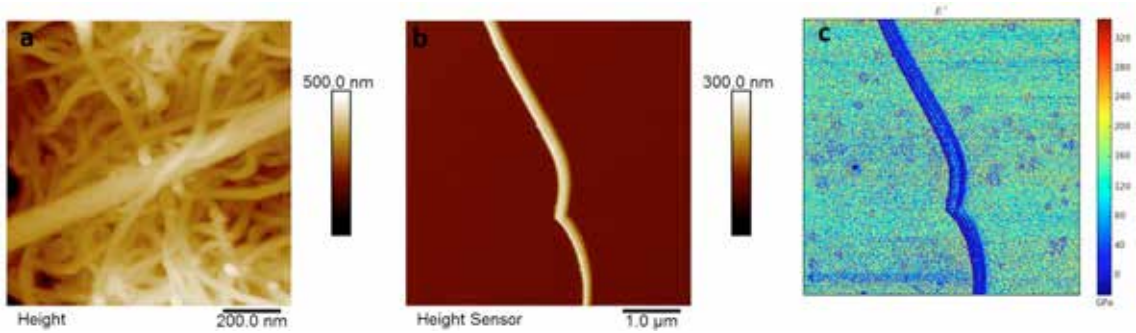


Figure 1 : (a) AFM topography image of nano-composite anode electrodes made of MWCNT mixed with SiNWs showing the Si nanowire penetrating through the MWCNT networks ; (b) AFM height image and (c) DMT effective elastic modulus map of a single kinked SiNW obtained from one ImAFM scan.

Combining these very promising electrodes with solid organic electrolytes will open the door to the elaboration of flexible batteries for nomad applications. In a subsequent work, we aim to use the Electrochemical Strain Microscopy (ESM) to investigate the structural integrity and ionic conduction properties of these nanostructured anode electrode materials for Li-ion batteries before and after various cycling stages.

References

1. Platz, D., E.A. Tholén, D. Pesen, and D.B. Haviland, *Applied Physics Letters*, **2008**. *92*(15): p. 153106.

Imaging thermoelectric power at the nanoscale

Boris Brun[1], Sébastien Toussaint[1], Frederico Martins[1], Sebastien Faniel[1], Xavier Wallart[2], Ludovic Desplanque[2], Dominique Mailly[3], Ulf Gennser[3] , Hermann Sellier[4], Serge Huant[4], Marc Sanquer[5], Vincent Bayot[1], Benoit Hackens[1]

[1] UCL/IMCN/NAPS - Louvain La Neuve (Belgium). [2] IEMN/CNRS - Villeneuve d'Ascq (France). [3] LPN/CNRS – Marcoussis (France). [4] Neel/CNRS/UGA - Grenoble (France). [5] CEA/INAC - Grenoble (France)

In the global context of arising quantum technology as well as increasing care for energy harvesting, thermoelectric transport has recently regained interest. In particular, the possibility to image with extreme sensitivity small temperature changes in nano-electronic devices has recently been reported [1]. In this spirit, we developed a new scanning probe technique to image thermoelectricity at the nano-scale: Scanning Gate Thermoelectric Microscopy (SGTM). This technique is derived from Scanning Gate Microscopy (SGM), that consists in mapping changes in a device's electrical conductance induced by a moving electrostatic perturbation, generated with a biased AFM tip [2]. We developed a conductive AFM operating at cryogenic temperatures (20 mK) in a dilution refrigerator, to image quantum electronic transport in different devices [3-5]. To record SGM images, the polarized tip is scanned above the sample surface and we plot the device's conductance vs tip position (fig1.b and fig2.b).

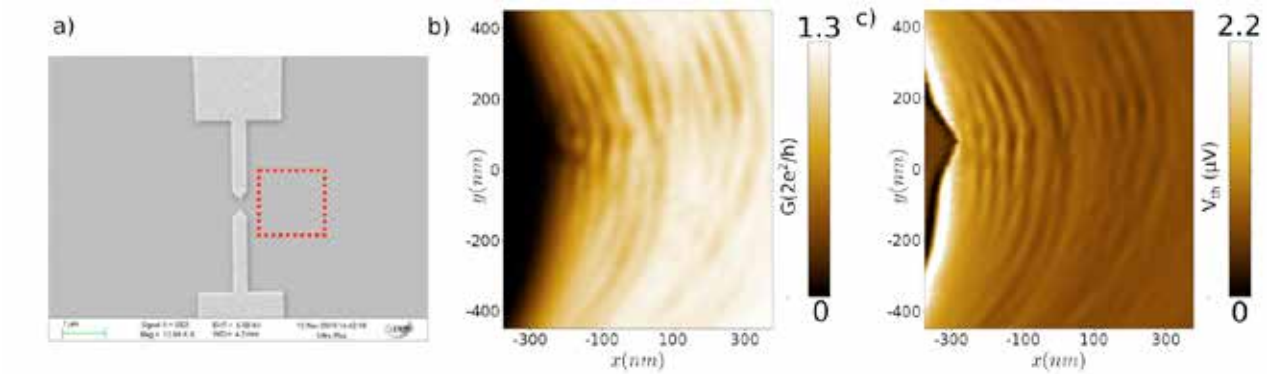


Figure 1 : a) SEM image of a quantum point contact (QPC) in a GaAs/AlGaAs heterostructure. Red rectangle represents the scanning area in b and c. b) SGM image representing the device's conductance w.r.t. tip position. c) SGTM image of the thermovoltage as a function of tip position, in the exact same conditions as fig.1b .

SGTM consists in recording the devices' Seebeck coefficient, or thermopower, instead of its electrical conductance. To achieve this measurement, we heat one side of the device with an AC current thanks to the Joule effect, and record the thermoelectric voltage arising across the device in response to this temperature difference. We then scan the electrically biased tip above the surface while recording this signal (fig.1c and 2.c). Surprisingly, SGTM unveils much greater details than SGM, making it very promising to study thermoelectric properties of nanostructures.

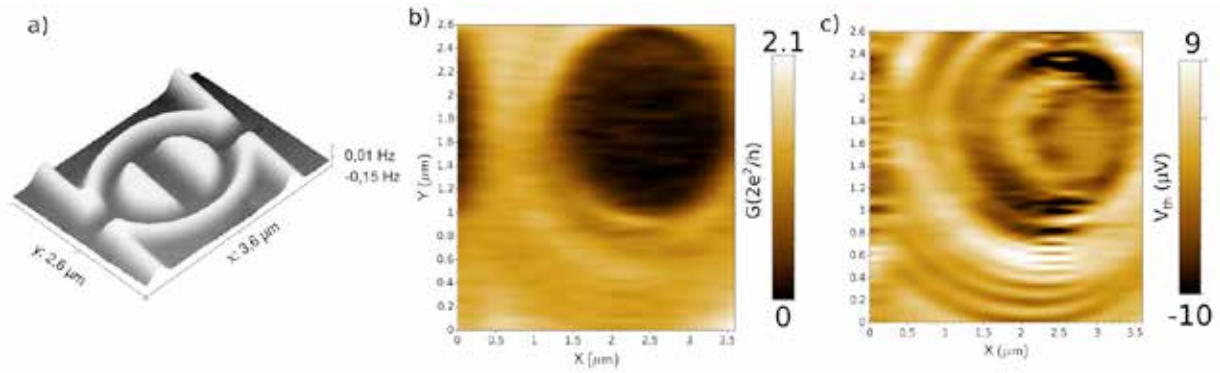


Figure 2 : a) Patterned InAlAs/InGaAs two-dimensional electron gas recorded by Electric Force Microscopy in order not to touch the surface at low temperature. b) SGM image representing the device's conductance w.r.t. tip position. c) SGTM image of the thermovoltage in the same conditions as fig.2e. Concentric rings representing single electron charging events are greatly highlighted compared to the SGM signal (fig.2e).Références

[1] D.Halbertal et al., *Nature* **2016**, 539, 407-410
[2] M.A Topinka et al., *Nature* **2001**, 416, 183-186
[3] B. Hackens et al., *Nat. Com* **2010**, 1, 39
[4] B. Brun et al., *Nat. Com*. **2014**, 5, 4290
[5] D. Cabosart et al., *Nano Lett*. **2017**,

Imaging and tuning electron transport inside nanodevices

S. Toussaint[1], B. Brun-Barrière[1], D. Cabosart[1], A. Felten[2], N. Reckinger[2], A. Iordanescu[1], F. Martins[1], S. Faniel[1], M. Pala[3], X. Wallart[4], L. Desplanque[4], H. Sellier[5], S. Huant[5], V. Bayot[1], B. Hackens[1]

[1]UCL/IMCN/NAPS - Louvain La Neuve (Belgium). [2]UNamur/PMR – Namur (Belgium).[3]U-PSUD – Orsay (France) [4]IEMN/CNRS - Villeneuve d'Ascq (France). [5]Neel/CNRS/UGA - Grenoble (France).

Atomic force microscopy (AFM) allowed to shed light on a wide variety of nano-objets and their astonishing properties emerging at the local scale. Particularly, reducing the size of conductive systems lead to the emergence of peculiar quantum phenomena that can modify how electric charge flow trought them. We aim to present here a general overview of the scanning gate microscopy (SGM) technique [1] where a voltage-polarized (V_{tip}) conductive AFM tip is used to modify *in situ* the local electrostatic potential inside a nanostructure. The perturbed potential landscape leads to a modified charge flow in the device leading to electric conductance variations (*G*) that are mapped in real space as we vary the tip-sample relative position and polarisation (see Fig.1a). SGM measurements are performed at low temperature (down to 20 mK) to understand charge behavior in the coherent and ballistic regime of transport. The AFM tip is attached to a tuning fork – used as a force sensor.

An example of SGM mapping is presented in Fig.1c where the tip is scanned in a plane parallel to the surface of a nanodevice (shown in Fig. 1b). SGM allows to indirectly image the quantum behavior of electrons in nanostructures and gives insights about different mechanisms at play at the local scale. Controlling the strength of the tip potential perturbation allows to either image or manipulate the quantum behavior of charge carriers at the local scale (Fig.1e). We will discuss in particular how SGM can image coherent flow inside confined nanodevices, i.e. near quantum point contacts [3,5] and inside quantum rings [2,4], as well as tune transport in mesoscopic networks in a counterintuitive fashion [6]. As a rather young technique, SGM offers a wide range of future perspectives such as using other types of local perturbations (e.g. magnetic) or the possibility of mapping different device properties (e.g. Seebeck coefficient instead of *G*). The interpretation of SGM mapping is supported by simulations capturing the complex interplay between quantum transport (Fig.1f) and the local electrostatic perturbation (see Fig.1g).

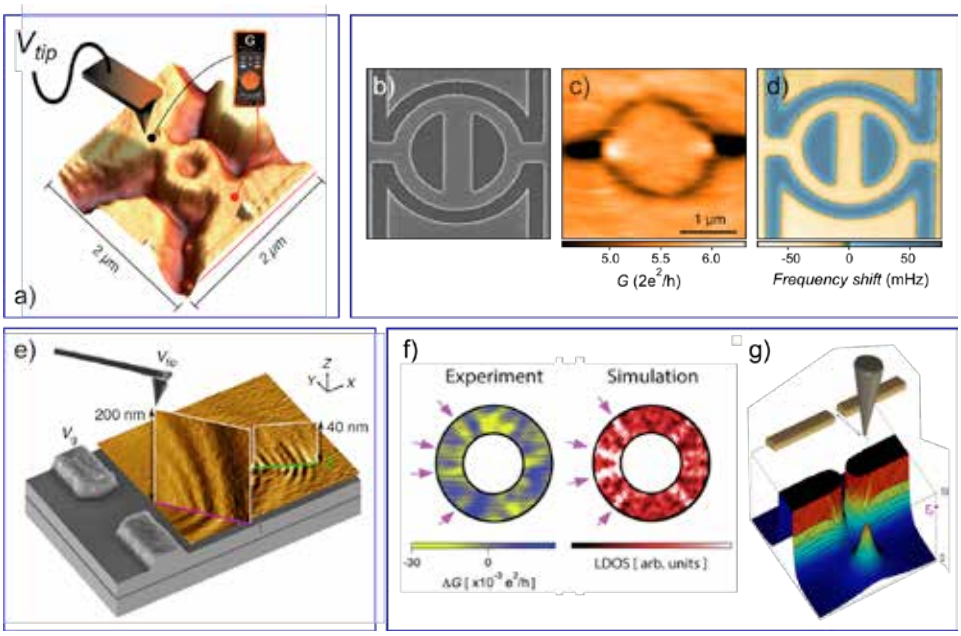


Figure 1 : a) SGM working principle. A conductive AFM tip polarized in voltage (V_{tip}) is scanned nearby a nanostruture as the device conductance (*G*) is mapped in real space. b) Scanning electron micrograph of a nanostructure whose SGM mapping is presented in c). Surprisingly we observe almost no SGM contrast above the central branch region. The polarized tip (V_{tip} =-14V) is scanned in a plane 60 nm parallel to the sample surface. The change in frequency shift of the oscillating tuning fork is recorded and presented in d) (EFM mode). e) Conductance of a quantum point contact [5] as the tip is scanned both in a plane parallel to the surface and along a surface orthogonal to it. f) Comparison between conductance variations in SGM maps of a graphene mesoscopic ring (experiment) and the simulation [2] of the local density of states (LDOS) in a comparable ring (simulation). We can observe a one-to-one feature correspondency. g) Simulation (Poisson equation) of the electrostatic perturbation induced by the conductive tip polarized nearby a quantum point contact [5].

Références

[1] H. Sellier *et al.*, *Semicond. Sci. Technol.* (**2011**), *26*, 064008. [2] D. Cabosart *et al., Nano Lett.* (**2017**) DOI: 10.1021/acs.nanolett.6b03725, [3] M.A. Topinka *et al.*, *Science* (**2000**), *289(5488)*, 2323-2326. [4] F. Martins *et al., Phys. Rev. Lett.* (**2007**), *99(13),* 136807. [5] B. Brun *et al., Nat. Comm.*(**2014**), *5,* 4290. [6] M.G. Pala *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* (**2012**), *108(7)*, 076802; S. Toussaint *et al.*, submitted (**2017**).

Muscat

Le muscat nous vient d'une vieille famille de vins liquoreux dont l'origine remonte à la plus haute Antiquité, vins mythiques, vins de fêtes et de rois. Mais la caution d'Homère ne répond pas aux questions : où, quand, comment le raisin muscat fut-il acclimaté en Gaule, puis vinifié, puis réputé ? Les auteurs grecs et latins ne nous apprennent rien à cet égard le « guide des vins » de la Gaule Narbonnaise reste à écrire, et c'est peut-être l'archéobotanique qui nous donnera la clé de cette origine obscure. Les biologistes, associés aux archéologues, apprennent à déchiffrer le code génétique des fragments de bois de vigne et des pépins découverts lors de fouilles. Il y faut cependant des conditions particulières : découvrir des bois conservés dans l'eau depuis l'Antiquité, dans des puits, des sources ou des cours d'eau. Lorsque les conditions sont réunies, les analyses permettent d'identifier des familles de cépages.

Quant au muscat, on ne dispose pour l'heure d'aucune indication sur son introduction dans la région : le cépage vint-il du Proche ou Moyen Orient comme on le suppose, était-il cultivé dès l'Antiquité, doit-on penser à une innovation médiévale ? Nulle évidence ne s'impose à cet égard et si l'origine antique est la plus attendue, une introduction médiévale n'aurait rien d'improbable en regard des nombreux échanges méditerranéens qui se sont perpétués.

Session 7

Exposants 2

Mardi 21 Mars / 17h20 - 18h10

Modérateur : David ALBERTINI

ZURICH INSTRUMENTS PAGE 66

SCIENTEC PAGE 67

ELEXIENCE PAGE 68

KEYSIGHT PAGE 69

SPECS PAGE 70

SCIENTA-OMICRON PAGE 71

SCHAEFFER PAGE 72

PI PAGE 73

MFLI Lock-in Amplifier

The New Standard – DC to 500 kHz / 5 MHz

starting at
EUR 5.400,-

All Instruments include

- Spectrum Analyzer
- Imaging Module
- Parametric Sweeper
- Threshold Unit Tip Protection
- Oscilloscope with FFT
- Python, MATLAB®, .NET, C and LabVIEW® interfaces

Upgrade options

Impedance Analyzer & LCR Meter

- 1 mΩ – 1 TΩ, 0.05% basic accuracy
- Compensation Advisor to achieve highest accuracy
- Confidence Indicator validates your measurements

New 4 PID Controllers

- PID Advisor suggests initial set of parameters
- Auto-tune automatically minimizes residual PID error
- PLL Mode with ±1024 π phase unwrap for robust locking

New AM/FM Modulation

- Generation and analysis of AM/FM modulated signals
- Single and higher order sideband analysis
- Adjustable filter settings for each frequency

Zurich Instruments

Your Application. Measured.

Get in touch
www.zhinst.com
info@zhinst.com
Intl. + 41 44 515 0410

NANO-OBSERVER
THE BEST PRICE PERFORMANCE AFM
CSINSTRUMENTS
THE ATOMIC FORCE AWAKENS
NANO-OBSERVER
AFM TRADE-IN!
MAKE MONEY
FROM YOUR OLD AFM
FOR MORE INFORMATION CONTACT US AT
INFO@CSINSTRUMENTS.EU
PRICE
CSI
Concept
Scientific
Instruments

ELEXIENCE commercialise des instruments scientifiques de haute technologie depuis 1981 en France, en Belgique et en Suisse francophones.

Nos spécialités sont la microscopie et l'analyse. Nous nous appuyons sur des fournisseurs leaders mondiaux, sur leur segment de marché, et proposons une offre globale à notre clientèle : conseils spécialisés, choix concerté de la solution la mieux adaptée, installation et tests de réception technique sur site. La société **ELEXIENCE** est agréée pour la formation des utilisateurs.

Notre équipe « support technique » vous conseille en permanence sur les meilleures conditions d'utilisation des équipements et assure, via une offre de contrats de maintenance variée, un fonctionnement optimal du matériel.

ELEXIENCE représente deux gammes d'AFM complémentaires :

-> **Park Systems**, société sud-coréenne, présente sur le marché des microscopies à sondes locales depuis 1989 (Park Scientific Instruments)

-> **Hitachi High Technologies** (ex Seiko SII) leader sur le marché asiatique, et dorénavant présent en Europe via son réseau implanté de longue date en microscopie électronique, offrant ainsi des synergies très intéressantes.

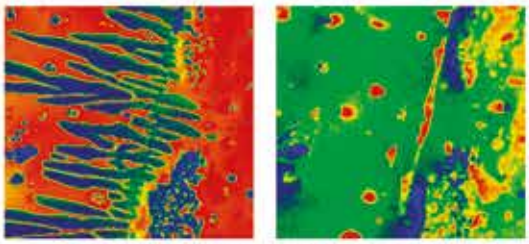
Marques distribuées :

HITACHI HIGH TECHNOLOGIES - PARK SYSTEMS

AMT - DEBEN - IBSS - KAMMRATH & WEISS - QUARTZ IMAGING CORPORATION - QUORUM - RIGAKU - THERMO SCIENTIFIC - TVIPS - ZETA INSTRUMENTS

Start a scan now with the NEW 9500 AFM.

It will be done before you finish reading this sentence.



10 sec/frame scanning of a PDES on silicon:
at 25°C; at 46°C

Designed to provide unprecedented speed and performance, the Keysight 9500 seamlessly integrates Keysight's powerful new NanoNavigator software, a new high-bandwidth digital controller, a closed-loop 90µm scanner and the industry-leading environmental and temperature control. The new 9500 AFM facilitates faster workflow for materials science, life science, polymer science, and electrical characterization on the nanoscale!

Keysight 9500 Atomic Force Microscope

- Quick Scan option enables scan rates of 2 sec/frame (256 x 256 pixels)
- Software can automatically and optimally set parameters within seconds
- High-bandwidth, FPGA-based digital controller ensures high-speed precision
- Atomic-resolution imaging of samples in fluids, gases, and ambient conditions

KEYSIGHT TECHNOLOGIES

Unlocking Measurement Insights

© Keysight Technologies, Inc. 2017

Agilent's Electronic Measurement Group is now **Keysight Technologies.**

Nanonis™ BP5

SPM CONTROL SYSTEM BASE PACKAGE 5

KEY FEATURES

- Operation-Optimized User Interface
- Full Flexibility for most Advanced Measurement Techniques
- Uncompromising Signal Quality
- Works with any SPM in any Mode
- Future-proof state-of-the-art Hardware

SPECS Surface Nano Analysis GmbH

T +49 30 46 78 24-0
E info@specs.com
H www.specs.com

SPECS™

Three New SPM Systems

Fermi DryCool™ SPM

- Cryogen-free cooling for unlimited operation at low and variable temperatures
- Independent tip and sample temperature control from LT to above RT
- Ultra-low noise level below 1 pm with active cooling
- Superior drift performance
- Scienta Omicron leading QPlus AFM technology

Tesla JT SPM

- Imaging at T < 1.4 K and B > 3 T
- >120 hours of hold time with active magnet
- Optical access for ease of use and in-situ deposition
- QPlus AFM technology

LT STM III

- Extended hold times to > 65 hours
- STS with ΔE < 1 meV
- New cabling for GHz signals for improved time resolution
- QPlus AFM technology

With the merger of VG Scienta and Omicron, the most advanced capabilities in Photoelectron Spectroscopy (PES), Scanning Probe Microscopy (SPM), Thin-Films and System Solutions are now combined under one roof.
Some interesting new products are shown here.
For further information please contact us:
info@scientaomicron.com

www.ScientaOmicron.com

Schaefer Techniques

- Nanotechnology
- Surface & Materials Analysis
- Vacuum Technology
- Measurement & Control

Schaefer Techniques is a French company located 25km south of Paris. With more than 40 years of experience, we have a solid reputation as a known supplier of scientific instrument for R&D and process controls. Schaefer Techniques is also responsible of Spain and Portugal.
Schaefer Group is composed of 5 different offices based in Switzerland, Germany, Italy and Romania. Schaefer Techniques is the French office. Thanks to this European coverage, we can reach almost each and every country in Europe. Schaefer Group hire highly skilled engineer and scientist trained in sales, combining versatility and specialization. Come to see us if you are looking for:

Vacuum Technologies

- Mechanical components for vacuum and UHV
- Vacuum gauges
- Electrical feedthrougths
- Thermocouples

Surface Caracterization

- Nano-indentation In-Situ
- Hyperspectral microscopy
- Tribometers
- SPM/UHV SPM
- Optical profilometers
- LEED/AES

The size of each Schaefer enables a high reactivity, good management of highly complicated projects as well as flexibility in communicating between customers and manufacturers. We are waiting for you stand!
contact : info@schaefer-tech.com

PI

Micro & Nano Positionnement

MICROSCOPIE · IMAGERIE · AÉRONAUTIQUE · RECHERCHE · INDUSTRIE · DÉFENSE

Moteurs magnétiques

Céramiques & moteurs piézoélectriques

Hexapodes & Robotique

Nanométrologie

PI France SAS · 04 42 97 52 30 · info.france@pi.ws · www.pi.ws

MOTION | POSITIONING

Illustration 1: La porte du Peyrou et la promenade vers 1700, peinture anonyme (coll. part.). Détail.

Le Peyrou

Le Peyrou : une place très politique !
La création de la promenade du Peyrou remonte à la fin du XVIIe siècle (début des travaux 1689). Elle fait suite à la volonté du Roi d'imposer sa présence dans les états du Languedoc historiquement protestants. Au cours des années 1661-1662, les protestants avaient édifiés des construction pour défendre la ville contre Louis XIII. Lorsque la ville fut soumise, Louis XIV ordonna la destruction des remparts, la construction de nombreuses casernes afin de pouvoir contenir si besoin les rébellions de l'arrière pays cévenol (dragonnades) et pour atténuer la réticence face à cette présence royale, la construction de promenades. Celle du Peyrou est à mettre à l'initiative du Commandant en chef de la Province, le marquis de la Trousse, et à son successeur, le comte de Broglie. Cette colline située à l'extérieur de la ville servait d'aire à battre le blé. Il fut décidé d'y aménager « une promenade de cent trente toises de longueur sur quarante deux de largeur, revêtue aux endroits nécessaires d'une forte muraille pour soutenir les terres et pour servir de siège à ceux qui vont s'y promener ». Les plans furent décidé à Paris, même si la ville en assure le financement grâce à l'emprunt.

Avant de devenir Place Royale, la promenade, longue de 230m sur 70m de large est loi d'être régulière et les murs de soutènement restent inachevés. C'est dans la seconde moitié du XVIIIe siècle qu'elle sera complétée par les terrasses basses. Il est à noter que la promenade ne reçoit aucune plantation car il ne s'agit ni d'un cours, ni d'un boulevard, ni d'une esplanade. A l'est, du côté de la ville, la reconstruction de la porte de la ville (arc de Triomphe) vient parachever l'aménagement de la colline.

La statue du Roi Louis XIV :
Commandée par les États du Languedoc à Paris en 1685, celle-ci fut acheminée par voie navale jusqu'à Montpellier, de part sa taille imposante (6 m), le voyage sera retardé par les guerres de religion . Cette expédition, dont le coût fut très élevé, dura six mois, et la statut arriva enfin à destination par le Lez ... 33 années après la commande proprement dite, le 27 février 1718, soit trois ans après la mort du roi. L'actuelle statue n'est qu'une réplique érigée durant la monarchie de Juillet 1838, deux fois plus petite que l'originale.
Le choix de conserver à la place royale son caractère de belvédère largement ouvert sur le paysage environnant lui confère son originalité. Ce choix est totalement contradictoire avec le modèle classique de la place royale architecturée (place Louis Le Grand à Paris, actuelle place Vendôme), mais convient parfaitement au programme national de glorification monarchique : Le roi règne sur toutes les contrais visibles depuis le belvédère (des Pyrénées au mont Ventoux).
Le projet fut complété par le château d'eau en 1768, qui domine la promenade et est alimenté par l'aqueduc conçu par Henri Pitot, un ouvrage très impressionnant qui donne son nom au quartier des Arceaux. Le pont aux 3 arches qui relie l'aqueduc au château d'eau est du à Jean Antoine Giral. L'arche centrale s'effondra deux fois en 1771 !
Louis encore présent :
Afin de protéger un panorama urbain unique en France, Louis XVI, par deux arrêts de 1775 et 1779,
institue une servitude «non altius tollendi» : Toute nouvelle construction ne peut dépasser la hauteur des garde-corps des promenades basses afin de «leur préserver tout l'agrément et l'ornement dont elles sont susceptibles». La règle est toujours en vigueur dans le plan d'urbanisme de la ville : l'architecte Ricardo Bofill a dû s'y conformer lors de la construction du quartier Antigone !

Références :
Thierry LOCHARD « La place royale du Peyrou à Montpellier : la statue équestre, le paysage et le territoire » Revue 2006 n°36. http://www.etudesheraultaises.fr/

Thierry LOCHARD « Les promenades à Montpellier au XVIIe et au début du XVIIIe siècle » Revue 2002-2003 n°33-34. http://www.etudesheraultaises.fr/

Session 8

Optique

mercredi 22 Mars / 8h30 - 10h10

Modérateur : Renaud BACHELOT

Eric LE MOAL Sonder la réponse spectrale d'une structure plasmonique avec des électrons tunnels **PAGE 76**

Benjamin DOPPAGNE Fluorescence de molécules uniques induite par STM : Vers une spectroscopie vibrationnelle de résolution spatiale sub-moléculaire **PAGE 78**

Simon VASSANT Couplage contrôlé d'une boîte quantique à un nano-cône en or : forte exaltation de l'émission bi-excitonique **PAGE 80**

Yi HUANG Etude spectroscopique de structures LSPR par IR nanoscopie au voisinage de la fréquence plasma **PAGE 82**

Sonder la réponse spectrale d'une structure plasmonique avec des électrons tunnels

Eric LE MOAL[1], Shuiyan CAO[1], Jean-Paul HUGONIN[2], Jean-Jacques GREFFET[2], Aurélien DREZET[3,4], Serge HUANT[3,4], Gérald DUJARDIN[1], Elizabeth BOER-DUCHEMIN[1]

[1]*Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO), CNRS, Univ Paris Sud, Université Paris-Saclay, F-91405 Orsay*
[2]*Laboratoire Charles Fabry, Institut d'Optique, 91127 Palaiseau, France*
[3]*Université Grenoble Alpes, Institut NEEL, F-38000 Grenoble, France*
[4]*CNRS, Institut NEEL, F-38042 Grenoble, France*

Nous utilisons quotidiennement nombre de dispositifs électroniques miniaturisés (smartphones, notebooks, objets connectés…). Aujourd'hui, la quasi-totalité de ces dispositifs utilisent exclusivement le courant électronique pour générer, transporter et traiter l'information avant de la communiquer à l'utilisateur ou à un autre dispositif. Si cette technologie a permis d'atteindre des niveaux de miniaturisation inégalés, elle pourrait progressivement laisser la place à des technologies hybrides, intégrant d'autres vecteurs de l'information, comme la lumière ou les plasmons de surface, dans des dispositifs électroniques miniaturisés. Cette diversification de l'électronique a pour but l'accroissement de la capacité d'information, l'amélioration de l'efficacité énergétique et le développement de nouvelles applications. Les micro- et nanostructures plasmoniques sont appelées à jouer un rôle clé dans l'intégration de la nanophotonique dans les dispositifs électroniques, car elles peuvent être utilisées pour convertir localement le courant électronique en faisceaux de lumière ou de plasmons de surface. Elles permettent également de réaliser toutes sortes de microcomposants optiques et de circuits plasmoniques. Certaines de ces structures, telles que les nanoantennes optiques, les cristaux plasmoniques ou les lentilles plasmoniques, ont déjà fait l'objet de très nombreuses études, dans lesquelles elles sont excitées par un faisceau laser ou par le coupage en champ proche à un émetteur tel qu'une molécule fluorescente. Cependant, leur excitation par le courant électronique, notamment par effet tunnel inélastique [1,2], est encore peu étudiée. Une particularité de ce mode d'excitation est qu'il est extrêmement local et large bande en fréquence [3], ce qui nécessite d'adapter le design des structures plasmoniques excitées, lesquelles sont souvent conçues pour fonctionner à une fréquence donnée. Pour cela, il est indispensable de pouvoir mesurer précisément la réponse spectrale de ces structures plasmoniques sous excitation électrique locale. Dans ce but, nous avons développé un dispositif expérimental qui combine un microscope à effet tunnel (STM), un microscope optique et un spectromètre optique imageur. Le courant tunnel est utilisé pour exciter électriquement des plasmons de surface sur une microstructure en or sous la pointe du STM [4,5]. La diffusion et les pertes radiatives des plasmons de surface excités sont collectées par le microscope optique et une image de cette émission de lumière est projetée, dans l'espace de Fourier, sur la fente d'entrée du spectromètre qui disperse la lumière sur une caméra CCD refroidie. La réponse spectrale de la structure plasmonique et la dispersion énergie-vecteur d'onde de ses modes [6] sont ainsi mesurées. Nous montrons l'application de cette technique à l'optimisation de lentilles plasmoniques entrant dans la conception de microsources électriques intégrées de faisceaux de lumière polarisés radialement [4].

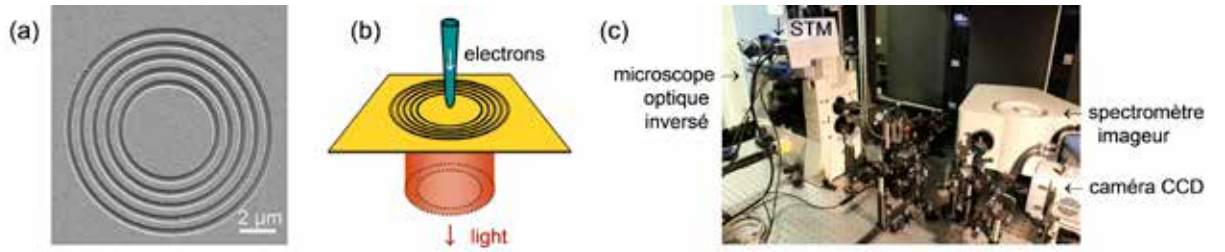


Figure 1 : (a) image de microscopie électronique à balayage d'une structure plasmonique (fentes circulaires concentriques percées dans un film d'or) [4] ; (b) schéma de l'expérience montrant l'excitation électrique de la structure plasmonique par le courant tunnel sous la pointe du STM et l'émission d'un faisceau de lumière qui en résulte ; (c) photo du dispositif expérimental utilisé pour mesurer la réponse spectrale d'une structure plasmonique et la dispersion énergie-vecteur d'onde de ses modes.

Références

[1] Wang, T.; Boer-Duchemin, E.; Zhang, Y.; Comtet G.; Dujardin, G. *Nanotechnology* (**2011**), *22*, 175201.
[2] Rogez, B.; Cao, S.; Dujardin, G.; Comtet, G.; Le Moal, E.; Mayne, A.; Boer-Duchemin, E. *Nanotechnology* (**2016**), *27*, 465201.
[3] Zhang, Y.; Boer-Duchemin, E.; Wang, T.; Rogez, B.; Comtet, G.; Le Moal, E.; Dujardin, G.; Hohenau, A.; Gruber, C.; Krenn, J. R. *Opt. Express* (**2013**), *21*, 13938.
[4] Cao, S.; Le Moal, E.; Boer-Duchemin, E.; Dujardin, G.; Drezet, A.; Huant, S. *Appl. Phys. Lett.* (**2014**), *105*, 111103.
[5] Canneson, D.; Le Moal, E.; Cao, S.; Quélin, X.; Dallaporta, H.; Dujardin, G.; Boer-Duchemin, E. *Opt. Express* (**2016**), *24*, 26186.
[6] Rogez, B.; Horeis, R.; Le Moal, E.; Christoffers, J.; Al-Shamery, K.; Dujardin, G.; Boer-Duchemin, E. *J. Phys. Chem. C* (**2015**), *119*, 22217.

Fluorescence de molécules uniques induite par STM : Vers une spectroscopie vibrationnelle de résolution spatiale sub-moléculaire.

Benjamin Doppagne, Michael C. Chong, Etienne Lorchat, Stéphane Berciaud, Michelangelo Romeo, Hervé Bulou, Alex Boeglin, Fabrice Scheurer, Guillaume Schull.

Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg,
UMR 7504 (CNRS – Université de Strasbourg), 67034 Strasbourg, France

Les spectroscopies infrarouge, Raman ou de fluorescence sont de puissantes méthodes expérimentales qui permettent d'obtenir des informations précises sur la nature chimique de structures organiques. Les spectres obtenus grâce à ces techniques constituent ainsi de véritables « empreintes chimiques » de l'objet sondé. Inversement, le microscope à effet tunnel (STM) permet d'imager et d'interagir avec la matière avec une précision atomique mais présente une faible sensibilité chimique. Des expériences récentes [1] combinant STM et spectroscopie Raman (TERS) ont permis de faire un grand pas vers l'obtention d'un instrument capable de combiner les résolutions spatiales et chimiques. Plus récemment encore [2], notre équipe a montré que des spectres d'électrofluorescence réalisés sur une molécule suspendue entre la pointe et la surface métallique d'un STM présentent des signatures vibrationnelles comparables à celles d'un spectre Raman. Toutefois, dans cette configuration, il est impossible d'imager la molécule lors de l'acquisition des spectres optiques, et la résolution spatiale est perdue. En s'inspirant d'une configuration d'expérience (Fig. 1(a)) récemment développée par Zhang *et al*. [3], nos derniers travaux montrent qu'en réalisant des spectres d'électrofluorescence sur des molécules uniques de ZnPc ou des arrangements de ces mêmes molécules (Fig. 1(b)) séparées d'une surface métallique par une fine couche de sel, il est possible d'obtenir des spectres vibroniques très bien résolus spectralement (en noir Fig. 1(c)). La comparaison avec des spectres Raman obtenus sur des agrégats macroscopiques de la même molécule (en rouge Fig. 1(c)) montre que nos spectres constituent une véritable empreinte chimique de la molécule étudiée. Plus intéressant encore, l'intensité des modes de vibrations varie avec la position de la pointe par rapport à la molécule sondée. Une analyse détaillée suggère que cette dépendance spatiale reflète la symétrie des modes concernés [4]. Nos résultats représentent ainsi un pas important vers la réalisation d'une spectroscopie vibronique résolue à l'échelle atomique.

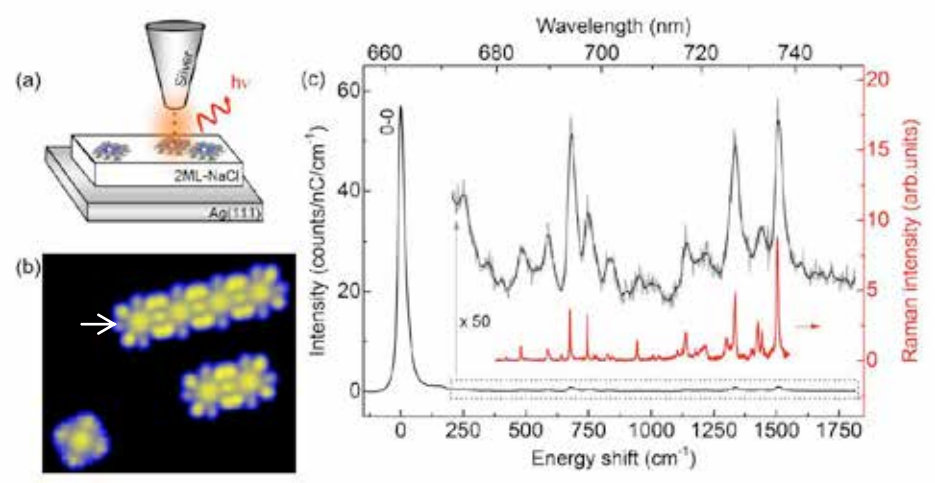


Figure 1 : **Electrofluorescence induite par STM de molécules de phtalocyanine de zinc (ZnPc).** (a) Schéma de principe. (b) Image STM d'un monomère, d'un dimère et d'un tétramère de ZnPc. (V = -2.5 V ; I = 30 pA). (c) Spectre d'électrofluorescence (en noir) d'un tétramère de ZnPc excitées à l'endroit marqué d'une flèche blanche en (b). Spectre Raman (en rouge) réalisé sur un cristal macroscopique de ZnPc avec un laser He-Ne (633nm).

Références

[1] Zhang, R.; Zhang, Y.; Dong, Z.C.; Jiang, S.; Zhang, C.; Chen, L.G.; Zhang, L.; Liao, Y.;Aizpurua, J.; Luo, Y.; Yang, J.L.; Hou, J.G. **Nature (2013)**,*498*, 82

[2] Chong, M.C.;Reecht, G.; Bulou, H.;Boeglin, A.; Scheurer, F.; Mathevet, F.; Schull, G. **Phys. Rev. Lett.(2016)**, 116, 036802

[3] Zhang, Y.; Luo, Y.; Zhang, Y.; Yu, Y-J.; Kuang, Y-M.; Zhang, L.; Meng, Q-S.; Luo, Y.; Yang, J-L.; Dong, Z-C.; Hou, J.G. **Nature (2016)**, 531, 623

[4] Doppagne, B.; Chong, M.C.; Lorchat, E.;Berciaud, S.; Romeo, M.; Bulou, H.; Boeglin, A.; Scheurer, F.; Schull, G.; **arXiv (2016)**, arXiv:1612.04653

Couplage contrôlé d'une boîte quantique à un nano-cône en or : forte exaltation de l'émission bi-excitonique

Simon Vassant[1,2], Korenobu Matsuzaki[1], Hsuan-Wei Liu[1], Anke Dutschke[1,3], Björn Hoffmann[1], Xuewen Chen[1,4], Silke Christiansen[1,5], Mattew R. Buck[6], Jennifer A. Hollingsworth[6], Stephan Götzinger[1,7] et Vahid Sandoghdar[1]

[1]Max Planck Institute for the Science of Light, Staudtstr. 2, D-91058 Erlangen, Germany.
[2]Adresse acutelle : SPEC, CEA, CNRS, Université Paris-Saclay, CEA/Saclay, 91191 Gif sur Yvette Cedex, France
[3]Carl Zeiss Microscopy GmbH, Carl-Zeiss-Str. 22, 73447 Oberkochen, Germany
[4]School of Physics, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, People's Republic of China
[5]Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Berlin, Germany
[6]Materials Physics & Applications: Center for Integrated Nanotechnologies, Los Alamos National Laboratory, Los Alamos, New Mexico 87545, USA
[7]Department of Physics and Graduate School of Advanced Optical Technologies, Friedrich Alexander University Erlangen-Nuremberg, D-91058 Erlangen, Germany

Le couplage d'émetteur de photons uniques avec des nano-antennes plasmoniques est le sujet de nombreuses recherches, ayant pour objectif la réalisation de sources de photons brillantes et rapides, en particulier pour l'information quantique. De nombreuses études choisissent une voie « statistiques », reposant sur le moyennage d'un grand nombre de réalisations plus ou moins contrôlées. La dispersion des propriétés physiques et spectrales des émetteurs et des antennes eux-mêmes, ainsi que des assemblages produits empêchent une compréhension fine des phénomènes mis en jeu.

Ici nous présentons les résultats du couplage contrôlé d'une boîte quantique unique à une antenne plasmonique (nanocone en or) [1]. Le principe expérimental est présenté en Figure 1 : après caractérisation d'une boîte quantique unique, elle-ci est attachée à l'extrémité d'une pointe (fibre optique étirée) en utilisant un microscope à force atomique (diapason en mode force de cisaillement). Cette même boîte quantique est ensuite scannée au-dessus d'un nano-cône en or réalisé par faisceau d'ion focalisé.

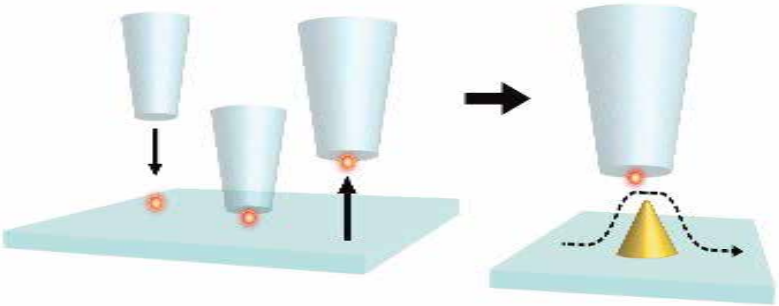


Figure 1 : Principe de l'expérience : a/ Une boîte quantique unique est sélectionnée puis attachée à une pointe en verre. b/ La boîte est ensuite scannée au-dessus d'une nano-cône en or. Un objectif de microscope (non représenté) permet d'exciter le système et de collecter la fluorescence par le dessous de l'échantillon.

Les propriétés optiques de la boîte quantique sont étudiées grâce à un microscope inversé en fonction de la position de la boîte quantique par rapport au nano-cône. En particulier, nous mesurons l'intensité de fluorescence, la durée de vie, et l'anti-corrélation du second ordre (antibunching) en absence et en présence de l'antenne pour la même boîte quantique, ce qui nous permet d'extraire expérimentalement le taux de désexcitation radiative et l'efficacité quantique du système.

Nous montrons que la nano-antenne exalte les taux radiatifs des excitons et des bi-excitons de la boîte quantique de 109 et 100 fois respectivement, en gardant de bonnes efficacités quantiques de 60 et 70% respectivement. La forte augmentation de la densité photonique d'état permet aux excitons et aux bi-excitons de se désexciter de manière radiative efficacement. Cette désexcitation radiative rapide permet d'entrer en compétition avec les processus Auger (non-radiatifs) qui sont responsables du scintillement (blinking) des boîtes quantiques.

La réalisation d'un tel assemblage directement en bout de pointe AFM permettrait d'obtenir une source brillante pour des applications telles que la nano-spectroscopie ou la cartographie de densité photonique d'état.

Références

[1] Matsuzaki, K.*; Vassant, S.*; Liu, H-W.; Dutschke, A.; Hoffmann, B.; Chen, X.; Christiansen, S.; Buck M.; Hollingsworth J.; Götzinger, S; et Sandoghdar V. *Scientific Reports* **2017**

Etude spectroscopique de structures résonantes à plasmons de surface localisés par nanoscopie infrarouge au voisinage de la fréquence plasma

Yi HUANG[1], Julien Vaillant[1], Franziska Barho[2], Thierry Taliercio[2], Aurélien Bruyant[1]

[1]*Université de Technologie de Troyes, LNIO, 12 rue Marie Curie-CS42060, 10004 Troyes, France*
[2]*Université de Montpellier, IES, UMR 5214, CNRS, IES, UMR 5214*

We investigate the different modes near plasma frequency of a highly doped semiconductor nanostructure by a phase sensitive mid-IR s-SNOM [a][1]. Highly doped InAsSb is an exciting material exhibiting metallic behavior with a plasma frequency ranging from THz to midIR (up 5.5µm) depending on the doping level. Therefore it offers quite unique perspectives for infrared plasmonics, notably to create intense Localized Surface Plasmon Resonance (LSPR) for sensing application in the Infrared range, where specificity can be provided by spectroscopic measurement (SEIRA[b] technique)[2].

In our work, scanning near-field microscopy is used to investigate the localized plasmonic modes of submicronic InAsSb ribbon that is 700nm wide and 100nm high. The phase sensitive images reveal the presence of a highly confined mode on the edge of the ribbon that is confirmed by electromagnetic simulations. Using the same homemade tool we investigate the peculiar nature of the signal scattered by the probe (a nano-antenna) in the vicinity of the plasma frequency where the permittivity approaches zero. The spectroscopic measurement reveals large variation associated to strong fluctuations in the local density of optical states, confirmed by electromagnetic simulations.

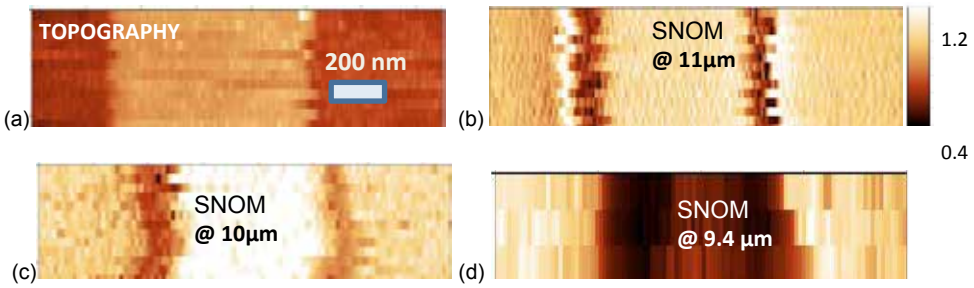


Figure 1 : Experimental image of the InAsSb/GaSb gratings : (a) Topography of the ribbon ;(b) Optical Amplitude image at 11µm ;(c) optical amplitude image at 10µm ;(d) optical amplitude image at 9.4µm

Références

[1] A Al Mohtar, J Vaillant, Z Sedaghat, M Kazan, L Joly, C Stoeffler, J Cousin, A Khoury, and A Bruyant. *Generalized lock-in detection for interferometry: application to phase sensitive spectroscopy and near-field nanoscopy*. *Optics express*, *22(18)*:22232–22245, **2014**.
[2] VN'Tsame Guilengui, L Cerutti, J-B Rodriguez, E Tournié, and T Taliercio. *Localized surface plasmon resonances in highly doped semiconductors nanostructures*. *Applied Physics Letters*, *101(16)*:161113, **2012**.

[a] S-SNOM : Scattering-type Scanning Near-field Optical Microscopy
[b] SEIRA : Surface Enhanced Infrared Absorption Spectroscopy

Pic Saint Loup

Le pic Saint-Loup tient son nom d'une légende d'amour médiévale. Trois frères, Loup, Guiral et Clair, tous amoureux de la belle Bertrade, partirent en croisade sans savoir lequel d'entre eux elle choisirait comme époux.
Au retour de Terre sainte, la bien-aimée avait trépassé. Désespérés, ils décidèrent de vivre en ermites au sommet de trois pitons voisins. Celui sur lequel vivait Guiral devint le mont Saint-Guiral. Il est situé près du mont Aigoual et son dôme granitique culmine à 1 366 mètres. Celui sur lequel vivait Clair fut nommé le mont Saint-Clair (175 mètres, c'est à ses pieds qu'est bâtie la ville de Sète). Installé sur le pic (658mètres) auquel il donnera son nom, Thieri Loup mourut le dernier. Comme ses deux frères, il avait allumé tous les 19 mars de sa vie un feu en la mémoire de sa bien aimée.

www.loupic.com/Legende-du-Pic.html

Session 9

NC-AFM

mercredi 22 Mars / 10h35 - 12h00

Modérateur : Hubert KLEIN

Antoine HINAUT Caractérisation ncAFM de défauts atomiques créés par plasma à basse température sur la surface de KBr(001) **PAGE 86**

Benoit EYDOUX Stabilisation et charge par ncAFM d'îlots d'or sur l'AlN(0001) **PAGE 88**

Tobias MEIER Modification des propriétés électroniques d'une molécule donneuse-acceptrice unique par interaction avec un cation de sodium **PAGE 90**

Caractérisation ncAFM de défauts atomiques créés par plasma à basse température sur la surface de KBr(001)

Antoine Hinaut[1], Baran Eren[1,2], Sara Freund[1], Res Jöhr[1], Roland Steiner[1] , Thilo Glatzel[1], Laurent Marot[1], Ernst Meyer[1], Shigeki Kawai[1,3].

[1] *Department of Physic, University of Basel, Switzerland*

[2] *Material Sciences Division, Lawrence Berkeley National Laboratory, United States*

[3] *International Center for Materials Nanoarchitectonics, National Institute for Materials Science, Japan*

La structuration de surfaces isolantes à l'échelle nanométrique présente un intérêt fondamental pour les applications concernant l'adsorption de molécules ou de nanoparticules. En effet, ces surfaces permettent le découplage électronique des espèces adsorbées. Dans cette étude nous présentons une méthode pour structurer les surfaces d'halogénures d'alcalin à l'échelle nanométrique en les exposant à un plasma basse température.

Après chaque traitement, les surfaces sont caractérisées aux échelles nanométriques et atomiques par ncAFM. La nanostructuration est contrôlée par le temps d'exposition, la masse atomique du gaz utilisé pour le plasma et plusieurs étapes successives de chauffage des échantillons. En comparaison avec les études précédentes [1,2], notre étude montre la nanostructuration des échantillons jusque la présence de défauts monoatomiques tout en préservant la structure de la surface. Par la suite de tels défauts peuvent être utilisés pour piéger des molécules ou nanoparticules uniques.

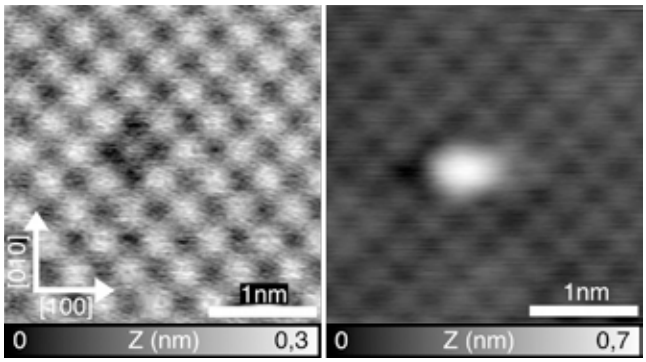


Figure 1. Topography ncAFM images of atomic scale defects on the KBr(001) surface. Left : atomic vacancy; right : adatom.

Références

[1] Szymonski, M.et al., *Progress in Surface Science* **2001**, 67, 123–138.
[2] Sinha, O. et al., S*urface and Coatings Technology* **2009**, 203, 2458–2462.

Stabilisation et charge par nc-AFM d'îlots d'or sur l'AlN(0001).

Benoit EYDOUX[a,b], Bulent Baris[a], Hassan Khoussa[a,c], Mohanad Alchaar[a,b], Xavier Bouju[a], Sébastien Gauthier[a] et David Martrou[a].

(a) CEMES, CNRS UPR 8011, 29 rue Jeanne Marvig, BP 94347, 31055 Toulouse Cedex 4, France
(b) Université de Toulouse III, UPS, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse, France
(c) Laboratoire LSMC, Université d'Oran 1 Ahmed Ben Bella, 31100, Oran, Algérie

Les systèmes composés de nanoclusters métalliques sur un substrat isolant sont d'un grand intérêt du fait de leurs propriétés électroniques, magnétiques, optiques et chimiques. Les applications sont importantes dans l'électronique de puissance ou encore l'électronique moléculaire. Cette dernière montre le besoin de connecter électriquement des nano-objets à géométrie plane tels que des fils atomiques ou des rubans de graphène avec un métal 2D servant de réservoir de charges sur un isolant. Historiquement, trois mécanismes de stabilisation de métaux 2D sur isolant furent proposés, d'autres tentatives impliquent une croissance 3D de cluster métalliques [1]. Le premier fut d'utiliser la charge de surface servant à stabiliser un oxyde polaire tel que MgO(111) pour faire croitre une couche 2D métallique [2]. Cette tentative fut infructueuse du fait de l'instabilité de la surface de MgO(111). Deux autres mécanismes ayant comme point commun de fournir des porteurs mobiles pour stabiliser une couche 2D métallique sur un isolant sont possibles. L'un consiste à doper un oxyde tel que CaO(100) avec du molybdène [3], l'autre à faire croitre MgO(100) en couche mince sur un substrat métallique afin que les électrons puissent transiter par effet tunnel vers l'adsorbat métallique [4]. Nous proposons un quatrième mécanisme utilisant la surface non-stœchiométrique d'un film mince d'AlN(0001) polaire et isolant [5]. L'observation par KPFM d'un dépôt d'or sur la reconstruction (2x2) du nitrure d'aluminium conduit à la formation d'ilots 2D chargés négativement par rapport à l'AlN. Deux moirés ont été observés par AFM à basse température sur ces ilots. Les calculs utilisant la théorie de la fonctionnelle densité (DFT) montrent que la stabilisation de ces îlots résultent d'une part d'un transfert de charge global vertical entre l'AlN et l'or, d'autre part d'un transfert de charge latéral et local permettant la formation de liaisons Au-Al et Au-N [6].

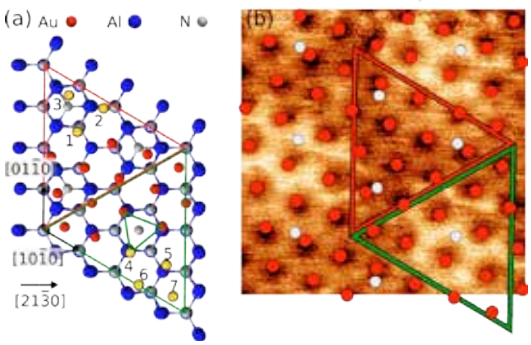


Figure 1 : (a) modèle DFT du moiré apparent. (b) superposition de la maille DFT avec l'image nc-AFM (T=5K) à résolution atomique (qPlus).

La spectroscopie en tension à hauteur constante permet de contrôler la charge des ilots d'or. Celle-ci est robuste et la charge de l'ilot peut persister pendant plusieurs jours. Ce dernier mécanisme suscite encore quelques interrogations.

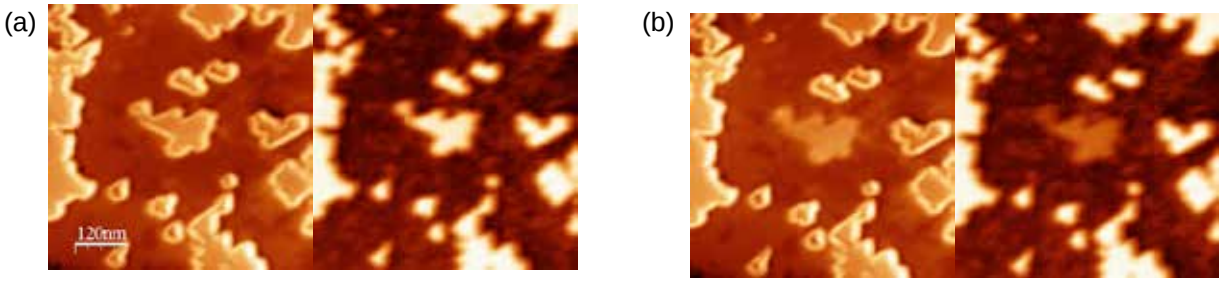


Figure 2 : Images nc-AFM 600x600 nm (T=300K) : topographie à gauche, potentiel Kelvin a droite (cantilever). (a) Système à l'équilibre. (b) Système après charge de l'ilot central.

Références

[1] Henry C. R., *Surf. Sci. Rep.* **1998**, *31,* 231-325.
[2] Noguera C., *J. Phys. : Condens. Matter*, **2000**, *12*, R367.
[3] Cui Y., Stiehler C., Nilius N., Freund H. J., *Phys. Rev. B.* ***2015***, *92,* 075444.
[4] Sterrer M. *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **2007**, *98,* 096107.
[5] Chaumeton F. *et al.*, Phys. Rev. B. **2016**, *94,* 165305.
[6] Eydoux B. *et al.*, *soumis* **2017**.

Modification des propriétés électroniques d'une molécule donneuse-acceptrice unique par interaction avec un cation de sodium

Tobias MEIER[1], Rémy PAWLAK[1], Shigeki KAWAI[2], Yan GENG[3], Xunshan LIU[3],

Silvio DECURTINS[3], Prokop HAPALA[4], Alexis BARATOFF[1],

Shi-Xia LIU[3], Pavel JELINEK[4], Ernst MEYER[1] and Thilo GLATZEL[1]

[1] *Département de Physique, Université de Bâle, Suisse*
[2] *Institut national pour les sciences des matériaux, Tsukuba, Japon*
[3] *Département de Chimie et Bio-Chimie, Université de Berne, Suisse*
[4] *Institute de Physique, Académie tchèque des Sciences, Prague, République tchèque*

Les molécules donneuse-acceptrices (DA) sont d'une importance cruciale en nanosciences [1-3] car elles peuvent être utilisées pour créer des dispositifs d'électronique moléculaire telles que des cellules photovoltaïques organiques [4]. Les propriétés des molécules DA sont déterminées par la distribution interne des charges et la séparation des orbitales moléculaires. Néanmoins, ces propriétés électroniques sont établies pour une molécule dans le vide; il est donc fondamental de déterminer si elles sont préservées lorsque la molécule est adsorbée sur une surface.

Dans cette étude, la formation d'un complexe entre la molécule DA tetrathiafulvalene-fused dipyridophenazine (TTF-dppz) [5] avec un cation de la surface de NaCl sur Cu(111) est demontrée par des techniques de microscopie à sondes locales telles que la microscopie à force atomique (AFM) et la microscopie à effet tunnel (STM). Cette complexation entraîne un changement drastique des propriétés électroniques intrinsèques de la molécule. A l'aide de la microscopie STM et AFM, nous avons caractérisé les sites d'adsorption moléculaire et leur géométrie ainsi que leurs distributions de charges par spectroscopie à effet tunnel et par spectroscopie de force. Nos résultats expérimentaux en accord avec des simulations à la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT) confirment l'altération des propriétés moléculaire suite à la complexation.

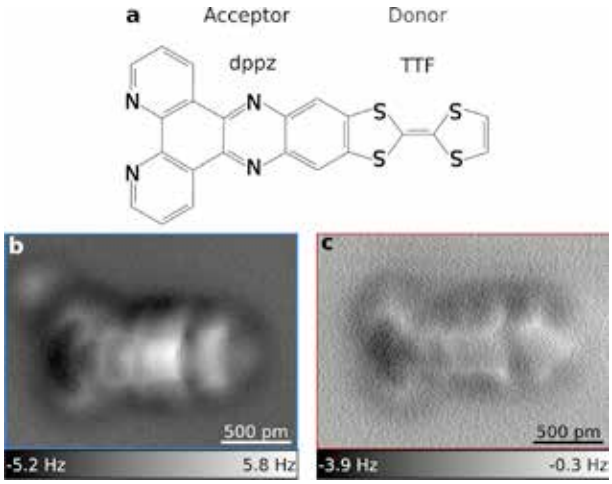


Figure 1 : **a**, structure chimique de TTF-dppz, **b et c**, images AFM à hauteur constante de TTF-dppz pour deux sites d'adsorption de la molécule.

Références

[1] Kawai, S. *et al*. *ACS Nano* **(2013),** *7,* 9098
[2] Liu, S.-X. *et al*. Chem. Soc. Rev. **(2015)**, *44*, 863
[3] Schuler, B. *et al*. Nano Lett. **(2014)**, *14*, 3342
[4] Amacher, A. *et al*. Chem. Commun. **(2014)**, *50*, 6540
[5] Jia, C. *et al*. Chem. Eur. J. **(2007)**, *13*, 3804
[6] Meier, T. *et al.* en préparation

Saint-Guilhem-le-Désert et l'abbaye de Gellone

Saint Guilhem le Désert

En 804, le comte de Toulouse et duc d'Aquitaine Guillaume (Guilhèm en langue d'oc) fonde une abbaye dans un lieu de la vallée de l'Hérault alors à l'écart de toute présence humaine, un « désert », le vallon de Gellone. L'abbaye est appelée abbaye de Gellone, ou, après son décès en 812, abbaye de Guillaume, et devient l'abbaye de Saint-Guilhem après sa canonisation en 1066.

Le toponyme « dau Desèrt » date de l'époque où le terroir était dévégétalisé par les pratiques d'élevage des trop nombreux habitants du bourg. Toute forme de végétation avait un emploi pour l'alimentation du bétail ou le chauffage. Ces pratiques paysannes de subsistance ont duré jusqu'au début du XXe siècle, puis la déprise agricole intervint du fait de l'exode rural, laissant la végétation pousser à nouveau alentours.

Le village médiéval de Saint-Guilhem-le-Désert (Sant Guilhèm dau Desèrt en languedocien) et l'abbaye de Gellone sont inscrits au patrimoine mondial de l'UNESCO au titre des « Chemins de Saint Jacques de Compostelle ». Dans le Languedoc, ce village médiéval est classé parmi les Plus Beaux Villages de France (deuxième Village préféré des Français en 2012). Il est développé sur la rive gauche du ruisseau Verdus, c'est un village rue. Son passé médiéval est marqué par ses fenêtres Romanes ou Renaissance, ou bien encore ses nombreuses arcatures. Sur la place centrale médiévale, dite de la Liberté, un gigantesque platane, planté en 1855, fait face à l'abbaye de Gellone (XIe siècle). Celle-ci comporte une crypte préromane et un cloître, dont une importante collection se trouve au musée des « Cloisters » à New York. L'abbaye conserve l'orgue historique construit en 1782 par le célèbre facteur d'orgue J.P. Cavaillé. Il est considéré comme l'un des plus magnifiques témoins de l'Orgue Classique Français. A noter que l'on se déplace aussi en l'abbaye pour se recueillir devant les reliquaires de Saint-Guilhem et de la Vraie Croix (objet de dévotion de nombreux pèlerins dont la majorité ne va pas à Saint-Jacques-de-Compostelle, en vertu d'une croyance tenace, mais à 60 km en moyenne). Le village se situe au sein d'un paysage majestueux entre les monts de Saint-Guilhem-le-Désert, les gorges de l'Hérault et le piémont languedocien à l'entrée des gorges du Verdus et du cirque de l'Infernet.

[D'après Wikipédia, l'Office du Tourisme de Saint Guilhem le Désert et le site internet du gite La Salsepareille]

Session 10

Électrique 2

mercredi 22 Mars / 14h00 - 15h15

Modérateur : Thierry MELIN

Sébastion PIERRAT Etude de la conductivité d'un composé de polycarbonate et de nanotubes de carbone par Microscopie à Force Atomique **PAGE 94**

Pablo Arturo FERNADEZ GARRILLO Imagerie de la dynamique multi-temporelle des photoporteurs à l'échelle nanométrique **PAGE 96**

Loranne VERNISSE Conception de switchs moléculaires en milieu électrochimique **PAGE 98**

Exploring the micro-scale conductivity of polycarbonate-carbon nanotubes composites using conductive AFM

S. Pierrat[1], L. Yang[1], R. Girod[1], O. Guise[1], F. Mercx[1], R. Lazzaroni[2,3], O. Douhéret[2], P. Viville[2]

[1] SABIC, Plasticslaan 1, 4612PX Bergen op Zoom, The Netherlands
[2] Materia Nova R&D Center, Avenue Nicolas Copernic 1, B-7000 Mons, Belgium
[3] Laboratory for Chemistry of Novel Materials, University of Mons, Place du Parc 20, B-7000 Mons, Belgium

Most polymer materials are insulating by nature. Many industrial applications in consumer electronics, fluids management or automotive, for instance, require polymeric materials with a certain degree of electrical conductivity to provide specific properties, such as anti-dust, anti-static, electrostatic dissipation or electromagnetic shielding. In order to fulfill those requirements and to be able to control the electrical resistivity over a wide range, from typically 10 to 10^{13} Ω.cm, conductive fillers are commonly added to the resin. Over the past decade, the use of carbon nanotubes (CNTs) has become widespread, due to their high aspect ratio, high intrinsic electrical conductivity and significant reduction of cost over the last years. Prime examples of electrically conductive products making use of the unique properties of CNTs are now commercially available, typically NORYL GTX™ resin for electro-static paintable fenders and STAT-KON™ resin for hard disk drives.

Despite the interest in conductive plastics to replace conventional materials, the industry is still lacking reliable methods to characterize samples at the nanoscale in order to develop a thorough understanding of the mechanisms ruling the overall conductive properties. Often, their characterization is restricted to the macroscopic level measuring the Specific Volume Resistivity (SVR) or Surface Resistivity (SR). However, it has been well established that the electrical conductivity of a material is strongly related to the local morphology resulting from the processing conditions. There is therefore a need to further characterize and understand the electrical conductivity at the local scale to further improve the material performance. In that respect, conductive AFM (C-AFM) represents a promising tool, capable of providing local current within a pA-µA sensitivity range, and to simultaneously capture the sample topography and conductivity with a sub-10 nm spatial resolution. Originally developed to characterize inorganic semiconducting devices [1], it recently showed potential to provide significant added value in the study of semiconducting organic materials and hybrid blends [2].

In the study reported here, C-AFM measurements have been conducted on model systems consisting of a polycarbonate (PC) resin filled with CNTs at different concentrations (0.5%, 1% and 2% in wt%) and processed using different molding conditions (Figure 1.1). The results show the suitability and the reliability of C-AFM to yield nanoscale mapping of the properties of PC/CNT blends, i.e. to delineate the CNT dispersion in PC and to probe the local conductivity of CNT's through local I-V spectroscopy (Figure 1.2). Furthermore, the local conductivity derived from the C-AFM measurements is consistent with the SVR measurements (Figure 1.4). Following the percolation theory [3], the data are interpreted in terms of percolated network and effective resistivity of the conductive pathways, taking into account the intrinsic resistivity of the CNTs and the electrical contact between them, as depicted in Figure 1.3. The results confirm that specific molding conditions lead to a significant improvement in the electrical conductivity by favoring the formation of highly-conducting CNT pathways, hence allowing a decrease of the CNT ratio in the blend to reach the percolation threshold.

References

[1] A. Olbrich, B. Ebersberger and C. Boit, *Appl. Phys. Lett.* **1998**, *73 (21)*, 3114
[2] D. Moerman, N. Sebaihi, S. E. Kaviyil, P. Leclère, R. Lazzaroni and O. Douhéret, *Nanoscale* **2014**, *6*, 10596
[3] Ning Hu, Zen Masuda and H. Fukunaga, *Proceeding of the 16th International Conference on Composite Materials*, Kyoto, **2007**

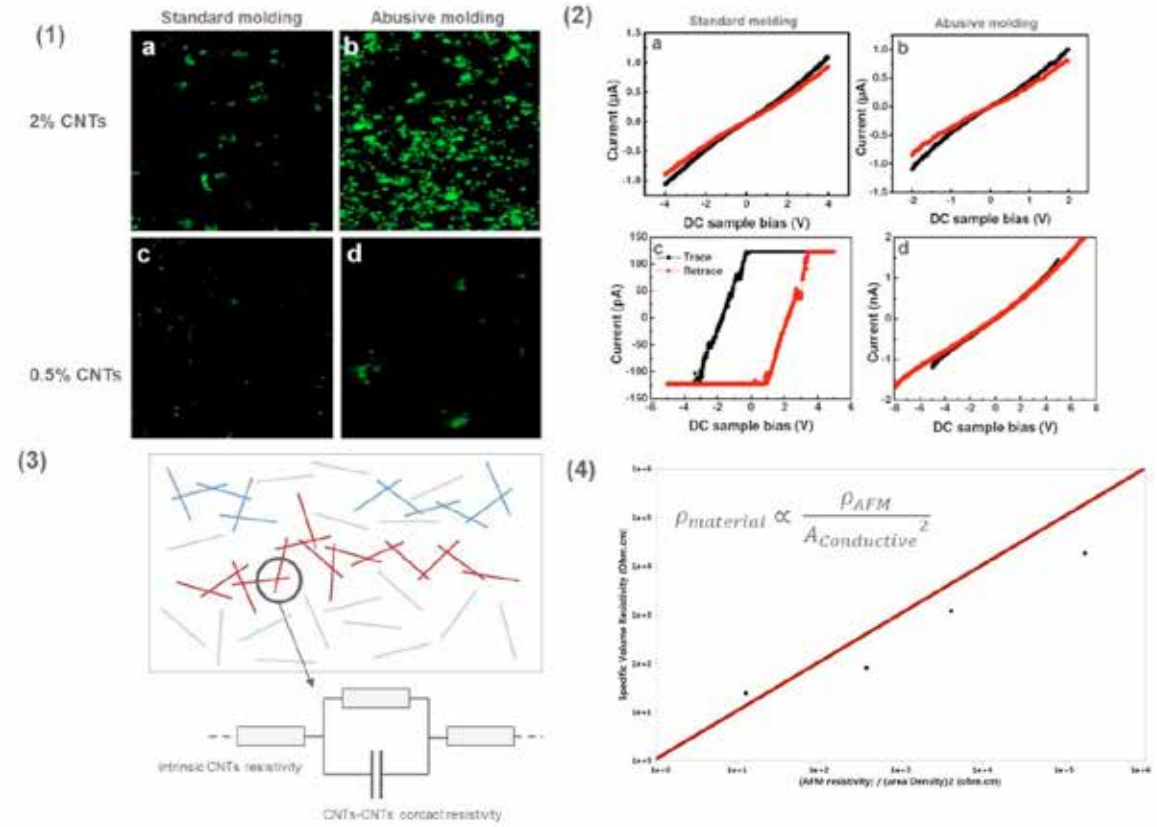


Figure 1 : (1) Cartographie des domaines conducteurs par Microscopie à Force Atomique d'un échantillon de polycarbonate (PC) contenant 0.5% and 2% de NTCs et soumis à différentes conditions de moulage (2) Courbes courant-tension obtenues sur un domaine conducteur. Les valeurs de la résistivité obtenue sont utilisées dans le modèle de percolation (3), avec l'hypothèse que la densité de surface des domaines conducteurs est proportionnelle au réseau percolé. (4) Corrélation entre les résultats obtenus et les mesures de conductivité par RVS.

Imagerie de la dynamique multi-temporelle des photoporteurs à l'échelle nanométrique

Pablo A. FERNANDEZ GARRILLO,[†,‡,§] Łukasz BOROWIK,[†,‡] Florent CAFFY,[§] Renaud DEMADRILLE,[§] and Benjamin GREVIN,[§]

[†]Université Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France
[‡]CEA, LETI, MINATEC Campus, F-38054 Grenoble, France
[§]INAC-SYMMES, CEA, CNRS, Université Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France

La microscopie à force atomique (AFM) et ses modes électrostatiques comme la microscopie à force électrostatique (EFM) et la microscopie à sonde de Kelvin (KPFM) sont devenus des outils de nano-caractérisation incontournables en photovoltaïque inorganique, organique et hybride. Récemment, quelques équipes ont commencé à développer des techniques de champ proche résolues en temps afin d'étudier la dynamique des photo-porteurs. Particulièrement, KPFM sous illumination modulée en fréquence a permis de sonder la dynamique de recombinaison dans les hétérojonctions en volume organiques, ainsi que la durée de vie des porteurs minoritaires dans les semi-conducteurs inorganiques [1-3]. Néanmoins, jusqu'à ce jour, l'obtention d'images 2D de la dynamique des photo-porteurs en résolution nanométrique est resté un réel défi, l'ensemble des mesures citées auparavant [1-3] ayant été réalisées en mode spectroscopique ponctuel. L'absence d'imagerie dynamique ne permet pas d'évaluer précisément l'impact de la nanostructure sur les propriétés de photo-transport et de recombinaison.

Nous présentons ici un nouveau mode d'imagerie spectroscopique 2D basé sur la microscopie à sonde de Kelvin sous illumination modulée en fréquence combinée à la microscopie à force atomique non contact sous ultravide. Nous montrons comment l'acquisition de courbes du photo-potentiel en fonction de la fréquence d'illumination sur une grille 2D peut être utilisée pour imager simultanément la dynamique du photo-potentiel de surface à différentes échelles temporelles (allant de quelques centaines de ns à quelques ms) avec une résolution latérale sub-10 nm. Ces images résolues en temps sont enregistrées simultanément avec les canaux topographiques et de dissipation, ce qui permet d'analyser la relation entre la nanostructure et la dynamique des photo-porteurs. Cette approche a notamment permis d'imager les dynamiques des processus de remplissage de pièges, de recombinaison retardée par des pièges et de recombinaison non géminée dans des couches minces d'hétérojonctions donneur-accepteur organiques avec une séparation de phase nanométrique (Fig. 1). Nous avons également cartographié les variations spatiales de la durée de vie des porteurs minoritaires dans des couches minces de silicium polycristallin (poly-Si).

Ces résultats établissent l'imagerie de photo-potentiel multi-dynamique comme un outil universel pour les études locales de la dynamique des photo-porteurs dans les matériaux et dispositifs photo-actifs. [4]

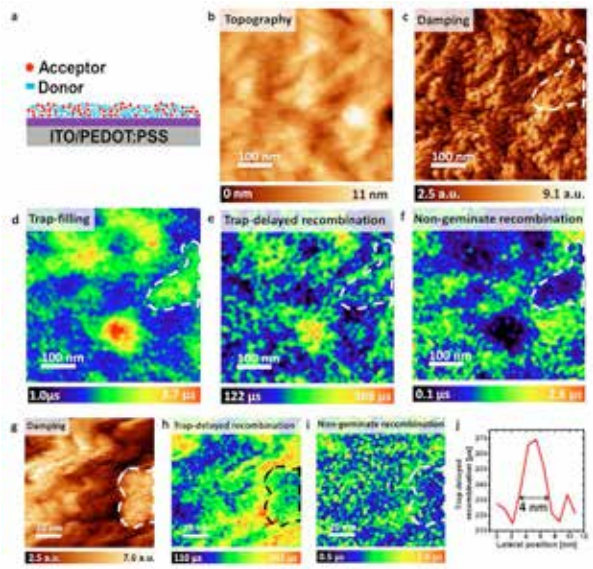


Figure 1 : (a) Modèle proposé pour la morphologie du mélange PDBS-TQx / $PC_{71}BM$ avec une ségrégation de phase nanométrique. (b) Image topographique nc-AFM (100 x 100 pixels, 500 × 500 nm) acquise au cours de la spectroscopie 2D sous illumination modulée en fréquence (515 nm, 10% de rapport cyclique, 3,8 mW / mm2). (c) Image de dissipation. (d-f) Images de (d) croissance du photo-potentiel "lent", (e) décroissance du photo-potentiel "lent", et (f) décroissance du photo-potentiel "rapide", donnant accès à la dynamique de (d) remplissage de pièges (e) recombinaison retardée par les pièges, et (f) recombinaison non géminée. (g-i) Images en haute résolution (100 × 100 pixels, 100 × 100 nm). (g) Image de dissipation. (h, i) Décroissance du photo-potentiel «lent» et «rapide», respectivement. (j) Profil correspondant au tracé souligné par une ligne rouge en h. Les lignes pointillées dans c-f et g-i soulignent les corrélations entre les contrastes dans l'image de dissipation et les images dynamiques.

Références

[1] Borowik, Ł.; Lepage, H.; Chevalier, N.; Mariolle, D.; Renault, O. *Nanotechnology* **2014**, *25*, 265703.
[2] Shao, G.; Glaz, M.; Fei, M.; Ju, H.; Ginger, D. *ACS Nano* **2014**, *8*, 10799.
[3] Takihara, M.; Takahashi, T.; Ujihara, T. *Appl. Phys. Lett.* **2008**, *93*, 021902.
[4] Fernández Garrillo, P.A.; Borowik Ł.; Caffy F.; Demadrille R.; Grévin B. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **2016**, *8*, 31460

Conception de switchs moléculaires en milieu électrochimique

Loranne Vernisse, Sepideh Afsari, Parisa Yasini, Piret Pikma, Eric Borguet

Department of Chemistry and Center for the Computational Design of Functional Layered Materials (CCDM), Temple University, Pennsylvania 19122, United States

La conception et l'investigation de matériaux ou systèmes en deux dimensions sont l'un des moteurs de la nano-ingénieries. Un tel domaine considère des systèmes complexes multi-échelle de différentes natures, allant de l'étude de la molécule unique à la modification de matériaux existants. Dans cette optique, nous nous sommes orientés vers la conception de domaines moléculaires en deux dimensions pour la fabrication de nano-dispositifs.

L'élaboration de domaines 2D capables de changer de structure en réponse à une variation électrochimique est d'un intérêt particulier dans la conception de capteurs ou de switchs à l'échelle de la molécule unique. Aussi, nous avons élaboré un switch électro-mécanique on/off basé sur la conductance d'une molécule unique et actionné par le potentiel de surface dans un environnement électrochimique. Les molécules cibles sont des dérivés benzéniques organisés en domaines 2D dont la particularité est de présenter différentes géométries d'adsorption selon le potentiel de surface. L'utilisation de la microscopie à effet tunnel en jonction brisée en milieu électrochimique (BJ-EC-STM) permet de piéger des molécules uniques issues de ces domaines entre deux électrodes d'or (un substrat et une pointe STM) et de mesurer leur conductivité. Il a ainsi été montré que cette conductivité variait drastiquement selon la géométrie de la jonction. Une modification du potentiel de surface conduit donc à une réponse à la fois physique et électrique du système [1]. Il s'agit désormais d'augmenter l'écart de conductivité entre les différentes jonctions en jouant sur les groupements chimiques et l'aromaticité des cycles carbonés, puis de contrôler et automatiser ce switch électromécanique de conductance moléculaire.

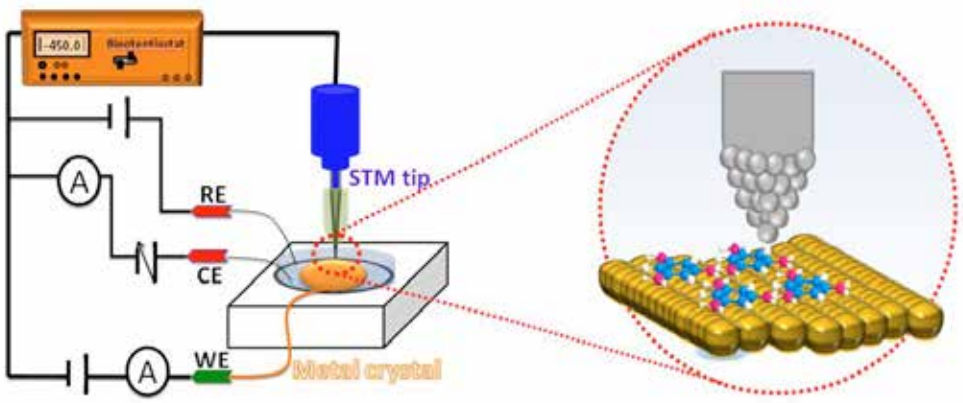


Figure 1 : Principe du STM électrochimique

Références

[1] Afsari, S. ; Li, Z. ; Borguet, E. *ChemPhysChem* **2016**, *17 (21)*, 3385

Lucques

La Lucques est la meilleure des olives : allongée et recourbée, charnue, d'un très beau vert elle est indissociable d'un apéritif languedocien qui se respecte. Elle a des petites cousines qui sont bonnes aussi, la Picholine, la Rougette de Pignan.
A écouter : Les Wriggles La petite Olive

Julie la p'tite olive
Rêvait de voyager
Mais elle était captive
D'un rameau d'olivier
Elle tanait ses copines à longueur de journée
Avec les Philippines et St Germain des prés

«C'est bon Julie arrête de nous les briser
Tu sais bien que notre vie finira dans un panier
On est nées pour faire de l'huile d'olive
C'est comme ça c'est la nature
Et c'est très bon avec les endives»

Julie la p'tite olive l'entendait pas de cette oreille
Comme elle avait la verve vive elle prit à parti le soleil
«Vous Monsieur vous tournez près de 24 h par jour
Le monde vous le connaissez vous en avez déjà fait le tour
Moi je suis prisonnière de cette grosse branche en bois
Dites-moi donc c'qu'il se passe sur terre
Oh oui siouplait racontez-moi...»

«C'est bon Julie arrête de les lui briser
Tu sais bien que notre vie finira dans un saladier
On est nées pour faire copines avec les endives
Le soleil lui y s'en tape y connaît rien a l'huile d'olive»

Mais l'astre du jour par sa requête fut ému
Et lui dit rayonnant d'amour : «je vais commencer au début»
Au bout d'une dizaine de mois
Il finissait le préambule
Le big bang et tous ces trucs-là
La naissance des premières cellules

Et Julie l'écoutait passionnée attentive
Ouvrant grand ses oreilles pour n'en point perdre un mot
Mais hélas la vendange tardive des olives
Coupa leur entretien
Avec tout le rameau

«Cette fois Julie c'est terminé
Allez monte dans le camion qui nous emmène chez Puget
T'étais née pour faire de l'huile d'olive
Maintenant tu fermes ta gueule et tu dis bonjour aux endives»

Mais Julie ignorait que le soleil ce gros bavard
De lumière l'avait gavée pendant qu'il contait ses histoires
Et arrivée au pressoir
Le propriétaire agricole eut besoin d une chaise pour s'asseoir
Et s'écria :

«Oh la bestiole
Allez non de non
C'qu'boudiou j'hallucinions
Par les baloches du cornu
J'ai dû abuser du litron
Cette olive on dirait qu'c'est la couille de Godzilla
Va m'en falloir des endives
Pour contenter c'te bête là»

Et Julie que la joie inonde
Grâce au miracle de la nature
S'est tapée 4 tours du monde
Dans les salons d'l'agriculture
Dans les salons d'l'agriculture...

Session 11

Sonde et nano-manipulation

mercredi 22 Mars / 17h30 - 20h00

Modérateur : Ludovic BELLON

Matthieu MEILLAN Les sondes AFM à nanotubes de carbone pour la caractérisation de surface : vers l'innovation **PAGE 102**

Ngoc Mai LUU Développement de sondes à nanotubes de carbone mono-paroi **PAGE 104**

Zhanna SANTYBAYEVA Microscopie à Force Photonique : imagerie topographique des surfaces sans levier **PAGE 106**

Les sondes AFM à nanotubes de carbone pour la caractérisation de surface : vers l'innovation

Matthieu MEILLAN[1], Ngoc-Mai LUU[1], Touati DOUAR[1], Anne-Marie BONNOT[2], Sophie MARSAUDON[1]

1: Institut de Chimie et Biologie des Membranes et Nano-objets-Bordeaux (CBMN-UMR 5248), France

2: Institute Néel, Grenoble, France

Ces dernières années, le développement des nanotechnologies avec les Nano-Systèmes Electro-Mécaniques (NEMS) et les biocapteurs s'est accompagné d'une réduction des dimensions avec une complexité accrue. Un besoin croissant en termes de caractérisation en a découlé. L'AFM est une technique de choix dès qu'il s'agit de caractériser des surfaces à l'échelle nanométrique. L'objectif de mon post-doctorat est de développer une start-up offrant services de caractérisation et sondes aux propriétés exceptionnelles permettant une amélioration de la nano-caractérisation.

Deux types de pointes AFM seront proposées (nanotubes monoparois et multiparois). Dotées d'une grande stabilité à la fois chimique et mécanique[1], les sondes AFM à nanotubes de carbone multi-parois permettent de réaliser un grand nombre d'expériences sans dégradation des performances. Cette stabilité permet de multiples comparaisons, une économie de temps et l'ouverture d'un champ d'application en nano-métrologie[2]. Leur haut rapport d'aspect permet aussi la caractérisation de surfaces avec de grands trous tels que les NEMS, sans élargissement dû à la pointe[3]. Les bonnes propriétés électroniques des nanotubes de carbone[4] présagent de multiples applications dont, par exeemple, la mesure d'activité électrochimique[5]. Une technique unique de fonctionnalisation sélective de l'apex a aussi été développée au laboratoire, pour réaliser des mesures de force de reconnaissance moléculaire[6].

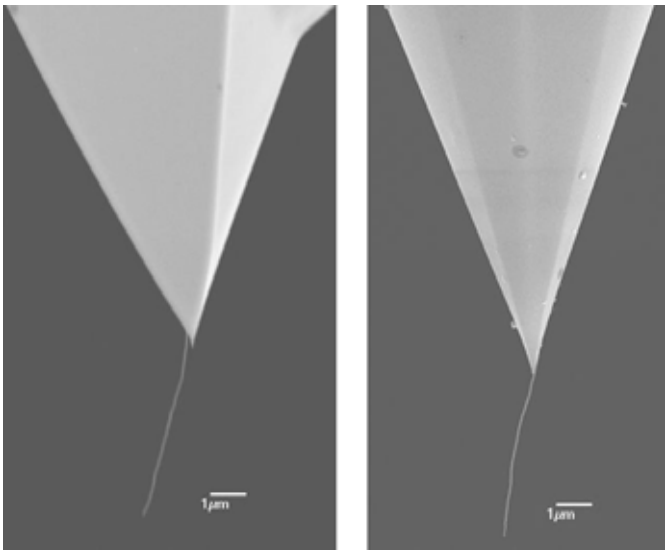


Fig. 1 : Images MEB de 2 sondes AFM à nanotube, fixées sur une pointe commerciale pyramidale (gauche) et conique (droite).

La start-up proposera aussi des services de caractérisation utilisant nos connaissances[7] des interactions des nanotubes avec les échantillons.

[1] Marsaudon (2013), Imaging & Microscopy 1, 30
[2] Thèse Ludovic Robin, Université de Bordeaux, 2016.
[3] Macpherson et al. (2009), Nature Nanotechnology 4, 483-491
[4] Rius et al. (2012), Micro & Nano Letters, 7, 4, 343-347
[5] Bitri et al. (2014), Carbon, 69, 113-121
[6] Thèse Matthieu MEILLAN, Université de Bordeaux, 2014.
[7] Marsaudon et al. (2008), Applied Scanning Probe Methods VIII 137-181

Développement de sondes à nanotube de carbone mono-paroi

Ngoc Mai LUU[1], Touati DOUAR[1], Anne-Marie BONNOT[2],
Jean-Paul SALVETAT[3], Sophie MARSAUDON[1]

1: Institute of Chemistry and Biology of Membranes and Nano-objects-Bordeaux (CBMN-UMR 5248), France
2: Institute Néel, Grenoble, France
3: Centre de Recherche Paul Pascal, CRPP-UPR 8641, CNRS, Bordeaux University, France

L'une des voies possibles pour améliorer la microscopie à force atomique (AFM) passe par l'élaboration de nouvelles sondes plus stables à la fois mécaniquement et chimiquement, permettant ainsi d'augmenter la durée de vie des sondes tout en conservant une bonne résolution. Dans cette optique, les nanotubes de carbone ont des propriétés très intéressantes : ils peuvent subir de grandes déformations (comme se plier en deux lors d'une erreur de manipulation) sans modifier leur réponse mécanique, ils sont moins réactifs que le silicium des pointes commerciales, ils ont un haut rapport d'aspect leur permettant d'imager des creux profonds, et ils sont hydrophobes ce qui limite leur contamination. Ajoutons à cela le faible diamètre des nanotubes mono-paroi (1-2nm).

Bien que les avantages des sondes à nanotube de carbone soient connus depuis le travail fondateur de Dai [1], il y a 20 ans, l'utilisation des sondes nanotubes s'est peu développée faute de difficultés à satisfaire les contraintes de la sonde à nanotube idéale et de la complexité de leur réponse mécanique.

Dans cette présentation, la synthèse directe de sondes à nanotube mono-paroi sur des pointes AFM commerciales sera brièvement exposée. Cette procédure exploite le brevet d'A.M. Bonnot [2]. Un exemple est illustré figure 1. La réponse mécanique des sondes à nanotube de carbone mono-paroi au contact d'une surface HOPG sera présentée. Nous discuterons de la capacité des nanotubes de carbone mono-paroi à interagir avec un échantillon, tel que les origamis d'ADN. Nous souhaiterions, à l'avenir, exploiter la stabilité et la taille des nanotubes de carbone pour des applications en nano-métrologie.

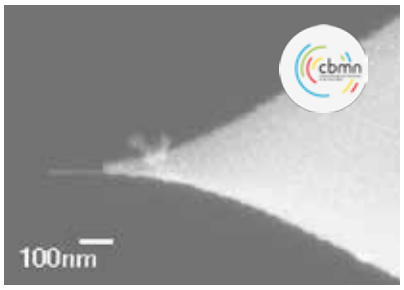


Figure 1 : Sonde à nanotube de carbone mono-paroi

Références

[1] Dai, H.; Hafner, J.H.; Rinzler, A.G. Colbert D.T. ; Smalley R.E. *Nature* **1996**, *384*, 147-150
[2] Bonnot, A. M.; Gay, F.; Perrier, P.H. *Brevet_FR2912426B1* **2007,** Institut National de la Propriété Industrielle: Procédé de croissance d'un nanotube de carbone sur pointe nanométrique

Microscopie à Force Photonique : imagerie topographique des surfaces sans levier

Zhanna Santybayeva[1], Rudy Desgarceaux[2], Benoit Charlot[2], Francesco Pedaci[1]

[1]*Centre de Biochimie Structurale, CNRS UMR 5048 - UM - INSERM UMR 1054,Montpellier*

[2]*Institut d'Eléctronique et des Systèmes, CNRS UMR 5214 – UM, Montpellier*

Nous présentons le système de *Microscopie à Force Photonique* (MFP) en développement qui permet de reconstruire la topographie de substrats durs et d'échantillons biologiques mous, en mesurant simultanément la viscositelasticité locale [1, 2].

La technique est basée sur le principe des pinces optiques et permet la détection de la position de la sonde dans le volume du piège optique avec une haute precision nanométrique [3]. La détection est effectuée dans le plan focal arrière par un détecteur sensible à la position. En comparaison avec la microscopie à force atomique (AFM), l'avantage de la MFP est l'absence du levier physique, ce qui facilite l'ajustement de la rigidité du piège et donc la force appliquée sur l'échantillon. Une force de 0.1-100 pN [3] permet d'éviter l'altération ou même la destruction des échantillons mous tels que des bicouches lipidiques [4] et en général des échantillons biologiques. De plus, la résolution en force obtenue par MFP est sensiblement inferieure par rapport aux 10 pN qui limitent les techniques AFM [2], à cause du bruit thermique du levier. Cet avantage est très important lorsque l'on veut sonder des échantillons ultra-souples comme une cellule vivante et peut amener potentiellement à une meilleure résolution latérale par rapport à l'AFM classique. Nous utilisons des sondes de différentes configurations comme des billes micromètriques en polystirène, des cylindres et des cônes en quartz, avec ou sans de petites protrusions pointues pour potentiellement augmenter la résolution latérale. En balayant l'échantillon par rapport à la sonde qui reste fixe dans le piège et en utilisant la méthode de la correction de la phase [5] nous sommes capables de reconstruire des images en 3D (Figure 1).

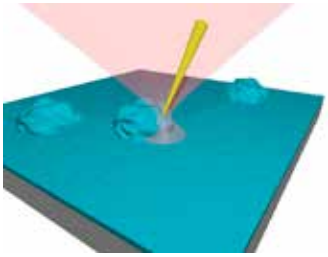


Figure 1 : Réprésentation schématique du principe du MFP : une sonde en forme de cylindre en quartz, dans ce cas sans pointe, piegée par un faisseau de laser IR (1064 nm) ; l'échantillon est balayé par rapport au piège optique pour reconstruire une image 3D.

Références

[1] E.-L. Florin, A. Pralle, J.K.H. Hörber, E.H.K. Stelzer, *J. Struct. Biol*. **1997** *119*, 202–211
[2] F. Juenger, F. Kohler, A. Meinel, T. Meyer, R. Nitschke, B. Ehrhard, A. Rohrbach, *Biophysical Journal*, **2015**, *109*, 869-882
[3] K. C. Neuman, A. Nagy, *Nature Methods*, **2008**, *5 (*6), 491-505
[4] A. Pralle, E.-L. Florin, E.H.K. Stelzer, J.K.H. Hörber, *Single Molecules,* **2000**, *1 (2)*, 129-133
[5] P. C. Seitz, E.H.K. Stelzer, A. Rohrbach, *Applied Optics,* **2006**, *45* (28), 7309-7315

Henri Pitot

Henri Pitot (1695-1771), naquit [et mourut] à Aramon (Gard, diocèse d'Uzès). [Il] fut jusqu'à l'âge de vingt ans, rebelle à toutes instructions [...] Un livre de géométrie, qu'il vit par hasard chez un libraire, et dont les figures piquèrent sa curiosité, déterminèrent sa vocation ; il le lut parvint à le comprendre, et s'étant procuré d'autres ouvrages du même genre, il acquit un fond extraordinaire de connaissances, lorsqu'on le croyait encore incapable d'en acquérir. Quand on le vit ensuite du haut d'une vieille tour de la maison de son père, observer le cours des astres avec des instruments qu'il avait inventé lui-même [il prédit même une éclipse solaire à l'âge de 27 ans], et tracer des cadrans, on le tint pour sorcier. [Extrait de la Biographie Universelle, M. Pérennès, 1834 ; nemausensis.com]

M. Pitot était d'une taille médiocre et d'une figure peu prévenante et peu agréable, mais son esprit et son génie réparaient ce défaut avec avantage. Modeste jusqu'à la timidité, il parlait peu, mais s'exprimait bien et avec justesse et précision, ses démonstrations étaient claires et exactes. Sa probité et son désintéressement étaient à toute épreuve ; il n'avait jamais songé qu'à se rendre utile à ses compatriotes, et il y avait sûrement bien réussi. [Grandjean de Foucher, éloge funèbre à l'Académie Royale des Sciences]

Quasi autodidacte, il ne fut pas un génie des mathématiques ou de la physique, mais une sommité des sciences appliquées. Il eut le talent d'apporter des solutions simples, pouvant être mises en oeuvre par quiconque possédait les bases, à des problèmes complexes qui n'avaient pas encore été résolus ou n'avaient reçu que des solutions théoriques accessibles uniquement à des scientifiques de haut niveau. Ses réalisations demeurent encore de nos jours : pont accolé au Pont-du-Gard, aqueducs de Montpellier (quartier des Arceaux), de Carcassonne, etc. Pitot s'intéresse notamment à l'écoulement de l'eau dans les rivières. Quand on lui confie la tâche de mesurer l'écoulement de la Seine, il invente un instrument destiné à la mesure de la vitesse des fluides [1], connu aujourd'hui sous le nom de tube de Pitot et employé dans de nombreux domaines. Il sera fait chevalier de l'ordre du Roi, pensionnaire vétéran de l'Académie Royale des Sciences, de la Société Royale de Londres, de celles de Lyon et de Montpellier, censeur royal et ancien directeur du canal de jonction des deux mers (i.e., canaux du midi et de Garonne), directeur des travaux publics des États du Languedoc.

[D'après Wikipédia, le Collectif Aqueduc Saint-Clément, la Bibliothèque pour tous d'Aramon]

1 - Henri Pitot, « Description d'une machine pour mesurer la vitesse des eaux courantes et le sillage des vaisseaux », Histoire de l'Académie royale des sciences avec les mémoires de mathématique et de physique tirés des registres de cette Académie, 1732, p. 363-376.

Session 12

Mécanique

jeudi 23 Mars / 8h30 - 10h10

Modérateur : Denis MARIOLLE

Olivier ARNOULD et Philippe LECLERE Mesures quantitatives des propriétés mécaniques à la nanoéchelle ? Restons en contact ! **PAGE 110**

Benjamin MEGEVAND Caractérisations nanomécaniques en AFM pour l'étude de mélanges de polymères compatibilisés avec des liquides ioniques **PAGE 112**

Karsta HEINZE Quantification of the effect of surface slope on mechanical measurments by contact-resonance AFM **PAGE 114**

Mesures quantitatives des propriétés mécaniques à la nanoéchelle ? Restons en contact !

Olivier ARNOULD[1] et Philippe LECLERE[2]

[1] Université de Montpellier, Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), CNRS, Montpellier (France)
[2]Université de Mons (UMONS), Service de Chimie des Matériaux Nouveaux, Mons (Belgique)

Au-delà de l'observation topographique, la microscopie à force atomique (AFM) permet d'étudier les propriétés mécaniques (élasticité, adhésion, friction) à l'échelle nanométrique. Depuis ses débuts il y a trente ans, l'ensemble de ces études a donné naissance à une discipline à part entière : la nanomécanique. Cette discipline est de la plus grande importance dans de nombreux domaines scientifiques ou industriels (sciences des polymères, biologie cellulaire, microélectronique...). Cependant, à ce jour, la nanomécanique fournit des résultats essentiellement qualitatifs, et plus particulièrement lorsqu'il s'agit d'estimer l'élasticité locale. De nombreux efforts ont été développés ces dernières années afin de rendre les mesures quantitatives. Il existe à l'heure actuelle un véritable « zoo » d'acronymes utilisés pour distinguer les nombreux modes statiques ou dynamiques de l'AFM qui diffèrent (ou pas) de manière subtile. Presque tous ont une chose en commun : ils obtiennent un contraste de l'image en analysant la faible force existant entre la surface analysée et une fine pointe située à l'extrémité d'un bras de levier flexible.

Parmi ces modes, l'AFM en mode contact-résonant (CR) devient à juste titre de plus en plus populaire pour la détermination des propriétés mécaniques des surfaces d'origines très diverses, y compris les échantillons d'origine biologique. Grâce à sa capacité à fournir des informations (semi-)quantitatives, les mesures de CR-AFM sont notamment d'un grand intérêt pour une meilleure compréhension de la mécanique des matériaux durs comme mous, communs dans les systèmes polymères ou biologiques.

Le problème du contact entre deux corps sphériques a été résolu pour la première fois par Hertz en 1881. Durant cet exposé, nous aborderons succinctement les différentes théories décrivant la mécanique du contact et les relations qui en découlent. Ces dernières permettent de considérer le contact comme un ressort dont la raideur (la raideur du contact) dépend de l'aire de contact et surtout des constantes élastiques de l'échantillon analysé (e.g., module d'élasticité et coefficient de Poisson pour un matériau isotrope). Dans ce mode en contact vibrant, en plus de l'adhésion, la viscoélasticité du contact, la cinétique d'adhésion et de décollement de la pointe jouent un rôle prépondérant. Les mesures quantitatives par AFM commencent par la calibration de la force d'interaction entre la surface et la pointe, qui est déduite de la mesure de la déflexion du levier et de sa raideur. Il est également nécessaire de faire le lien entre la raideur du contact et la fréquence de résonance du levier.

Par la suite, nous détaillerons deux méthodologies qui ont comme point de départ commun la détermination de la fréquence de résonance et le facteur de qualité du levier (en contact intime avec l'échantillon) en fonction de la nature du matériau.

D'une part, il s'agira de la *Dual Frequency Resonance Tracking (DFRT)* qui se base sur un régulateur PID interne à un amplificateur de lock-in utilisé pour réguler la différence entre deux amplitudes mesurées à deux fréquences autour de la résonance. L'amplitude et le signe de la différence peuvent être utilisés pour calculer le signal d'erreur du contrôleur de PID et ainsi modifier la fréquence appliquée.

D'autre part, nous présenterons une technique originale plus récente qui couple le mode de *Peak Force Tapping* et le mode *Contact Resonance*. Pour ce mode, pour chacun des pixels de l'image, une courbe de force est enregistrée et lorsque le contact avec la surface est établi, une rampe en fréquence est appliquée au « shaker » sur lequel est collé l'échantillon tout en maintenant une force constante. La fréquence de résonance au contact est ensuite déterminée en temps réel.

Grâce à la connaissance de cette fréquence au contact et au moyen d'une calibration préalable sur des échantillons « connus », il est ensuite possible de déterminer (semi-)quantitativement les propriétés mécaniques des matériaux analysés. Lors de l'exposé, de nombreux exemples (paroi de fibres végétales, mélanges de polymères, nanocomposites, …) seront présentés et les limitations des deux techniques discutées.

Caractérisations nanomécaniques en AFM pour l'étude de mélanges de polymères compatibilisés avec des liquides ioniques

Benjamin MEGEVAND[1*], Sébastien PRUVOST[1], Jannick DUCHET-RUMEAU[1]

[1] *Université de Lyon, INSA Lyon, UMR CNRS 5223, Ingénierie des Matériaux Polymères, 69621 Villeurbanne,*

**Email: benjamin.megevand@insa-lyon.fr*

Le mode PeakForce QNM en microscopie à force atomique (AFM) a été utilisé pour étudier les propriétés nano-mécaniques des mélanges Poly(Butylène-Adipate-co-Téréphtalate)/Poly(Acide Lactique) (PBAT/PLA) compatibilisés avec des liquides ioniques à cations phosphonium (LIs). Cette méthode a permis de mettre en évidence la structuration de phases et a montré l'effet des liquides ioniques sur le comportement mécanique à l'échelle nanoscopique des phases et interfaces. D'une part, un LI phosphonium-chlorure (il-Cl) a montré son rôle d'agent interfacial, améliorant et affinant la dispersion de nodules de PLA dans la matrice PBAT. D'autre part, il a été montré qu'un LI phosphonium-phosphinate (il-TMP) organise la phase dispersée PLA en fibrilles, en formant une couche interfaciale entre les deux polymères. Les images de force d'adhésion ont confirmé la présence majoritaire des liquides ioniques au niveau des interfaces. Cette méthodologie utilisant l'AFM en mode PeakForce QNM a permis de proposer un modèle complet des mécanismes de compatibilisation, établissant pour ces mélanges le lien entre formulation, structure à l'échelle nanoscopique et propriétés mécaniques à l'échelle macroscopiques.

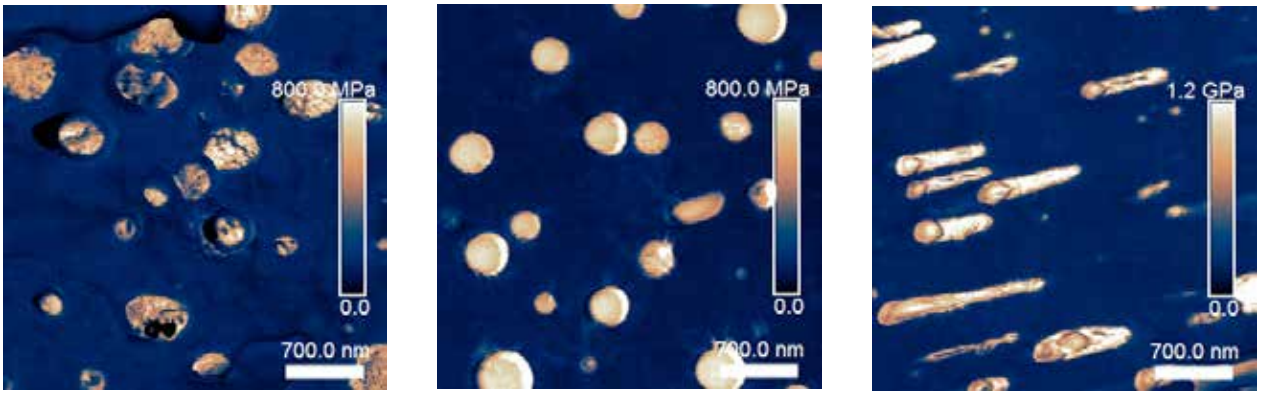


Figure 1 : Images de module DMT de mélanges PBAT/PLA, non compatibilisé (gauche) et avec deux différents liquides ioniques (centre et droite).

Les auteurs remercient le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche et l'Ecole Doctorale Matériaux pour le support de ce projet.

Références

[1] B. Megevand; S. Pruvost; L. C. Lins; S. Livi; J. F. Gérard; J. Duchet-Rumeau; *RSC Adv.*, **2016,** *6,* 96421

Quantification of the Effect of Surface Slope on Mechanical Measurements by Contact-Resonance AFM

Karsta HEINZE[1,2], Olivier ARNOULD[3], Jean-Yves DELENNE[2], Valérie LULLIEN-PELLERIN[2], Michel RAMONDA[4], Matthieu GEORGE[1]

[1] *Laboratoire Charles Coulomb (L2C), UMR 5221, CNRS-Université de Montpellier, 163 Rue Auguste Broussonet, Montpellier, France*
[2] *UMR IATE, CIRAD, INRA, Montpellier SupAgro, Université de Montpellier, Montpellier, France*
[3] *Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), Université de Montpellier, CNRS, Montpellier, France*
[4] *Centrale de Technologie en Micro et Nanoélectrique CTM-LMCP, Université de Montpellier, Montpellier, France*

Contact-resonance (CR) atomic force microscopy (AFM) is becoming increasingly popular for the determination of the mechanical properties of surfaces of very diverse origins, including biological samples. With its ability to provide quantitative information, CR-AFM measurements are notably of great interest and very valuable for a deeper understanding of the mechanics of soft materials, common in biological systems. However, the surface preparation of such soft materials is delicate. The need to prevent significant alteration of the material properties limits the production of flat enough surfaces. Consequently, the surfaces present a high topography range with significant local slope changes. The non-linear correlation between surface slope and CR-frequency hinders a straight-forward interpretation of CR-AFM contact modulus measurements on such samples.

We aim to evidence the influence of surface slope on the CR-frequency caused by the local angle between sample surface and the cantilever (Fig.1) and to develop a correction method for CR-AFM measurements. The effect of a constant angle of 10 – 15° between tip and surface, due to the AFM set-up's intrinsic inclination of the cantilever towards a flat sample surface, has already been investigated through simulations [1, 2], but the local slope of the surface itself has not been taken into account to correct experimental measurements. Moreover, the local angle on typical samples with a topography peak to peak level in the range of one micrometer can be as large as ±50◦. Based on the previous works, we predicted the non-linear variation of the resonance frequency modes with changing surface-tip angle and confronted the numerical results to CR-AFM experiments performed on micro-sized silica spheres, which constitute a well-defined, curved, homogeneous surface (Fig.2). The method was then used to correct mechanical measurements on cut starch granules.

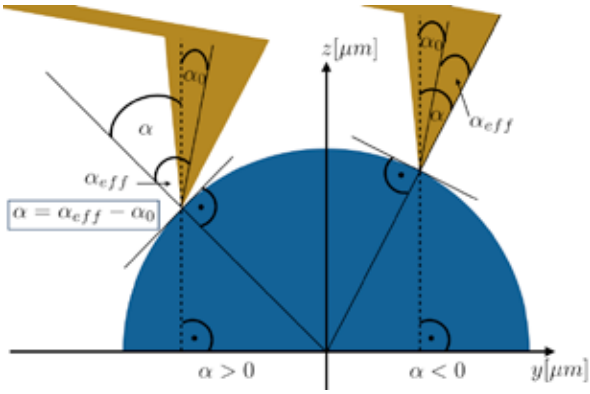


Figure 1 : Schematic of the definition of angle α between the AFM tip and a curved surface. A constant cantilever inclination of α0 is intrinsic to the AFM setup.

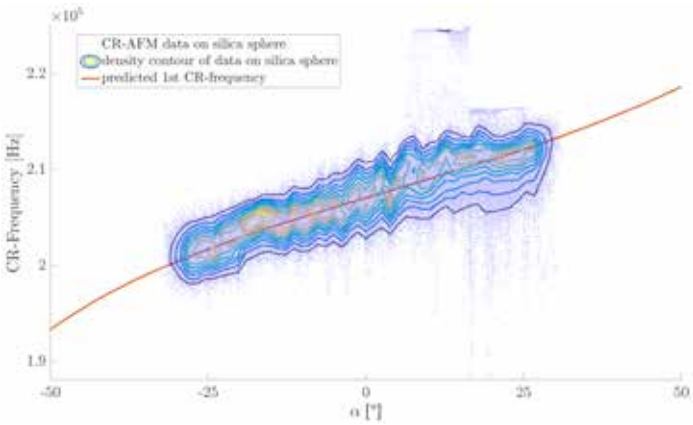


Figure 2 : The dependency of the first CR-frequency on the tip- surface angle α is shown as determined experimentally on a silica sphere (scattered data and density contour). The first CR- frequency was predicted numerically (line).

References

[1] Passeri, D.; Rossi, M.; Vlassak, J. ; *Ultramicroscopy* **2013**, *128*, 32
[2] Rabe, U.; Turner, J.; Arnold, W. ; *Applied Physics A* **1998**, *66*, S277

Georges Brassens

Georges Brassens, auteur, compositeur, chanteur est né à Sète.
Parmi ses chansons « les Copains d'abord », « Le Gorille », « Supplique pour être enterré à la plage de Sète »....

La Camarde qui ne m'a jamais pardonné
D´avoir semé des fleurs dans les trous de son nez
Me poursuit d'un zèle imbécile
Alors cerné de près par les enterrements
J´ai cru bon de remettre à jour mon testament
De me payer un codicille

Trempe dans l'encre bleue du Golfe du Lion
Trempe, trempe ta plume, à mon vieux tabellion
Et de ta plus belle écriture
Note ce qu'il faudra qu'il advint de mon corps
Lorsque mon âme et lui ne seront plus d'accord
Que sur un seul point, la rupture

Quand mon âme aura pris son vol à l'horizon
Vers celle de Gavroche et de Mimi Pinson
Celles des titis, des grisettes
Que vers le sol natal mon corps soit ramené
Dans un sleeping du Paris-Méditerranée
Terminus en gare de Sète

Mon caveau de famille, hélas ! n'est pas tout neuf.
Vulgairement parlant, il est plein comme un oeuf,
Et, d'ici que quelqu'un n'en sorte,
Il risque de se faire tard et je ne peux
Dire à ces brave gens «Poussez-vous donc un peu !»
Place aux jeunes en quelque sorte.

Juste au bord de la mer, à deux pas des flots bleus,
Creusez, si c'est possible, un petit trou moelleux,
Une bonne petite niche,
Auprès de mes amis d'enfance, les dauphins,
Le long de cette grève où le sable est si fin,
Sur la plage de la Corniche.

C'est une plage où, même à ses moments furieux,
Neptune ne se prend jamais trop au sérieux,
Où, quand un bateau fait naufrage,
Le capitaine crie : «Je suis le maître à bord !
Sauve qui peut ! Le vin et le pastis d'abord !
Chacun sa bonbonne et courage !»

Et c'est là que, jadis, à quinze ans révolus,
A l'âge où s'amuser tout seul ne suffit plus,
Je connus la prime amourette.
Auprès d'une sirène, une femme-poisson,
Je reçus de l'amour la première leçon,
Avalai la première arête.

Déférence gardée envers Paul Valéry,
Moi, l'humble troubadour, sur lui je renchéris,
Le bon maître me le pardonne,
Et qu'au moins, si ses vers valent mieux que les miens,
Mon cimetière soit plus marin que le sien,
Et n'en déplaise aux autochtones.

Cette tombe en sandwich, entre le ciel et l'eau,
Ne donnera pas une ombre triste au tableau,
Mais un charme indéfinissable.
Les baigneuses s'en serviront de paravent
Pour changer de tenue, et les petits enfants
Diront : «Chouette ! un château de sable !»

Est-ce trop demander... ! Sur mon petit lopin,
Plantez, je vous en prie, une espèce de pin,
Pin parasol, de préférence,
Qui saura prémunir contre l'insolation
Les bons amis venus fair' sur ma concession
D'affectueuses révérences.

Tantôt venant d'Espagne et tantôt d'Italie,
Tous chargés de parfums, de musiques jolies,
Le mistral et la tramontane
Sur mon dernier sommeil verseront les échos,
De villanelle un jour, un jour de fandango,
De tarentelle, de sardane...

Et quand, prenant ma butte en guise d'oreiller,
Une ondine viendra gentiment sommeiller
Avec moins que rien de costume,
J'en demande pardon par avance à Jésus,
Si l'ombre de ma croix s'y couche un peu dessus
Pour un petit bonheur posthume.

Pauvres rois, pharaons ! Pauvre Napoléon !
Pauvres grands disparus gisant au Panthéon !
Pauvres cendres de conséquence !
Vous envierez un peu l'éternel estivant,
Qui fait du pédalo sur la vague en rêvant,
Qui passe sa mort en vacance

Session 13

Interaction

jeudi 23 Mars / 10h35 - 12h00

Modérateur : Agnès PIEDNOIR

Florence MARCHI Quantification de l'interaction entre un réseau de micro-aimants et une sphère magnétique (sub)micronique par MFM **PAGE 118**

Mohamed BETTAYEB Effet de la microstructure locale (type joint de grain) sur la réactivité de surface de cuivre poly-crystallin **PAGE 120**

Jean-Paul SALVETAT Microscopieà force atomique en mode dynamique pour l'étude du contact viscoélastique **PAGE 122**

Quantification de l'interaction entre un réseau de micro-aimants et une sphère magnétique (sub)micronique par MFM

Svetlana PONOMAREVA[1,3], Andrès DIAS[1], Baptiste ROYER[1], Heidi MARELLI[1], Jean-François MOTTE[1], Daniel GIVORD[1], Frédéric DUMAS-BOUCHIAT[2], Nora DEMPSEY[1], **Florence MARCHI**[1],

[1]*Univ. Grenoble Alpes, Inst NEEL, F-38042 Grenoble, France, CNRS, Inst NEEL, F-38042 Grenoble, France*
[2]*SPCTS, Centre Européen de la Céramique, 12 Rue Atlantis, 87068 Limoges Cedex, France*
[3]*Tomsk Polytechnic University, 30 av. Lenina, 634050 Tomsk, Russia*

Les réseaux de micro-aimants permanents en NdFeB ou SmCo obtenus par la méthode de lithographie thermomagnétique (TMP)[1] trouvent des applications variées dans des micro/nano-biotechnologies notamment dans le tri d'espèces biologiques fonctionnalisés avec des micro/nano-particules magnétiques grâce à leur insertion dans des systèmes micro-fluidiques [2]. Ce type d'application repose sur l'interaction à distance (sans contact mécanique) entre le réseau de micro-aimants et des micro/nano-particules magnétiques est maximale au niveau des jonctions magnétiques MJ (interface entre deux zones d'aimantation opposées).

Jusqu'à aujourd'hui l'intensité et la direction de la force exercée par le réseau de micro-aimants sur les micro/nanoparticules étaient estimées grâce à des simulations basées sur des modèles théoriques, aucune mesure directe n'était disponible. Dans ce présent travail, nous avons mesuré grâce au développement de sondes MFM spécifiques, la force et le gradient de force agissant sur la sphère en différentes zones au dessus d'un réseau de micro-aimant en NdFeB. En pratique, des sphères de 0,3 à 4µm ont été fixées à l'apex de la pointe AFM en silicium (figure1a) grâce à un micromanipulateur disponible au sein d'un microscope MEB équipé d'une colonne FIB (Focus ion Beam). Ainsi deux sortes de sphères magnétiques (sub)microniques ont été étudiées : en polystyrène fonctionnalisées avec des nanoparticules d'oxyde de fer (superparamagnétique) et des microsphère en NdFeB (ferromagnétique).

Grâce à la méthode du double passage, des cartographies topographiques et magnétiques ont été enregistrées à différentes altitudes avec ces sondes MFM colloïdales (figures 1(b) et (c)) à l'air. Ainsi expérimentalement la dépendance de la force ou du gradient de force en fonction de la distance sphère-jonction magnétique, de la taille et des propriétés magnétiques de la micro/nano-sphère a été obtenue [3]. Ces résultats ont été confrontés au modèle et simulations associées. Ces cartographies ont aussi révélé la présente d'une rugosité magnétique différente entre la zone magnétique renversée (RZ) par le processus TMP et la zone non renversée (NRZ). La quantification de cette rugosité a permis de mieux comprendre la raison du piégeage d'objets magnétiquement fonctionnalisés en dehors des jonctions magnétiques dans les circuits microfluidique basés sur ces réseaux de micro-aimants en NdFeB.

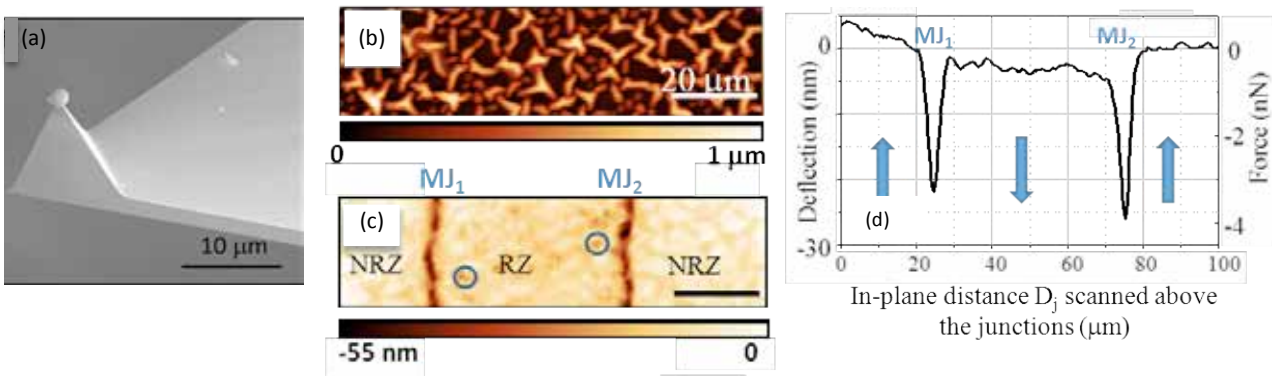


Figure 1 : (a) Sonde MFM colloïdale fabriquée au MEB/FIB ; (b) Images topographique et (c) magnétique d'un réseau de micro-aimants en NdFeB obtenue avec une microsphère superparamagnétique de 1,5um de diamètre, MJ1 et MJ2 sont les jonctions magnétiques entre deux régions d'aimantation opposées, RZ et NRZ indiquent respectivement 'zone à l'aimantation renversée' et 'zone à l'aimantation non renversée', les cercles bleus indiquent des pièges locaux hors jonctions magnétiques ; (d) section de l'image MFM : les flèches bleues indiquent le sens de l'aimantation de la couche de NdFeB.

Références

[1] F. Dumas-Bouchiat et al, « Thermomagnetically patterned micromagnets », Appl. Phys. Lett. 96,102511(2010)].
[2]M.A.M. Gijs et al. « Microfluidic applications of magnetic particles for biological analysis and catalysis », Chem. Rev. 110, 1518 (2010)
[3] S. Ponomareva et al, « Measuring the force gradient acting on a magnetic microsphere above a micro-magnet array », Advanced Materials Research, Vol. 872, pp 167-173 (2014)

Effet de la microstructure locale (type de joint de grain) sur la réactivité de surface du cuivre poly-cristallin

Mohamed Bettayeb, Vincent Maurice, Lorena Klein, Philippe Marcus

PSL Research University, CNRS-Chimie ParisTech, Institut de Recherche de Chimie Paris / équipe de Physico-chimie des Surfaces, 11 rue Pierre et Marie Curie, 75005, France

La corrosion inter-granulaire est un facteur majeur de la dégradation des matériaux poly-cristallins. Il a été montré que ce phénomène est finement lié au type de joint de grain ainsi que la structure et l'énergie du joint de grain. Cependant, seuls les joints de grains de type coherent twins (∑3 avec un plan (111)) aurait une bonne résistance à la corrosion. Les propriétés des autres joints de grains spéciaux (CSL : ∑3 à ∑29) ne sont pas différentes de celles des joints de grains aléatoires.

Dans ce travail, nous avons choisi le cuivre microcristallin à haute pureté comme matériau modèle et nous avons étudié les relations entre la microstructure (type de joints de grains) et les propriétés locales de corrosion et de passivation.

A cet effet, nous avons utilisé deux techniques d'analyse de surface : la microscopie à effet tunnel sous contrôle électrochimique (ECSTM) et la diffraction d'électron rétrodiffusé (EBSD). Une méthode de repositionnement a été mise en place afin d'allier ces deux techniques sur une même surface du cuivre.

Avec cette procédure, nous avons pu observer in-situ les changements topographiques du cuivre microcristallin en fonction du potentiel électrochimique imposé. L'étude a été focalisée sur les différences de comportement qui existent entre les différents types de joints de grains suivant deux états de la surface : état passif après formation de couches d'oxydes, et l'état actif après dissolution dans l'acide chlorhydrique. Dans les deux cas, les joint de grains de type coherent twins ont été plus résistants que les autres types de joints de grains. Néanmoins, à l'état actif (dissolution) nous avons observé une différence de comportement aux niveaux de joints de grains de même type (coherent twins).

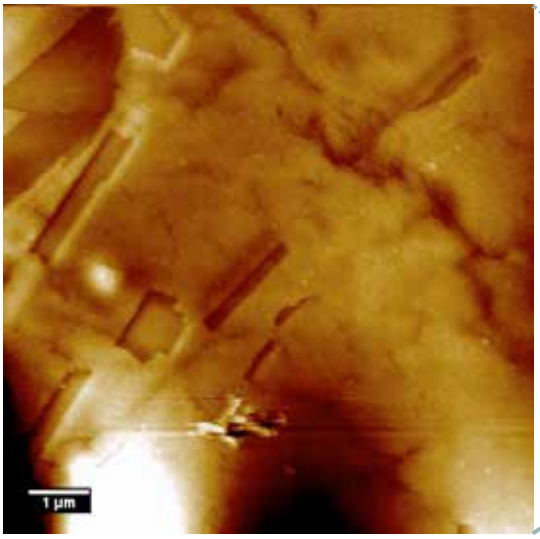


Figure 1 : image ECSTM

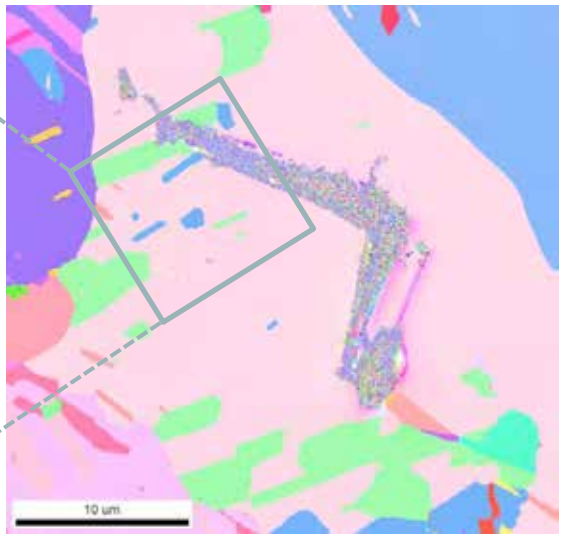


Figure 2 : figure EBSD

Microscopie à force atomique en mode dynamique pour l'étude du contact viscoélastique

Jean-Paul SALVETAT[1], Jean-Pierre AIME[2]

1 CNRS, CRPP, 115 avenue Schweitzer, Pessac
2 CNRS, IECB, 2 rue Robert Escarpit, Pessac

Nous avions présenté dans l'édition 2016 des résultats obtenus avec des résonateurs MEMS* haute fréquence (13.4 MHz) sur la dynamique du contact viscoélastique avec une surface organisée de copolymère à blocs. Un des résultats majeurs de l'étude était la forte augmentation du module élastique à la fréquence des MEMS calculé à partir du décalage en fréquence. Nous présentons cette année des résultats de mesures effectuées en mode FM-AFM avec des leviers sur la même surface, qui permettent d'étendre la gamme d'amplitudes d'oscillation et de fréquences de travail. L'avantage que procure l'utilisation des leviers est de pouvoir passer continument d'un contact intermittent à un contact permanent. Nous avons ainsi mis en évidence une augmentation de la raideur de contact avec la fréquence de résonance, confirmant la validité des résultats obtenus avec les sondes MEMS. Nous discuterons du rôle des défauts de la pointe sur la stabilité et la raideur du contact viscoélastique. Nous discuterons également de la surprenante invariance en fréquence (entre 150 kHz et 2 MHz) du module élastique effectif en contact intermittent à grande amplitude d'oscillation.

* MEMS : Micro Electro Mechanical Systems

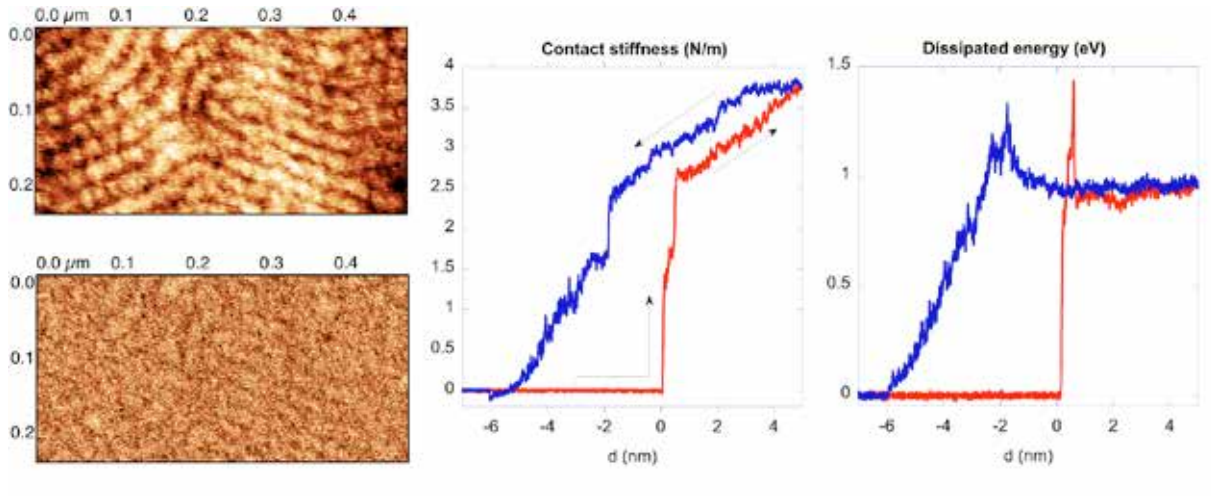


Figure 1 : De gauche à droite : L'image en topographie (en haut) d'un copolymère à bloc obtenue avec l'AFM-MEMS en régime de contact adhésif est caractérisée par une inversion de contraste par rapport à un AFM classique. L'image en dissipation (en bas) présente un contraste très faible. Les courbes de spectroscopie mettent en évidence l'influence des défauts de la pointe sur la raideur et la dissipation d'énergie.

Références

[1] Legrand, B.; Salvetat, J.P.; Walter, B.; Faucher, M.; Théron, D.; Aimé, J.P. Multi-MHz micro-electro-mechanical sensors for atomic force microscopy. *Ultramicroscopy* **2017**, 175, 46

Boby Lapointe

Boby Lapointe, de son vrai nom Robert Jean-François Joseph Pascal Lapointe, né le 16 avril 1922 à Pézenas (Hérault), est un auteur-interprète français, surtout connu pour ses textes parsemés de calembours, de contrepèteries, d'allitérations et de paronomases.

Session 14

STM

Vendredi 24 Mars / 8h30 - 9h45

Modérateur : Xavier BOUJU

Manuel GRUBER Induire du magnétisme dans des composés organiques **PAGE 126**

Toai LE QUANG Atomic-scale investigation of van des Waals based metal/semiconductor interfaces **PAGE 128**

Delphine SORDES Etude par LT-UHV-4 STM d'une surface atomique de Si(100):H **PAGE 130**

Induire du magnétisme dans des composés organiques

Manuel Gruber, Sujoy Karan, Alexander Weismann, Richard Berndt

Institut de Physique Experimentale et Appliquée, Université Christian Albrecht, Kiel, Allemagne

La spintronique moléculaire vise à utiliser le spin des électrons, en plus de leur charge, dans des matériaux hybrides molécules/métaux. Utiliser des molécules pour la spintronique présente un certain nombre d'avantages tels que la longue durée de vie du spin et l'incorporation de fonctions dans les molécules. Une fonction particulièrement intéressante pour la spintronique moléculaire est la possibilité de modifier le spin de la molécule à l'image des molécules à transition de spin [1,2]. Cependant, une telle fonction était jusque-là réservée à des molécules composées d'un centre métallique.

Des molécules d'acide rétinoïque ont été déposées par sublimation sur une surface d'or (111) et étudiées à l'aide d'un microscope à effet tunnel et à force atomique opérés à basse température sous ultravide. Les molécules formant la première couche s'organisent en une structure auto-organisée telle que présentée dans la Fig. 1. De plus, pour une plage de tension et courant tunnel donnés, des molécules individuelles peuvent être sélectivement commutées dans différentes conformations. La spectroscopie tunnel révèle que certaines des conformations présentent un effet Kondo, et donc que des molécules ne comportant aucun atome métallique peuvent être commutées dans un état magnétique [3]. L'origine du magnétisme de la molécule proviendrait de la création d'un radical chargé en accord avec les mesures de microscopie de sonde de Kelvin (KPFM) [4]. La possibilité d'induire du magnétisme dans des molécules organiques a été étudiée plus largement en utilisant d'autres molécules et d'autres substrats, permettant de déduire certaines conditions à remplir pour la formation d'un radical chargé sur une surface métallique [5-6].

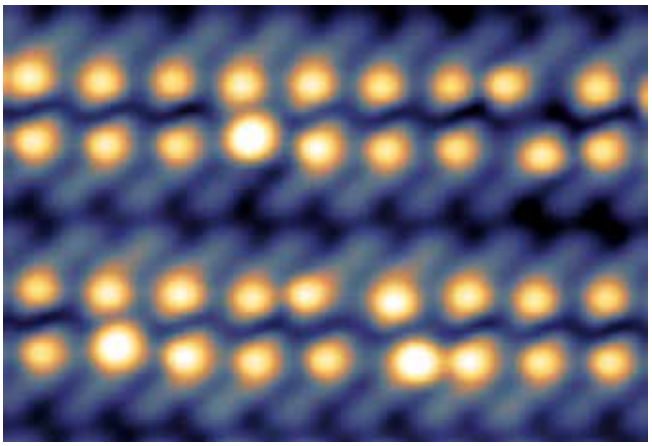


Figure 1 : Topographie de la première couche de molécules d'acide rétinoïque sur une surface d'or (111) en mode courant constant. La largeur de la topographie est de 8 nm.

Références

[1] Miyamachi, T.; Gruber, M.; Davesne, V.; Bowen, M.; Boukari, S.; Joly, L.; Scheurer, F.; Rogez, G.; Yamada, T.; Ohresser, P.; Beaurepaire, E.; Wulfhekel, W. *Nature Communications* **2012**, *3*, 938

[2] Gopakumar, T.; Matino, F.; Naggert, H.; Bannwarth, A.; Tuczek, F.; Berndt, R. *Angewandte Chemie International Edition* **2012**, *51*, 6262

[3] Karan, S.; Li, N.; Zhang, Y.; He, Y.; Hong, I.; Song, H.; Lü, J.; Wang, Y.; Peng, L.; Wu, K.; Michelitsch, G; Maurer, R.; Diller, K.; Reuter, K.; Weismann, A.; Berndt, R. *Physical Review Letters* **2016**, *116*, 027201

[4] Gruber, M; Berndt, R., en cours de preparation

[5] Karan, S.; Berndt, R., *Physical Chemistry Chemical Physics* **2016**, *18*, 9334

[6] Gruber, M.; Berndt, R. *The Journal of Physical Chemistry C* **2016**, *120*, 18642

Atomic-scale investigation of van der Waals based metal/semiconductor interfaces

T. LE QUANG[1,3], V. CHERKEZ[1,3], K. NOGAJEWSKI[2,3], M. POTEMSKI[2,3], M. T. DAU[4], M. JAMET[4], P. MALLET[1,3] and J-Y. VEUILLEN[1,3]

[1] : CNRS, Institut Néel, 38042 Grenoble, France :
[2] CNRS, LNCMI, 38042 Grenoble, France
[3] :Université Grenoble Alpes, Institut Néel, 38042 Grenoble, France
[4] :CEA, INAC, 38042 Grenoble, France

Abstract : We study the electronic properties of van der Waals (vdW) based heterostructures, combining graphene and atomically thin semiconducting Transition Metal Dichalcogenides (TMDs) films, by using low temperature scanning tunneling microscopy (STM) in ultra-high vacuum. The fabrication of vdW structures is done either by exfoliating and transferring WSe_2 flakes on epitaxial graphene (Gr) on SiC(0001), or by growing by molecular beam epitaxy (MBE) monolayer (1L) either $MoSe_2$ or WSe_2 flakes on similar substrates (Fig. 1a). We then locally probe the local density of states of the TMD flakes using scanning tunneling spectroscopy (STS). STS provides a direct access to the band onsets and the electronic band-gap of the TMD (Fig. 1b) [1,2].

A noteworthy result is presented in Fig. 1b : The dI/dV spectra that we measure on 1L-$MoSe_2$ are strongly impacted by the number of graphene layers below the TMD flake. As shown on the figure, the spectra are rigidly shifted towards negative biases by 130 mV when going from bilayer (BLG) to single-layer graphene (SLG). This shift is observed either for 1L-$MoSe_2$ or 1L-WSe_2 flakes, and is still present with the same order of magnitude for 3L-WSe_2. Additionally, this effect does not depend on the TMD preparation method. As it will be detailed in this contribution [3], we interpret our experimental data within the framework of semiconductor/metal (SC/M) interfaces, where graphene (either SLG or BLG) acts as the metal part of the junction (this is justified because SLG or BLG on SiC are both heavily n-doped). We will show that all our measurements reflect an unconventional behavior of the SC/M junction (namely the absence of Fermi level pinning), which was recently predicted for junctions made of two-dimensional materials coupled with vdW interactions [4].

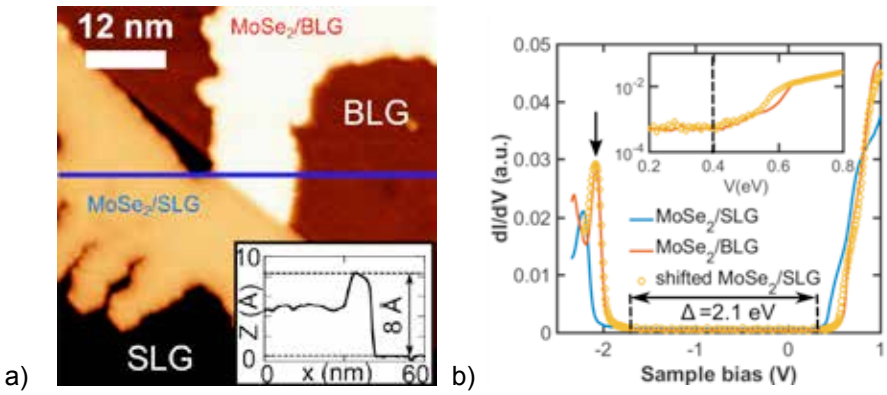


Figure 1: a) STM image (V_b=2.2 V, I_t=30 pA) of a monolayer $MoSe_2$ flake, of apparent height 8 Å (inset) supported by monolayer (SLG) and bilayer (BLG) graphene. b) Averaged dI/dV (V) spectra taken on $MoSe_2$/SLG (blue curve) and $MoSe_2$/BLG (red curve). Orange curve is obtained by shifting the blue curve by +130mV in order to align the peak at negative bias (see arrow). Dashed lines indicate the onset positions of the valence and conductance bands for the red and the shifted orange curves. Measurements are performed at 8K.

References

[1] M. Ugeda *et al.*, *Nat. Mater.*, **2014**, *13*, 1091.
[2] A. Bradley, *et al.*, *Nano. Lett.*, **2015**, *15*, 2594.
[3] Article in preparation.
[4] Y. Liu et al., *Sci. Adv.*, **2016**, *2*, e1600069.

This work was supported by the EC graphene flagship project (n° 604391).

Etude par LT-UHV-4 STM d'une surface atomique de Si(100):H

D. Sordes[1], C. Durand[1], M.Kolmer[2] M. Szymonski[2] et C. Joachim[1,3]

[1] GNS & MANA Satellite
Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurales (CEMES), CNRS, 29 rue J. Marvig,
F-31055 Toulouse Cedex, France
[2] Centre for Nanometer-Scale Science and Advanced Materials, NANOSAM, Faculty of Physics,
Astronomy and Applied Computer Science, Jagiellonian University, Reymonta Str. 4, PL 30-059 Krakow, Poland
[3]International Centre for Materials Nanoarchitectonics (MANA), National Institute for Materials Science,
1-1, Namiki, Tsukuba, Ibaraki 305-0044, Japan

En suivant l'approche « top-down » de la technologie de la nanoélectronique, il devient maintenant possible de structurer la surface d'un semi-conducteur, élaborant ainsi des dispositifs pouvant atteindre des échelles de l'ordre du nanomètre. L'intégration d'environ 10^9 transistors sur une puce électronique est alors réalisable [1]. En manipulant les atomes de la surface d'un semi-conducteur préparée de façon à obtenir de larges terrasses atomiques et planes, il devient maintenant envisageable de se lancer dans une véritable inversion technologique : construire un circuit électronique atome par atome [2]. On peut citer les architectures de portes logiques moléculaires [3] ou de circuits semi-classiques ou quantiques à l'échelle atomique [4].

Pour construire, interconnecter et tester ces circuits atomiques, de nouveaux outils expérimentaux [5] ainsi que de nouveaux procédés de nano-fabrication et de nano-caractérisation [6], [7], [8] sont désormais indispensables. A l'échelle du laboratoire, il est à présent possible de réaliser l'ensemble du processus, de la construction à la caractérisation des propriétés électroniques du circuit atomique [7], grâce à l'utilisation d'un nouvel outil, le LT-UHV-4-STM, qui a été conçu dans ce but. Ce dernier est un microscope à effet tunnel, très basse température, comportant quatre têtes piézo-scanners STM dont chaque pointe peut balayer la surface de la puce indépendamment des autres pointes. Le positionnement et la navigation des pointes STM sont assurés par un microscope électronique à balayage d'une résolution de 15 nm pour une faible dose électronique en mode balayage, positionné au-dessus des quatre têtes STM. Cette machine a été construite par ScientaOmicron GmbH.

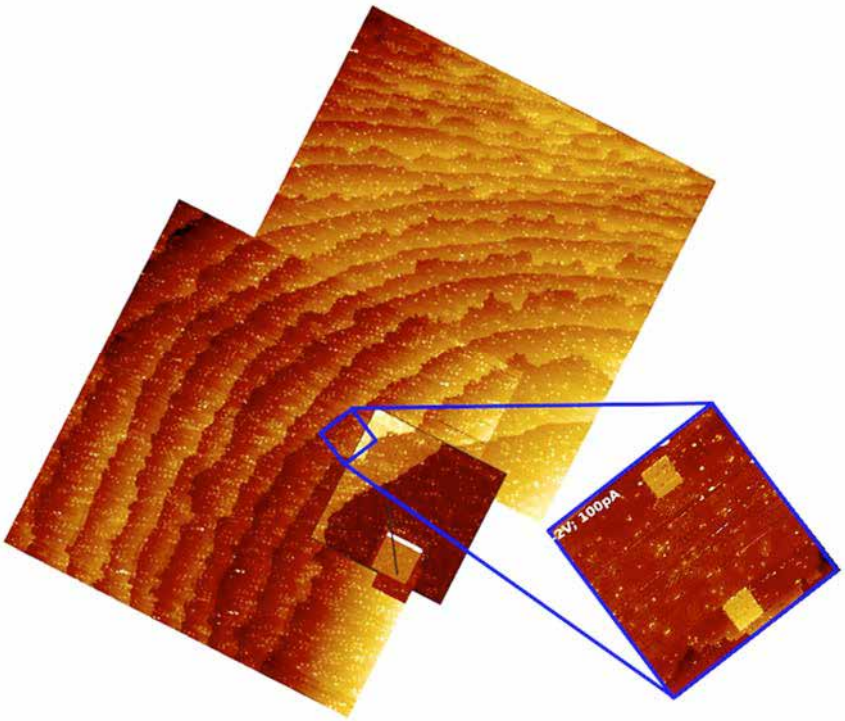


Figure 1 : Superposition d'images obtenues avec deux de nos 4 pointes STM sur la surface de Si(100) :H-2x1. On observe les terrasses ayant servi au repérage de chacune des pointes sur la surface avant d'effectuer une mesure deux pointes de surface. Les images de dimension 500 nm x 500 nm sont enregistrées à des tensions de polarisation et courant de consigne resp. de (-2V ; 5 pA) quant aux images de 110 nm x 110 nm le sont à (-2 V ; 100 pA).

La surface semi-conductrice à l'étude ici, est un silicium intrinsèque de plan (100) et de reconstruction 2 x 1 de surface, passivé en hydrogène. Les échantillons utilisés ont été préparés dans le bâti d'un LT-UHV-4-STM jumeau de celui du CEMES situé à Cracovie. Ces mesures ont été réalisées à 4.2 K sous une pression de base d'environ 10^{-10} mbar. Nous

présenterons, tout d'abord, les caractéristiques topographiques surfaciques à l'échelle de la centaine de nanomètres. Nous naviguerons, ensuite, sur la surface atomique de manière à disposer 2 de nos pointes STM, sur une même terrasse atomique, comme montré en Figure 1. La stabilité des pointes STM de chacun de nos scanners garantissent la stabilité requise pour ce repérage. Nous avons pu confirmer, sur notre LT-UHV-4 STM, la possibilité de manipulation des atomes d'hydrogène par différents modes de contrôle : l'écriture atome-par-atome et la lithographie STM. Puis, nous terminerons par les caractéristiques électroniques données par les courbes courant tunnel-tension de polarisation extraites directement en STM simple puis en mesures de surface 2 pointes.

Références

[1] « IRTS Web-Site », *http://public.itrs.net/*, 2013. .

[2] C. Joachim, « Bonding more atoms together for a single molecule computer », *Nanotechnology*, vol. 13, nº 2, p. R1, 2002.

[3] W.-H. Soe *et al.*, « Manipulating Molecular Quantum States with Classical Metal Atom Inputs: Demonstration of a Single Molecule NOR Logic Gate », *ACS Nano*, vol. 5, nº 2, p. 1436‑1440, févr. 2011.

[4] H. Kawai, F. Ample, Q. Wang, Y. K. Yeo, M. Saeys, et C. Joachim, « Dangling-bond logic gates on a Si(100)-(2 × 1)–H surface », *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 24, nº 9, p. 095011, mars 2012.

[5] C. Joachim *et al.*, « Multiple atomic scale solid surface interconnects for atom circuits and molecule logic gates », *J. Phys. Condens. Matter*, vol. 22, nº 8, p. 084025, mars 2010.

[6] M. H. T. Lwin, T. N. Tun, H. H. Kim, R. S. Kajen, N. Chandrasekhar, et C. Joachim, « Silicon on insulator nanoscale backside interconnects for atomic and molecular scale circuits », *J. Vac. Sci. Technol. B*, vol. 28, nº 5, p. 978‑984, sept. 2010.

[7] M. Kolmer *et al.*, « Atomic scale fabrication of dangling bond structures on hydrogen passivated Si(0 0 1) wafers processed and nanopackaged in a clean room environment », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 288, p. 83‑89, janv. 2014.

[8] M. Kolmer et C. Joachim, Éd., *On-Surface Atomic Wires and Logic Gates: Updated in 2016 Proceedings of the International Workshop on Atomic Wires, Krakow, September 2014*, 1st ed. 2017 edition. Springer, 2017.

Bouzigues

Qui dit Bouzigues... dit Huître! A déguster tranquillement au bord de l'étang de Thau, bercé(e) (s) (es) par un léger clapotis avec un Picpoul bien frais.

Session 15

Instrumentale

Vendredi 24 Mars / 10h10 - 11h30

Modérateur : Tomaso ZAMBELLI

Andrzej KULIK Nanoscale chemical imaging achieving 10nm spatial resolution with AFM-based infrared spectroscopy **PAGE 134**

Peter DE WOLF PeakForce Scanning Electrochemical Microscopy with nanoelectrodes probes **PAGE 136**

Rosine COQ GERMANICUS Caractérisation électrique des matériaux conducteurs, semiconducteurs et isolants par scanning Microwave Impedance Microscopy **PAGE 138**

nanoscale chemical imaging achieving 10nm spatial resolution with AFM-based infrared spectroscopy

Andrzej KULIK [1], Miriam UNGER [2], Eoghan DILLON [2], Ariane DENISET [3], Alexandre DAZZI [3]
[1] *EPFL Lausanne,* [2] *Anasys Instruments,* [3] *University of Paris, Orsay*

This paper will focus on techniques and instrumentation for measuring chemical properties of materials with nanometer scale spatial resolution including recent advancements achieving 10nm spatial resolution for chemical imaging of polymeric materials.

Conventional infrared spectroscopy is one of the most widely used tools for chemical analysis, but optical diffraction limits its spatial resolution to the scale of many microns. Atomic force microscopy (AFM) enjoys excellent spatial resolution, but has historically lacked the ability to perform robust chemical analysis.

Using tunable, pulsed laser as the source and AFM tip as detector of induced local thermal expansion of the sample, one can measure reliably local IR spectra. Alternatively, spatial maps of IR absorption can be obtained with typical AFM scanning velocity.

This presentation will discuss AFM-based infrared spectroscopy, AFM-IR, a technique that overcome the diffraction limit, providing the ability to measure and map chemical properties with nanometer scale spatial resolution. AFM-IR provides an unrivaled capability to perform nanoscale chemical analysis on a diverse range of organic polymeric materials and organic nano-contaminants.

This paper will highlight AFM-IR measurements on samples from fields including polymers, life sciences and organic nano-contaminants.

PeakForce Scanning Electrochemical Microscopy (SECM) with Nanoelectrode Probes

Peter DE WOLF[1], Zhuangqun Huang[2], Rakesh Poddar[2]

[1]*Bruker Nano Surfaces, 7 rue de la Croix Martre, 91120 Palaiseau, France*
[2]*Bruker Nano Surfaces, Santa Barbara CA-93117, United States*

Reactivity heterogeneity of materials on the nanoscale has a significant impact on macroscopic performance. The differences in structural, mechanical, electrical, and/or electrochemical properties locally all together account for this reactivity variation. Therefore, approaches capable of simultaneously capturing correlated multidimensional information on the nanoscale are highly desired, together with in situ, in vivo, non-invasive capabilities.

Scanning electrochemical microscopy (SECM) is an important approach for studying local electrochemistry. However, classic SECMs generally have issues of signal convolution and are difficult to achieve sub-µm spatial resolution. These are well addressed by AFM-SECM. However, it is still an unmet challenge to batch-fabricate high-quality and robust nanoelectrode AFM probes with a characteristic dimension < 100 nm. Recently, we have developed batch-fabricated, high-quality and robust SECM probes with the exposed Pt-coated tip apex of ~200 nm height and the end tip diameter of ~50 nm. These probes pass > 10 hours continuous electrochemical testing and paired with PeakForce tapping, these probes enable in situ, non-invasive, stable imaging for challenging fragile and soft samples. The PeakForce SECM mode allows us to simultaneously capture multidimensional information in the electrochemical environment at < 100 nm spatial resolution, including topographic, conductivity, mechanical, and electrochemical properties. In addition, the nanoelectrode probe - by design - also enables electrical conductivity measurements in liquid as it is fully insulated except for the tip (i.e. Conductive AFM & Tunneling AFM in liquids). This talk showcases a variety of applications examples using PeakForce SECM, including catalysis, surface defects on lamellar, patterned nanostructured electrodes, etc. Some examples of conductivity mapping in liquid are also presented.

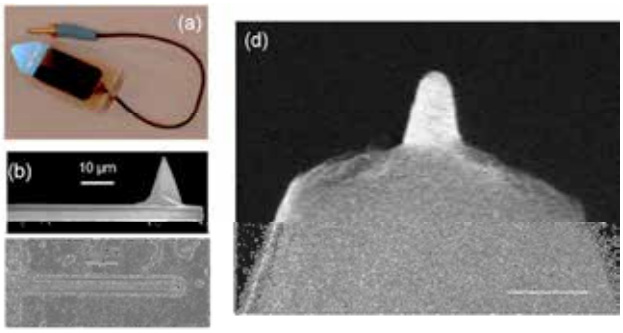


Figure 1 : (a) Pre-mounted SECM probe; SEM images of the nanoelectrode probe. (b) Side view of the cantilever. (c) top view of the cantilever showing the 15 µm-wide Pt conductive path. (d) The exposed Pt coated tip apex with ~50 nm end-tip diameter and ~200 nm tip height. Other than the tip apex, the probe is fully isolated with SiO2 and other dielectric sub-layers.

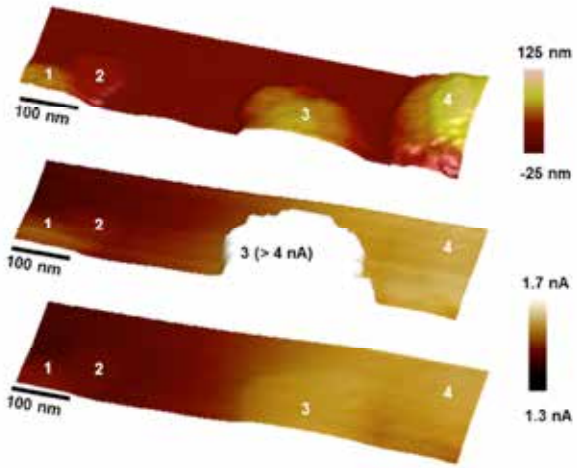


Figure 2 : PeakForce SECM images of a semiconductor electrode decorated with Pt nanoparticle catalysts. (a) Topography; (b) electrical conductivity from the main scan; And (c) electrochemical current from the lift scan. The particles are numerically labelled for comparison.

Caractérisation électrique des matériaux conducteurs, semiconducteurs et isolants par scanning Microwave Impedance Microscopy (sMIM)

Rosine COQ GERMANICUS[1], Peter DE WOLF[2], Mickaël FEBVRE[2], Philippe DESCAMPS[1]

[1] *Normandie Université ENSICAEN, Unicaen, CRISMAT UMR 65086, 14050 Caen cedex 04, France*
[2] *Bruker Nano Surfaces, 7 rue de la Croix Martre, 91120 Palaiseau, France*

Les modes électriques classiques Scanning Capacitance Microscopy (SCM) et Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM) ont été développés, principalement pour étudier l'activité des dopants au sein des matériaux semi-conducteurs. Le récent mode de balayage d'impédance micro-onde nommé scanning Microwave Impedance Microscopy (sMIM) ouvre les capacités des techniques de mesures électriques en champ proche au domaine des micro-ondes. Basé sur un Microscope à Force Atomique (AFM), le sMIM permet d'étudier localement l'interaction d'un signal micro-onde avec la surface et la sub-surface analysées. Une pointe métallique AFM blindée électro-magnétiquement est fonctionnalisée grâce à une guide d'onde, elle transmet et réfléchit un signal micro-onde de fréquence optimisée autour de 3 GHz (Figure 1 a)). Le signal réfléchit est alors décomposé par un analyseur de réseau vectoriel et est retranscrit en terme d'impédances équivalentes. Les cartographies des modifications de la permittivité diélectrique (sMIM-C), de la conductivité (sMIM-R) et également du signal dC/dV (en amplitude et en phase) sont alors révélées. Le point fort de ce nouveau mode est alors de localiser, de différencier et de discriminer les propriétés électriques des matériaux aussi bien conducteurs, semiconducteurs dopés qu'isolants, lors d'un unique balayage d'une pointe fonctionnalisée. Nous présenterons les avantages et les limitations de ce mode en termes de résolution, de sensibilité et de quantification. Les résultats seront comparés aux modes électriques conventionnels : le SCM et le SSRM.

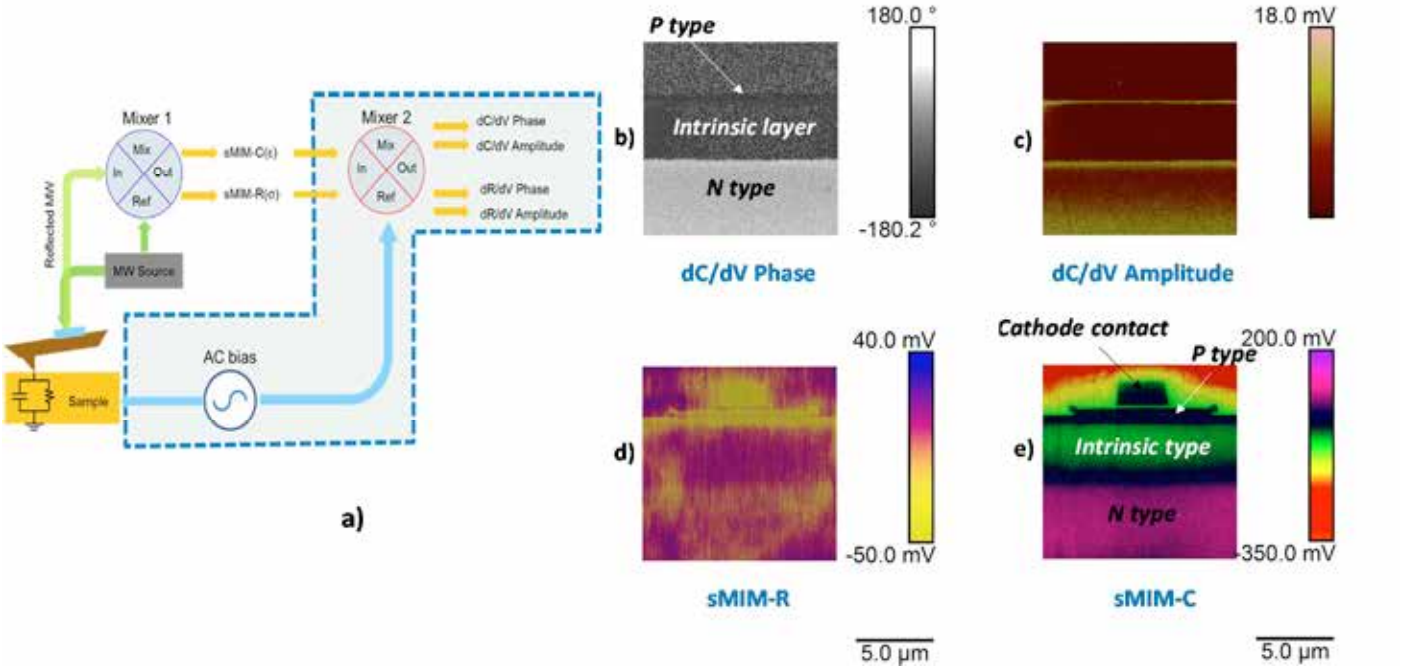


Figure 1 : Schéma de fonctionnement du mode sMIM, mesure d'une structure de diode PIN (25 µm x 25 µm), b) dC/dV phase, c) dC/dV amplitude, d) sMIM-R, e) sMIM-C

Une étude de cas détaillée d'une structure de diode PIN, dédiée pour des applications RF, est présentée : les cartographies des signaux sMIM-R et sMIM-C obtenus sur la diode fortement intégrée sont présentées en Figure 1 d) et e) (tranche du composant). Nous avons également enregistré les signaux dC/dV, en phase et en amplitude, de la structure MOS constituée de la pointe métallique en contact avec la surface oxydée. Alors que les signaux dC/dV révèlent uniquement la structure PIN, nous pouvons apprécier le potentiel, la sensibilité et la précision du signal sMIM-C qui met en lumière non seulement la structure PIN semi-conductrice de la diode, mais aussi toutes les couches de métallisation et d'oxydes. Ce cas d'étude nous permet de démontrer la forte capacité du mode sMIM à caractériser entièrement un dispositif constitué de matériaux présentant diverses propriétés électriques : de l'isolation à la conduction.

Références

[1] Eyben P. *et al.* Scanning Probe Microscopy (2007), Springer New York, 31
[2] Drevniok B. *et al.*, "Extending Electrical Scanning Probe Microscopy Measurements of Semiconductor Devices Using Microwave Impedance Microscopy," ISTFA 2015: Conference Proceedings from the 41st International Symposium for Testing and Failure Analysis (2015) 77

POSTERS

Lundi 20 Mars / 18h00 - 20h00
Mardi 21 Mars / 18h10 - 20h00
Mercredi 22 Mars / 15h15 - 17h30

Etude expérimentale et théorique de structures d'or intercalées sous graphène épitaxié sur SiC(0001)

Maya N. NAIR [1], **Marion CRANNEY** [1], Tao JIANG [2], Samar HAJJAR-GARREAU [1], Dominique AUBEL [1], Alban FLORENTIN [1], Emmanuel DENYS [1], François VONAU [1], Marie-Laure BOCQUET [2], Laurent SIMON [1]

[1] Institut de Sciences des Matériaux de Mulhouse, CNRS-UMR 7361, 3bis, rue A. Werner, 68093 Mulhouse, France.[2] Laboratoire P.A.S.T.E.U.R., CNRS-UMR 8640, 24, rue Lhomond, 75005 Paris, France.

Les études sur une monocouche de graphène épitaxié sur un substrat de SiC(0001) ont montré qu'il existe à l'interface entre ceux-ci une couche carbonée, appelée couche-tampon. Malgré cette couche, le substrat SiC altère les propriétés électroniques du graphène, avec une diminution de la vitesse de ses quasiparticules, et le dope (dopage de type n) [1]. Nous avons mis en évidence, lors de précédentes études [2, 3, 4], que le dépôt d'or sur du graphène épitaxié sur SiC(0001), suivi d'une procédure de recuit, induisait un dopage de type p du graphène. En effet, nous avons montré, par STM-STS et ARPES, que l'or s'intercalait sous la monocouche de graphène sous la forme de nouvelles structures complexes (soit une monocouche, soit des agrégats plats répartis de manière pseudopériodique) et écrantait le transfert de charge du substrat SiC vers la monocouche de graphène. Dans le cas d'une monocouche d'or intercalée, cet écrantage conduit à un dopage de type p du graphène épitaxié. Dans le cas d'agrégats d'or intercalés, cet écrantage est partiel et ne modifie pas le dopage intrinsèque du graphène. Par contre, la présence de ces agrégats induit une modification de la structure de bande du graphène épitaxié avec une forte extension des singularités de van Hove, une renormalisation des bandes au niveau du point de Dirac ainsi qu'une surprenante augmentation de la vitesse de Fermi des quasiparticules.

A l'aide de diverses méthodes de caractérisation expérimentales (STM, XPS, ARPES) couplées à de la modélisation DFT, nous sommes en mesure de clarifier la position d'intercalation des agrégats d'or, c'est-à-dire entre le graphène et la couche-tampon. Ces agrégats sont formés d'atomes individuels d'or, n'ayant de liaisons covalentes ni avec le graphène ni avec la couche-tampon (ils sont "freestanding"), et chargés négativement du fait de l'écrantage du transfert de charge du SiC vers le graphène. L'augmentation de la vitesse de Fermi des quasiparticules du graphène due à la présence de ces atomes d'or intercalés s'explique par un meilleur découplage du graphène de son substrat SiC. Ainsi, nous avons mis en évidence une nouvelle manière d'obtenir un graphène quasi-idéal sur un substrat de SiC(0001). De plus, la position spécifique des atomes d'or par rapport aux atomes de carbone peut introduire du couplage spin-orbite sur le graphène [5].

Références

1. Emtsev K.V. *et al.*, *Phys. Rev. B* **2008**, *77*, 155303.
2. Premlal B. *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **2009**, *94*, 263115.
3. Cranney M. *et al.*, *EuroPhys. Lett.* **2010**, *91*, 66004.
4. Nair M.N. *et al.*, *Phys. Rev. B* **2012**, *85*, 245421.
5. Nair M.N. *et al.*, *Phys. Rev. B* **2016**, *94*, 075427.

Faisceaux de plasmons-polaritons de surface émis par un cristal plasmonique excité électriquement

Damien CANNESON[1], Eric LE MOAL[1], Shuiyan CAO[1], Xavier QUELIN[2], Hervé DALLAPORTA[3], Gérald DUJARDIN[1], **Elizabeth BOER-DUCHEMIN[1]**

[1]Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO), CNRS, Univ Paris Sud, Université Paris-Saclay, Orsay, France
[2]Groupe d'Étude de la Matière Condensée (GEMaC), CNRS, UVSQ, Université Paris-Saclay, Versailles, France
[3]Aix Marseille Université, CNRS, CINaM, Marseille, France

Les plasmons de surface sont d'excellents candidats pour la réalisation de futurs dispositifs nano-optiques car ils permettent le confinement spatial des champs optiques au-delà de la limite de diffraction de la lumière. Dans la majorité des expériences, les plasmons de surface sont excités optiquement, c'est-à-dire avec de la lumière. Cependant, une excitation électrique, locale et de basse énergie, des plasmons de surface est une voie bien mieux adaptée aux applications envisagées.

Le microscope à effet tunnel (STM) est une source locale idéale d'électrons de basse énergie, qui peut être utilisée pour l'excitation de plasmons de surface localisés (LSP) et propagatifs (SPP). Dans notre dispositif, le STM est couplé à un microscope optique inversé et l'émission de lumière induite par le courant tunnel est détectée à travers le substrat de verre de l'échantillon. Dans cette configuration, le rayonnement des LSPs ainsi que les pertes radiatives des SPPs peuvent être mesurés [1].

La Figure 1a montre une image du plan réel obtenue par microscopie de pertes radiatives des plasmons de surfaces (SP *leakage radiation microscopy*). Elle met en évidence l'excitation par STM d'une onde circulaire de plasmons de surface sur le film d'or. Cette émission est isotrope : les SPPs excités se propagent dans toutes les directions du plan avec une égale probabilité. Cependant, la possibilité de concentrer l'émission de SPPs dans certaines directions est essentielle pour les applications. Une façon d'accéder à cette possibilité est d'exciter localement un cristal plasmonique bidimensionnel (2D).

Notre cristal plasmonique consiste en un réseau 2D périodique carré de 40×40 nanoparticules d'or de période 450 nm déposé sur un film d'or sur un substrat de verre. Dans nos expériences, la nanosource de SPPs formée par la pointe STM est utilisée pour exciter une nanoparticule au centre du réseau 2D. Comme le montrent les Figures 1b et 1c, l'émission de SPPs est favorisée dans les directions diagonales du réseau et son intensité dans ces directions est plus grande qu'en l'absence du réseau sur le film d'or. Ce phénomène est expliqué en utilisant un modèle de réflexion de Bragg et est confirmé par des simulations numériques [2].

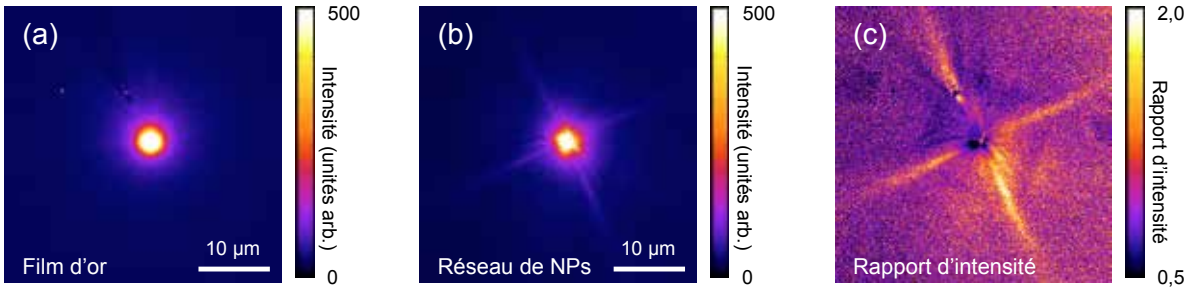


Figure 1 : Excitation électrique locale de plasmons de surface et formation de faisceaux de plasmons-polaritons de surface (SPP). a) Excitation locale par STM de plasmons de surface sur un film mince d'or sur verre : image optique du plan réel montrant que leur propagation dans le plan est isotrope. b) Excitation locale par STM au centre d'un réseau 2D périodique de nanoparticules d'or sur film d'or : l'émission de faisceaux dans quatre directions est identifiée. c) Rapport d'intensité : cette figure est générée en divisant les données normalisées de la figure 1b par celles de la figure 1a. Cela met en évidence la génération de faisceaux de SPPs dans les directions diagonales du cristal plasmonique carré.

Références

[1] Wang, T., Boer-Duchemin, E., Zhang, Y., Comtet, G., Dujardin, G., *Nanotechnol.*, **2011**, *22*, 175201.
[2] Canneson, D., Le Moal, E., Cao, S., Quélin, X., Dallaporta, H., Dujardin, G., Boer-Duchemin, E., *Opt. Express*. **2016**, *24*, 26186.

Complémentarité des techniques de nano-indentation instrumentée et de nano-indentation par AFM pour l'étude mécanique d'une résine après implantation ionique

Denis MARIOLLE[1,2], Marion CROISY[2,3,4], Christophe POULAIN[1,2], Nicolas CHEVALIER[1,2]

[1]*Univ. Grenoble Alpes, F38000 Grenoble, France*
[2]*CEA, LETI, Minatec Campus, F-38054 Grenoble, France*
[3]*STMicroelectronics, 850 rue Jean Monnet, 38926 Crolles Cedex, France*
[4]*CNRS-LTM, UMR 5129, Université Grenoble Alpes, CEA-Leti Minatec, F-38054 Grenoble Cedex, France*

En microélectronique, la densification des dispositifs sur puce rendent les étapes de fabrication de plus en complexes et dépendantes de l'intégration. Par exemple, l'élimination (*stripping*) des résines après implantation ionique nécessite l'optimisation des procédés mis en œuvre. Ces améliorations ne peuvent être obtenues qu'après une caractérisation fine des matériaux, tant physico-chimique que morphologique ou mécanique. Dans ce travail, nous présentons une étude croisée entre nano-indentation instrumentée et nano-indentation par AFM de résines implantées par des ions phosphore et arsenic. L'analyse des courbes force-profondeur d'indentation (extraction des modules d'Young) couplée à l'analyse des morphologies d'indent (analyse de dureté) permettent de mieux connaitre les propriétés mécaniques de la couche ayant subie une implantation ionique, et ainsi aider à l'adaptation des procédés de *stripping*.

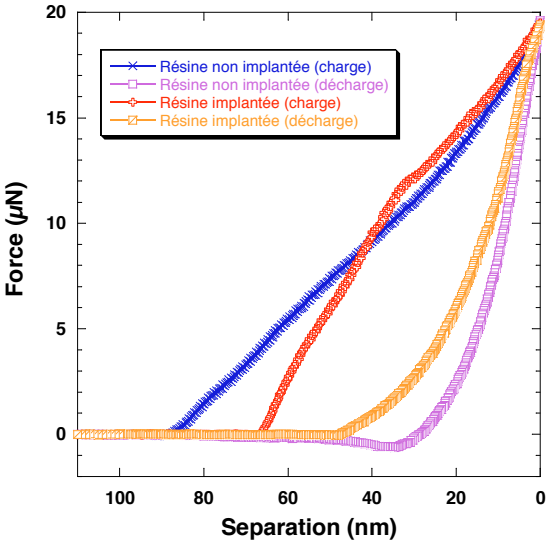


Figure 1 : Courbes charge-décharge obtenues à l'AFM avec une pointe diamant (BRUKER, modèle DNISP-HS, k = 438N/m) sur une résine ayant subi ou non une implantation ionique d'ions phosphore et arsenic. Lors du chargement, la courbe correspondant à la résine implantée présente une rupture de pente caractéristique de la transition entre une zone dure en surface et la partie non implantée du matériau.

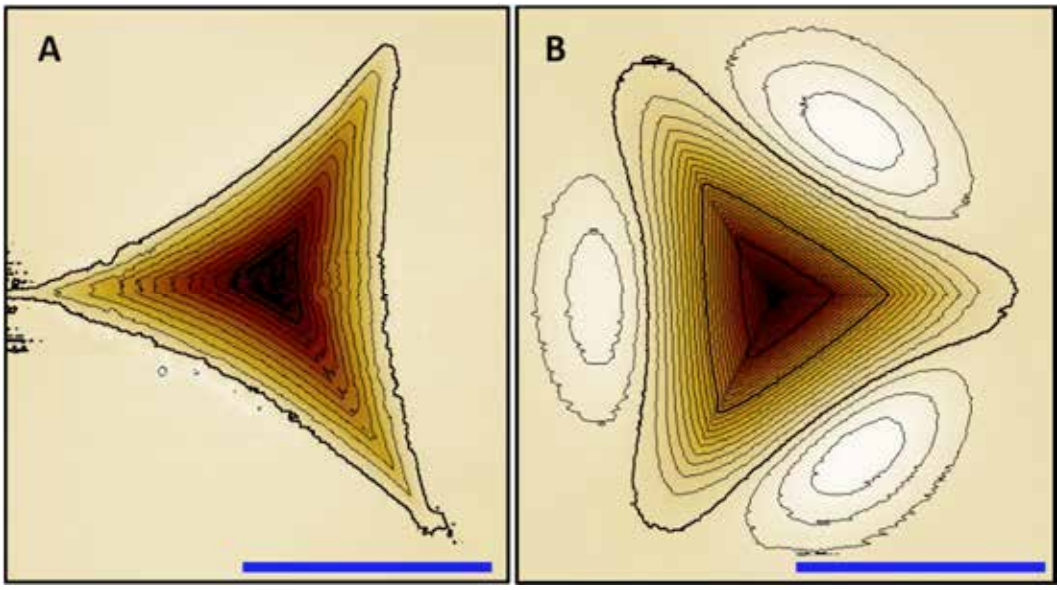


Figure 2 : Topographie (AFM) des indents obtenus pour une force de 2 mN sur une résine non implantée (A) et une résine implantée en ions phosphore et arsenic (B). Dans les deux cas la profondeur d'indentation est de 250 nm. Barre d'échelle : 2 µm. L'indentation de la résine implantée génère trois bourrelets (*pile-up*) qui correspondent à une accumulation de matière en bordure de l'empreinte résiduelle (B).

Etudes de l'influence des terrasses vicinales sur la reconstruction de l'Au(111)

Dimitri CHAURAUD, Julien DURINCK, Michel DROUET, Joël BONNEVILLE, Christophe COUPEAU

Institut Pprime, UPR 3346 CNRS, Université de Poitiers, FRANCE

La structuration de surfaces est un champ d'investigation en plein essor. L'enjeu technologique est de pouvoir conférer de nouvelles propriétés spécifiques aux matériaux à partir de la modification de leur surface libre ou de créer des gabarits qui permettent de fonctionnaliser ultérieurement cette surface par apport de molécules, nanoparticules ou agrégats.

A cet égard, la surface Au (111) présente des opportunités intéressantes en raison de sa reconstruction de surface particulière [1] qui est utilisée comme motif pour des molécules auto-organisées ou des agrégats métalliques, avec des applications technologiques dans divers domaines tels que la microélectronique ou la nanocatalyse [2]. Des études expérimentales [3,4] ont mis en évidence une reconstruction de 22 × √3, également connue sous le nom de reconstruction en chevrons et des observations par STM [5-7] ont montré que ce phénomène se caractérise par l'alternance de zones fcc et hcp au niveau la première couche atomique. Les transitions entre les régions fcc / hcp sont appelées lignes de discommensuration (DLs), orientées le long des directions <112> et caractérisées par un déplacement hors plan de seulement 15 pm [5-7]. La symétrie d'ordre 3 de la surface (111) donne naissance au motif en chevrons.

La surface libre de monocristaux présente des marches vicinales à l'échelle atomique, provenant de la légère désorientation de la surface par rapport à la direction cristallographique. L'effet des marches vicinales apparaissant à la surface d'Au (111) sur la reconstruction est exploré. Nous étudions l'influence de la largeur de la terrasse sur le motif de chevrons. Des études STM montrent que la périodicité des motifs augmente avec la diminution de la largeur de la terrasse vicinale, en accord avec les simulations de MD potentiel MEAM (Modified Embedded atom method). Il est démontré que les marches vicinales libèrent les contraintes de surface de traction, conduisant à une réorganisation du motif de chevrons.

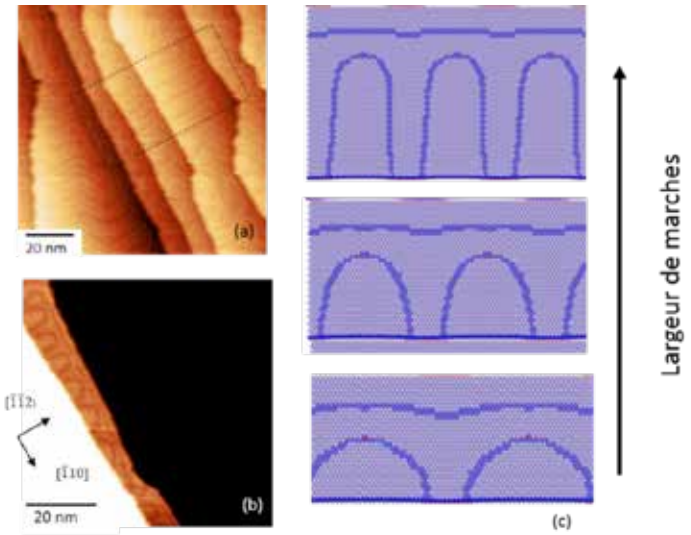


Figure 1 : (a) et (b) : Images STM à 300K. (a) Aperçu de la reconstruction. (b) Evolution de la reconstruction sur une terrasse vicinale présentant une largeur variable. (c) Simulations en dynamique moléculaire.

Références

[1] M. Corso, L. Fernandez, F. Schiller, E. Ortega, *American Chemical Society*, **2009**.
[2] M. M. Biener, J. Biener, R. Schalek, C. M. Friend, *Surf. Sci*. **2005**, *594*, 221.
[3] U. Harten, A. M. Lahee, J. Peter, Toennies Ch. Woll, *PRL* **1985**, *54*(24):2619.
[4] Y. Tanishiro, H. Kanamori, K. Takayanagi, K. Yagi G.Honjo, *Surf Sci* **1981**, *111*:395{413}.
[5] C. Wölls, S. Chiang, R.J. Wilson, P.H. Lippel, *PRB* **1988**, *39*(11):7988.
[6] J. V. Barth, H. Brune, G. Ertl, R.J. Behm, *PRB* **1990**, *42*(15):9307.
[7] V. Repain, J.M. Berroir, S. Rousset, J. Lecoeur, *App. Surf. Sci*. **2000**, *162-163*:30-36.

Quantitative Easy-to-Use Atomic Force Microscopy in Conjunction with Super-Resolution Optical Microscopy and Optical Tweezers

Frédéric Eghiaian, Philipp Rauch, Torsten Jähnke, Heiko Haschke

JPK Instruments AG, Berlin, Germany

The latest NanoWizard family developments extend the seamless integration of atomic force microscopy (AFM) into advanced super-resolution STED microscopy and even optical tweezers making it an indispensable tool for high-resolution studies under native conditions.

Here, we introduce the novel "Ease-of-Use" software module for the latest "Quantitative Imaging" (QI™) mode in the JPK NanoWizard® 4 in order to simultaneously acquire topographic, nano-mechanical, and adhesive sample properties with only a few clicks from setting up to having images acquired. This is achieved by setting most parameters automatically which makes it convenient to use and allows non-expert users to acquire data of highest standards. With automated batch processes even more complex data, such as, contact point images, Young´s moduli images, or even recognition events can be achieved. Here, we present data showing the major-minor groove of DNA resolved in buffer environment. Further research towards automated AFM has been put into the feature "Experiment Control" which gives the opportunity to control all main parameters of the AFM remotely conveniently on any device, such as, a tablet, PC or mobile phone without interfering with the setup.

With recent tip-scanning AFM developments we extended our capability of performing fully simultaneous measurements with AFM and STED on a living cell – to our knowledge the first time with a fully commercial system. We will show AFM QI elastic moduli data of individual living skin fibroblast cells and actin super-resolution STED images of the same cell acquired in one experiment. In addition, we will present data on the stimulation of individual SiR-labelled microtubules in live skin fibroblasts observed simultaneously with STED microscopy. Thus, conclusions can be drawn on the mechanics of microtubules in live cells.

The novel OT-AFM Combi-System pairs the exceptional surface force measurement and imaging capabilities of AFM with the ability of optical tweezers to apply and measure smallest forces in the femto-newton range in 3D. We will present AFM adhesion experiments between dendritic cells (DC) and conventional T-cells (Tconv) while regulatory T-cells (Treg) are attached to and removed from the DC with optical tweezers to test its influence on the binding strength. It is found that Treg attachments reduce DC-Tconv interactions. After the Treg is removed, the adhesion level is almost restored (Yan Shi et al – submitted).

Caractérisation électrique de cellules solaires multi-jonctions par microscopie à sonde locale (SMM – Resiscope)

Alexandra DELVALLEE, Mohammad Saif KHAN, Djamel ALLAL, François PIQUEMAL

Plateforme NAEL (Nanométrologie Electrique)
Laboratoire National de métrologie et d'Essais (LNE)
29 avenue Roger Hennequin, 78190 Trappes

Les cellules solaires multi-jonctions (MJSC) de type III-V sont conçues de sorte que chaque jonction absorbe une plage du spectre de l'énergie solaire, avec une efficacité pouvant aller jusqu'à 44% [1]. Un élément clé pour entrer en compétition avec des sources d'énergies traditionnelles serait d'augmenter l'efficacité de ces cellules solaires au-delà de 50 %.

Mais les cellules solaires multi-jonctions sont composées d'un grand nombre de couches d'épaisseurs allant de 10 nm à quelques micromètres, et une optimisation purement expérimentale serait difficile et coûteuse. De plus, les données concernant les propriétés, notamment électriques, des matériaux à ces échelles sont peu fiables. Cela rend les résultats issus des modélisations peu sûrs et des écarts de 30 % sont observés entre l'efficacité obtenue par modélisation et l'efficacité réelle.

Les techniques de microscopie à sonde locale électriques telles que le SMM (Scanning Microwave Microscope) et le Resiscope sont des techniques particulièrement adaptées pour obtenir des informations électriques (concentration de dopants, impédance, conductivité, résistivité) aux échelles rencontrées dans les cellules solaires multi-jonction. Elles manquent pourtant de méthodes et d'étalons pour permettre d'obtenir une quantification fiable des données recueillies. Dans le cadre du projet SOLCELL [2], des étalons de concentration de dopants (staircase) ont été spécialement fabriqués puis mesurés par SMM et Resiscope. Enfin, des cellules solaires (simple et double jonctions p-n) composées de GaAs et de GaInP (Figure 1) ont été observées par ces techniques.

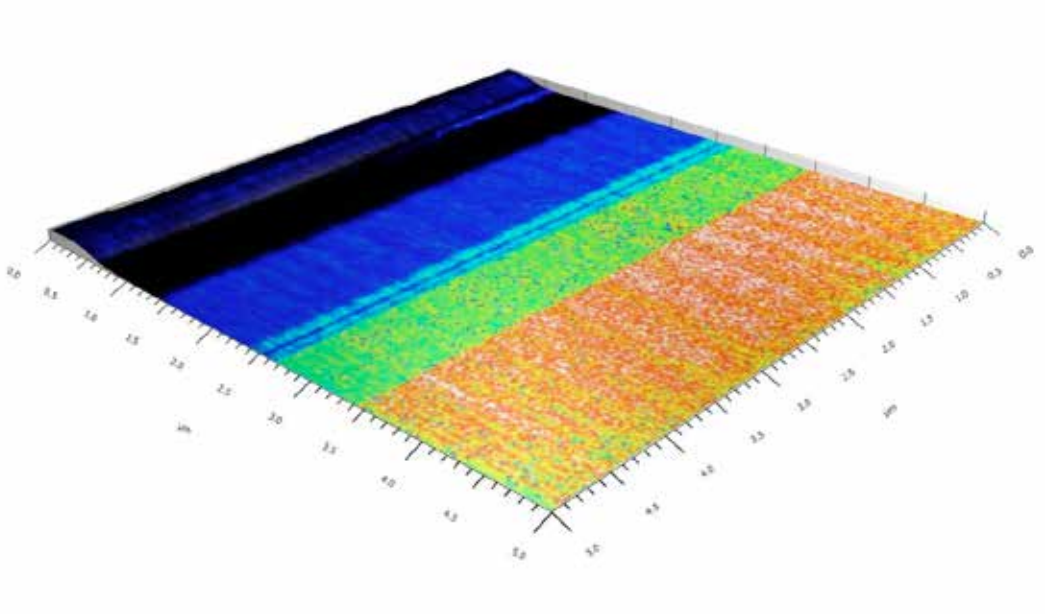


Figure 1 : Image Resiscope (courant) d'un échantillon de cellule solaire simple jonction (GaInP)

Références

[1] http://www.soitec.com/en/news/press-releases/world-record-solar-cell-1373/
[2] http://projects.npl.co.uk/solcell/

Comment calculer un taux de dissolution macroscopique fiable à partir de mesures AFM

Bahareh Zareeipolgardani, **Agnès Piednoir**, Jean Colombani

Institut Lumière Matière, Université Claude Bernard Lyon 1, campus de la Doua, 69622 Villeurbanne, France

Le taux de dissolution macroscopique des minéraux est généralement déduit d'expériences de chimie des solutions. La vitesse est déduite de l'augmentation de la concentration en soluté du liquide dans lequel le matériau se dissout. Grâce à la microscopie de force atomique (AFM), un taux de dissolution microscopique peut aussi être déduit de la dynamique de la surface du matériau à l'échelle moléculaire, en particulier de la vitesse de migration des marches atomiques. Malheureusement, même qualitativement, les deux taux sont rarement en accord, les écarts entre les valeurs mesurées pouvant différer de plusieurs ordres de grandeur. En outre, une théorie générale reliant la cinétique aux deux échelles fait toujours défaut.

Nous nous sommes intéressés à la dissolution d'un morceau de gypse naturel ($CaSO_4$, 2 H_2O) transparent fraichement clivé dans des solutions de sulfate de calcium de différentes concentrations. Nous présentons ici des taux de dissolution microscopiques du gypse évalués par AFM en accord quantitatif avec les taux macroscopiques. Cet accord inhabituel a été obtenu en respectant deux points cruciaux : un protocole d'imagerie AFM très strict et une analyse très pointue des images. Tout d'abord, on a montré que la force appliquée par la pointe AFM sur la surface durant l'imagerie pouvait, si elle était supérieure à un seuil que l'on a déterminé, augmenter la solubilité du minéral [1], introduisant ainsi un biais. Aussi, nous avons toujours travaillé avec une consigne correspondant à une force constante et faible. Ensuite, nous avons clairement identifié le mécanisme moléculaire moteur de la dissolution : la migration de marches rugueuses (montrées par les deux flèches sur la Figure 1), qui a souvent été négligée dans les études antérieures, qui ne considéraient que les marches d'orientations cristallographiques connues bordant les trous formés par la dissolution (cf. Figure 2). Ce résultat montre qu'une analyse minutieuse des changements topographiques au cours de la dissolution d'un minéral peut permettre de déduire un taux de dissolution macroscopique fiable.

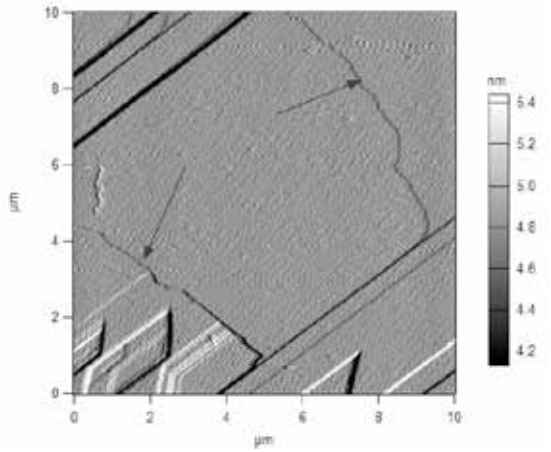


Figure 1 : Image en déflection d'une surface de gypse fraichement clivé dans une solution de sulfate de calcium à 87%.

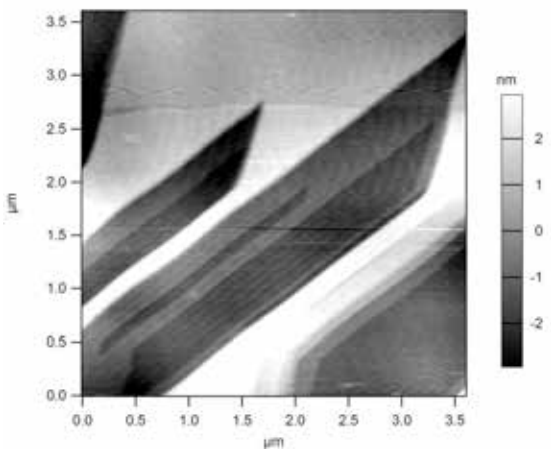


Figure 2 : image topographique d'une surface de gypse fraichement clivé dans une solution de sulfate de calcium à 87%.

[1] Pachon-Rodriguez, E.A.; Piednoir, A.; Colombani, J. *PRL* **2011**, *107*, 146102

In-situ AFM imaging of the microstructural changes associated with the spin transition in $[Fe(Htrz)_2(trz)](BF_4)$ nanoparticles

María D. MANRIQUE-JUÁREZ[1,2], **Alin C. BAS[1,2]**, Iurii SULEIMANOV[1,], Edna M. HERNANDEZ[1], Lionel SALMON[1], Christophe THIBAULT[2], Gábor MOLNÁR[1], Azzedine BOUSSEKSOU[1]

[1] *LCC, CNRS & Université de Toulouse (UPS, INP), 205 route de Narbonne, 31077 Toulouse, France*

[2] *LAAS, CNRS & Université de Toulouse (INSA, UPS), 7 avenue du Colonel Roche, 31031 Toulouse, France*

Recently many efforts have been devoted to synthesize nano-objects of transition metal complexes displaying spin crossover phenomenon [1-2]. In this context scanning probe microscopy investigations of these compounds gained increasing attention [3-4]. Topographic images of $[Fe(Htrz)_2(trz)](BF_4)$ spin crossover nanoparticles were acquired across the first-order spin transition using variable temperature atomic force microscopy (AFM). AFM data were obtained using a CYPHER-ES microscope (Oxford Instruments) in amplitude-modulation mode in air between 293 and 393 K. These studies revealed a complex microstructure of the particles consisting of aggregates of small nanocrystals, which expand, separate and re-aggregate due to the mechanical stress during the spin-state switching events. Both reversible and irreversible effects (fatigue) on the particle microstructure were evidenced and correlated with the spin crossover properties [5]. These results combined with preliminary results on the mechanical properties changes across the spin transition will be presented.

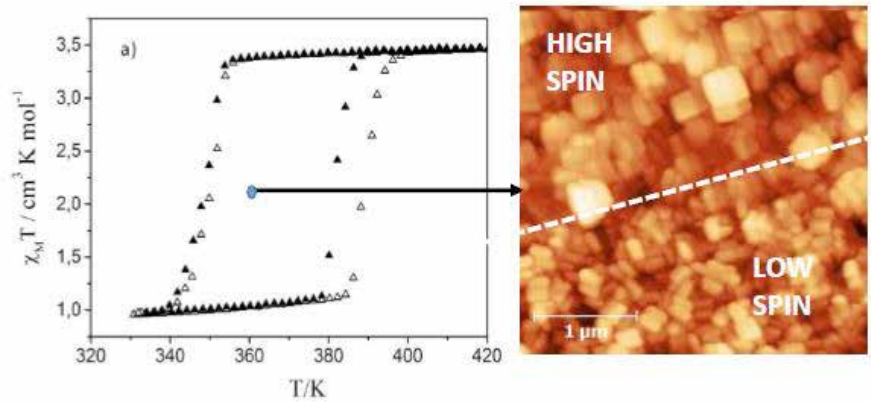


Figure 1 : (Left panel) Temperature dependence of the product of molar magnetic susceptibility and temperature for **1** over the first (open symbols) and second (closed symbols) thermal cycles. (Right panel) AFM height image acquired for a mixture of HS and LS particles (360 K). The z-scale ranges from 0 to 300 nm.

References :

[1] P. Gütlich, H. A. Goodwin (eds.), Spin-Crossover in Transition Metal Compounds I-III, Top. Curr. Chem., *Vols. 233-235*, Springer Verlag, Berlin/Heidelberg, **2004.**
[2] P. Gütlich, A. Hauser, H. Spiering, *Angew. Chem. Int. Ed.* **1994**, *33*, 2024.
[3] E. M. Hernández et al., *Adv. Mater.* **2014**, *26*, 2889.
[4] M. Lopes et al., *Nanoscale* **2013**, *5*, 7762.
[5] M. D. Manrique-Juárez et al., *Materials* **2016**, *9(7)*, 537.

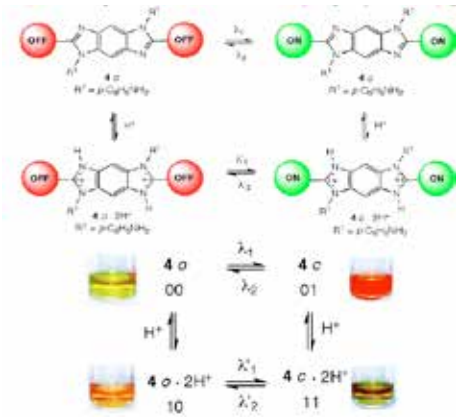
Conductance d'un switch moléculaire sensible au pH

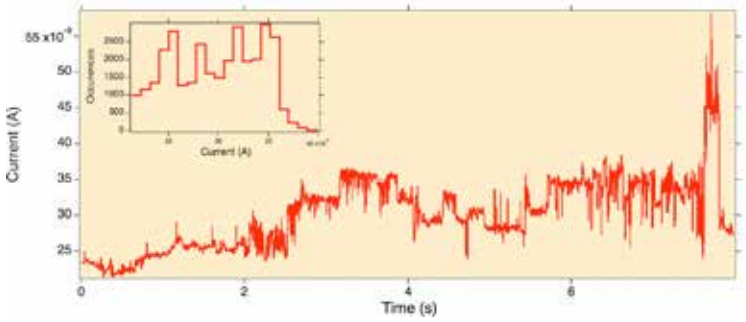
H. KLEIN[1], H. Audi[1], , Z. Chen[1], O. Siri[1], Y. Viero[2], D. Guerin[2], C. Krzeminski[2], S. Lenfant[2], D. Vuillaume[2]

[1]CINAM UMR 7325 CNRS, Campus de Luminy, Marseille, [2]IEMN UMR 8520 CNRS, Villeneuve d'Ascq

Nous avons développé une voie de synthèse originale d'une nouvelle classe de molécules (famille des benzobis(imidazole)) sensibles à la lumière et au pH, qui combinent une fonction acidochrome et photochrome. En solution, sous l'effet de ces stimuli la molécule peut basculer entre 4 états stables à température ambiante, aux propriétés électroniques et optiques distinctes [1]. Nous souhaitons obtenir le même type de résultats pour une molécule greffée à un substrat, ce qui peut être problématique du fait du couplage à une surface. Les molécules sont greffées en utilisant le procédé d'auto-assemblage.

Nous présentons ici nos premiers résultats de mesure de conductance réalisées sur ces molécules soumises à un stimulus chimique conduisant à la protonation / déprotonation du coeur acidochrome. Pour pouvoir distinguer les propriétés intrinsèques des molécules étudiées d'éventuels effets liés à la surface, nous avons décidé de comparer ces mesures en AFM conducteur sur une assemblée de molécules greffées sur surface d'or, à celles réalisées à l'échelle d'une molécule unique. Ces dernières sont réalisées sur des nano-électrodes d'or à l'aide d'une jonction à cassure, en utilisant une méthode originale présentée lors du dernier forum.





Gauche : L'utilisation de stimuli lumineux et chimique (acide) permet la bascule de la molécule entre 4 états stables présentant des absorbtions optiques distinctes.

Droite : Fluctuations de courant renregistrées sur des molécules non protonnées connectées aux électrodes métalliques d'une jonction à cassure. L'histogramme en insert montre des états probables de conductance correspondant à la présence d'un nombre discret de molécules dans le contact. La connexion / déconnexion des molécules sous l'effet de l'agitation thermique est à l'origine des fluctuations de courant observées.

La bascule réversible de la molécule sous l'effet d'un stimulus chimique a été observée sur couches auto-assemblées et à l'échelle de la molécule unique avec un bon accord qualitatif : dans les 2 cas la forme protonnée de la molécule présente une conductance plus importante. Des calculs théoriques (ab-initio, DFT) sont en bon accord avec les observations expérimentales. La variation de conductance s'explique a priori par une augmentation de l'affinité électronique de la molécule sous sa forme protonnée, ainsi que par une délocalisation de l'orbitale LUMO sur la partie centrale de la molécule.

Références

[1] M. Cipolloni, A. Heynderickx, F. Maurel, A. Perrier, D. Jacquemin, O.Siri, F. Ortica, G. Favaro, *J. Phys. Chem. C*, **2011**, 115, 23096-23106

Imagerie haute résolution avec le mode Peak Force Tapping

Mickael FEBVRE, Samuel LESKO, Bede PITTENGER

Bruker Nano Surface
7 rue de la croix Martre 91120 Palaiseau
Mickael.febvre@bruker.com

Depuis son invention, la Microscopie à Force Atomique (AFM) a permis d'acquérir des images à l'échelle nanométrique. Cependant ces images montrent généralement la structure atomique dans le cristal sans révéler des défauts individuel. Les images obtenues sous vide et plus récemment certaines, obtenues en liquide font toutefois exception à cette règle. Afin d'obtenir cette résolution ultime, les chercheurs sont confrontés à de nombreux challenges. Ainsi, la facilité d'utilisation, la stabilité de la mesure ou encore l'influence de la pointe sont des compromis nécessaires à l'obtention de telle résolution. Nous présentons ici une approche qui utilise le mode Peak Force Tapping avec un contrôle drastique de la distance pointe échantillon. Ainsi ces dernières années, de nombreuses expériences ont montré la possibilité d'obtenir des images de résolution atomiques révélant les défauts de structure en liquide et même à l'air, sur des matériaux durs (Mica, calcite) ou encore une résolution sub-moléculaire sur des surfaces organisée molles (couche SAM, IPMMA, ADN [1]), ce en utilisant des leviers, des pointes et une détection optique standard. La mesure instantanée de la force en mode Peak Force Tapping permet cela de manière inédite et absolument unique.

En sus de la topographie, ce mode permet de visualiser les interactions force / distance entre la pointe et l'échantillon rendant alors possible l'identification précise d'une zone ou une interaction a eu lieu, et ce à l'échelle atomique [2].

Après un rappel théorique sur les conditions propices à la résolution atomique, nous présenterons le fonctionnement et les résultats issus du mode Peak Force Tapping pour des études en haute résolution.

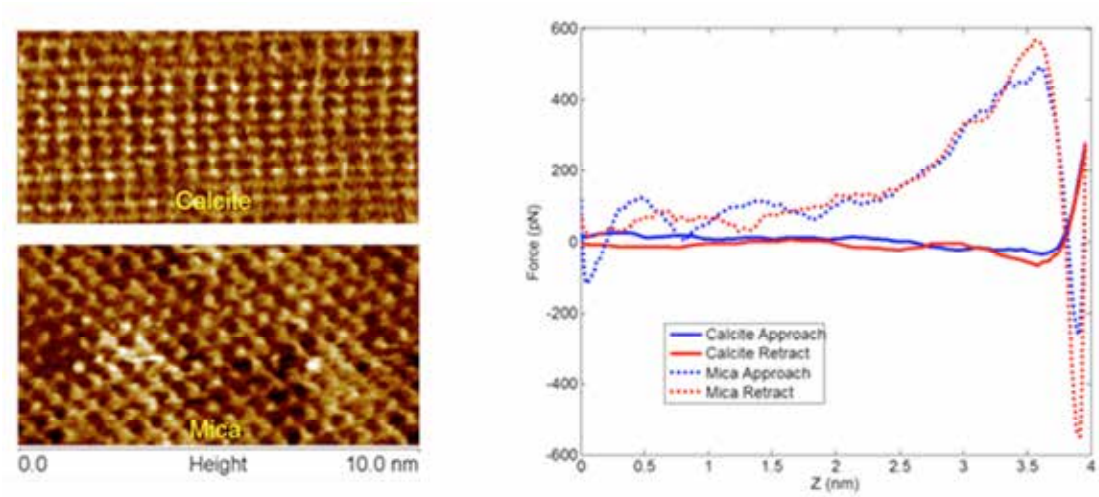


Figure 1 : Courbes de Force-distance de 2 matériaux différents (mica et calcite) collectées en mode Peak Force et images de topographie en haute résolution.

Références

[1] Hoogenboom ,Pyne , Thompson , Leung , Roy , Small 2014, 10, No. 16, 3257–3261
[2] Rico, F.; Su, C.; Scheuring, S. Nano Letters 2011, 11 (9), pp3983-3986

Park SmartScan et AutoScript: Amélioration du débit opérationnel et de la productivité de l'utilisateur

Byong Kim, Gerald Pascual, Mina Hong, et Keibock Lee
Park Systems, Inc., 3040 Olcott Street, Santa Clara, CA 95054, USA, www.parkafm.com

La microscopie à force atomique (AFM) a été développée à l'origine dans les années 1980. La première utilisation dans le cadre d'une expérimentation publiée a eu lieu en 1986. Le fonctionnement de l'AFM est basé sur l'utilisation d'un levier avec une pointe de sonde fine, avec un rayon de courbure moyen de quelques nanomètres, pour balayer la surface d'un échantillon. Les déflexions et torsions du levier lorsque la pointe de la sonde trace la topographie de la surface de l'échantillon sont enregistrées et rendues par la suite en une image générée par ordinateur pour être analysée par l'utilisateur. Au fil du temps, l'AFM a vu un certain nombre d'avancées importantes qui lui ont permis de mesurer d'autres types de signaux sur des échantillons, et non seulement des rétroactions mécaniques. Les forces électrostatiques et magnétiques ainsi que les conductivités thermique et électrique comptent parmi les nombreuses quantités désormais mesurables avec l'AFM. Pourtant, malgré les progrès en matière de polyvalence et de précision de l'AFM au fil des années, des percées dans l'amélioration du débit utilisateur sont jusqu'à présent restées modestes en comparaison. Par exemple, une configuration matérielle courante dans de nombreux AFM de base se compose d'une petite platine porte-échantillons, souvent à commande manuelle, qui limite la taille et le nombre d'échantillons qui peuvent être balayés et monopolise l'attention de l'utilisateur pendant le fonctionnement de l'outil. Stimuler la productivité de l'utilisateur de l'AFM est l'un des principes de base de l'innovation AFM auxquels se consacrent les fournisseurs d'instruments tels que les Park Systems. À présent, l'une des initiatives innovantes de Park pour améliorer considérablement la production des utilisateurs d'AFM est prête à être adoptée à grande échelle : AutoScript, l'automatisation assistée par logiciel du fonctionnement de l'outil, accessible même aux utilisateurs d'AFM débutants.

AutoScript permet une automatisation de l'AFM en exploitant un choix de conception fondamentale du système, une platine porte-échantillons motorisée (XY), et une avancée déterminante récente en matière de logiciel d'exploitation AFM, Park SmartScan [1]. La grande platine porte-échantillons motorisée sur les AFM Park leur offre plusieurs avantages. Premièrement, elle permet aux utilisateurs de charger des échantillons à balayer beaucoup plus gros que ce que proposent les systèmes concurrents. Deuxièmement, elle permet également aux utilisateurs de charger simultanément des échantillons de plus petite taille pour un balayage séquentiel, parfait pour examiner en une fois des ensembles d'échantillons en réduisant les temps d'arrêt de l'outil. Enfin, puisqu'elle est motorisée et commandée par des entrées de commande effectuées dans le logiciel d'exploitation, la platine n'a plus à être ajustée manuellement par un opérateur au moment de balayer une autre partie de l'échantillon ou un échantillon tout à fait différent. Park SmartScan développe encore ces avantages en introduisant plusieurs caractéristiques synergiques originales. Avec le mode Auto du logiciel, un algorithme de paramètres de balayage auto-optimisés simplifie le fonctionnement de l'AFM pour les utilisateurs inexpérimentés par un simple réglage de curseur qui fait un compromis entre la qualité de balayage et la vitesse. Les approches fastidieuses par tâtonnements sont maintenant de l'histoire ancienne que des générations d'utilisateurs AFM ont dû endurer pour tirer les meilleurs résultats de leurs balayages. Avec le mode Auto, les paramètres de balayage pour produire des images AFM exemplaires peuvent être enregistrés par le système et exportés pour être utilisés dans les balayages ultérieurs. Cette capacité à générer et exploiter des paramètres de balayage pré-optimisés est extrêmement puissante et sert de catalyseur pour permettre à AutoScript d'augmenter utilement le débit utilisateur.

Microscopie à force atomique ultra-haute résolution

Byong Kim, Gerald Pascual, et Keibock Lee
Park Systems Inc., Santa Clara, CA, USA, www.parkafm.com

Le but de toutes les formes de microscopie est de permettre l'observation d'objets de plus en plus petits et de leurs détails et caractéristiques qui ne peuvent être vus sans assistance. Bien entendu, le cours de la recherche scientifique implique que nous testions au final les limites absolues des techniques de métrologie disponibles et la microscopie à force atomique (AFM) ne fait pas exception. On a démontré que l'AFM était capable de générer des images avec des résolutions suffisamment élevées pour visualiser les caractéristiques des échantillons mesurées en fractions de nanomètres. On dit sont souvent que ces images ont atteint une soi-disant "résolution atomique." Cependant, malgré cette appellation, la résolution de ces images n'atteint pas un niveau suffisamment détaillé pour révéler les atomes individuels, mais seulement la résonance des espaces entre les atomes qui composent les matériaux avec des surfaces atomiquement planes [1, 2, 3], tels que le graphite ou le mica. Les surfaces de ces matériaux sont disposées en réseaux uniformes avec des constantes qui ne font que quelques dixièmes de nanomètres de large et sont balayées avec des sondes qui présentent des courbures de rayon de pointe qui sont supérieures en taille d'un certain ordre de grandeur (2-5 nm). Une pointe neuve qui détecte la résonance de caractéristiques plus petites que son rayon de courbure peut être comparée à une paume ouverte qui passe sur les touches d'un clavier. Grâce à la rétroaction tactile, on peut avoir une image mentale approximative de la disposition du clavier, mais on aurait beaucoup de difficultés à distinguer des touches séparées. Les systèmes AFM modernes, y compris ceux qui sont développés par Park Systems, sont capables de produire des images en "résolution atomique" avec des caractéristiques aussi petites que quelques dixièmes d'angströms, mais une distinction entre l'imagerie par résonance et l'imagerie uniquement à partir de la réponse rétroactive du levier doit être faite. Tant que la conception des sondes n'en est pas à un point où les courbures de rayon de pointe sont de l'ordre de largeur des atomes individuels, les innovations en AFM ultra-haute résolution doivent venir d'autres voies.

Puisque la vraie limite de résolution de l'imagerie AFM dépend de la géométrie de la pointe de la sonde, la logique veut que, pour maintenir la plus haute qualité d'image possible pour la durée la plus longue, des mesures doivent être prises pour préserver les pointes au cours du balayage et pendant plusieurs balayages. Le mode contact, la technique de fonctionnement de l'AFM la plus élémentaire, nécessite que la sonde soit déplacée sur toute la surface de l'échantillon afin d'obtenir des données topographiques. La nature de cet engagement pointe-échantillon rend l'émoussement de la sonde préoccupant puisque des courbures du rayon de la pointe plus importantes se traduisent par une résolution spatiale réduite et donc une imagerie moins précise. Les frais de fournitures plus importants à long terme pour maintenir les stocks de sondes de mode contact sont une préoccupation supplémentaire pour de nombreux laboratoires. Pour maintenir l'ultra-haute résolution la plus élevée pour la durée la plus longue et de la façon la plus économique, les images AFM doivent plutôt être prises en mode sans contact. Dans cette technique de fonctionnement, la distance entre la pointe d'une sonde oscillante et la surface de l'échantillon lors d'un balayage est maintenue par une boucle de rétroaction précise à haute vitesse. Ces appareils électroniques à la pointe de la technique, tels que ceux trouvés dans l'architecture du système NX-series de Park Systems [4] gardent la sonde dans le régime sans contact des forces de van der Waals entre les atomes de sa pointe et ceux de l'échantillon. Les déviations de l'amplitude de l'oscillation de la sonde sont enregistrées tandis que la sonde parcourt l'échantillon et sont ensuite utilisées pour créer des images de la topographie. Comme la pointe et la sonde ne sont pas en contact direct lors du balayage, la longévité de la pointe est considérablement augmentée sans perte de résolution observable pour des dizaines de balayages [5].

Propriétés électriques locales de couches minces ferroélectriques de α-La_2WO_6

T. Carlier,[a] **A. Ferri**,[a] M.-H. Chambrier,[a] A. Da Costa,[a] S. Estradé,[b] G. Martin,[b] F. Peiró,[b] P. Roussel,[a] R. Desfeux [a]

[a] *Univ. Artois, CNRS, Centrale Lille, ENSCL, Univ. Lille, UMR 8181, Unité de Catalyse et Chimie du Solide (UCCS), F-62300 Lens, France.*
[b] *LENS, MIND-In2UB, Electronics Department, Universitat de Barcelona (UB), Martì i Franquès 1, Barcelona 08028, Spain*

La miniaturisation des dispositifs électroniques dédiés à l'énergie ainsi que les contraintes environnementales accrues impliquent la recherche de nouveaux matériaux à haute performance et écoresponsables.

C'est dans ce contexte que se situe cette étude, qui porte sur la synthèse sous forme de couche mince de nouveaux matériaux piézo-/ferroélectriques dépourvus de plomb. Particulièrement, des oxydes de type La_2WO_6 ont été déposés par ablation laser pulsé sur des substrats de $SrTiO_3$-(001).

Les propriétés structurales ont été étudiées par diffraction des rayons X haute résolution et par microscopie électronique à transmission. La stabilisation de la phase haute température a été démontrée, tandis qu'une croissance épitaxiale a été révélée.

Le comportement piézoélectrique et ferroélectrique à l'échelle locale a été étudié par microscopie à force piézoélectrique au travers de l'imagerie de domaines « as-grown », de manipulations des domaines ainsi que par l'enregistrement de piézocycles d'hystérésis en mode rémanent. [1, 2] Des mesures de courant sous sollicitation mécanique locale ont été entreprises afin de sonder le comportement piézoélectrique direct des films synthétisés. Enfin, les propriétés de transport ont également été analysées par la mesure de courbes I(V) locales.

L'ensemble des résultats permet d'ouvrir la voie à une nouvelle famille d'oxydes fonctionnels éco-acceptables dédiée au domaine de l'électronique.

Références

[1] Carlier, T.; Chambrier, M.H.; Ferri, A.; Estradé, S.; Blach, J.F.; Martín, G.; Meziane, B.; Peiró, F.; Roussel, P.; Ponchel, F.; Dèmiens, R.; Cornet, A.; Desfeux, R. *ACS Applied Materials & Interfaces* **2015**, *7*, 24409.
[2] Carlier, T.; Chambrier, M.H.; Ferri, A.; Bayart, A.; Roussel, P.; Saitzek, S.; Desfeux, R. *Thin Solid Films* **2016**, *617*, 76.

Étude locale des phases α et γ de couches minces de PVDF contenant des nanotubes de carbone

A. Ferri,[1] A. Da Costa,[1] S. Barrau,[2] J. Defebvin,[2] J.-M. Lefebvre, [2] R. Desfeux [1]

[1] *Univ. Artois, CNRS, Centrale Lille, ENSCL, Univ. Lille, UMR 8181, Unité de Catalyse et Chimie du Solide (UCCS), F-62300 Lens, France*
[2] *Université Lille, Sciences et Technologies, CNRS, Unité Matériaux Et Transformations (UMET), F-59000 Lille, France*

Le poly(fluorure de vinylidène) (PVDF) est un polymère semi-cristallin qui offre une excellente combinaison de propriétés telles que la résistance au feu, aux U.V. et aux produits chimiques mais également des propriétés piézo-, pyro- et ferroélectriques intéressantes à l'origine d'une large utilisation dans des domaines d'applications variés tels que les capteurs, les actionneurs... Les propriétés électroactives du PVDF sont fortement dépendantes de la structure cristalline du polymère. En effet, le PVDF présente trois phases principales : α, β et γ. La phase α est la plus commune mais, contrairement aux deux autres phases, est non-polaire. Bien que la phase β dispose d'une plus grande polarité, la température de Curie de la phase γ est plus élevée ce qui lui permet d'être moins vulnérable dans des environnements sévères. [1]

C'est dans ce contexte que notre étude s'est focalisée sur la formation de la phase γ du PVDF à partir de la phase non-polaire α, *via* l'introduction de nanotubes de carbone. Des mesures en spectroscopie IR, en diffraction WAXS et en analyses DSC ont mis en évidence la présence de la phase γ induite par l'incorporation des nanotubes de carbone.

La contribution de chacune des deux phases (α et γ) sur la structure et les propriétés piézo- et ferroélectriques a été évaluée à l'échelle locale par la microscopie à force atomique (AFM). La morphologie des phases a été révélée par le mode contact intermittent de l'AFM. Le mode contact intermittent en contraste de phase a permis de relever des dissipations d'énergie différentes traduisant la présence des deux phases à l'échelle locale. Enfin, le comportement électromécanique de la phase γ a été montré par l'obtention de cycles d'hystérésis locaux enregistrés par le biais du mode piézoélectrique de l'AFM.

Références

[1] Kanik, M.; Aktas, O.; Sen, H., S.; Durgun, E.; Bayindir, M. *ACS Nano* **2014**, *8*, 9311.

Étude des propriétés locales d'injection et de transport de charges dans des monocristaux de pérovskites hybrides par microscopie à force atomique en mode conducteur

David MOERMAN [1], Olivier DOUHÉRET [1,2], Roberto LAZZARONI [1,2], Philippe LECLÈRE [1]

[1] : *Chimie des Matériaux Nouveaux, Université de Mons, Mons 7000, Belgium.*
[2] : *Materia Nova, Mons 7000, Belgium.*

Les pérovskites hybrides d'halogénures organo-métalliques sont actuellement utilisées pour le développement de dispositifs photovoltaïques pouvant atteindre des rendements en puissance jusqu'à 22% en laboratoire [1, 2]. Ces matériaux semiconducteurs photoactifs génèrent sous illumination des porteurs libres et donc des courants électriques. Cependant, les propriétés de transport de charges au sein de pérovskites restent peu comprises. Cela est dû à la morphologie complexe des films de pérovskite qui comprennent aussi des défauts structuraux engendrant des propriétés électroniques hétérogènes qui complexifient la description des phénomènes physiques via des modèles classiques. C'est dans ce contexte que nous utilisons l'AFM conducteur pour étudier les propriétés électroniques à la nano-échelle au sein des pérovskites.

Dans cette étude, nous fabriquons des échantillons de référence afin d'investiguer les propriétés électriques de ces matériaux lorsqu'ils présentent des caractéristiques morphologiques bien définies. Ainsi des monocristaux de pérovskite présentant de faibles densités de pièges par rapport aux films polycristallins [3, 4] et des propriétés structurales bien définies [4-6] s'imposent comme premières structures de référence. Dans ce travail, nous présentons la synthèse en solution de ces monocristaux de pérovskite de type bromure de plomb méthyl ammonium comme illustré dans la Figure 1. Cette classe de pérovskite présente non seulement un intérêt pour des applications photovoltaïques, mais également pour des dispositifs émetteurs de lumière et des transistors à effet de champs. Cette pérovskite peut être dopée afin d'augmenter sa conductivité et de modifier sa bande interdite [7]. Nous utilisons l'AFM en mode conducteur pour décrire les propriétés morphologiques et électriques de ces échantillons standards. Les modèles de transport de charges identifiés lors de la caractérisation de ces échantillons standards serviront ensuite de point de départ pour l'étude des films polycristallins aux morphologies complexes, et tels qu'utilisés dans les dispositifs photovoltaïques.

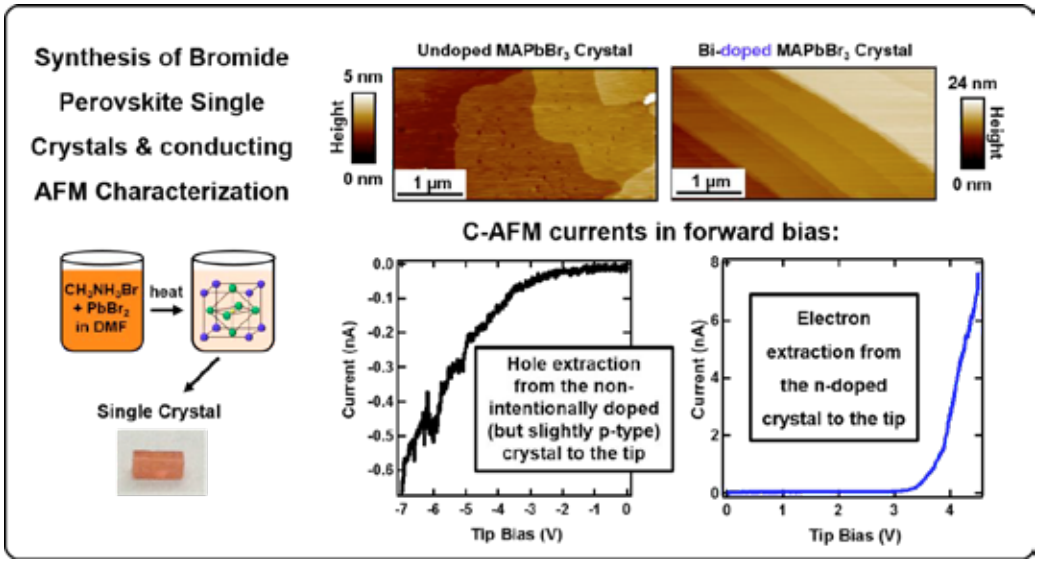


Figure 1 : Illustration la synthèse en solution des monocristaux de pérovskite de type bromure de plomb méthyl ammonium. Images de topographies en mode contact des surfaces obtenues après découpe effectuées parallèlement aux plan cristallins de cristaux non intentionnellement dopé et dopé au bismuth. Profils courant-tension obtenus par AFM conducteur montrant différents mécanismes d'injection et/ou de transport de charges.

Références

[1] NREL Best Research-Cell Efficiencies. http://www.nrel.gov/pv/assets/images/efficiency_chart.jpg (01/2017).[2] Zhang, W.; Eperon, G. E.; Snaith, H. J., *Nature Energy* **2016,** *1*, 16048. [3] deQuilettes, D. W.; Vorpahl, S. M.; Stranks, S. D.; Nagaoka, H.; Eperon, G. E.; Ziffer, M. E.; Snaith, H. J.; Ginger, D. S., *Science* **2015,** *348*, 683-6.[4] Liu, Y.; Yang, Z.; Cui, D.; Ren, X.; Sun, J.; Liu, X.; Zhang, J.; Wei, Q.; Fan, H.; Yu, F.; Zhang, X.; Zhao, C.; Liu, S., *Advanced Materials* **2015,** *27*, 5176-5183.[5] Chen, J.; Zhou, S.; Jin, S.; Li, H.; Zhai, T., *Journal of Materials Chemistry C* **2016,** *4*, 11-27.[6] Shi, D.; Adinolfi, V.; Comin, R.; Yuan, M.; Alarousu, E.; Buin, A.; Chen, Y.; Hoogland, S.; Rothenberger, A.; Katsiev, K.; Losovyj, Y.; Zhang, X.; Dowben, P. A.; Mohammed, O. F.; Sargent, E. H.; Bakr, O. M., *Science* **2015,** *347*, 519-522.[7] Abdelhady, A. L.; Saidaminov, M. I.; Murali, B.; Adinolfi, V.; Voznyy, O.; Katsiev, K.; Alarousu, E.; Comin, R.; Dursun, I.; Sinatra, L.; Sargent, E. H.; Mohammed, O. F.; Bakr, O. M., *The Journal of Physical Chemistry Letters* **2016,** *7*, 295-301.

Si nanoribbon grating on Ag(110) : pentamer chain structure and template for the growth of nanomagnets

Michel DAHER MANSOUR[1], Thomas LEONI[1], Lisa MICHEZ[1], Romain BERNARD[2], Geoffroy PREVOT[2], Laurence MASSON[1]

[1] *Aix Marseille Univ, CNRS, CINaM, Campus de Luminy, Case 913, 13288 Marseille Cedex 9, France*
[2] *Sorbonne Universités, UPMC Université Paris 06, CNRS-UMR 7588, INSP, 75005 Paris, France*

Since the discovery in 2005 of the synthesis of Si nanoribbons (NRs) on Ag(110) upon Si deposition at room temperature (RT), a long debate concerning the atomic structure of these NRs began after the reported graphene-like electronic signature measured by angle-resolved photoelectron spectroscopy (ARPES) [1] and attributed to the silicene character of the Si NRs. Si NRs with a width of 0.8 nm are randomly distributed on silver terraces or self-assembled in a (5x2) unit cell to form a 2D single-atom-thick Si layer composed of regularly spaced NRs with a width of 1.6 nm, for Si deposition at RT and 460 K, respectively. Our first contribution to solve the atomic structure of the Si NRs was to provide compelling evidence, by a combined STM-GIXD (grazing incidence x-ray diffraction) study, of an unexpected Ag(110) missing row surface reconstruction associated with the release of Ag atoms induced by the Si NR growth [2]. Recently, we published a combined theoretical (DFT calculations) and experimental (STM, GIXD) study [3] which definitively elucidates the atomic structure of the Si NRs, among the numerous models proposed in the literature [4]. The Si NRs correspond to an original Si phase composed of pentamer chains lying in the missing rows of the reconstructed surface (see Fig. 1).

Due to the low atomic coordination in 2D and 1D Co nanostructures, their magnetic anisotropy energy (MAE) and orbital moment have been shown to be enhanced compared to the bulk's ones [5,6], which opens up promising applications in data storage and spintronics. Recently, a ferromagnetic behavior at 4 K with an in-plane easy axis of magnetization but a low MAE was revealed while investigating by x-ray magnetic circular dichroism (XMCD) the magnetic properties of Co nanolines composed of dimers. These Co nanomagnets were formed upon deposition of Co at 220 K on the Ag(110) surface nanopatterned with the Si nanoribbon grating described above (pitch ~ 2 nm) [7]. Therefore, we will extend our study using other transition metal (3d) such as Ni and Fe or rare-earth materials (4f) such as Gd or Ho, recent results showing a remarkable magnetic stability of supported Ho atoms up to 30 K [8].

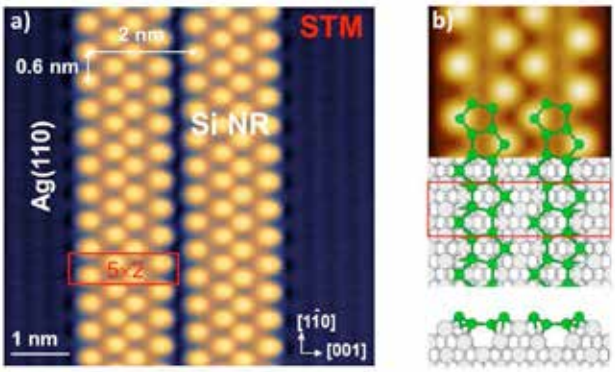


Figure 1: a) STM image (77 K) of Si nanoribbons (NRs) below completion of the Si monolayer. I = 480 pA, V_{sample}= 40 mV. The atomic rows of Ag(110) are visible. b) Schematic model of a Si NR on the missing row reconstructed Ag(110) surface and the corresponding simulated STM image.

References

[1] De Padova, P.; Quaresima, C.; Ottaviani, C.; Sheverdyaeva, P.M.; Moras, P.; Carbone, C.; Topwal, D.; Olivieri, B.; Kara, A.; Oughaddou, H.; Aufray, B.; Le Lay, G. *Appl. Phys. Lett.* **2010**, *96*, 261905.

[2] Bernard, R.; Leoni, T.; Wilson, A.; Lelaidier, T.; Sahaf, H.; Moyen, E.; Assaud, L.; Santinacci, L.; Leroy, F.; Cheynis, F.; Ranguis, A.; Jamgotchian, H.; Becker, C.; Borensztein, Y.; Hanbücken, M.; Prévot, G.; Masson, L. *Phys. Rev. B* **2013**, *88*, 121411(R).

[3] Prévot, G.; Hogan, C.; Leoni, T.; Bernard, R.; Moyen, E.; Masson, L. *Phys. Rev. Lett.* **2016**, *117*, 276102.

[4] Cerdá, J.I.; Sławińska, J.; Le Lay, G.; Marele, A.C.; Gómez-Rodríguez, J.M.; Dávila, M.E. *Nat. Commun.* **2016**, *7*, 13076.

[5] Gambardella, P.; Dallmeyer, A.; Maiti, K.; Malagoli, M.C.; Eberhardt, W.; Kern, K.; Carbone, C. *Nature* **2002,** *416,* 301.

[6] Gambardella, P.; Rusponi, S.; Veronese, M.; Dhesi, S.S.; Grazioli, C.; Dallmeyer, A.; Cabria, I.; Zeller, R.; Dederichs, P.H.; Kern, K.;Carbone, C.; Brune, H. *Science* **2003,** *300,* 1130.

[7] Michez, L.; Chen, K.; Cheynis, F.; Leroy, F.; Ranguis, A.; Jamgotchian, H.; Hanbücken, M.; Masson, L. *Beilstein J. Nanotechnol* **2015**, *6*, 777.

[8] Donati, F.; Rusponi, S.; Stepanow, S.; Wäckerlin, C.; Singha, A.; Persichetti, L.; Baltic, R.; Diller, K.; Patthey, F.; Fernandes, E.; Dreiser, J.; Šljivančanin, Ž.; Kummer, K.; Nistor, C.; Gambardella, P.; Brune, H. *Science* **2016,** *352,* 318.

Mesure sans bruit du bruit thermique et applications à la calibration de leviers raides

Basile Pottier, Ludovic Bellon

Laboratoire de Physique, Université de Lyon, ENS de Lyon, CNRS

Parmi les nombreuses méthodes proposées pour la mesure de la déflexion d'un micro-levier de microscopie à force atomique, les techniques optiques sont les plus connues: elles offrent une excellente résolution tant en continu qu'en dynamique. La technique la plus répandue est celle de mesure de la déflexion angulaire d'un faisceau laser focalisé sur l'extrémité du levier, elle est à la fois simple à mettre en œuvre et offre un excellent rapport signal sur bruit pour l'imagerie. Elle permet également la calibration de la raideur k des leviers par l'étude de leurs fluctuations thermiques : l'amplitude de ces fluctuations $\langle d^2 \rangle$ est régit par le théorème d'équipartition de l'énergie :

$$\frac{1}{2}k\langle d^2 \rangle = \frac{1}{2}k_B T$$

où la constante de Boltzmann k_B et la température T sont connues. Pour les leviers souples, la raideur est faible et donc les fluctuations suffisamment importantes pour être mesurées, permettant ainsi la calibration de k.

Toutefois, comme dans toutes les mesures basées sur la mesure d'un photo-courant, une limite fondamentale à la résolution est le bruit de grenaille (ou shot-noise) de la détection. Ce bruit d'origine quantique (caractère corpusculaire des photons) limite la précision de mesure, notamment pour la calibration des leviers les plus raides : l'amplitude des fluctuations $\langle d^2 \rangle$ est alors masquée par le bruit de mesure.

Dans ce poster, nous montrons que cette limite fondamentale peut être contournée par une technique de traitement du signal très simple : si l'on mesure à l'aide de deux capteurs la même déflexion, les bruits de mesure des deux détecteurs sont décorrélés, et leur spectre croisé moyenne à zéro le bruit de grenaille. Cette technique est de plus facile à mettre en œuvre sans modification du système de détection : la simple photodiode 4 quadrants des détecteurs classiques contient toute l'information redondante nécessaire [1,2]. Cette méthode permet la mesure de fluctuations thermiques inférieures de plusieurs ordres de grandeur au bruit de grenaille. Elle donne ainsi accès à la calibration précise de leviers raides. Nous montrons également qu'au delà de cette application aux fluctuations de déflexion d'un micro-levier, la méthode permet d'étudier les fluctuations thermiques de surface libre de liquides ou matériaux mous, donnant alors accès aux propriétés rhéologiques du milieu.

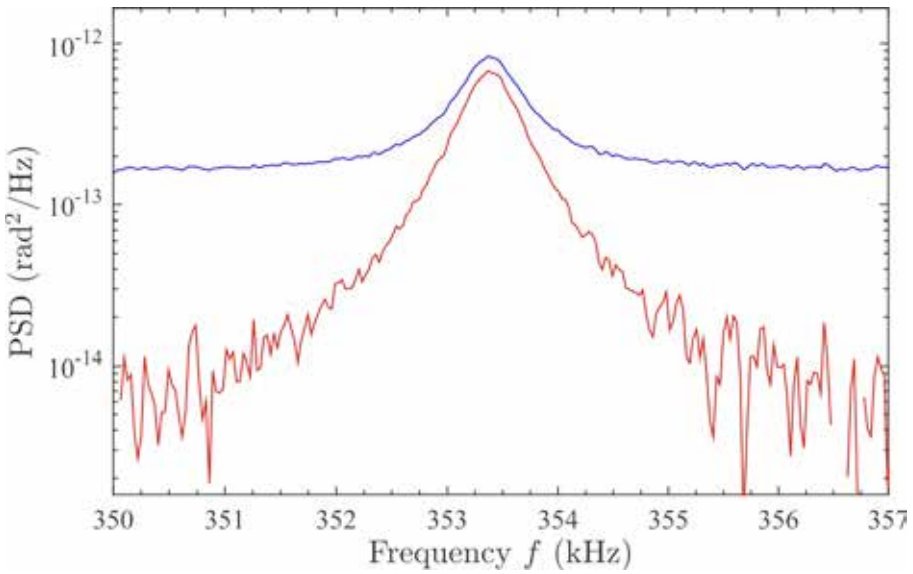


Figure 1 : Densité spectrale de puissance des fluctuations de déflexion induites par le bruit thermique pour un levier Bruker MPP avec (en rouge) et sans (en bleu) la méthode de réduction de bruit. La méthode proposée permet de mesurer les fluctuations thermiques en deçà de la limite du bruit de grenaille à $1{,}7.10^{-13}$ rad^2/Hz.

Ces recherches ont été financées dans le cadre du projet HiResAFM de l'ANR en France (ANR-11-JS04-012-01).

[1] L. Bellon, *Procédé d'estimation d'une raideur d'une partie déformable*, Brevet FR15/63492 (**2015**)
[2] B. Pottier et L. Bellon, *Procédé de caractérisation des propriétés rhéologiques d'un matériau*, Brevet FR15/63493 (**2015**)

Développement d'une méthode de préparation localisée pour l'analyse de dispositifs microélectroniques par SCM et SSRM

Nicolas CHEVALIER[1,2], Denis MARIOLLE[1,2], Matthieu MIREUX[1,2,3], Guillaume AUDOIT[1,2], Frédéric LORUT[3]

1Univ. Grenoble Alpes, F-38000 Grenoble, France.
2 CEA, LETI, MINATEC Campus, F-38054 Grenoble, France.
3 ST Microelectronics, 850 Rue Jean Monnet, F-38920 Crolles, France

La visualisation des zones dopées dans les dispositifs électroniques nécessite des techniques spécifiques d'analyse localisée. Parmi ces techniques, on peut citer l'holographie électronique réalisé par microscopie électronique à transmission (TEM) qui offre une résolution spatiale adéquate pour la visualisation d'anomalies de jonctions. L'obtention d'un contraste raisonnable permettant de délimiter le profil d'une jonction est cependant, conditionnée par la préparation d'une lamelle homogène en épaisseur contenant la jonction. L'imagerie de dopants par les techniques SCM (scanning capacitance microscopy) et SSRM (scanning spreading resistance microscopy) est encore largement utilisée pour l'identification des zones dopées. Cependant, la réussite de telles analyses dépend fortement de la préparation de l'échantillon, ce qui impose les conditions suivantes : i) la zone à analyser doit pouvoir être localisée et extraite avec précision, ii) la surface de l'échantillon ne doit pas présenter de dommages potentiellement induits par la préparation et iii) la reprise de contact électrique doit être totale pour pouvoir imager l'ensemble des zones dopées.

Nous proposons dans cette étude une approche de préparation d'échantillons répondant en tout point aux conditions exposées ci-dessus. Cette méthode repose sur l'extraction d'une lame contenant la zone à analyser. L'extraction de la lame est réalisée par usinage par faisceau d'ions focalisés (FIB). Elle est ensuite prélevée et déposée sur un substrat conducteur. La reprise de contact électrique est assurée par un dépôt de platine assisté par ions sous et sur les côtés de la lame. Une dernière étape de polissage mécano-chimique est réalisé afin d'obtenir une surface lisse exempte de dommages, liés notamment à l'amorphisation induite par l'usinage FIB. La figure ci-dessous (a-d) illustre ces différentes étapes. Un exemple d'imagerie SCM réalisée sur une jonction pn démontre la faisabilité de ce protocole de préparation.

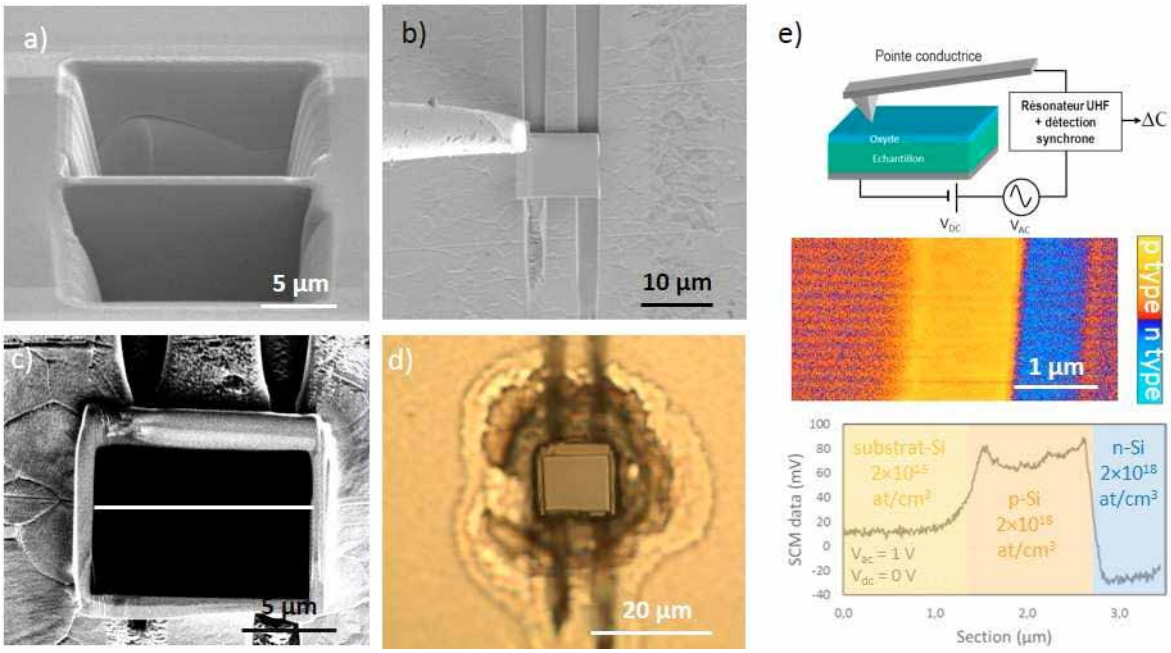


Figure 1 : Images MEB décrivant le protocole de préparation d'un échantillon : a) usinage FIB de la lame permettant d'isoler et d'extraire la zone défaillante, b) transfert de la lame sur un substrat de silicium, c) dépôt de platine pour la reprise de contact électrique et d) image optique de l'échantillon après polissage mécanique. e) Imagerie SCM d'une jonction pn.

Optical and Morphological Properties of bis-pyrenyl π-conjugated Molecules in Thin Films Adsorbed on Ionic Crystal Surfaces

P. Luangprasert[1], L. Nony[1], F. Bocquet[1], F. Para[1], and C. Loppacher[1];
A. D'Aléo[2], P. Zeppenfeld[3], T. Lelaidier[2], T. Léoni[2], F. Fages[2], C. Becker[2].

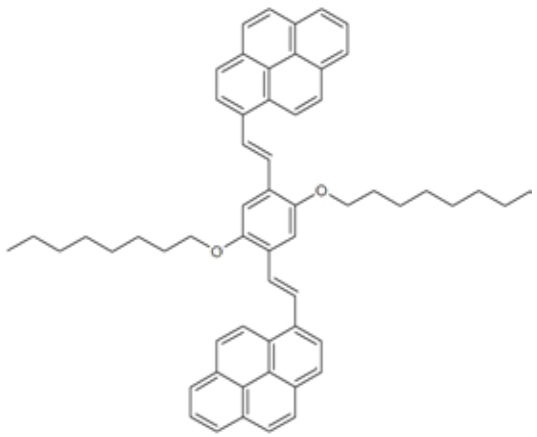
[1] Aix-Marseille Université, CNRS, IM2NP UMR 7334, 13397, Marseille, France
[2] Aix-Marseille Université, CNRS, CINaM UMR 7325, 13288 Marseille, France
[3] Institute of Experimental Physics, Johannes Kepler University Linz, Austria

We present a combined nc-AFM and differential reflectance spectroscopy (DRS) study of 1,4-di-n-octyloxy-2,5-bis(pyren-1-ylethenyl)benzene (bis-pyrene, see figure a). In an earlier work, this molecule was studied by STM on the gold (111) surface and the optical properties were investigated by surface cavity ring-down (s-CRD) on glass substrates.[1] It was shown, that the optical absorption spectra where modified upon increasing coverage. This effect was attributed to a change of the molecular orientation between the first and the second monolayer.

Here, we investigate these molecules on the insulating surfaces of ionic crystal (NaCl, KCl, and KBr) under ultrahigh vacuum conditions. Monolayer films of bis-pyrene molecules are deposited onto the clean substrate surfaces and DRS spectra are acquired simultaneously. After deposition, the thin films are analyzed by nc-AFM.

Figure a) shows the molecular structure and fig. b) the corresponding DRS measured during film growth on KCl.

a)



b)

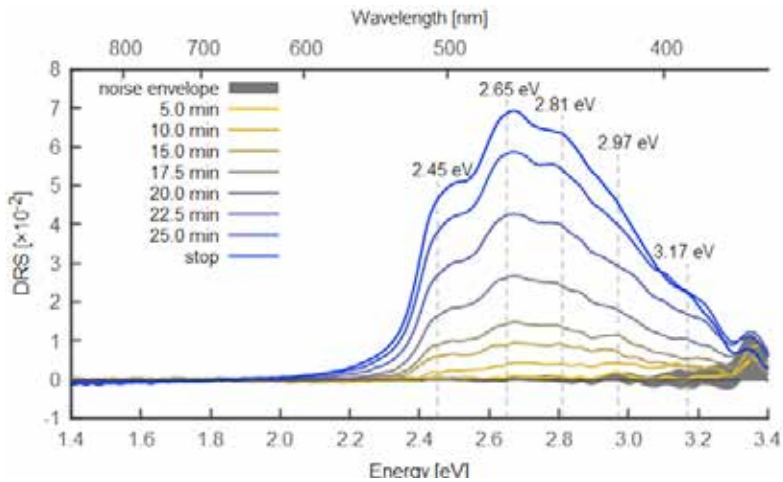


Figure a) Chemical structure of the molecule 1,4-di-n-octyloxy-2,5-bis(pyren-1-ylethenyl)benzene;
b) DRS spectra on NaCl with the main absorption peaks at 2.45 eV and 2.64 eV.

In our work we will present an interpretation of the acquired DRS spectra, we will identify the main absorption peaks and the corresponding vibronic replica. The latter are well known for these molecules and the spacing has been quantified earlier (~155 meV).[2] Furthermore, we will correlate the optical properties on these different surfaces to a structural analysis by nc-AFM.

---

[1] T. Lelaidier *et al.*, Phys. Chem. Chem. Phys. (2016); DOI: 10.1039/c5cp06011g
[2] S. Leroy-Lhez *et al.,* New J. Chem. 31, 1013 (2007); DOI: 10.1039/B617497C

AFM Structural Analysis of Yeast Septin and its binding to model membranes

Cédric Godefroy[1], Aurélie Bertin[2], Hussein Nasrallah[1], Daniel Levy[2] and Pierre-Emmanuel Milhiet[1]
[1] Centre de Biochimie Structurale, UMR5048 CNRS & 1054 INSERM, Université Montpellier, France. [2] Institut Curie, UMR 168 CNRS, Paris, France

Septins are expressed in eukaryotes like budding yeast and mammalian cells and are structurally similar among the species. They form a conserved family of GTP-binding proteins from fungi to mammals and are involved in membrane remodeling such as septation and cytokinesis. They are up or down regulated in cancer cells.

Septins are organized in hetero-octamers forming a rod (36 nm length). These oligomers can associate to form filaments that are in interaction with the inner leaflet of the plasma membrane through their binding to the negatively charged lipid PIP2. In this study we used supported lipid bilayers mimicking the inner leaflet of plasma membrane and probe the interaction of purified recombinant septins with these membranes using AFM.

Étude nc-AFM à température ambiante de l'ancrage d'un précurseur de molécules photosensibles sur le semi-conducteur de type p NiO(100)

Sara FREUND[1], Antoine HINAUT[1], Edwin C. CONSTABLE[2], Ernst MEYER[1], Catherine E. HOUSECROFT[2] et Thilo GLATZEL[1]

Département de Physique, Université de Bâle, Klingelberstrasse 82, 4056 Bâle,Suisse
Département de Chimie, Université de Bâle, Spitalstrasse 51, 4056 Bâle,Suisse

Les propriétés des oxydes métalliques peuvent être modifiées par fonctionnalisation de leurs surfaces avec des molécules organiques. Ce genre de matériau est devenu d'une importance cruciale pour le développement de nouvelles technologies telles que les cellules photovoltaïques à pigments photosensibles de type p [1]. Les paramètres clés pour l'optimisation de telles interfaces repose non seulement sur le choix du composé utilisé pour fonctionnaliser la surface, mais aussi sur la géométrie d'adsorption de ce dernier sur le dit substrat. Ceci implique des recherches fondamentales concernant ce type d'interaction surface-molécule à l'échelle nanométrique.

Dans cette contribution, nous proposons de décrire l'utilisation de la microscopie à force atomique en mode non-contact (nc-AFM) à température ambiante pour examiner l'adsorption du ligand ALC1 sur la surface NiO(100) (Fig.1). NiO est un semi-conducteur de type p à large bande interdite (3.6eV) fréquemment utilisé pour la fabrication de cellules à pigments photosensibles [2]. En fonction du degré de couverture de la surface, des molécules uniques, des groupes d'adsorbats de formes aléatoires ou reconnaissables, ou encore des îlots moléculaires peuvent être identifiés. L'imagerie des interfaces avec une résolution submoléculaire révèle que le ligand adopte une conformation quasi-plane sur la surface. De plus, les interactions électrostatiques ont été quantifiées expérimentalement par microscopie à sonde de Kelvin (KPFM)

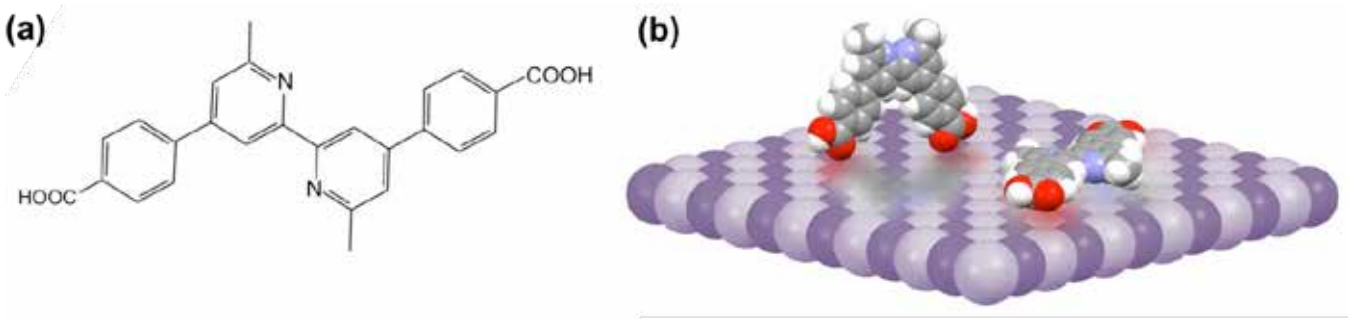


Figure 1 : (a) Structure du ligand ALC1. (b) Schéma de deux différentes géométrie d'adsorption de ALC1 sur NiO(100) : cis-ALC1 en position « debout » et trans-ALC1 en position « couchée »

Références

[1] He, J.; Lindström, H.; Hagfeldt, A.; Lindquist, S.-E. *J. Phys. Chem. B* **1999**, *103*, 8940-8943
[2] Wood, C. J.; Summers, G. H.; Clark, C. A.; Kaeffer, N. *et al. Phys. Chem. Chem. Phys.* **2016**, *18*, 10727

Analyse structurale de la formation des pores nucléaires sur noyaux cellulaires intacts par microscopie corrélative AFM/Fluo

Anthony VIAL, Pierre-Emmanuel MILHIET, Christine DOUCET.

Centre de Biochimie Structurale - CNRS UMR 5048 – 29 rue de Navacelles, 34090 Montpellier, FRANCE

Les pores nucléaires sont les seules passerelles entre le noyau et le cytoplasme dans les cellules eucaryotes. Leur intégrité est essentielle pour assurer la protection du génome et le contrôle de l'expression des gènes. Des altérations de la barrière de perméabilité du noyau participent au développement de maladies comme le cancer par exemple.

Peu de choses sont connues sur l'assemblage des pores en interphase, contrairement à l'assemblage post-mitotique des pores dont le fonctionnement est plutôt bien compris [1]. Ce champ de recherche est en retard principalement par un manque d'outils pour visualiser les intermédiaires précoces de formation des pores.

Pour étudier cet assemblage des pores en interphase, nous utilisons la microscopie à force atomique (AFM) couplée à l'imagerie de fluorescence pour déterminer la topographie des sites natifs sur des noyaux cellulaires purifiés intacts.

Avec cette méthode, nous avons obtenu des résultats préliminaires qui montrent pour la première fois des images AFM à haute résolution de pores nucléaires sur des noyaux intacts correspondant à ce qui avait déjà été observé, mais seulement sur des enveloppes nucléaires étalées sur une surface [2]. Cela indique qu'il est possible de mesurer la topographie des sites natifs des pores nucléaires à la surface du noyau afin de déterminer la cinétique des différentes protéines impliquées dans cet assemblage.

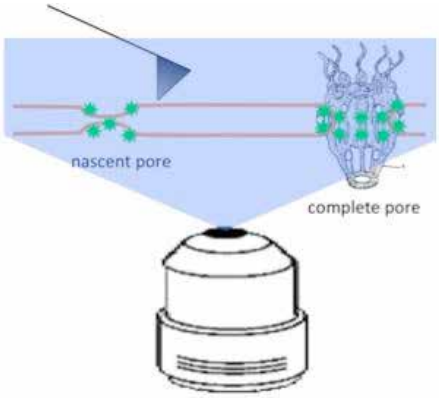


Figure 1 : Schéma de principe pour l'observation des sites natifs de pores nucléaires par microscopie corrélative AFM/Fluo.

Références

[1] Weberruss, M.; Antonin, B.; *Journal of Cell Science* **2016**, *129*, 4439-4447.

[2] Sakiyama, Y.; Mazur, A.; Kapinos, L.E.; Lim, R.Y.H; *Nature Nanotechnology* **2016**,*11*, 719-723.

Caractérisation des nanocomposites et compréhension des phénomènes locaux en interphase

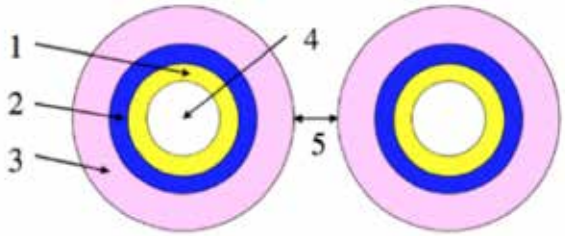
Mohammed HOUSSAT, Nadine LAHOUD DIGNAT, Jean-Pascal CAMBRONNE

Université de Toulouse ; UPS ; LAPLACE (Laboratoire Plasma et Conversion d'Energie)
118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse cedex 9, France

D'après de récentes études menées sur les systèmes d'isolation électrique, il a été démontré que les matériaux hybrides organiques/inorganiques nanocomposites (NC) ont permis de renforcer les propriétés diélectriques de ces systèmes et d'assurer une nette amélioration de leur fonctionnement à haute température. Généralement la matrice est un polymère, et les renforts, organiques ou inorganiques, sont sous forme de nanoparticules, de fibres ou de feuillets.

Les interphases, représentant les zones d'interaction entre les nanoparticules et la matrice, jouent très souvent un rôle principal dans la définition des propriétés macroscopiques. En effet, des modifications des propriétés électriques telles que la permittivité, la rigidité diélectrique et la tenue aux décharges partielles ont été souvent attribuées aux propriétés des interphases.

Différents modèles théoriques pour décrire le rôle de l'interphase ont été introduits ces dernières années. Le modèle « multi-core », présenté sur la figure.1 et proposé par Tanaka, apparaît comme l'un des plus cités [1], on trouve aussi le modèle de Lewis [2] et le modèle de volume d'interphase présenté par Rätzke [3]. Il est donc d'un intérêt primordial de pouvoir mesurer les propriétés de ces zones d'interaction afin de confronter les modèles théoriques à des résultats expérimentaux.



1 : Première couche présentant des liaisons étroites avec la nanoparticule (plusieurs nm)
2 : Deuxième couche présentant des chaînes macromoléculaires figées
3 : Troisième couche présentant des pièges à ions et pièges électroniques peu profonds (plusieurs dizaines de nm)
4 : Nanoparticules (20 à 50 nm de diamètre)
5 : Zone où la matrice ne présente aucune interaction avec la nanoparticule (40 à 100 nm)

Figure.1. Model « multi-core » de l'interphase, proposé par Tanaka [1].

Cette zone d'interaction entre la matrice et la particule, appelée interphase, dépend de la matrice, de la particule mais aussi du procédé d'élaboration des nanocomposites. Dans ce cadre, ce travail consiste, en partie, à optimiser les paramètres de mise en œuvre du matériau pour assurer une bonne dispersion des nanoparticules au sein de la matrice et réduire la présence d'agrégats afin de mieux distinguer les zones d'interphase. La taille, la géométrie et la fonctionnalisation des nanoparticules seront étudiées pour analyser leur influence sur le dimensionnement de l'interphase et par la suite sur les propriétés macroscopiques.

En complément, des techniques de microscopie en champ proche sont utilisées afin d'effectuer des mesures à la fois qualitatives et quantitatives de ces zones d'interphase. Par exemple, le mode Peak Force Quantitative Nano Mechanical (PF QNM) de la microscopie à force atomique (AFM), permettrait de mettre en évidence la présence de l'interphase en mesurant des propriétés mécaniques (Module de Young, déformation et adhésion) à la fois différentes de celles de la matrice et de la charge. De plus, des mesures électriques locales telles que la microscopie à force électrique (EFM) et des mesures locales de la conductivité permettraient d'apporter des informations sur les changements diélectriques au niveau des interphases.

La caractérisation des nanocomposites par AFM est une étape importante pour la compréhension des phénomènes locaux qui se manifestent au niveau de l'interphase nanoparticules/matrice. La corrélation entre la nano structure et les propriétés macroscopiques étroitement liées à ces phénomènes ainsi qu'à « l'effet nano » permettrait d'expliquer les changements observés sur les propriétés macroscopiques des diélectriques.

Références

[1] Tanaka, T. ; "Interpretation of Several Key Phenomena Peculiar to Nano Dielectrics in terms of a Multi-core Model", *IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP)* **2006**, p. 298.
[2] Lewis, T.J. ; "Nano-Composite Dielectrics: The Dielectric Nature of the Nano-Particle Environment", *IEEJ Trans. Fundamentals Materials (FM)* **2006**, *Vol. 126, No. 11*, p. 1020.
[3] Raetzke, S. ; Kindersberger, J. ; "Role of Interphase on the Resistance to High-voltage Arcing, on Tracking and Erosion of Silicone/SiO2 Nanocomposites", *IEEE Trans. Dielectr. Insul.* **2010**, *Vol. 17, No. 2*, pp. 607-614.

Observation and manipulation of biological objects on plastic films immersed in sea water

Thibaut Gaillard[1], Georges Matthieu[1], Emmanuelle Gastaldi[2], Mélanie Salomez[2], Claire Dussud[3], Jean-François Ghiglione[3], Laetitia Hucedek[1], Pascale Fabre[1]

1. *Laboratoire Charles Coulomb, UMR-5221, Université de Montpellier, Montpellier, France*
2. *UMR iAte, SupAgro Montpellier, France*
3. *CNRS, UMR-7621, Laboratoire d'Océanographie Microbienne, Observatoire Océanologique, Banyuls/mer, France*

Pollution by plastic litter has become a major environmental problem in recent years. Because of the extreme durability of conventional plastics, they currently accumulate in a dramatic way in terrestrial and marine environments. Biodegradable polymers is one of the major direction taken to produce more "eco-friendly" materials, yet the real bio-degradability of these polymers remains to be proven. Many studies tend to show that these biodegradable plastics are actually fragmented into micro-plastics, and might appear into the food chain, finishing their life in our plates… While the contribution of abiotic factors (water diffusion, UV irradiation…) to the degradation of polymers in marine environment has been widely reported in literature [1-2], our interest goes to their competition with biotic factors (enzymes, bacteria). In particular, we focus on the role of heterogeneous degradation processes of polymer films on the formation and distribution of micron-sized defects, which can act as initiators for the propagation of fractures. The sources of heterogeneities we identified are twofold: morphological heterogeneities (such as crystalline micro-domains), as well as patchy distribution of bacteria on plastics. AFM imaging is used as the main tool to study the apparition of these defects on polymers films placed either in marine environment (sea-water from the harbor of Banyuls/mer) or controlled environment (enzymatic solutions [3]). Degradation of polymers films in sea-water was followed over 200 days (Figure 1: degradation of a Poly-(Lactic Acid)) film). We developed a simple technique to displace a single bacteria which allows us to observe locally the evolution of the film structure and the apparition of micro-defects. Whereas most observations of biofilms were conducted ex-vivo using SEM imaging [4], we also were able to observe in-vivo the polymer films using a liquid cell coupled to our AFM setup. Combining these observations will help us understand the mechanisms underlying the fate of plastics in the ocean and eventually lead to draw new directions towards the design of innovative eco-friendly polymers.

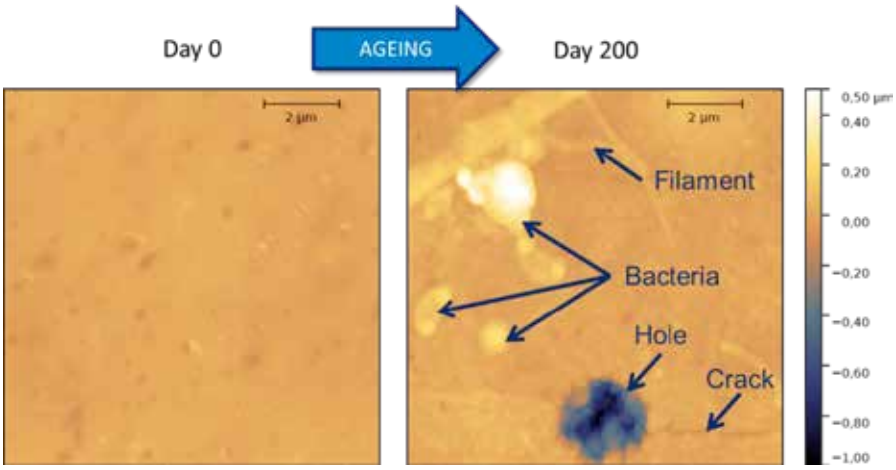


Figure 1: Ageing of a Poly-(Lactic Acid) film in sea water

Références

[1] Morgan Deroine, Etude du vieillissement de biopolymères en milieu marin. Materials. Université de Bretagne Sud, 2014, French <NNT : 2014LORIS354> <tel-01193329>

[2] Lucas, N., Bienaime, C., Belloy, C., Queneudec, M., Silvestre, F., & Nava-Saucedo, J. E. (2008). Polymer biodegradation: Mechanisms and estimation techniques–A review. Chemosphere, 73(4), 429-442.

[3] Yamashita, K., Kikkawa, Y., Kurokawa, K., & Doi, Y. (2005). Enzymatic degradation of poly (L-lactide) film by proteinase K: quartz crystal microbalance and atomic force microscopy study. Biomacromolecules, 6(2), 850-857.

[4] Dempsey, M. J. (1981). Marine bacterial fouling: a scanning electron microscope study. Marine Biology, 61(4), 305-315.

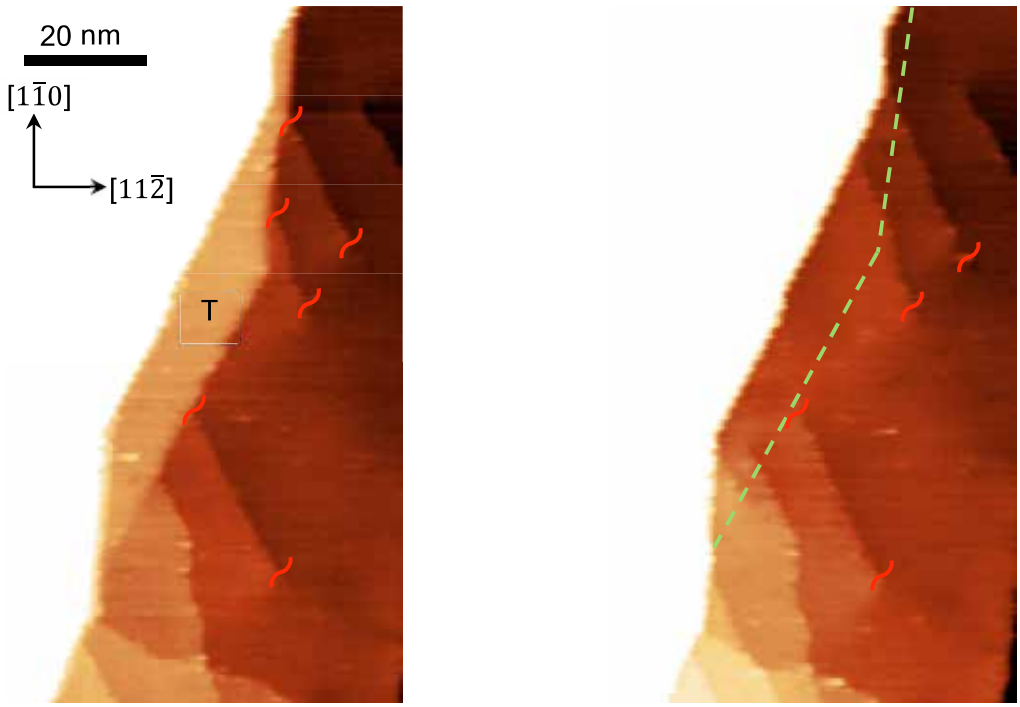
Influence de traces élémentaires de glissement sur la stabilité de marches vicinales

Benjamin DOUAT, Jérôme COLIN, Christophe COUPEAU, Joël BONNEVILLE et Michel DROUET

Affiliation des auteurs
Institut P', UPR 3346, Université de Poitiers/CNRS/ENSMA, France
benjamin.douat@univ-poitiers.fr

L'émergence de dislocations en surface de matériaux se traduit par l'apparition de traces de glissement très largement utilisées pour mieux appréhender les mécanismes de déformation plastique se produisant en volume. La hauteur de ces marches est égale à la composante perpendiculaire à la surface du vecteur de Burgers des dislocations considérées. La trace laissée par le mouvement d'une dislocation individuelle est ainsi identique, en termes de hauteur, aux marches vicinales existantes à la surface libre du matériau. Il n'est par conséquent pas étonnant que ces traces élémentaires puissent venir perturber, voire déstabiliser, la surface vicinale initiale. Coupeau et al. ont ainsi récemment montré sur des surfaces d'Au{111} que le caractère rectiligne des traces de glissement pouvait disparaitre à 300K [1], température pour laquelle les phénomènes de diffusion de surface ne sont pourtant pas très actifs.

Dans ce contexte, nous avons étudié la surface du Nb(111) sous contrainte. Il a été observé par microscopie à effet tunnel sous environnement ultra-vide à T=200K (UHV STM) la réorganisation, voire disparition, de terrasses atomiques. Ce phénomène semble être intimement lié à la présence proche de traces élémentaires de glissement, comme illustré en Figure 1. Les dislocations émergeantes sont symbolisées en rouge. L'augmentation de la contrainte appliquée se traduit par l'accroissement de la longueur des traces de glissement et la disparition du plan atomique constituant la terrasse T (Fig. 1a). La position initiale de la terrasse est visualisée en pointillé vert en Fig. 1b. Des calculs numériques ont été réalisés en prenant en compte les interactions entre une marche vicinale, une dislocation émergeante (vis perpendiculaire à la surface) et sa trace de glissement associée. Il est montré que la dislocation ne joue pas de rôle prépondérant sur la position d'équilibre de la marche vicinale. En revanche, celle-ci modifie localement le potentiel chimique, entrainant ainsi sa déstabilisation lorsque les mécanismes de diffusion sont actifs. Cela peut expliquer la 'disparition' de terrasses pouvant atteindre plusieurs dizaines de nm^2 observée expérimentalement.



(a) *(b)*

Figure 1. Image UHV STM à 200 K de la surface d'un monocristal de Nb(111) sous une contrainte appliquée le long de l'axe [11$\bar{2}$] *de (a) 164 MPa (b) 167 MPa.*

Références

[1] Coupeau, C.; Camara, O.; Drouet, M.; Durinck, J.; Bonneville, J.; Colin, J.; Grilhé, J. *Phys. Rev. B* **2016**, *93*, 041405

Single-cell extraction and single-neuron chemical stimulation with the FluidFM

Tomaso ZAMBELLI,[1] Orane GUILLAUME-GENTIL,[2] Mathias AEBERSOLD,[1] Harald DERMUTZ,[1] Julia A. VORHOLT,[2] János VÖRÖS[1]

1 : Laboratory of Biosensors and Bioelectronics, D-ITET, ETH Zurich (Switzerland)
2: Institute of Microbiology, D-BIOL, ETH Zurich (Switzerland)

The FluidFM is a force-controlled nanopipette, combining AFM technology and nanofluidics [1, 2]. A fluidic channel is incorporated directly in a hollow AFM cantilever. This channel ends in an aperture at the apex of the AFM tip, allowing for local dispensing of soluble molecules in air and in liquid, while retaining the inherent imaging capabilities and force feedback of an AFM system.

Using hollow pyramidal tips with a triangular aperture close to the apex, we have just demonstrated the quantitative and subcompartmental femto-picoliter extraction from single cells in vitro. We showed the integrity of proteins and transcripts as well as versatility of molecular analyses by high-resolution TEM imaging, minute enzyme assays and qPCR of cytoplasmic and nucleoplasmic extracts from distinct or even the same cell [3].

On the other side, we have developed an experimental platform for stimulating and recording neuronal networks based on the integration of a microelectrode array (MEA) with the FluidFM. The force feedback of the AFM allows for exact positioning of the nanopipette at the location of choice while the pressure-based flow precisely determines the dosing out of the probe aperture enabling to stimulate a single neuron with precise spatio-temporal control.

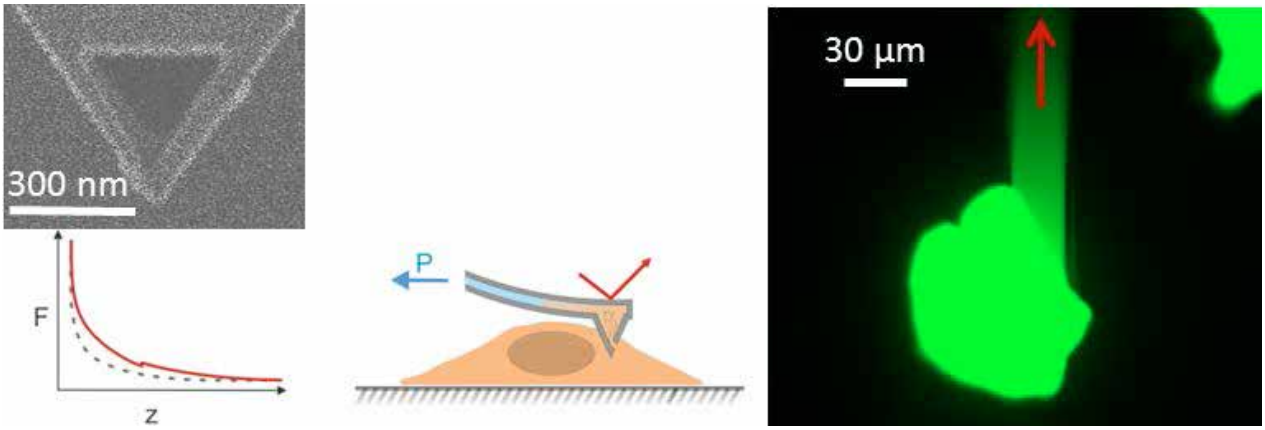


Figure 1 : Schematics of cell extraction with the FluidFM. SEM picture of the triangular aperture drilled with FIB at the pyramidal apex. The extraction protocol on HeLa cell overexpressing a GFP.

Références

[1] A. Meister, M. Gabi, P. Behr, P. Studer, J. Vörös, P. Niedermann, J. Bitterli, J. Polesel-Maris, M. Liley, H. Heinzelmann, T. Zambelli, *Nano Lett.* 2009 **9**:2501
[2] O. Guillaume-Gentil, E. Potthoff, D. Ossola, C.M. Franz, T. Zambelli, J.A. Vorholt, *Trends Biotechnol.* 2014 **32**:381
[3] O. Guillaume-Gentil, R.V. Grindberg, R. Kooger, L. Dorwling-Carter, V. Martinez, D. Ossola, M. Pilhofer, T. Zambelli, J.A. Vorholt, *Cell* 2016 **166**:506.

Etude par AFM de l'effet de mémoire résistif d'oxyde préparé par MBE : influence de l'environnement

Simon MARTIN, Nicolas Baboux, **David ALBERTINI** et Brice Gautier

Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL UMR 5270), Université de Lyon, INSA de Lyon, 7 avenue Jean Capelle 69621 Villeurbanne

Nous avons étudié les propriétés électriques d'une couche mince (60nm) de Titanate de Barium ($BaTiO_3$) préparée par épitaxie par jet moléculaire (MBE). Cette étude a été réalisée à différentes échelles. Tout d'abord à l'échelle macroscopique par un banc de caractérisation électrique (Agilent 4156B) et à l'échelle nanométrique par deux AFM. Les mesures à l'air ont été effectuées par un Bruker Dimension 3100 couplé à un module TUNA2. Les mesures en ultravide ont été faites sur un Omicron XA-VT et Matrix 5.2.

Nous avons dans un premier temps effectué des mesures de courant – tension I(V) à l'échelle macro et en ultravide (Figure 1). Un effet d'hystérésis avec un passage d'un état de basse résistivité (LRS) vers un état de haute résistivité (HRS) en positif et un passage d'un état HRS vers un état en LRS en négatif dénote d'un effet de mémoire OxRAM bipolaire typique.

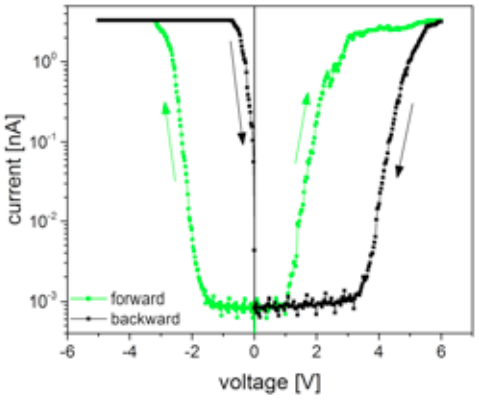


Figure 1 : mesure I(V) en ultravide

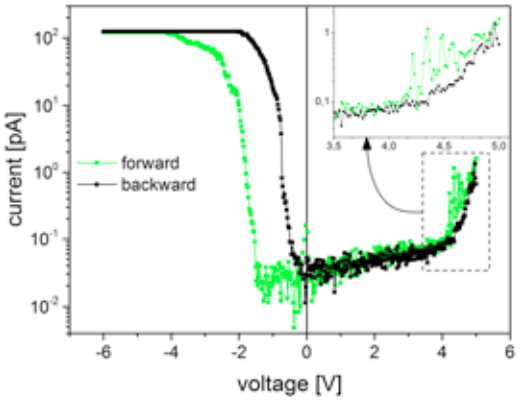


Figure 2 : mesure I(V) à l'air

Cependant, à l'air nous observons une dissymétrie des mesures de courant (Figure 2). En particulier l'effet de mémoire résistive disparaît lorsqu'une tension positive est appliquée sur le substrat. Nous expliquons ce phénomène par la présence massive de lacunes d'oxygène présentes dans le BTO lors de sa préparation par MBE. La recombinaison de ces lacunes avec l'oxygène contenu dans la couche d'eau durant les mesures de courant à l'air entraine une modification des propriétés et la disparition de l'effet de mémoire résistif.

En conclusion, ces mesures montrent une nouvelle fois que l'environnement de mesure doit faire l'objet d'une attention particulière lors de mesures électriques par AFM, en particulier lorsque les forts champs appliqués sont susceptibles de provoquer des réactions chimiques dans l'échantillon. Ici la suppression locale des lacunes d'oxygène par l'atmosphère de mesure provoque la disparition de la fonctionnalité de la couche mince. Les couches similaires seront donc sensibles aux conditions de mesure.

New active probe for scanning near field optical microscopy

Hongshi CHEN[1], Regis Deturche[1], Jean Louis Bijeon[1], Jérôme Plain[1], Olivier Soppera[2], Celine Fiorini[3], Brahim Dahmani[4], Vincent Parat[4] and Renaud Bachelot[1]

[1] *LNIO, Institut Charles Delaunay, CNRS UMR 6281, Université de Technologie de Troyes*
[2] *Institut de Sciences des Matériaux de Mulhouse, CNRS UMR 7361*
[3] *CEA Saclay*
[4] *Lovalite™, Ecole-Valentin*

After decades of exploration and development, Scanning Near field Optical Microscopy (SNOM) has become a promising solution for ultra-high resolution optical observation. By collecting near field optical signal, SNOM is able to break the diffraction limit. In this sense, probe plays a crucial role. We aim at developing a new generation of SNOM probe, having active molecules on its extremity. With such active molecules, near field signal can be generated by the probe itself at a wavelength that is different from the incident one, permitting a decrease of the far-field background. Near field information can be collected when interaction between probe and sample near field happens. Reciprocally, active probe could be used as a local photonic source for other research purpose, like triggering photochemical reactions.

Currently we try to integrate nano quantum emitters on metal coated fibered-aperture SNOM probes (see Fig. 1). Tapered fiber tip and polymer tips are both considered. The main strategy is to trap fluorescence light emitters around the nanoaperture by nanoscale photo-polymerization [1] triggered by the aperture near-field energy (see Fig. 1c). The process will be precisely controlled, in order to fabricate different kinds of active probe for different needs. Also, several emitters will be tested, from organic dye to QDs (Fig. 1b).

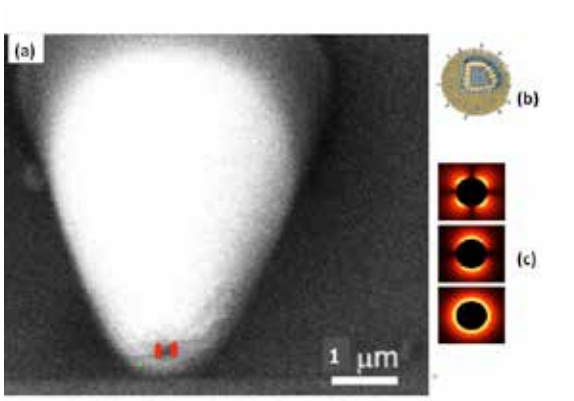


Figure 1. Concept of active optical nanoprobe. (a) aperture probe with active area containing emitters (represented in red) that are integrated at its extremity, in the near vicinity of the aperture (b) Example of nanoemitter: semiconducting Quantum Dot. (c) Typical spatial distribution of optical near-field at the nanoaperture. This field can be used either for nanoscale photo polymerization at the extremity or for exciting integrated nanoemitters.

This work is supported by the ANR through the SAMIRE Project (ANR-13-NANO-0002).

[1] X. Xuan et al. Nano Letters 5 (11), pp 7458–7466 (2015).

Biofilm investigation by confocal microscopy and atomic force microscopy

Laura Squarcia[1,2], *Orfeo Sbaizero[1], Laure Beven[3], Christine Grauby-Heywang[2], Daniele Borin[1], Fabien Morote[2], Luca Puzzi[1], Monica Benincasa[1], Thomas Lanzicher[1], Touria Cohen Bouhacina[2].*

[1]University of Trieste, Piazzale Europa 1, Trieste, Italy
[2]LOMA, University of Bordeaux,UMR CNRS 5798, 351 cours de la Libération, Talence, France
[3] INRA, UMR 1332 Biologie du Fruit et Pathologie, Villenave-d'Ornon,France

Biofilms represent an important problem in many situations, from hospitals to daily life. Research, at both academic and industrial levels, is looking for systems capable of detecting biospecies around us. This study aim at creating know-how on biofilms, investigating their properties in order to correlate the existing methods available to detect and monitor the presence of bacteria are based on different physical and/or chemical principles. The choice of the method depends on the detection limit (early detection versus mature biofilm) and on biofilm features or parameters which are of interest. From the state-of-the art it has been found that cutting-edge research on this topic is carried out by using the atomic force microscope (AFM) which enables monitoring elastic properties of the biofilm.

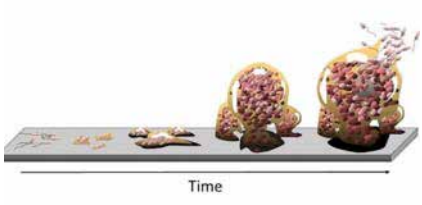


Fig. 1 : Biofilm formation steps.

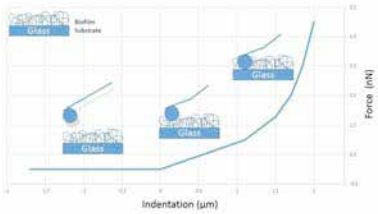


Fig. 2 – Force curve to derive the biofilm elastic modulus using silica-spherical probe in liquid environment (home made and commercial probe, diameter ~ 5µm to 20µm).

Our work was structured as follows: (i) Growth of biofilm (Pseudomonas fluorescens and Pseudomonas aeruginosa) on different substrates (glass, steel and polypropylene) under controlled conditions to obtain reproducible biofilms (Fig.1); (ii) Biofilm study: by confocal microscopy (CLSM) and by AFM (morphological study); (iii) Measurement of the elastic properties of biofilm on glass by AFM (Fig.2).

Effect of substrate on Biofilm (P. fluorescens) growth

3 days old **on glass** 3 days old **on steel**

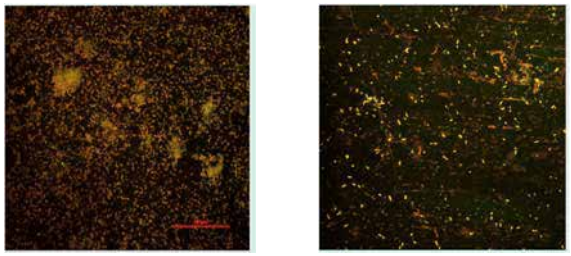


Fig. 3 : P.Fluorescens 3 days old biofilm on glass and stainless steel.

Formation of biofilm (P. aeruginosa) on glass

1 day old 6 days old

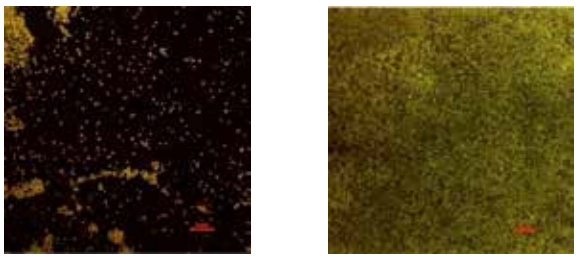


Fig. 4 : P.Aeruginosa 1 day and 6 days old biofilms on glass.

The growth of bacteria film depends on various conditions, the substrate influence very well the formation of the biofilm. Indeed, the results obtained by CLSM (Fig.3) showed that stainless steel substrate does not favor the formation of the biofilm. On the other hand, glass (Fig.4) and polypropylene substrates have proven to be good substrates. To complete this analysis a morphological study was carried out in air and by AFM on glass substrate (tapping imaging mode using standard commercial probe with a nanometric apex).

Measurements of the elastic properties of the biofilm were performed on biofilms by AFM with silica-spherical probe as shown on figure 2. The objective being to correlate the particular properties of biofilm, such as elastic properties, with others, such as thickness and age mainly.

It appears, from our results, that investigation of biofilm using different techniques, especially confocal microscopy and atomic force microscopy, is a promising way to understand the properties of these complex structure and then to monitor their presence.

Charge Transfers Induced By Doped InAs Colloidal Nanocrystals on Highly Oriented Pyrolytic Graphite

M. Biaye[a], **N. Turek**[a], S. Godey[a], K. Gradkowski[b], Y. Amit[b], Y. Makoudi[a], D. Deresmes[a], H. Diesinger[a], U. Banin[b] and T. Mélin[a]

[a] *Institut d'Electronique, Microélectronique et Nanotechnologie (IEMN), IEMN-CNRS UMR 8520, Av. Henri Poincaré, CS 60069, F-59652 Villeneuve d'Ascq, France*
[b] *Institute of Chemistry, Hebrew University of Jerusalem, Givat Ram, Jerusalem, 91904,Israel*

We investigate the electrostatic properties of individual indium arsenide (InAs) colloidal doped nanocrystals [1] with sizes in the 2-8 nm range when deposited on cleaved HOPG surfaces, and probed using non-contact atomic force microscopy (nc-AFM) and Kelvin probe force microscopy (KPFM) in ultra-high vacuum environment. The aim was to understand the charge transfer mechanisms between doped or undoped nanocrystals and their environment, in a physical regime of strong quantum and Coulomb confinement.
Experiments are performed at 300K in a variable temperature, VT-AFM (FIG (a), (b)) and also using an AFM/STM at 77K in a short range force regime (*FIG1c*, Δf*=+1Hz)*. nc-AFM and KPFM maps on Cu-doped NC reveal a positive ionization for NCs deposited on HOPG (FIG (a), (b)), consistent with a partial ionization due to *n*-type doping (transfer of electron from the NC to the HOPG substrate, FIG (e). This result agrees qualitatively with previously reported evidence from *n*-type doping of colloidal InAs NCs using low-temperature scanning tunneling microscopy experiments [1] and experiments performed on H-passivated doped silicon nanocrystals [2].

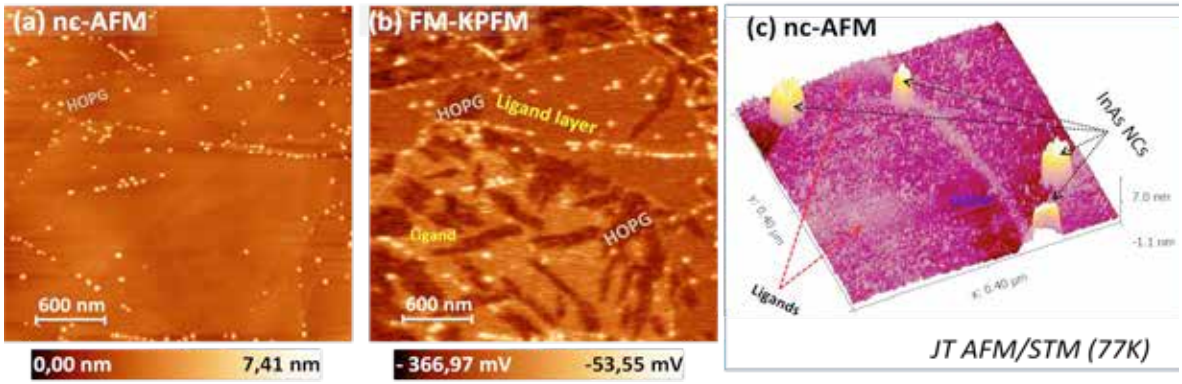


FIG: (a) *nc-AFM image of Cu-doped colloidal InAs NCs on HOPG (tip oscillation amplitude A_{pp} =20nm, Δf = - 8 Hz, 512x512 pixels, 10s/line); (b) simultaneously acquired frequency modulation KFPM image (ac bias frequency ~50Hz, ac bias amplitude 200mV, and voltage colour scale ~ 313mV); (c) nc-AFM image of Cu-doped performed with JT STM/AFM at 77K (A_{pp}=400 pm, Δf=1Hz).*

Experimental results are quantitatively interpreted as a function of the NC size and doping FIG (c), following the approach developed in [2] and [3], and investigating the impact of NC quantum confinement [4] on the NC ionization properties as well as the NC effective doping levels. A doping level of $\sim 8.10^{20} cm^{-3}$ and a defect density of about $\sim 5.10^{12} cm^{-2}$are measured. Two ionization regimes have been identified respectively for NC sizes below and above 2 nm, corresponding respectively to a total ionization or partial ionization.

We acknowledge funding from the French National Research Agency project ANR-2011-BS10-0004-NANOKAN.

References: [1] D. Mocatta et al., Science 332, 77 (2011) ; [2] Ł. Borowik et al., J. Appl. Phys. 114 204305 (2013) ; [3] Ł. Borowik et al., Phys. Rev. B 82, 073302 (2010) ; [4] C. Delerue et al., Phys.Rev. B 64, 113305 (2001).

Diodes moléculaires pour les rectennas optiques

David DUCHE 1, Ujwol PALANCHOKE 1, Luigi TERRACIANO 1, **Lionel PATRONE 1,2**
Clément Reynaud 1, Judikael Le ROUZO 1, Jean-Jacques SIMON 1, Ludovic ESCOUBAS 1, Florian-Xuan DANG 3, Teodor Silviu BALABAN 3, Cécile GOURGON 4

1 Aix Marseille Université, CNRS, Université de Toulon, IM2NP UMR 7334, 13397, Marseille Cedex 20, France
2 IM2NP, Yncrea Méditerranée, ISEN-Toulon, Maison du Numérique et de l'Innovation, 83000 Toulon, France
3 Aix-Marseille Université, CNRS UMR 7313, Institut des Sciences Moléculaires de Marseille, Chirosciences, Service 442, 13397, Marseille Cedex 20, France.
4 LTM CNRS / CEA Minatec / Uni Grenoble Alpes, 17, avenue des Martyrs, 38054 Grenoble - France

Les efficacités de photo-conversion des cellules solaires photovoltaïques de première et deuxième générations sont limitées par les phénomènes physiques mis en jeu. Une limite supérieure d'environ 30% a été prévue pour une cellule solaire mono-jonction. Aussi, il est intéressant de développer des cellules solaires de troisième génération composées de nano-antennes plasmoniques à base de métaux nobles tels que l'argent, associées à la rectification de diodes moléculaires auto-assemblées (ou rectenna) pour convertir directement la lumière en courant continu. Cette méthode pourrait être appliquée pour rectifier les ondes électromagnétiques depuis l'infrarouge jusqu'à la région visible du spectre avec des efficacités de conversion théoriques de 85% [1]. Il a été démontré expérimentalement très récemment que des antennes en nanotubes de carbone associées à des diodes métal-isolant-métal (MIM) peuvent produire un courant continu sous une illumination dans le visible et les régions infrarouges [2]. L'architecture des rectennas envisagées est représentée sur la Fig. 1a et présente deux avantages principaux : les dimensions de l'antenne peuvent être facilement modifiées pour capter différentes gammes spectrales, et la structure chimique des molécules redresseuses peut être optimisée pour adapter leurs bandes HOMO et LUMO au travail de sortie de l'électrode et maximiser les propriétés de rectification des diodes [3].

Nous avons effectué des simulations photo-électriques pour déterminer la possibilité d'utiliser certaines diodes moléculaires comme diodes de rectification dans les rectennas optiques. Premièrement, nous avons optimisé la géométrie des nano-antennes plasmoniques par une méthode de calcul FDTD. Ensuite, nous avons utilisé un modèle de barrière tunnel pour optimiser les paramètres des rectifieurs moléculaires à concevoir tels que leur taille et la position énergétique de leurs orbitales moléculaires.

Ainsi, deux chromophores fonctionnalisés avec un groupement d'ancrage thiol, les porphyrines et les sels de styrylpyridinium, ont été synthétisés et optimisés par modélisation pour maximiser leurs propriétés de rectification. Leur auto-assemblage sur or et leurs propriétés électriques ont d'abord été analysés par C-AFM et STM (Fig. 1a). Dans un deuxième temps, des diodes moléculaires présentant des rapports de rectification compris entre 10 et 70 ont été associées à des nano-antennes d'argent plasmoniques pour former des rectennas. Les caractéristiques I(V) des rectennas ainsi fonctionnalisées ont ensuite été étudiées sous obscurité à l'échelle locale par STM et C-AFM, et l'effet de rectification a pu être observé et caractérisé (Fig. 1b). Des mesures sous éclairement (600nm < λ < 2000nm) sont envisagées à l'aide d'un C-AFM équipé d'une source lumineuse [4].

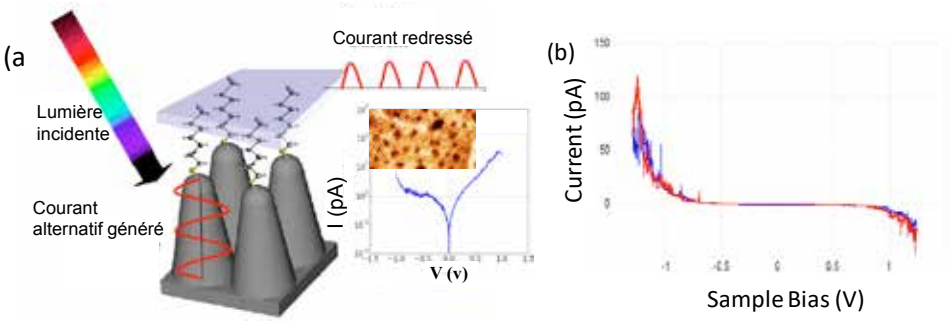


Figure 1 : (a) Schéma de principe des rectennas et caractéristique I(V) d'une SAM (image STM en encart) mesurée par STM montrant un premier résultat de redressement de courant à V > 0. (b) Caractéristique I(V) mesurée par STM sur une structure imprimée sur film plastique avec une fine couche d'argent fonctionnalisée par une monocouche auto-assemblée de 11-ferrocenyl-undecanethiol recouverte d'une couche de ZnO (bleu: balayage de la tension appliquée au substrat de -1.25 V à +1.25 V; rouge: +1.25 V à -1.25 V). La SAM de ces molécules permet d'obtenir une rectification inverse par rapport à la SAM de la Fig. 1a (à V < 0).

Références

[1] Corkish, R.; Green, M.A.; Puzzer, T. *Solar Energy* **2002**, *73,* 395
[2] Sharma, A.; Singh, V.; Bougher, T.L.; Cola, B.A. *Nature Nanotechnology* **2015**, *10,*1027
[3] Nijhuis, C.A.; Reus, W.F.; Whitesides, G.M. *J. Am. Chem. Soc.* **2010,** *132,*18386.
[4] Duché, D.; Palanchoke, U.; Terracciano, L.; Dang, F.−X.; Patrone, L.; Le Rouzo, J.; Balaban, T.S.; Alfonso, C.; Charai, A.; Margeat, O.; Ackermann, J.; Gourgon, C.; Simon, J.−J.; Escoubas, L. *SPIE proceedings,* **2016,** *9929: Nanostructured Thin Films IX*, 99290T

Films de Langmuir: modèle membranaire des bactéries, analyses par microscopie à force atomique

Véronique VIE[1], Youcef MENACER[1], Melanie DERDE[2], Gilles PABOEUF[1], Françoise NAU[2]

[1] *Université de Rennes 1, Institut de Physique de Rennes, UMR6251, CNRS, F-35 Rennes, France*
[2] *Agrocampus Ouest, UMR1253 Science et Technologie du Lait et de l'œuf, F-35 Rennes, France*
[3] *INRA, UMR1253 Science et Technologie du Lait et de l'œuf, F-35 Rennes, France*

La résistance antibactérienne est aujourd'hui, un enjeu majeur de santé publique. La surconsommation et un mauvais usage durant plusieurs décennies, conduisent actuellement à la difficulté d'obtenir un traitement efficace et entraîne un surcoût des traitements. La recherche de nouveaux antibiotiques se focalise sur des molécules qui induisent peu ou limitent le processus de résistance. Ainsi, leur action cible la membrane bactérienne. Les propriétés physico-chimiques de telles molécules qui favorisent leur activité, sont leur amphiphilicité, leur charge et leur flexibilité moléculaire.

Même si les tests biologiques permettent de comparer les activités antibactériennes de plusieurs molécules (arrêt de croissance de populations ou destruction de la population), il est plus difficile de comprendre les mécanismes sous-jacents à ces activités. Pourtant une meilleure connaissance des processus de destruction/réorganisation membranaire pourrait conduire à l'amélioration du design de nouvelles molécules.

Afin de mieux évaluer les mécanismes mis en jeu dans cette interaction (molécule/membrane), une approche est l'utilisation des films de Langmuir mimant soit la membrane externe soit la membrane interne de la bactérie. Des extraits de lipides naturels (lipopolysaccharides, LPS) sont utilisés dans nos études pour suivre l'activité membranaire de protéines.

Les protéines utilisées, le lysozyme et l'ovotransferrine, sont issues du blanc d'œuf et sont connues comme ayant des propriétés antibactériennes. Le chauffage à sec de ces protéines ne modifie pas leur structure tri-dimensionnelle mais amplifie leur activité sans que l'on sache à l'heure actuelle pourquoi.

Ainsi, les mesures aux interfaces fluides associées à la visualisation des films interfaciaux par microscopie à force atomique ont permis de mettre en lumière quelques aspects de cette activité : une réorganisation latérale des LPS induisant la formation de pores [1], une adsorption sur la membrane interne conduisant à une dépolarisation membranaire [2].

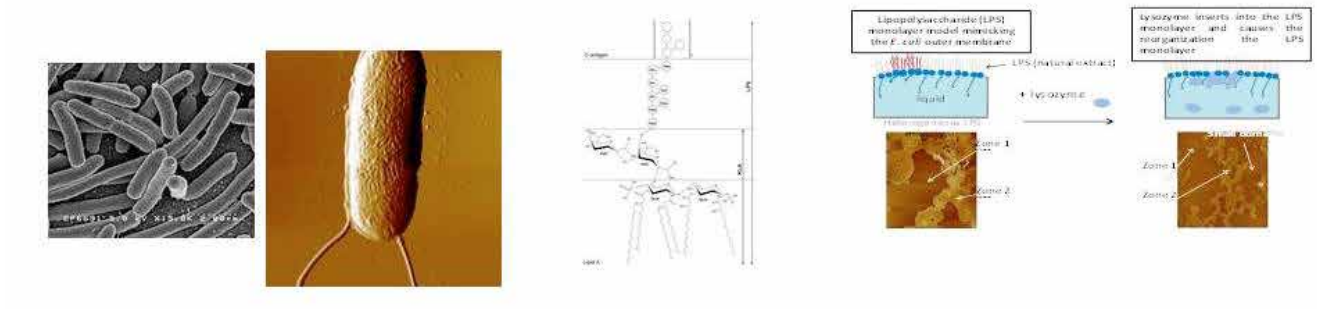


Figure 1 : Bactéries observées par microscopie électronique, par microscopie à force atomique, structure d'un lipopolysaccaride, résumé des résultats.

Références

[1] M. Derde, F. Nau, C. Guérin-Dubiard, V. Lechevalier, G. Paboeuf, S. Jan, F. Baron, M. Gautier, V. Vié *BBA - Biochimica et Biophysica Acta, Biomembrane*, **2015,** *1848*, 174
[2] M. Derde, F. Nau, V. Lechevalier, C. Guérin-Dubiard, G. Paboeuf, S. Jan, F. Baron, M. Gautier, V. Vié *BBA - Biochimica et Biophysica Acta, Biomembrane*, **2015,** *1848*, 1065

Etude de la croissance de métaux sur couches minces d'AlN(0001) par NC-AFM, KPFM et RHEED

Mohanad Alchaar[1,2], Bulent Baris[1], Hassan Khoussa[1,3], Benoit Eydoux[1,2], Olivier Guillermet[1,2] et Sébastien Gauthier[1] , David Martrou[1]

[1]*Centre d'élaboration de matériaux et d'études structurales, CEMES-CNRS, UPR 8011, Nanosciences Group, 29 rue Jeanne Marvig, F-31055 Toulouse, France.*
[2]*Université Toulouse III, UPS, 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse.*
[3]*Laboratoire LSMC, Université d'Oran 1 Ahmed Ben Bella, 31100, Oran, Algérie.*

L'étude du confinement de la charge au sein de nano-objets métalliques supportés par un substrat isolant constitue un enjeu majeur pour de nombreux domaines scientifiques et techniques. Récemment, nous avons effectué une large étude de la croissance de différents métaux sur une surface de nitrure d'aluminium (AlN). Le choix de l'AlN s'explique par ces propriétés physiques intéressantes et ses applications en micro-électronique. Ce dernier possède une large bande interdite (6.2 eV). De plus, la surface d'AlN(0001) est polaire et présente une charge de surface inhérente à la structure wurtzite, d'où une interaction possible avec les métaux.

Les couches minces d'AlN ont été préparées sur substrats 4H-SiC dans un bâti d'épitaxie par jets moléculaires (EJM) sous flux d'aluminium et dans une atmosphère riche en ammoniaque [1,2]. L'épaisseur des couches d'AlN obtenues étaient de l'ordre de 150 nm avec une surface reconstruite (2x2) avec un N supplémentaire. Les échantillons sont transférés sous UHV vers un microscope RT AFM/STM Omicron connecté au bâti MBE [3]. Les différentes étapes de la croissance métal/AlN/SiC sont caractérisées, in situ, par la diffraction d'électrons à haute énergie en incidence rasante (RHEED), en NC-AFM (non contact atomic force microscopy) et en KPFM (Kelvin probe force microscopy). Le mode Kelvin couplé au NC-AFM permet de mesurer la différence de potentiel de contact. Nous avons étudié la croissance de quatre métaux sur AlN : l'indium (In), le magnésium (Mg), l'argent (Ag) et l'or (Au). Pour l'In et le Mg, l'étude a montré la formation d'une pré-couche réactive. Dans le cas de l'In, cette dernière est suivie par la formation de petits clusters 3D alors que dans le cas du Mg on observe des îlots 2D. En ce qui concerne, l'Au et l'Ag, l'étude a montré que la qualité de la surface d'AlN pouvait influencer le mode de croissance du métal. En effet, pour l'Au par exemple si le dépôt se fait après un certain laps de temps (1 jour) sur une surface d'AlN contaminée, la croissance est de type 3D avec une formation d'une pré-couche. Par contre si ce dernier est déposé cette fois immédiatement après la préparation d'une surface d'AlN parfaitement propre, le mode de croissance est de type 2D, sans formation d'une pré-couche.

Dans le cas de l'Au, l'étude a aussi permis d'observer à la fois un moiré et la structure atomique de l'or en NC-AFM [4]. Ce résultat a également permis d'ouvrir la voie à une étude originale du contrôle de la charge des nano-ilots d'Au par la pointe NC-AFM et de l'observer en mode KPFM.

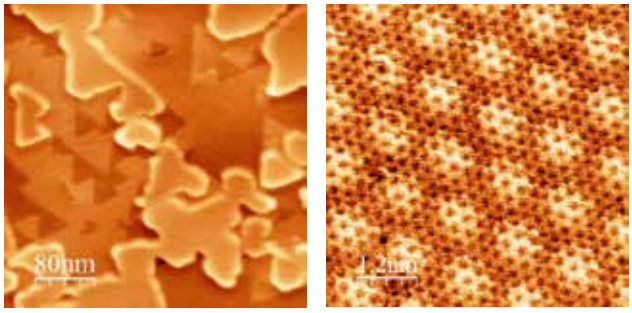


Figure 1 : à gauche : image NC-AFM à température ambiante de Au sur AlN, à droite : image NC-AFM à basse température avec résolution atomique de l'Au.

[1] Chaumeton F.; Gauthier, S.; Martrou, D. *AiP advances* **2015**, *5*, 067108
[2] Chaumeton F.; Roberto, R.; Pruneda, M.; Lorente, N.; Eydoux, B.; Bouju, X.; Gauthier, S.; Martrou, D. *Phy. Rev. B.* **2016**, *94*,165305
[3] Johachim, C.; Martrou, D.; Rezeq, M.; Troadec, C. ; Deng, J.; Chandreskhar, N.; Gauthier, S. *J. Phys. Condens. Mat.* **2010**, *22,* 084025
[4] Eydoux, B.; Baris, B.; Khoussa, H.; Guillermet, O.; Gauthier, S.; Bouju, X.; Martrou, D. Article soumis à PRAPLED (TEMPID :es2017feb10_671)

Surfaces de polymère électro-stimulable

V. Sénéchal,[a,b] **H. Saadaoui,**[a,b] J. Rodriguez-Hernandez[c] and C. Drummond[a,b]

[a.] *CNRS, Centre de Recherche Paul Pascal (CRPP), UPR 8641, F-33600 Pessac, France*
[b.] *Université de Bordeaux, Centre de Recherche Paul Pascal. F- 33600 Pessac, France*
[c.] *Instituto de Ciencia y Tecnología de Polímeros, CSIC, Juan de la Cierva 3, 28006, Madrid, Spain*

Le contrôle des propriétés de surface représente un aspect scientifique et technologique très important pour le développement de matériaux responsifs ou « intelligents », des matériaux capables de changer de propriétés ou de fonction lorsque l'on modifie leur environnement. Les polymères sont des candidats bien adaptés pour le développement de ce type de matériaux parce qu'ils peuvent changer de propriétés de façon réversible. En variant l'architecture du polymère et en manipulant son état par des stimuli externes, on peut contrôler efficacement ses propriétés. Le but du projet est d'explorer de nouvelles stratégies pour la conception d'interfaces intelligentes à partir de polymères fonctionnant en milieu aqueux. La stratégie proposée est basée sur la modification des surfaces par le greffage de copolymères possédant des séquences ioniques. Nous cherchons à explorer les possibilités de modifier les conformations de ces chaines de polyélectrolytes (PE) par une tension électrique appliquée [1] (brosses électro-stimulables) dans le but de modifier les propriétés comme les propriétés de mouillage, d'adhésion, de lubrification...

La partie AFM de ce projet consiste à étudier les interactions entre une bille colloïdale de silice de 2µm de diamètre collée sur le cantilever et une surface de PE ainsi que les propriétés d'adhésion de ces surfaces de PE en milieu aqueux (à différents pH et différentes concentration en sel) lorsqu'une tension est appliquée entre le substrat et la solution aqueuse. Les PE utilisés pour cette étude sont des polymères diblocs de PS_{36}-PAA_{125}.

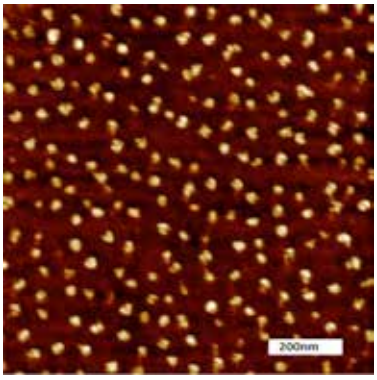


Figure 1 : surface de PS-PAA sur film de PS

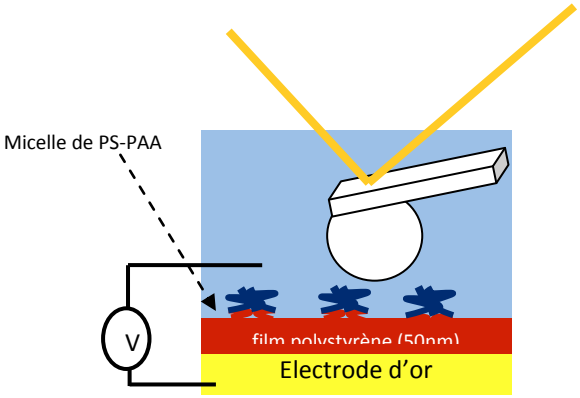
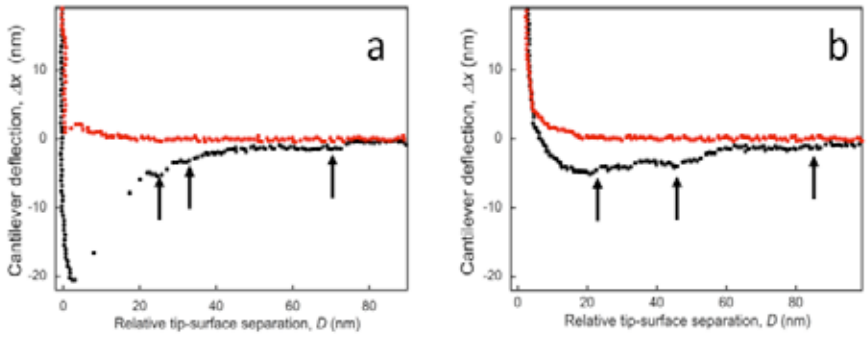


Figure 2 : schéma du montage pour appliquer la tension

Nous avons montré dans nos travaux que l'application d'une tension négative inférieure à 1V permettait de diminuer l'adhésion entre la pointe et la surface de PS-PAA alors qu'elle n'est pas modifiée (identique à sans application de tension) lorsqu'une tension positive est appliquée [2].



700mV -700mV

[1] O.V. Borisova, L. Billon, R.P. Richter, E. Reimhult and O.V. Borisov. *Langmuir*, **2015**, 31, p7684-7694

[2] V. Sénéchal, H. Saadaoui, J. Rodriguez-Hernandez and C. Drummond. *Faraday Discussions* (accepted)

ALBERTINI David, INL/INSA Lyon : david.albertini@insa-lyon.fr

ALCHAAR Mohanad, CEMES/CNRS/Toulouse : mohanad.alchaaar@cemes.fr

ARINERO Richard, IES/Montpellier : richard.arinero@umontpellier.fr

ARNOULD Olivier, IES/Montpellier : Olivier.arnould@umontpellier.fr

BACHELOT Renaud, Université Technologie Troyes : renaud.bachelot@utt.fr

BARHOUMI Rabei, IPCMS/Strasbourg : rabei.barhoumi@ipcms.unistra.fr

BAS Alin-Ciprian, LCC/CNRS/Toulouse : alin.bas@lcc-toulouse.fr

BELLON Ludovic, Laboratoire de Physique - ENS Lyon : ludovic.bellon@ens-lyon.fr

BETTAYEB Mohamed, IRCP/PCS/Chimie Paristech/Paris: mohamed.bettayeb@chimieparistech.fr

BIJEON Jean-Louis, Université Technologie Troyes : bijeon@utt.fr

BOER-DUCHEMIN Elizabeth, ISMO/CNRS/Université Paris-Sud : elizabeth.boer-duchemin@u-psud.fr

BOUJU Xavier, CEMES/CNRS/Toulouse : xavier.bouju@cemes.fr

BOUZEHOUANE Karim, CNRS Thales Palaiseau : karim.bouzehouane@cnrs-thales.fr

BROTTET Solène, INL/INSA Lyon : solene.brottet@insa-lyon.fr

BRUN-BARRIÈRE Boris, Université Catholique de Louvain : boris.brun@uclouvain.be

CHAURAUD Dimitri, Institut Pprime/SP2MI : dimitri.chauraud@univ-poitiers.fr

CHEN Hongshi, Université Technologie Troyes : hongshi.chen@utt.fr

CHEVALIER Nicolas, CEA-LETI MINATEC/Grenoble : nicolas.chevalier@cea.fr

CHRÉTIEN Pascal, GeePs/Gif sur Yvette : chretien@geeps.centralesupelec.fr

COHEN-BOUHACINA Touria, LOMA/Talence : touria.cohen-bouhacina@u-bordeaux.fr

COQ GERMANICUS Rosine, CRISMAT LAMIPS Caen : rosine.germanicus@unicaen.fr

COSTA Luca, CBS/CNRS/Montpellier : luca.costa@cbs.cnrs.fr

CRANNEY Marion, IS2M/CNRS/Mulhouse: marion.cranney@uha.fr

DA COSTA Antonio, Université Artois/ Lens: antonio.dacosta@univ-artois.fr

DAHER MANSOUR Michel, CINAM/CNRS/Marseille : micheldahermansour@gmail.com

DAHLEM Franck, ECL/LTDS/Ecully : franck.dahlem@ec-lyon.fr

DELVALLÉE Alexandra, LNE/Trappes : alexandra.delvallee@lne.fr

DOPPAGNE Benjamin, IPCMS/Strasbourg : benjamin.doppagne@ipcms.unistra.fr

DOUHÉRET Olivier, Matériau Nova R&D Center/Mons : olivier.douheret@materianova.be

DROUET Michel, Institut Pprime/SP2MI : michel.drouet@univ-poitiers.fr

DUCOURTIEUX Sébastien, LNE/Trappes : sebastien.ducourtieux@lne.fr

DUMAS Philippe, CINAM/CNRS/Marseille : philippe.dumas@univ-amu.fr

EL KHOURY Diana, IES/Montpellier : diana.el-khoury@ies.univ-montp2.fr

EYDOUX Benoit, CEMES/CNRS/Toulouse : benoit.eydoux@cemes.fr

FALGAYRETTES Pascal, IES/Montpellier : pascal.falgayrettes@umontpellier.fr

FERNANDEZ GARRILLO Pablo A., CEA-LETI DTSI/SMC/Grenoble : pabloarturo.fernandezgarrillo@cea.fr

FERRI Anthony, Université d'Artois/Lens : anthony.ferri@univ-artois.fr

FOUCHER Frédéric, CBMN/CNRS/Orléans : frederic.foucher@cnrs.fr

FREUND Sara, Université de Bâle : sara.freund@unibas.ch

GAILLARD Thibaut, L2C/Montpellier : thibaut.gaillard@umontpellier.fr

GALL-BORRUT Pascale, IES/Montpellier : pascale.gall-borrut@umontpellier.fr

GAUTIER Brice, INL/INSA Lyon : brice.gautier@insa-lyon.fr

GEORGE Matthieu, L2C/Montpellier : matthieu.george@umontpellier.fr

GODEFROY Cédric, CBS/Montpellier : godefroy@cbs.cnrs.fr

GODEY Sylvie, IEMN/CNRS/Villeneuve d'Ascq : sylvie.godey@iemn.univ-lille1.fr

GRÉSILLON Samuel, ESPCI/CNRS/Institut Langevin/Paris : samuel.gresillon@espci.fr

GRUBER Manuel, CAU Kiel : gruber@physik.uni-kiel.de

HEINZE Karsta, L2C/Montpellier: kmheinze@um2.fr

HINAUT Antoine, Université de Bâle : antoine.hinaut@unibas.ch

HOUSSAT Mohammed, LAPLACE/Toulouse : houssat@laplace.univ-tlse.fr

HOUZÉ Frédéric, GeePs/Gif sur Yvette : houze@geeps.centralesupelec.fr

HUANG YI, Université Technologie Troyes : yi.huang@utt.fr

KAHLI Houssem, LOMA/Talence : houssem.kahli@u-bordeaux.fr

KASSA Hailu Gebru, Université de Mons : hailugebru.kasssa@umons.ac.be

KLEIN Hubert, CINAM/CNRS/Marseille : klein@cinam.univ-mrs.fr

KULIK Andrzej, EPFL/Lausanne : Andrzej.Kulik@epfl.ch

LAFONT Frank, CIIL/CNRS/Lille : frank.lafont@cnrs.fr

LAHOUD DIGNAT Nadine, LAPLACE/Toulouse : nadine.lahoud@laplace.univ-tlse.fr

LE DENNAT Simon, Institut Néel/CNRS/Grenoble : simon.le-denmat@neel.cnrs.fr

LE MOAL Éric, ISMO/CNRS/Université Paris-Sud : eric.le-moal@u-psud.fr

LE QUANG Toai, Institut Néel/CNRS/Grenoble : toai.le-quang@neel.cnrs.fr

LECLERE Philippe, Université de Mons : philippe.leclere@umons.ac.be

LEFEVRE François-Xavier, CEISAM - Université de Nantes : françois-xavier@univ-nantes.fr

LUU Ngoc Mai, CBMN/Pessac : luu.mai2312@gmail.com

MALLET Pierre, Institut Néel/CNRS/Grenoble : pierre.mallet@neel.cnrs.fr

MARCHI Florence, Institut Néel/CNRS/Grenoble : florence.marchi@neel.cnrs.fr

MARIOLE Denis, CEA-LETI DTSI/SMC/Grenoble: denis.mariolle@cea.fr

MARLIERE Christian, ISMO/CNRS/Université Paris-Sud : christian.marliere@u-psud.fr

MASSON Laurence, CINAM/CNRS/Marseille : masson@cinam.univ-mrs.fr

MEGEVAND Benjamin, INSA Lyon: benjamin.megevand@insa-lyon.fr

MEIER Tobias, Université de Bâle: tobias.meier@unibas.ch

MEILLAN Matthieu, CBMN/Pessac : matthieu.meillan@u-bordeaux.fr

MELIN Thierry, IEMN/CNRS/Villeneuve d'Ascq : thierry.melin@univ-lille1.fr

MILHIET Pierre-Emmanuel, CBS/Montpellier : pem@cbs.cnrs.fr

MOERMAN David, Université de Mons : david.moerman@alumni.umons.ac.be

NGUYEN Van Son, GeePs/Gif sur Yvette : van-son.nguyen@u-psud.fr

NONY Laurent, IM2NP Marseille : laurent.nony@im2np.fr

NYSTEN Bernard, Université Catholique de Louvain : bernard.nysten@uclouvain.be

ODORICO Michael, CEA/ICSM/Bagnols sur Cèze : michael.odorico@cea.fr

OGIER Maelle, IMFT/Toulouse : maelle.ogier@imft.fr

PALMINO Frank, femto-st/Montbéliard : frank.palmino@univ-fcomte.fr

PATRONE Lionel, « dit Don Leo Patrone », IM2NP/ISEN Toulon : lionel.patrone@im2np.fr

PAWLAK Rémy, Université de Bâle : remy.pawlak@unibas.ch

PELLEQUER Jean-Luc, IBS/Université Grenoble Alpes : jean-luc.pellequer@ibs.fr

PIARRISTEGUY Andrea, ICG/Montpellier : andrea.piarristeguy@umontpellier.fr

PIEDNOIR Agnès, Institut Lumière Matière Villeurbanne : agnes.piednoir@univ-lyon1.fr

PIERRAT Sébastien, SABIC Mons : sebastien.pierrat@sabic.com

PONTIER Anne, IES/Montpellier : anne.pontier@umontpellier.fr

POTTIER Basile, Laboratoire de Physique - ENS Lyon : basile.pottier@ens-lyon.fr

RAMONDA Michel, CTM/Montpellier : michel.ramonda@umontpellier.fr

SAADAOUI Hassan, CRPP/CNRS/Pessac : saadaoui@crppp-bordeaux.cnrs.fr

SALVETAT Jean-Paul, CRPP/CNRS/Pessac : salvetat@crpp-bordeaux.cnrs.fr

SANTYBAYEVA Zhanna, CBS/CNRS/Montpellier : zhanna.santybayeva@cbs.cnrs.fr

SORDES Delphine, CEMES/CNRS/Toulouse : delphine.sordes@cemes.fr

SQUARCIA Laura, LOMA/Talence : SQUARCIALAURA@gmail.com

TOUSSAINT Sébastien, Université Catholique de Louvain: sebastien.toussaint@uclouvain.be

TUREK Natalia, IEMN/CNRS/Villeneuve d'Ascq : natalia.turek@ed.univ-lille1.fr

VASSANT Simon, CEA/Saclay : simon.vassant@cea.fr

VERNISSE Loranne, Institut Pprime/SP2MI : loranne.vernisse@univ-poitiers.fr

VIAL Anthony, CBS/CNRS/Montpellier : anthony.vial@cbs.cnrs.fr

VIÉ Véronique, Institut de Physique de Rennes : vvie@univ-rennes1.fr

ZAMBELLI Tomaso, ETH Zurich : ztomaso@ethz.ch

ARKOV Igor, NT-MDT : ryan@ntmdt.ie

BARBATTINI Rafael, Oxford Instruments : rafael.barbattini@oxinst.com

BEAUMALE Jérôme, Bruker France : jerome.beaumale@bruker.com

BOURRELLIER Romain, Schaefer Techniques : r.bourrellier@schaefer-tech.com

COLLET Nicolas, PI France/ Aix en Provence : a.granon@pi.ws

DE WOLF Peter, Bruker France: peter.dewolf@bruker.com

DECOMBE Paul, Elexience : margaux.welch@milexia.fr

EGHIAIAN Frédéric, JPK Instruments AG : eghiaian@jpk.com

FEBVRE Mickaël, Bruker France : mickael.febvre@bruker.com

GILLMANN Gilbert, NanoAndMore France : sales@nanoandmore.fr

HASCHKE Heiko, JPK Instruments AG : confregis@jpk.com

HOFF Brice, SCIENTA OMICRON/Saint Cannat : scientaomicron@orange.fr

HOLMES Benjamin L., JPK Instruments AG: holmes@jpk.com

LEE Keibock, Park Systems Inc. : keibock@parkafm.com

LEPLEUX Emmanuel, Scientech Instruments : e.lepleux@scientec.fr

LOPEZ Julien, Oxford Instruments : julien.lopez@oxinst.com

MEADE Pamela, NT-MDT : meade@ntmdt.ie

MILE Ervin, Keysight Technologies : ervin.mile@keysight.com

OURDJINI Oualid, Axess Tech, Saint Canat : oualid.ourdjini@axesstech.fr

PARIS Emmanuel, Bruker France : Emmanuel.Paris@bruker.com

PORTALUPI Marco, Nanosurf AG : portalupi@nanosurf.com

RBII Khalid, France Scientifique : khalid.rbii@france-scientifique.fr

RICHEBOEUF Laurent, HORIBA France : laurent.richeboeuf@horiba.com

SENEQUIER Franck, Elexience : margaux.welch@milexia.fr

SIMIC-MILOSEVIC Violetta, SPECS Surface Nano Analysis : marketing@specs.com

STOMP Romain, Zurich Instruments AG : romain.stomp@gmail.com

www.sondeslocales.fr/forum2017