

SENSIBILITE EN PROFONDEUR ET DISSIPATION EN MODE TAPPING

Hugues Bodiguel, Christian Fretigny

ESPCI, PPMD, CNRS UMR 7615 , 10 rue Vauquelin, 75231 Paris Cedex 05

E-mail : hugues.bodiguel@espci.fr

Résumé : L'AFM en mode tapping est utilisé sur des élastomères chargés par des nanoparticules de silice. Par une étude des images de phase, nous déterminons la profondeur des particules enfouies près de la surface. Nos expériences permettent également une étude de la dissipation de l'interaction pointe-surface. A partir d'expériences d'approche-retrait, nous montrons que la dissipation en mode tapping sur des matériaux mous est d'origine adhésive. Enfin, nous proposons une description du contact intermittent sur ces matériaux déformables, fondé sur ces observations et testé sur un caoutchouc modèle.

Introduction

Si les principes généraux du mode tapping sont désormais bien compris, des difficultés interviennent généralement lorsqu'il s'agit d'extraire des grandeurs mécaniques quantitatives. L'angle de phase, qui est une mesure de la dissipation pointe-échantillon, est délicat à interpréter, en particulier car il dépend fortement des conditions expérimentales. L'origine même de cette dissipation sur des matériaux viscoélastiques n'a d'ailleurs pas encore été clairement identifiée.

Il a été parfois proposé que la dissipation était liée à des propriétés de la surface pour des conditions de tapping dites douces (faible pénétration) et plutôt à des propriétés de volume pour des conditions plus sévères (forte déformation de la surface).

Un élastomère chargé en volume par des nanoparticules sphériques de silice nous permet d'éclaircir cette problématique. En effet, depuis la surface, l'échantillon se présente comme un ensemble de films de différentes d'épaisseurs ; on peut donc analyser les grandeurs mesurées en fonction de l'épaisseur de la couche de polymère. Pour cette étude, nous avons développé une méthode permettant de déterminer la profondeur des particules de silice visible sur une image AFM. Nos résultats concernant la dissipation nous ont permis de conclure sur son origine, et de proposer une description du contact intermittent sur des échantillons déformables.

Sensibilité en profondeur.

Le matériau étudié est un acrylate réticulé, chargé par des particules de silice de 90 nm de diamètre, avec une fraction massique de 10%. Les particules de silice situées près de la surface sont clairement visibles sur une image de phase en mode tapping (cf. Fig. 1).

Une méthode géométrique fondée sur la monodispersité des particules est utilisée pour obtenir une courbe maîtresse représentant l'angle de phase en fonction de la profondeur de

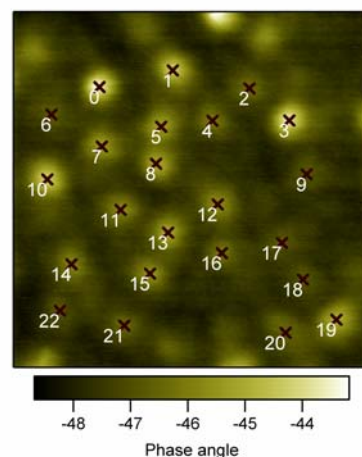


Fig. 1 : Image de phase (1µm x 1µm) de l'éthylacrylate chargé, obtenue avec une amplitude libre de 134 nm et taux de réduction d'amplitude de 0.7.

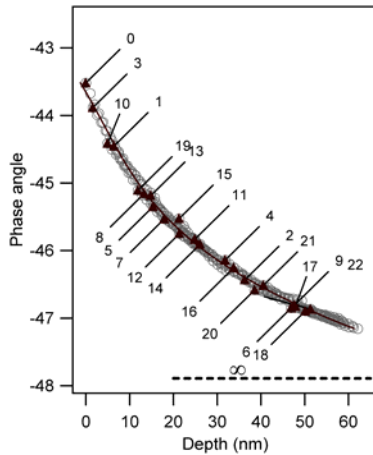


Fig. 2 : Courbe maîtresse de l'angle de phase en fonction de la profondeur de l'interface rigide, obtenue d'après la figure 1. Les triangles noirs représentent le sommet des particules numérotées sur la figure 1.

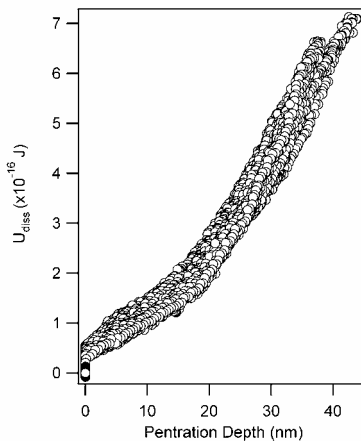


Fig. 3 : Energie dissipée par cycle en fonction de la profondeur d'indentation. Des mesures obtenues à l'aplomb des particules de différentes profondeurs ainsi que sur la matrice de polymère sont superposées.

l'interface rigide (cf. Fig. 2). Cette courbe maîtresse donne accès aux profondeurs relatives des particules et dépend des conditions expérimentales. Il a été vérifié que les profondeurs des particules ainsi déterminées sont elles bien indépendantes des conditions expérimentales.

Nos résultats montrent que l'AFM en mode tapping peut être sensible à une interface rigide jusqu'à des profondeurs de l'ordre de 80 nm. Cependant, cette profondeur limite dépend des conditions de tapping. Nous montrons que le contraste de phase en profondeur augmente si les conditions de tapping sont plus dures (grande amplitude libre et grande réduction d'amplitude).

Dissipation

L'angle de phase mesuré en mode tapping est directement relié à l'énergie dissipée par cycle. Néanmoins, l'origine de cette dissipation n'est pas clairement établie. Deux origines sont à priori possibles : l'adhésion et la viscoélasticité. La détermination de la profondeur des particules dans un élastomère chargé nous permet d'étudier la dissipation de l'interaction pointe-échantillon en fonction de l'épaisseur de la couche de polymère située entre la surface et l'interface rigide. Des expériences d'approche-retrait permettent d'accéder simultanément à la profondeur de pénétration de la pointe dans le matériau et à l'énergie dissipée par cycle. Ces expériences montrent que c'est principalement la profondeur de pénétration qui détermine cette énergie (cf. fig. 3). A une profondeur de pénétration donnée, nous trouvons qu'elle est indépendante de l'épaisseur de la couche de polymère. Or, dans le cas d'une dissipation d'origine viscoélastique, on s'attend à ce qu'elle varie avec l'épaisseur. Nos résultats sont en revanche compatibles avec l'hypothèse d'une dissipation d'origine adhésive, où les forces mises en jeu sont liées principalement à la surface.

Modélisation du contact intermittent sur des échantillons déformables.

Afin de confirmer les conclusions précédentes, nous avons modélisé le contact intermittent par un contact adhésif hors-équilibre. Pendant la pénétration, l'adhésion ne joue aucun rôle et le contact est hertzien. Puis, la taille du contact reste constante jusqu'au moment où se produit la rupture. Nos simulations montrent que cette rupture peut se produire à une altitude très élevée, le matériau reste alors longtemps au contact de la pointe.

Ce modèle a été testé sur un caoutchouc modèle. Les résultats sont en bon accord avec les simulations, ce qui permet de justifier cette description et de confirmer les conclusions de l'étude précédente.