

# Microscope à effet tunnel

## Scanning Tunneling Microscope (STM)

N.Witkowski, F.Moulin

Le microscope à effet tunnel (Scanning Tunneling Microscope ou STM) a été développé par Binnig et Rohrer au début des années 80 au laboratoire de recherche IBM en Suisse. Les deux inventeurs ont été récompensés dès 1986 par le Prix Nobel de Physique pour cette innovation révolutionnaire permettant d'avoir accès à l'arrangement des atomes sur une surface conductrice.

### 1 Principe du microscope à effet tunnel

Dans le STM, une pointe métallique, terminée par un atome unique, est approchée au voisinage d'une surface conductrice avec une distance entre la pointe et la surface de l'ordre du nanomètre. Bien que pour un électron il soit classiquement impossible de traverser ce mince intervalle de vide ou d'air qui sépare la pointe de la surface, ce passage est quantiquement possible par ce que l'on nomme « l'effet tunnel ». Une faible tension  $U_T$  est appliquée entre la pointe et la surface et un courant tunnel très faible  $I_T$  peut être détecté (figure1), dépendant très fortement de la distance entre la pointe et la surface.

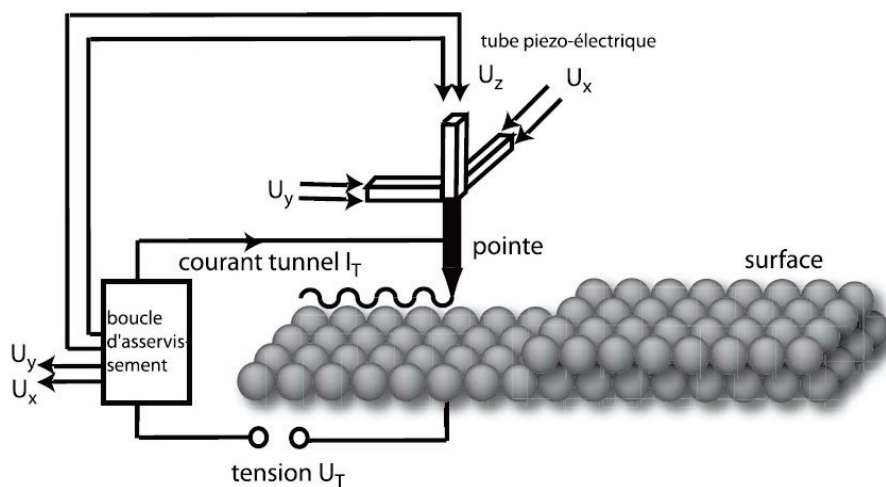


Fig. 1 – Principe de fonctionnement du STM

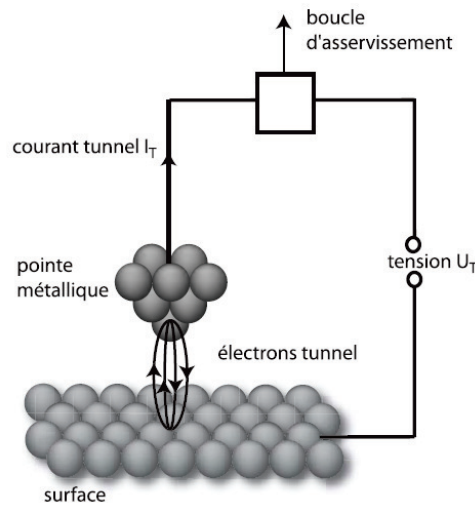
Avec le STM à votre disposition, il est possible de balayer la surface de l'échantillon en gardant soit la distance pointe-surface constante, soit le courant tunnel constant. Cela est réalisé en utilisant une boucle d'asservissement qui réagit à chaque modification du courant tunnel et on enregistre alors, soit les variations du courant tunnel, soit les variations du déplacement vertical de la pointe. La surface est scannée ligne par ligne et il est possible d'obtenir une représentation tridimensionnelle  $(x, y, z)$  de la surface. Cette technique semble aisée, mais en réalité elle implique un nombre important de problèmes technologiques qu'il faut résoudre. Dans un premier temps, nous allons décrire les principes physiques qui sont utilisés puis nous verrons la réalisation technique au travers d'un exemple simple de microscope à effet tunnel.

#### 1.1 l'effet tunnel

L'effet tunnel désigne la propriété que possède un objet quantique de franchir une barrière de potentiel même si son énergie est inférieure à l'énergie minimale requise pour franchir celle-ci. C'est un effet purement

quantique, qui ne peut pas s'expliquer par la mécanique classique. Pour une telle particule, la fonction d'onde, dont le carré du module représente la densité de probabilité de présence, ne s'annule pas au niveau de la barrière, mais s'atténue à l'intérieur de cette dernière (exponentiellement pour une barrière assez large). Si, à la sortie de la barrière de potentiel, la particule possède une probabilité de présence non nulle, cela signifie qu'elle peut éventuellement se matérialiser de l'autre côté. En d'autres termes la particule peut donc, d'une certaine façon, être à la fois d'un côté et de l'autre de la barrière de potentiel. Cette probabilité dépend des états accessibles de part et d'autre de la barrière ainsi que de son extension spatiale.

La figure ci-dessous est une représentation schématique de la surface, de la pointe et de l'intervalle qui les sépare. Dans le STM, à la fois la pointe et la surface doivent être conductrices pour permettre le passage des électrons de l'un à l'autre interdisant donc son utilisation sur des matériaux isolants.



**Fig. 2** – Asservissement du courant tunnel

Le courant tunnel qui passe au travers de la pointe est constamment mesuré et comparé à une valeur de référence fixée dans la boucle d'asservissement (typiquement de l'ordre du  $nA$ ). C'est l'atome qui se trouve à l'extrémité de la pointe qui permet l'imagerie de la surface avec une résolution atomique.

Dans les métaux, les électrons sont capables de se déplacer librement mais il leur est impossible de quitter le métal en raison de la force d'attraction des noyaux. En physique classique, la présence et le passage des électrons entre la pointe et la surface est donc interdite. En physique quantique il en va autrement, l'électron possède une probabilité non nulle de se retrouver à l'extérieur du métal, et donc de traverser par effet tunnel l'espace nanométrique entre la pointe et la surface.

L'effet tunnel n'est pas cantonné aux laboratoires et est exploité par des appareils que nous utilisons souvent : la mémoire Flash d'un smartphone ou celle d'une clé USB sont de bons exemples. Cette mémoire fonctionne grâce à des réservoirs d'électrons, leur présence ou leur absence constituant l'information. L'effet tunnel permet à un électron de sortir du réservoir ou d'y entrer en le laissant intact, donc d'écrire ou de lire le bit de cette cellule mémoire.

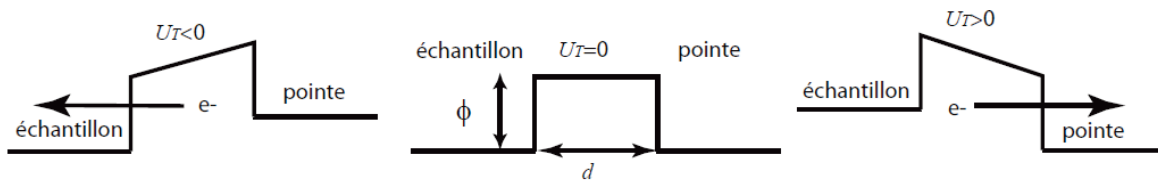
## 1.2 Le courant tunnel

Si les électrons peuvent passer de la surface à la pointe alors l'inverse est également possible. En effet, si l'on considère le cas simple où la pointe et la surface ont le même travail de sortie  $\phi$ , en appliquant une faible tension  $U_T$  sur la pointe, un courant tunnel va être généré. La direction du courant est donnée par le sens de la tension  $U_T$  appliquée comme indiqué sur la figure 3.

La physique quantique nous permet de donner une estimation quantitative du courant tunnel  $I_T$  décroissant exponentiellement avec la distance pointe-surface  $d$ . Dans le cas d'une barrière assez large ( $d \gg \delta$ ), nous obtenons l'expression approchée :

$$I_T \approx I_0 e^{-d/\delta} \quad \delta = \hbar/2\sqrt{2m_e\phi} \quad : \text{distance caractéristique}$$

Les valeurs typiques des paramètres sont :  $I_T = 1nA$ ,  $U_T = 50mV$ ,  $\phi = 5eV$  et  $d = 1nm$  donnant une distance caractéristique  $\delta$  de l'ordre de la fraction de nanomètre dans notre cas.

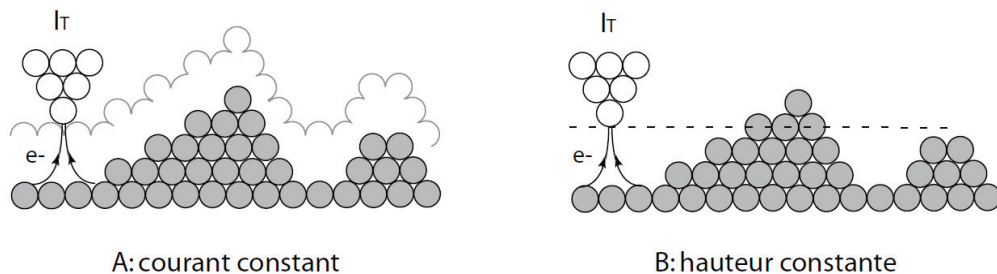


**Fig. 3** – Passage des électrons en fonction du sens de la tension appliquée

Il faut bien faire attention car le courant tunnel ne dépend pas uniquement de la distance entre la surface et la pointe mais également de la densité électronique à l'endroit où se trouve la pointe sur la surface de l'échantillon. Fréquemment une forte densité électronique correspond à la présence d'un atome car les électrons sont en général plutôt localisés sur les atomes. Mais il arrive que des poches d'électrons soient présentes entre les atomes et dans ce cas l'image observée ne donne pas la position des atomes.

### 1.3 Les modes de fonctionnement

Le microscope peut fonctionner selon deux modes différents :



**Fig. 4** – Modes de fonctionnement du microscope à effet tunnel

**1<sup>er</sup> mode** : Balayage à courant constant

Le courant mesuré est comparé à chaque instant au courant de consigne de la boucle d'asservissement. Si le courant est plus faible que la consigne alors la pointe s'approche de la surface dans le cas contraire elle s'éloigne de la surface. On enregistre alors le déplacement de la pointe. C'est ce type de fonctionnement qui sera principalement utilisé au cours du TP.

**2<sup>nd</sup> mode** : Balayage à hauteur constante

Dans ce cas, il n'y a plus de consigne de courant (la boucle d'asservissement est ouverte) et c'est le courant tunnel qui est mesuré. Pour ce mode de mesure on doit s'assurer au préalable que la surface est parfaitement plate pour éviter de détériorer la pointe.

## 2 Dispositif expérimental

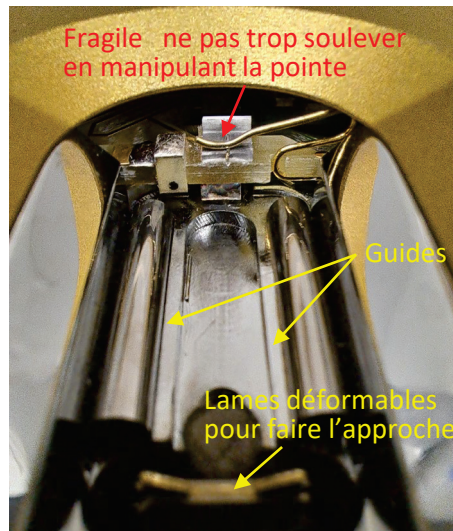
### 2.1 Les vibrations

Compte-tenu de la sensibilité de l'appareil, il est indispensable de s'affranchir des vibrations mécaniques qui peuvent perturber les mesures. En effet, le pas des gens ou même encore leurs voix provoquent des vibrations qui gênent les mesures. C'est pourquoi, le microscope est posé sur une couche de mousse, qui filtre les hautes fréquences, elle-même collée sur un socle en granit qui possède des pieds anti-vibration, qui filtrent les basses fréquences. Lorsque le STM fonctionne, il est aussi important de ne pas donner de coups sur la table sur laquelle repose le microscope.

### 2.2 Fabrication et mise en place de la pointe

La pointe est constitué d'un fil de platine-iridium Pt/Ir (ne pas toucher avec les doigts) qui a été coupé en biseau à l'aide d'une pince coupante de manière à obtenir en son bout, un atome unique (le petit coup

de main est de couper tout en tirant en même temps sur la pince). Statistiquement, il faut en moyenne couper environ 5 pointes pour espérer en avoir une qui fonctionne (certains étudiants auront la chance d'en réussir une du premier coup tandis que d'autres pourront en faire 10, 15 ... et afin d'éviter le gaspillage de platine, vous devez dans la mesure du possible récupérer l'ancienne pointe pour la couper de nouveau). Compte tenu de la fragilité du système de fixation de la pointe, veuillez faire attention de ne pas trop soulever le support de la pointe vers le haut ce qui pourrait fortement endommager le système de maintien de cette dernière et rendrait le STM inutilisable (demander à votre enseignant avant de couper et de mettre en place la pointe).

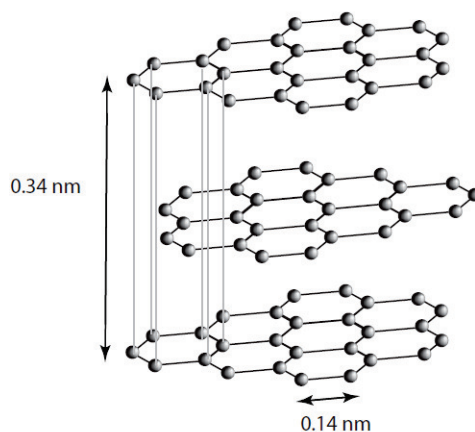


**Fig. 5** – Système de fixation de la pointe

Pour enlever la pointe prendre la pince plate ou la pince à épiler et tirer vers soi.

### 2.3 Préparation de la surface et mise en place de l'échantillon de graphite

Le graphite est une forme stable du carbone et il est constitué de feuillets d'atomes organisés en hexagones et superposés comme indiqué sur la figure ci-dessous :



**Fig. 6** – Structure lamellaire du graphite

Le microscope permet d'atteindre la résolution atomique mais il ne faut pas que la surface du graphite soit recouverte par d'autres molécules (oxygène, gaz carbonique, hydrocarbure ...). C'est pourquoi cette surface doit être « régénérée » en utilisant un peu de ruban adhésif que l'on placera délicatement sur la surface de l'échantillon (à faire une seule fois en début de séance, éviter de prendre l'échantillon avec les doigts). En le décollant doucement, plusieurs feuillets de carbone vont rester sur le ruban adhésif et la surface du graphite sera à présent propre et prête à être scannée.

A l'aide d'une pince à épiler, replacer l'échantillon de graphite sur le porte-échantillon aimanté qui sera

ensuite simplement posé sur les guides du STM ainsi que sur les lames piezoélectriques (figure 5) (éviter de toucher la surface brillante du porte-échantillon avec les doigts). Pousser ensuite doucement le porte-échantillon afin d'approcher la surface de graphite à environ 1 ou 2 mm de l'extrémité de la pointe (pas de contact pointe-surface). Placer finalement le couvercle en plexiglass sur le microscope de manière à observer la pointe avec la petite loupe.

## 2.4 Approche finale

Allumer le boîtier d'alimentation du STM et lancer le logiciel easy-scan sur l'ordinateur. Repérer la fenêtre, « Approach Panel » :

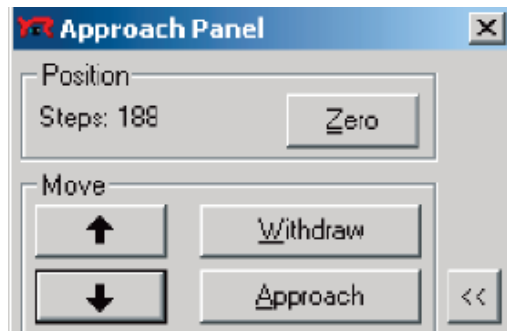



Fig. 7 – Fenêtre d'approche

L'approche finale de l'échantillon va se faire grâce aux lames piezoélectriques (figure 5). Une rampe de tension est appliquée sur ces lames provoquant une déformation rapide de ces dernières qui fait avancer le porte-échantillon micromètre par micromètre. Dès qu'un courant tunnel est détecté, l'approche s'arrête et c'est la pointe qui commence automatiquement le scan.

Suivre la procédure suivante :

- regarder au travers de la loupe, située sur le couvercle du microscope, de manière à voir la pointe et la surface. Avec la souris maintenue appuyée sur , l'échantillon s'approche rapidement de la pointe et on arrête lorsque l'on observe le reflet de la pointe sur la surface de graphite. Il ne reste alors que quelques fractions de millimètres à parcourir qui se feront micron par micron en cliquant sur "Approach".
- au début de l'approche, aucun courant tunnel n'est détecté et la LED doit clignoter orange
- lorsque l'approche s'arrête, si un courant tunnel est détecté alors la LED passe au vert et un message "Approach done" apparaît, cliquer sur OK
- si la LED devient rouge alors la pointe s'est écrasée sur la surface. Il faut reculer avec "Withdraw" puis refaire "Approach" ou bien couper une nouvelle pointe (à chaque changement de pointe prendre bien soin de fermer le logiciel et d'**éteindre le boîtier d'alimentation**).

## 3 Mesures

### 3.1 La fenêtre de contrôle des paramètres de mesures

Dès que l'approche est terminée, la pointe commence à scanner la surface et les paramètres du scan peuvent être ajustés dans la fenêtre "Scan Panel" présentée sur la figure 8.

**Les boutons supérieurs :**

- **Finish** permet de finir l'acquisition
- **Start** permet de recommencer le scan
- **Up, Down** balayage de la surface de bas en haut (Up) ou de haut en bas (Down)
- **Zoom** sélection d'une petite zone intéressante de la surface à l'aide de la souris
- **Spec** mode spectroscopique (mesure du courant tunnel suivant l'axe z)
- **Photo** permet l'acquisition d'une image complète de la surface (la photo est prise lorsque le scan arrive en haut ou en bas)

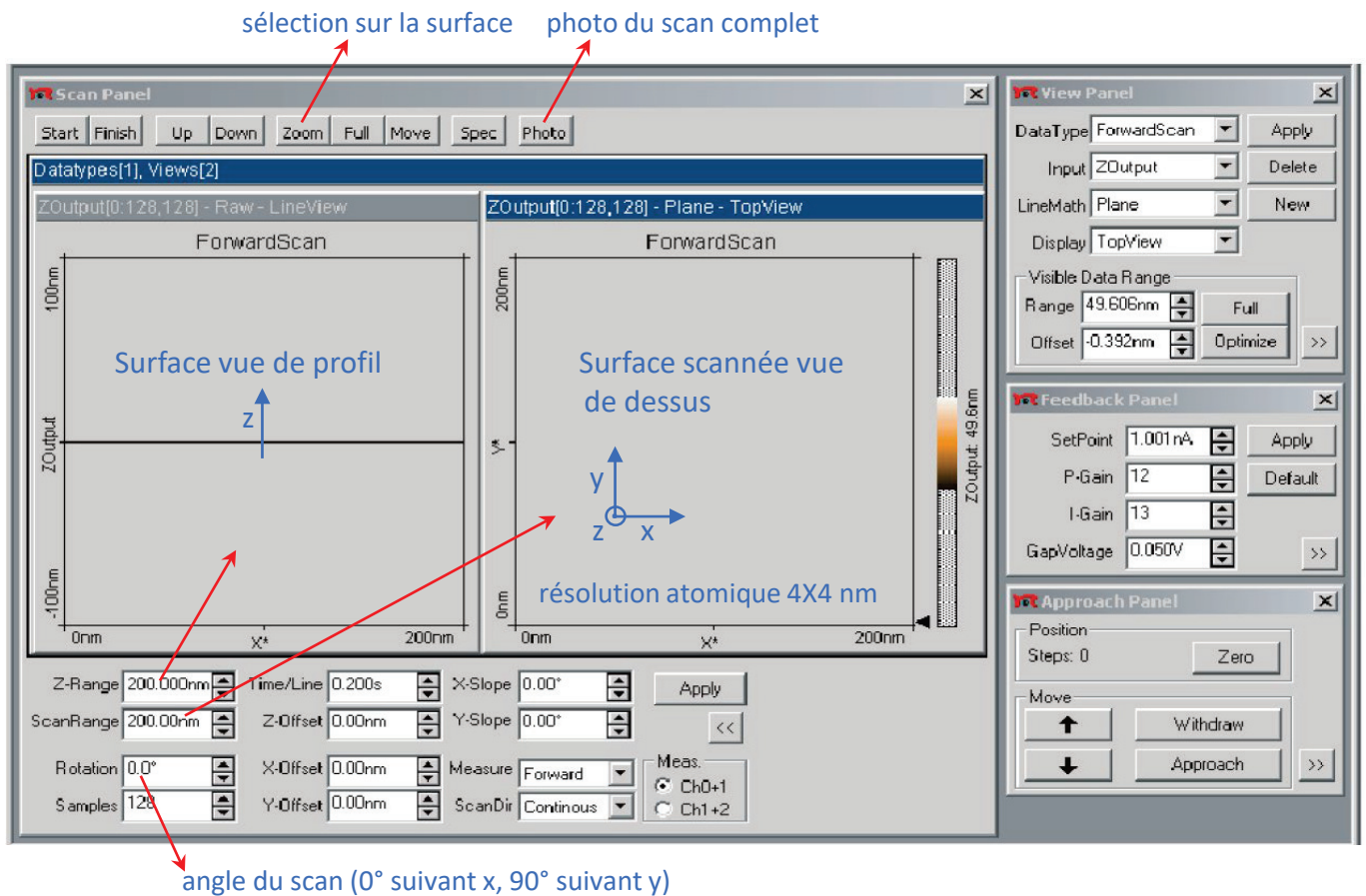


Fig. 8 – Fenêtre de contrôle des paramètres

### La partie inférieure, réglages des paramètres de scan :

- **Z-Range** zoom sur le graphe du mouvement de la pointe suivant l'axe vertical z (aucune rétroaction sur la pointe)
- **ScanRange** taille de la fenêtre de scan ( $x \times y$ ). Il faut diminuer progressivement la taille de la fenêtre de scan pour arriver finalement vers une résolution d'environ  $4 \times 4 \text{ nm}$  permettant de visualiser les atomes.
- **Rotation** permet de choisir la direction de la ligne de scan sur la surface de l'échantillon
- **X-Slope** corrige la pente d'une ligne selon la direction  $x$  (mettre rotation à  $0^\circ$ )
- **Y-Slope** corrige la pente d'une ligne selon la direction  $y$  (mettre rotation à  $90^\circ$ )

## 3.2 Résolution atomique

Lorsque l'approche finale est terminée et que la pointe scan automatiquement la surface ligne par ligne, vous pouvez cliquer de temps en temps sur "Optimize" dans la fenêtre **View Panel** afin d'optimiser le contraste de l'image qui apparaît. On réduira ensuite progressivement le paramètre "ScanRange" jusqu'à environ  $4 \times 4 \text{ nm}$ , le paramètre "Z-Range" doit être de l'ordre de  $1.5 \text{ nm}$ , voire moins.

L'image brute de la figure 9 a été obtenue sur le matériel à votre disposition. On observe sur cette image des structures avec des zones sombres correspondent à des creux ainsi que des zones claires correspondent à des bosses. Il est à noter que le microscope à effet tunnel ne donne pas forcément la position des atomes mais plutôt la position des densités électroniques.

Que se passe-t-il dans le cas du graphite ? Si l'on regarde attentivement la structure du graphite (figure 6), on s'aperçoit que les lamelles de graphite sont légèrement décalées les unes par rapport aux autres. Pour comprendre ce qui se passe, on a représenté sur une vue de dessus (figure 11), deux feuillets de graphite situés l'un sous l'autre. Les atomes représentés en noir sont liés aux atomes voisins situés juste en dessous d'eux dans le deuxième plan atomique (liaison faible de type Van der Waals). La pointe du STM en passant au-dessus de ces atomes va donc rencontrer une densité électronique plus faible qu'aux endroits où l'atome de surface ne possède pas de voisin dans le plan sous-jacent, et seuls ces derniers seront visibles sur l'image finale.

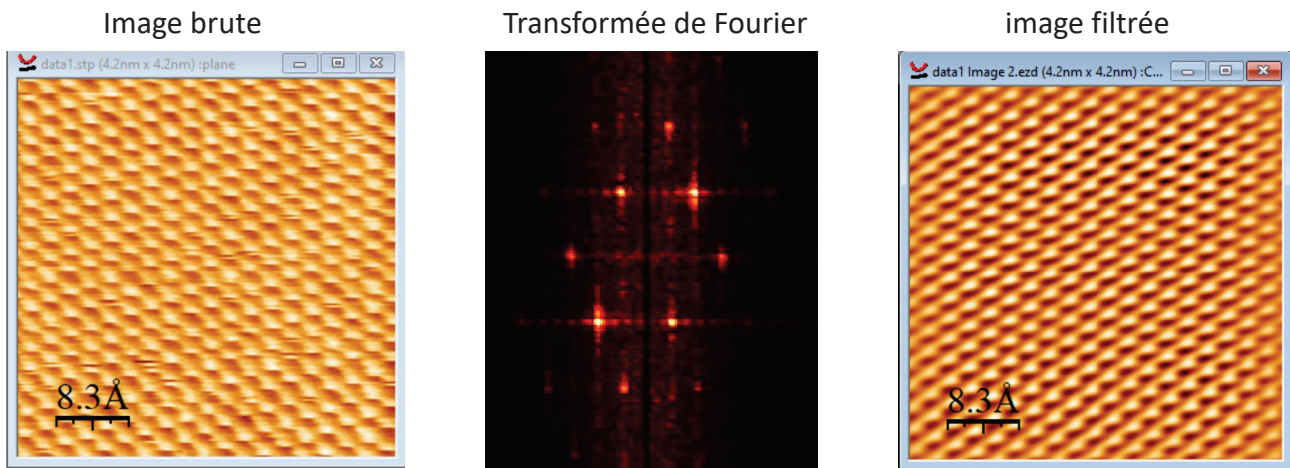


Fig. 9 – Surface de graphite. Traitement des images par TF

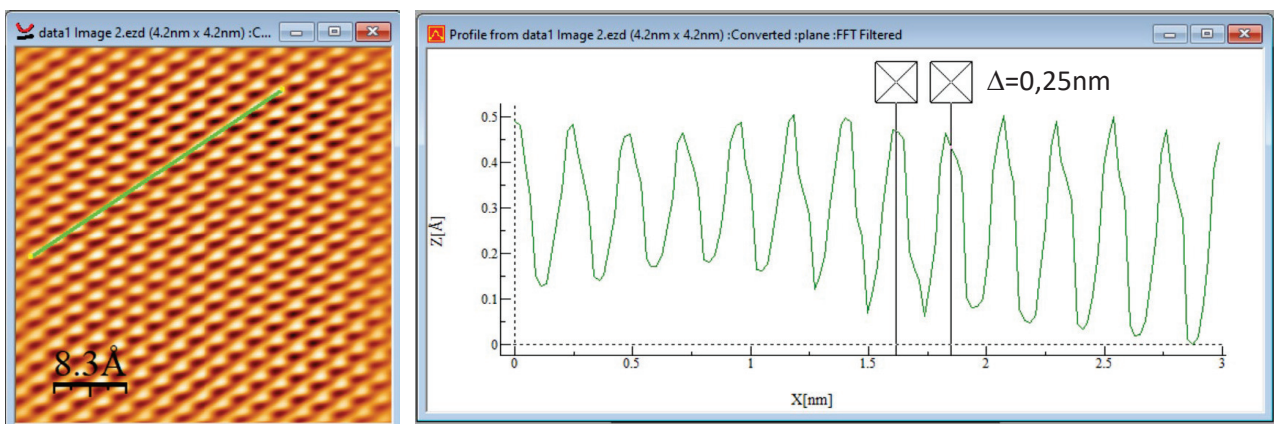


Fig. 10 – Profil suivant une ligne d'atomes de carbone

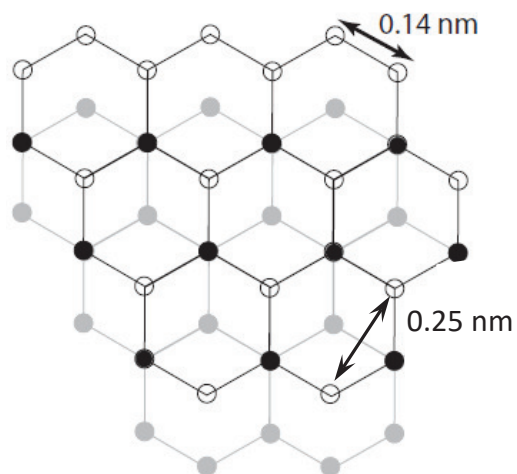


Fig. 11 – Réseau hexagonal du graphite

## 4 Logiciel de traitement des images STM

Pour le traitement des images STM nous utiliserons le logiciel **WSxM** spécifiquement dédié à cet usage. Dans un premier temps les images enregistrées (sous le format “data.ezd”) seront placées dans un dossier spécifique et importées dans WSxM pour traitement et analyse quantitative.

- **Réduction du bruit** sur la figure 9, nous voyons la transformée de Fourier rapide (FFT) de l’image brute en 2D. Le bruit, qui ne possède pas de caractéristiques spectrales bien défini, apparaît comme un fond diffus sur la FFT. Il peut donc être éliminé en ne gardant que le signal périodique repérable par les points lumineux (“Filter” + sélection des points lumineux avec la souris puis “Create Window” pour obtenir l’image filtrée sans le bruit de fond).

- **Visualisation des images en 3D** les images sont enregistrées dans un fichier  $(x, y, z)$  et peuvent donc être visualisées spatialement à l’aide du bouton 3D.

- **Distance interatomique** il est possible de tracer un profil le long d’une ligne d’atomes afin de déterminer une distance caractéristique de la maille cristalline (cliquer sur “Profile” puis avec la souris on sélectionne une ligne d’atomes bien contrastés, double curseur pour la mesure qui pourra se faire sur plusieurs atomes afin d’améliorer la précision).

## 5 Mode spectroscopique

Pour accéder au mode spectroscopique, il suffit de cliquer sur le bouton “Finish” puis “Spec” (bouton du haut figure 8), et la nouvelle fenêtre qui s’ouvre se décompose en différentes parties :

**Les boutons supérieurs**

- **Start, Stop** pour déclencher ou stopper la mesure
- **Point, Line** pour choisir un point précis ou une ligne sur l’image

**Les boutons inférieurs**

- **Output** permet de choisir “GapVoltage” qui donnera la mesure de  $I(V)$  ou “Z-axis” qui donnera la mesure de  $I(z)$
- **From, To** correspond à la valeur minimale et maximale choisi pour la mesure
- **Averages** est le nombre de fois que la mesure est faite
- **Samples** est le nombre de points pour représenter la courbe  $I(V)$  ou  $I(z)$

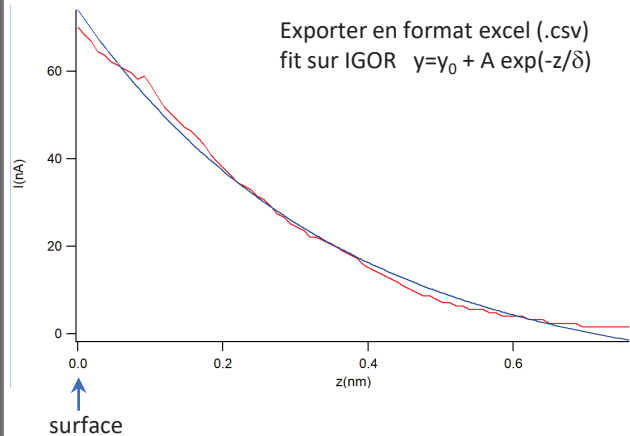
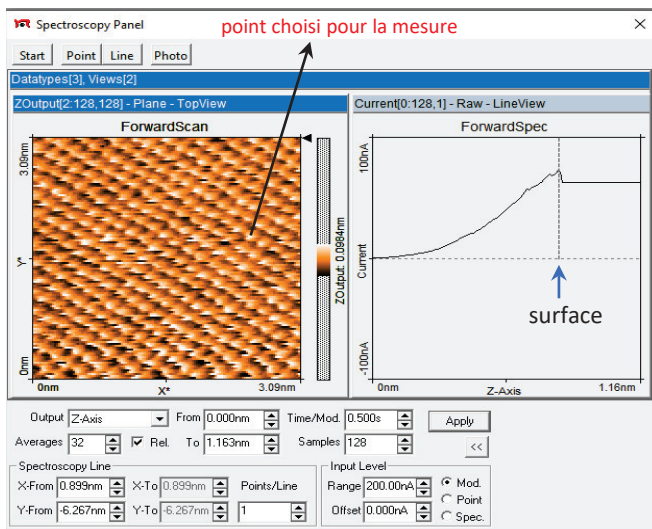


Fig. 12 – Variation du courant tunnel  $I(z)$