Identification de paramètres et caractérisation de comportements attractifs et dissipatifs par analyse de résonances non-linéaires en microscopie à force atomique

Arthur Givois[♭], Pierre-Emmanuel Mazeran[♮]

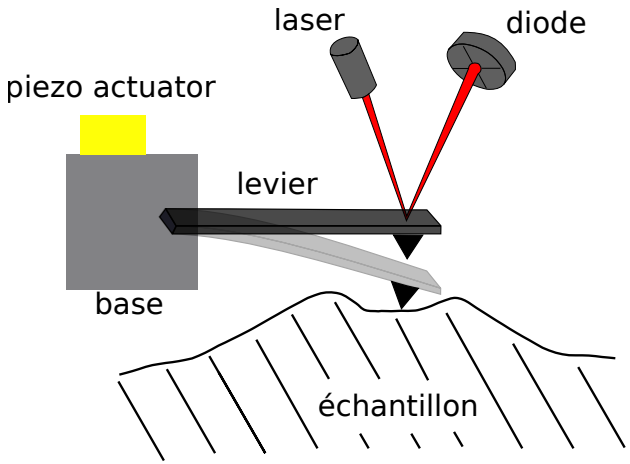
Laboratoire Roberval, Univ. de Technologie de Compiègne
[♭]Éq. Acoustique & Vibrations [♮]Éq. Matériaux & Surfaces

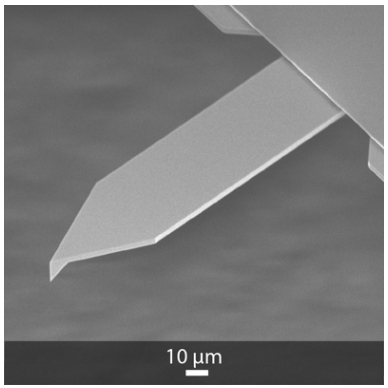
Journées EX-MODELI - Lille
17 octobre 2025

AFM: généralités

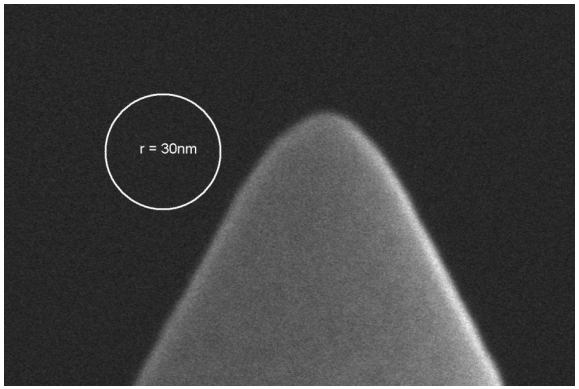
Microscopie à force atomique (AFM) :

- poutre levier avec pointe mis au contact d'un échantillon
- mesures des efforts & déplacements, possibilités de contrôles
- dispositif peu invasif, rapide, précis





www.nanoandmore.com

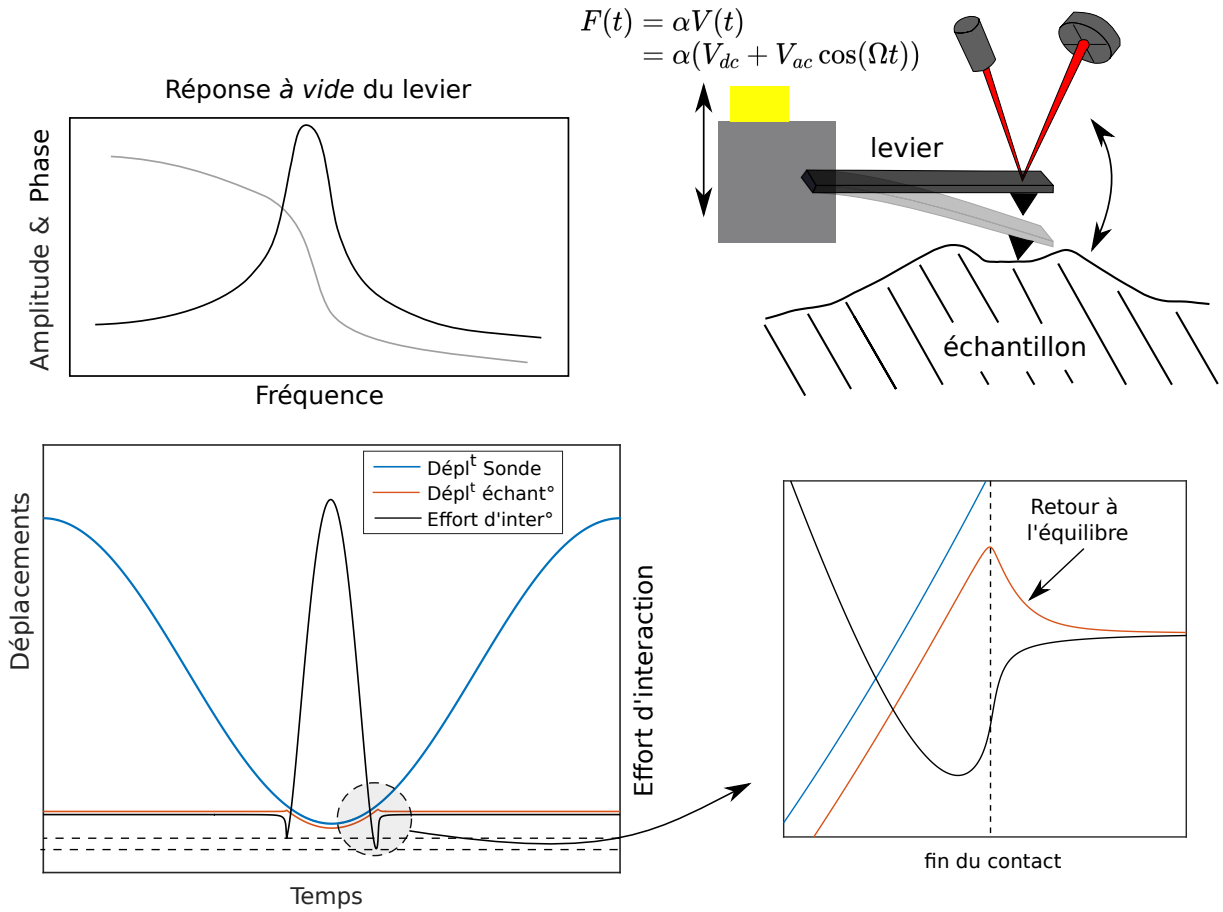


www.nanosensors.com

⇝ caractérisation mécanique par obtention de courbes forces-déplacement relatives à l'interaction de contact & au comportement de l'échantillon

AFM à contact intermittent

- sollicitation à la $1^{\text{ère}}$ résonance & interaction sur une partie du cycle d'oscillation



- Imagerie à une seule fréquence $\rightsquigarrow$ deux observations (amplitude & phase)

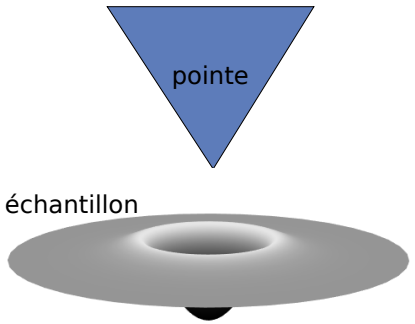
Modélisations

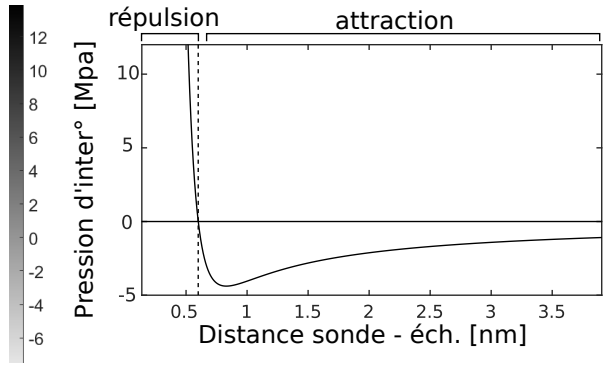
Estimation de paramètres matériaux depuis les observations $\rightsquigarrow$ modélisation
Phénomènes reportés : répulsion - adhésion - dissipation par viscoelasticité

Interaction distribuée[1,2] :

$$F_{\text{ts}}(d_c - d_s) = \iint_S \left(\frac{\mu_r}{(d_c - d_s)^k} - \frac{\mu_a}{(d_c - d_s)^n} \right) \mathrm{d}S$$

(exemple : $k = 9$ & $n = 3$)

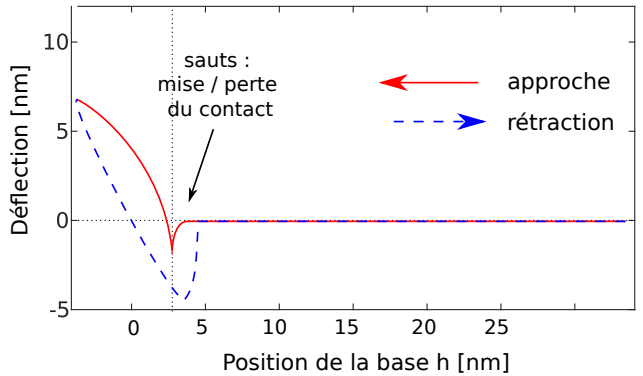




Modélisation Derjaguin-Muller-Toporov (spécifique à l'AFM) modifiée $\rightsquigarrow$ terme dissipatif *ad-hoc*[3,4]

$$F_{\text{ts}}(d_c, \dot{d}_c) = \begin{cases} -\dfrac{\mu_a}{(Z_0 + d_c)^2}, & \text{if } Z_0 + d_c \leq a_0, \\ -\dfrac{\mu_a}{a_0^2} + \mu_r \left[\zeta^{(+)}\right]^{3/2} - \eta \dot{d}_c \left[\zeta^{(+)}\right]^{1/2} & \text{otherwise,} \end{cases}$$

$$\left[\zeta^{(+)}\right] = |a_0 - Z_0 - d_c|$$



[1] Rajabifar, B. & al., Macromolecules, 2018.
[2] Boussinesq, J., 1885.
[3] Fricke, L.V. & al., Small Methods, 2025.
[4] Garcia, R., & al., Phys. Rev. Lett., 2006.

Plan de l'exposé

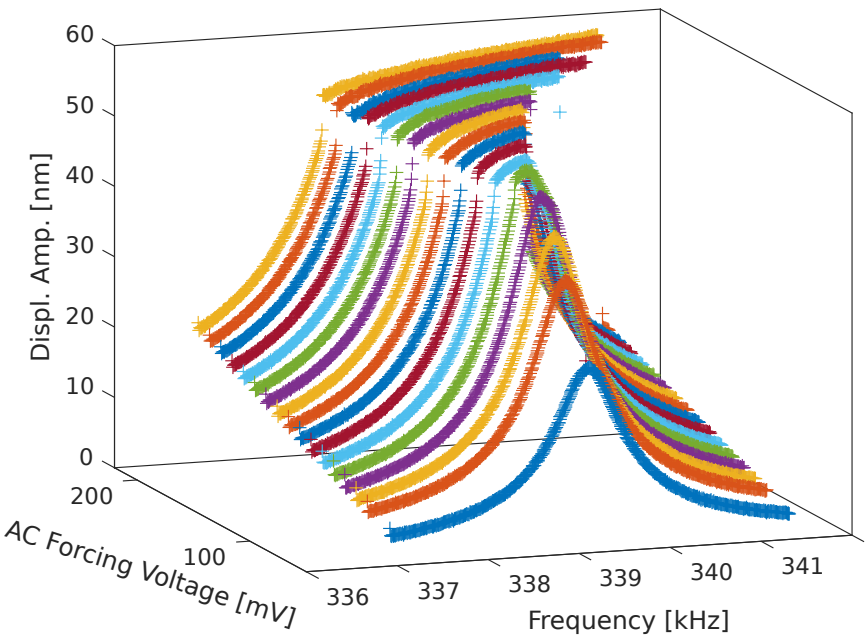
- Contexte
- Problématique :
  - ⇝ Quelles informations exploitables & quelles limitations d'un modèle *ad-hoc* en comparaison à des résultats expérimentaux ?
- Résultats expérimentaux
- Observations basées sur l'énergie issue de l'interaction
- Procédure de recalage de paramètres
- Résultats de l'identification
- Conclusions & perspectives

Réponses non-linéaires d'un levier AFM

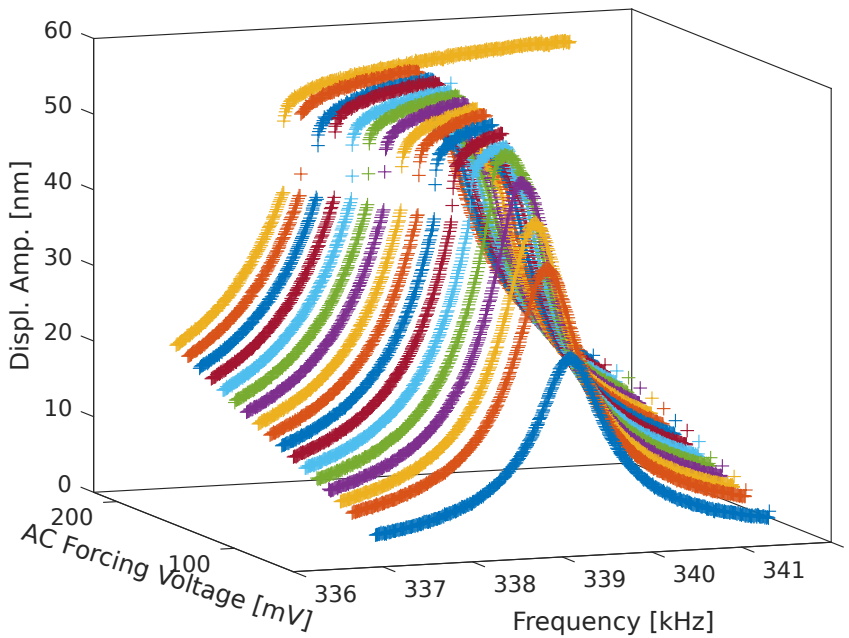
Modes de fonctionnement possibles :

* Réponses à forçage constant - rapprochement progressif de l'échantillon
* Réponses à distance constante - augmentation progressive du forçage

Fréq. ascendantes



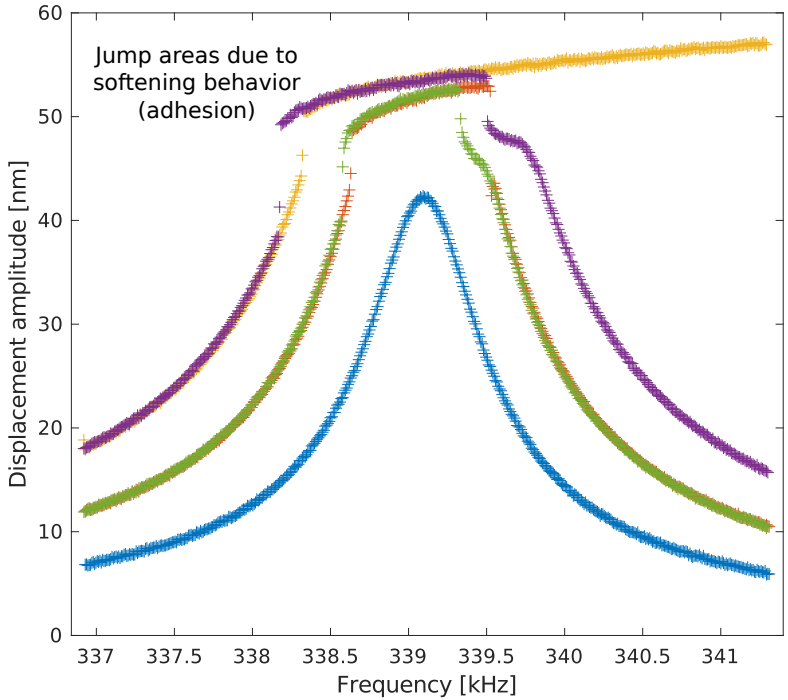
Fréq. descendantes

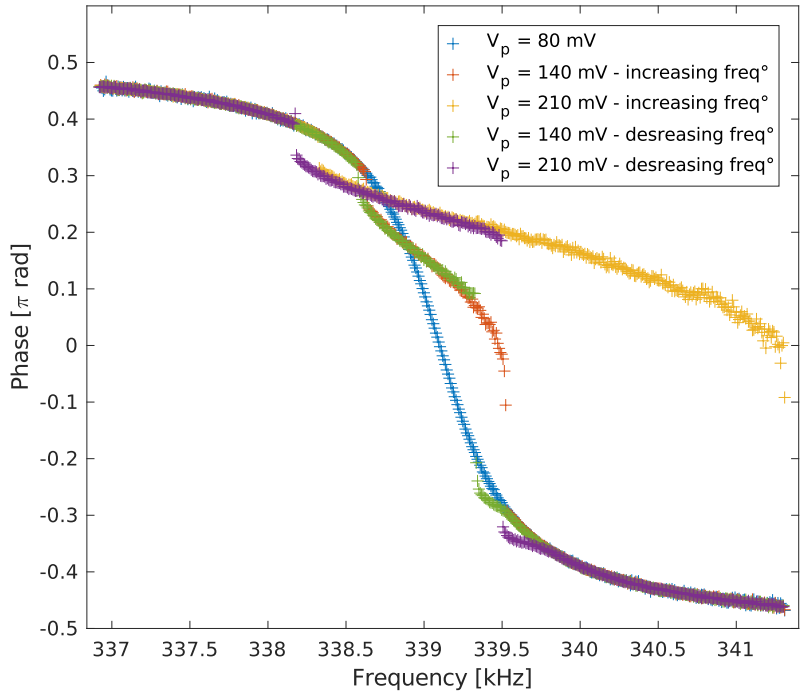


⇝ Mesures précises, plutôt très répétables (sauf branches supérieures)

Réponses non-linéaires d'un levier AFM

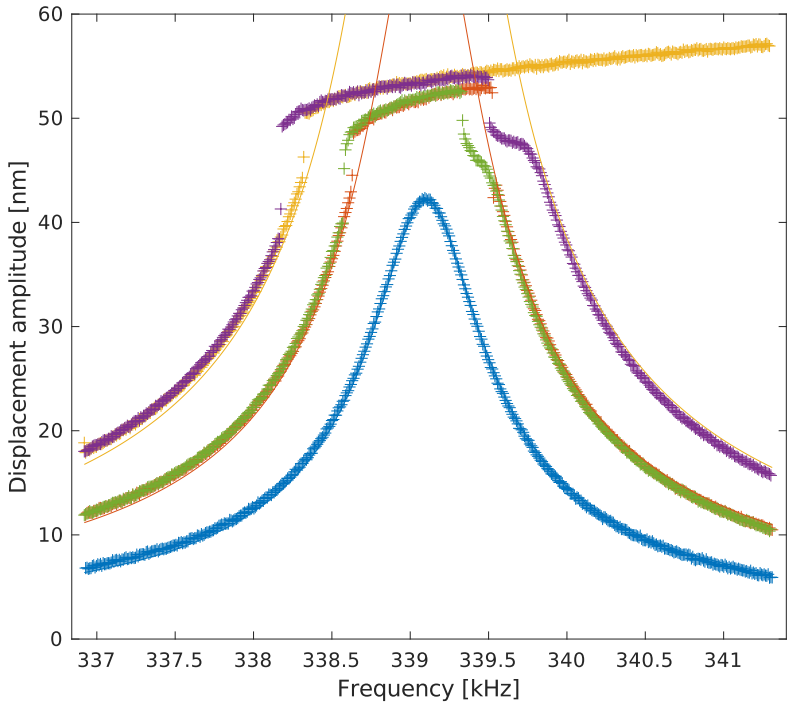
Sélection d'un panel représentatif pour analyse et recalage

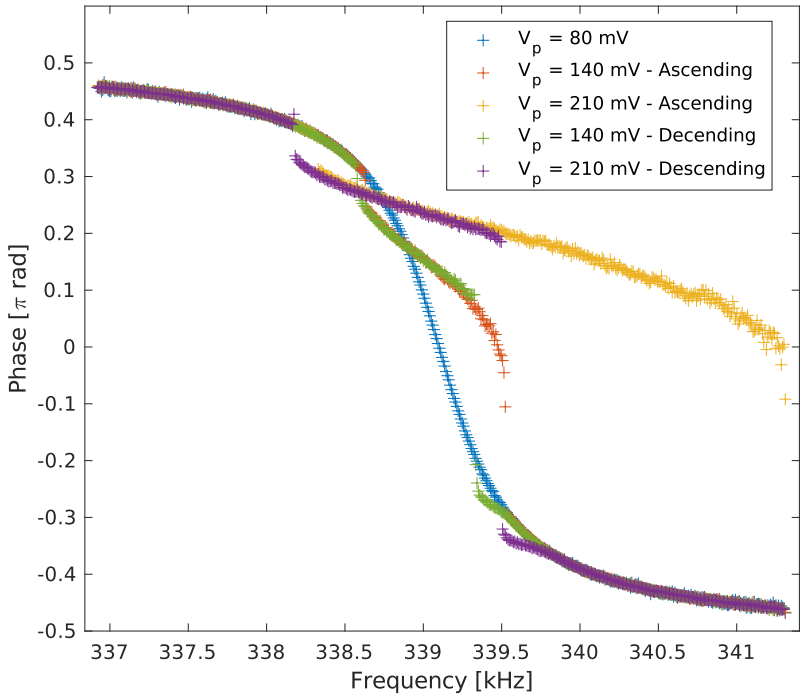




Réponses non-linéaires d'un levier AFM

Sélection d'un panel représentatif pour analayse et recalage

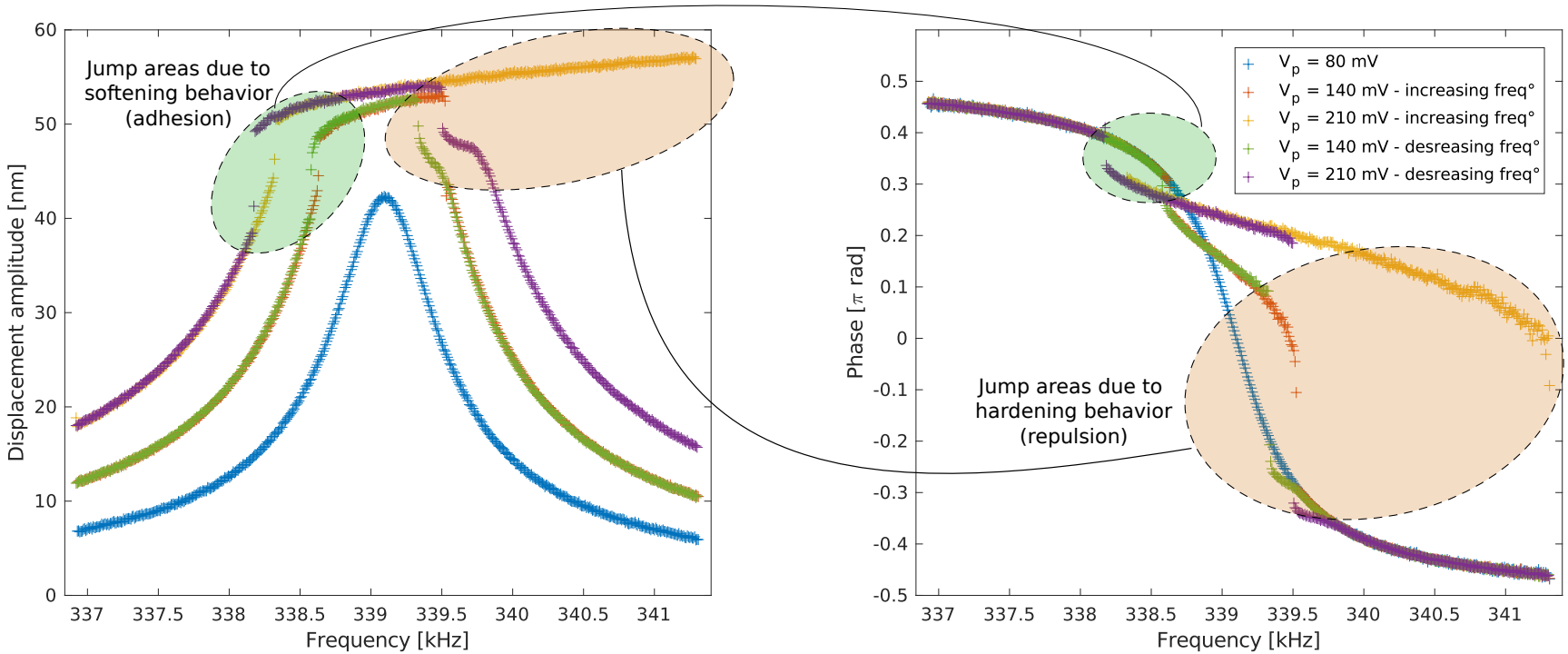




Ajustement d'un modèle à 1 ddl $\rightsquigarrow$ identification de F_0

Réponses non-linéaires d'un levier AFM

Sélection d'un panel représentatif pour analyse et recalage



Ajustement d'un modèle à 1 ddl $\rightsquigarrow$ identification de F_0

Observations en énergie[5] - principe général

Equations du mouvement : $$\frac{\ddot{d}_c}{\omega_0^2} + \frac{\dot{d}_c}{\omega_0 Q} + d_c = \frac{1}{k}\left(F_0 \cos(\Omega t) + F_{\text{ts}}(d_c, \dot{d}_c)\right) \qquad (*)$$

→ Hypothèse de développement harmonique à l'ordre 1 : $d_c(t) \approx D\cos(\Omega t + \phi) = D\cos\theta$
(vérifié à partir d'acquisitions temporelles)

→ Multiplication de $(*)$ par $D\cos\theta (= d_c)$ d'une part et par $D\sin\theta$ d'autre part

→ Énergie calculée par la moyenne sur un cycle $\frac{1}{2\pi}\int_0^{2\pi} (\bullet) \mathrm{d}\theta$

⇝ parties conservative et dissipative de l'énergie

$$V_{\text{ts}} = \frac{kD^2}{2}\left(1 - \frac{\Omega^2}{\omega_0^2}\right) - \frac{F_0 D}{2}\cos\phi$$

$$E_{\text{ts}} = \frac{kD^2\Omega}{2\omega_0 Q} + \frac{F_0 D}{2}\sin\phi$$

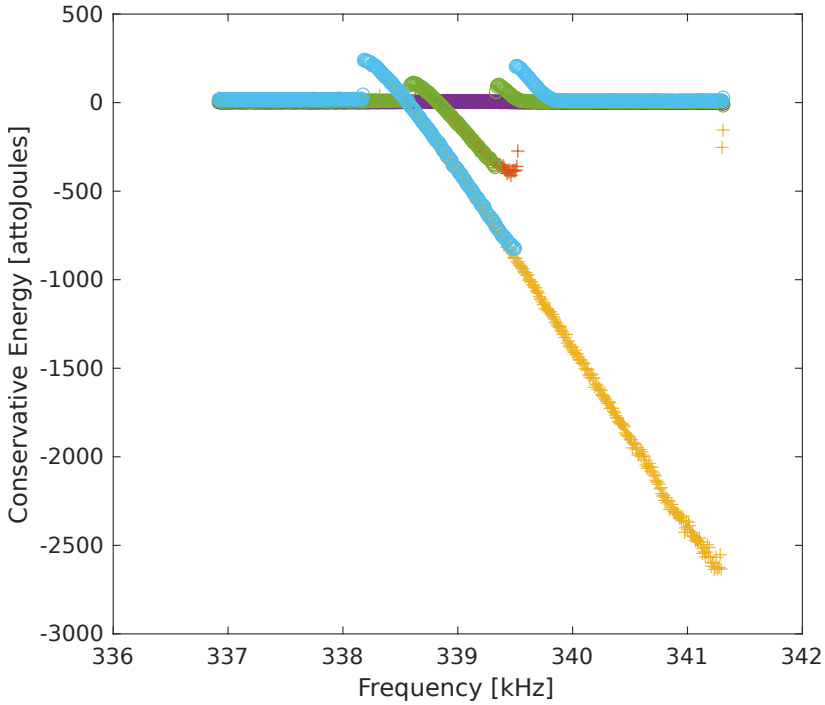
Interprétation : énergies fournies par l'échantillon sur l'oscillateur

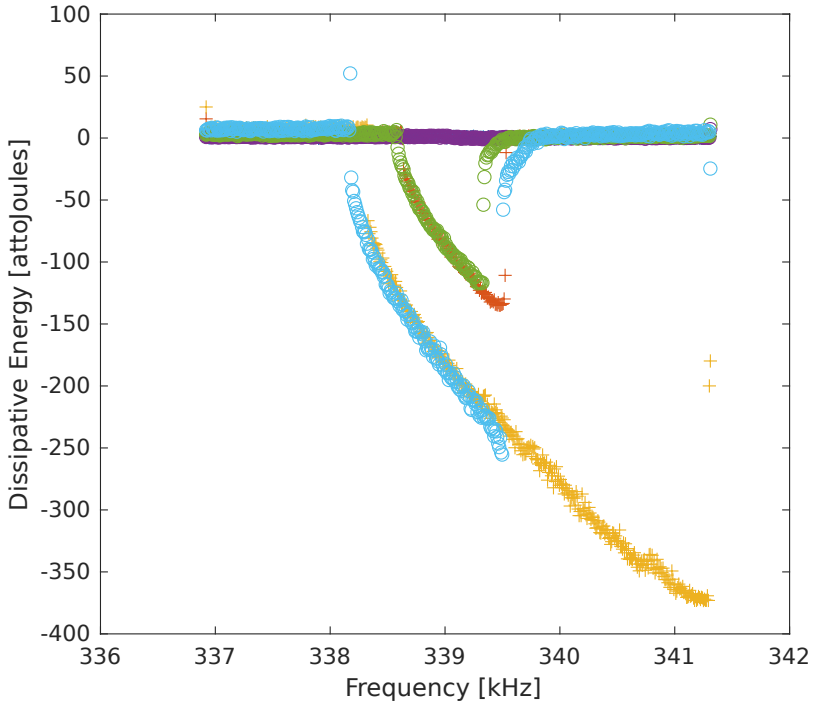
[5] SanPaolo, B. & Garcia, R., Phys. Rev. B, 2002

Observations en énergie[5] - données expérimentales

Interprétation : énergies fournies par l'échantillon sur l'oscillateur

$\rightsquigarrow$ application au jeu de donnée choisi





Recalage de paramètres

Modélisation DMT modifiée avec terme visco. *ad-hoc*

$$F_{\text{ts}}(d_c, \dot{d}_c) = \begin{cases} -\dfrac{\mu_a}{(Z_0 + d_c)^2}, & \text{if } Z_0 + d_c \leq a_0, \\ -\dfrac{\mu_a}{a_0^2} + \mu_r \left[\zeta^{(+)}\right]^{3/2} - \eta \dot{d}_c \left[\zeta^{(+)}\right]^{1/2} & \text{otherwise,} \end{cases}$$

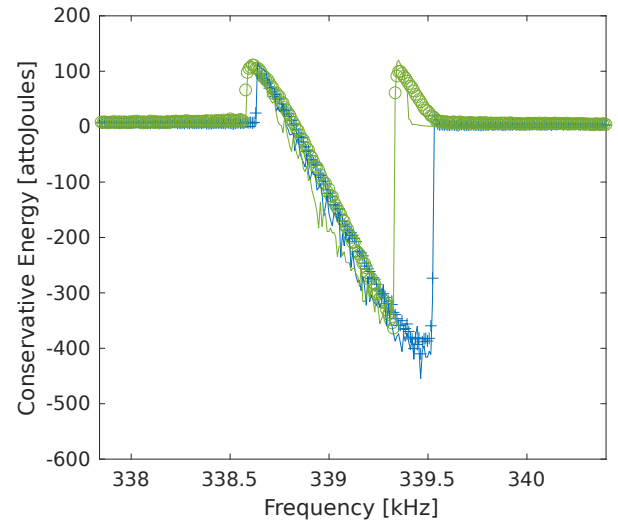
$\rightsquigarrow$ 5 paramètres à recaler

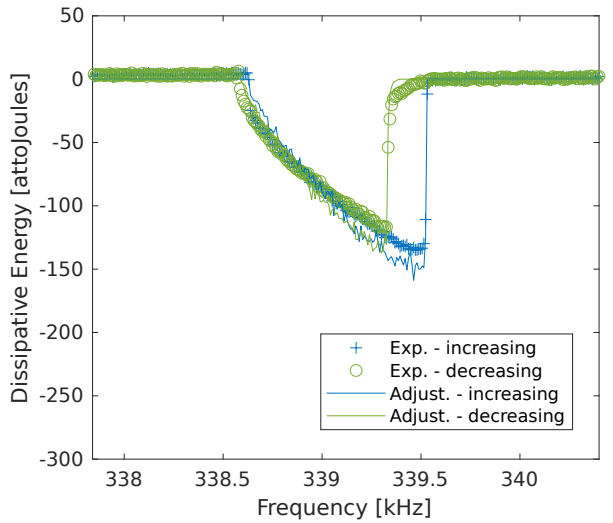
$$\boldsymbol{p} = \left[a_0, \;\; Z_0 \;\; \mu_a \;\; \mu_r \;\; \eta \;\right]$$

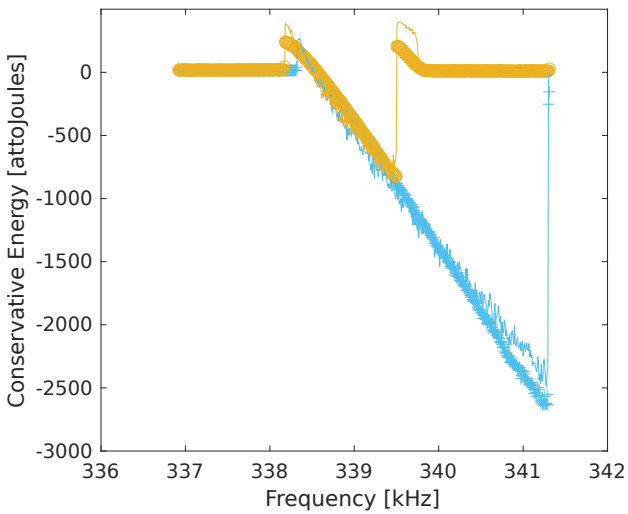
Stratégie de recherche :

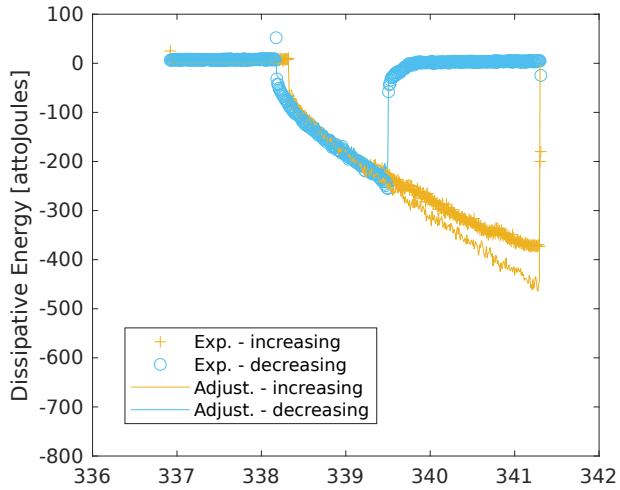
- ajustement des énergies $\rightsquigarrow$ recherche en deux temps
  - $\rightarrow$ ajustement du virial V_{ts} avec $\boldsymbol{p}_V = \left[a_0, \;\; Z_0 \;\; \mu_a \;\; \mu_r \;\; \cancel{\eta} \;\right]$ (Étape 1)
  - $\rightarrow$ ajustement de E_{ts} : 1 seul paramètre (η) à recaler (Étape 2)
- Étape 1 : discrètisation régulière dans l'espace des paramètres & évaluations
  - $\rightarrow$ identification de jeux de paramètres privilégiées
  - $\rightarrow$ optimisation par méthodes de gradient depuis les combinaisons identifiées
- Étape 2 : quasi-immédiate (!)
- Identification avec fonction objective plus probantes pour un même forçage, avec freq. $\nearrow$ et $\searrow$

Comparaison essais-calcul









$V_0 = 140$ **mV** : $a_0 = 0.25$ **nm**, $Z_0 = 66.1$ **nm**, $\mu_a = 1.73$ $\mathrm{N.m^2}$, $\mu_r = 4.18$ $\mathrm{N.m^{-3/2}}$, $\eta = 0.61$ $10^{-3}\mathrm{N.m^{-3/2}.ms^{-1}}$

$V_0 = 210$ **mV** : $a_0 = 0.14$ **nm**, $Z_0 = 66.2$ **nm**, $\mu_a = 1.63$ $\mathrm{N.m^2}$, $\mu_r = 7.44$ $\mathrm{N.m^{-3/2}}$, $\eta = 0.65$ $10^{-3}\mathrm{N.m^{-3/2}.ms^{-1}}$

Mots de la fin

Conclusions :

- Recalage basée sur des observations en énergie
  - ⇝ permet de réduire les coûts de calcul
  - ⇝ favorise une approche physique
  - ⇝ ajuste la force d'interaction tout en maintenant le même déplacement (précision accrue ?)
- Processus d'identification perfectible
  - ⇝ variations de paramètres obtenus à différents forçages (?)
  - ⇝ modélisation potentiellement incomplète : "champ proche" + effets viscoel. et adhésion non dissociés

Perspectives :

- Développements de méthodes numériques pour simuler efficacement le modèle distribué ciblé [Attard, Langmuir 2002 ; Rajabifar et al., Mat. Res. Expr., 2021]
- Equilibrage harmonique
- Définition de conditions expérimentales essentielles pour la caractérisation des phénomènes étudiés
- Constitution d'une matériauthèque

MERCI DE VOTRE ATTENTION

Perspective de modélisation : modèle d'Attard

- Équation d'oscillateur :

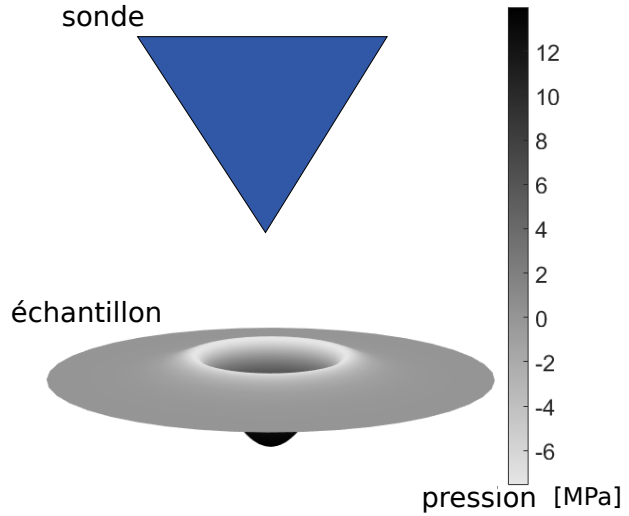
$$\ddot{d} + \dot{d}/Q + d = F_d(t) + 2\pi \int_0^1 p(s,t)\, s\, \mathrm{d}s$$

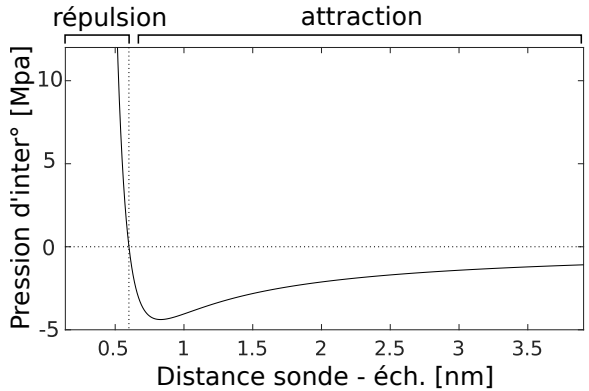
- Pb d'interaction solide / solide semi-infini
  + loi visc. standard

$$\overline{\tau}\,\dot{u}(r,t) + u(r,t) = -\frac{1}{\overline{E}_\infty} \iint_S \frac{p}{|\boldsymbol{r}-\boldsymbol{s}|}\, s\, \mathrm{d}S - \frac{\tau}{\overline{E}_0} \iint_S \frac{\dot{p}}{|\boldsymbol{r}-\boldsymbol{s}|}\, s\, \mathrm{d}S$$

- interaction de Lennard-Jones :

$$p(d_c - d_s) = \frac{\mu_1}{(d_c - d_s)^9} - \frac{\mu_2}{(d_c - d_s)^3}$$





Perspective de modélisation : formulation algébrique

- Discrétisation par schéma en différence finies :
  [Attard, Langmuir 2002 ; Rajabifar et al., Mat. Research Express, 2021]

$$P_k(r) \rightsquigarrow \boldsymbol{P}_k, \qquad U_k(r) \rightsquigarrow \boldsymbol{U}_k$$

$$\rightarrow \text{variables discrètes } \boldsymbol{P}, \boldsymbol{U}$$

- Système algébrique :

$$\ddot{d} + \dot{d}/Q + d = F_d(t) + 2\pi \int_0^1 p(s,t)s\,\mathrm{d}s \quad \rightsquigarrow \quad \boldsymbol{LD} - \boldsymbol{F}_D = \boldsymbol{F}_{NL} = \boldsymbol{CP}$$

$$\overline{\tau}\dot{u}(r,t) + u(r,t) = -\frac{1}{\overline{E}_\infty} \iint_S \frac{p}{|\boldsymbol{r}-\boldsymbol{s}|} s\,\mathrm{d}S - \frac{\tau}{\overline{E}_0} \iint_S \frac{\dot{p}}{|\boldsymbol{r}-\boldsymbol{s}|} s\,\mathrm{d}S \quad \rightsquigarrow \quad \boldsymbol{AU} + \boldsymbol{BP} = \boldsymbol{0}$$

$$p(d_c - d_s) = \frac{\mu_1}{(d_c-d_s)^9} - \frac{\mu_2}{(d_c-d_s)^3} \quad \rightsquigarrow \quad \boldsymbol{R}_{NL}(\boldsymbol{U},\boldsymbol{P}) = \boldsymbol{0}$$