Année universitaire 2020-2021

TECHNIQUES D'EXPLORATION EXPERIMENTALE

Kamel KHIROUNI

Laboratoire de Physique des Matériaux et des Nanomatériaux Appliquée à l'Environnement
Faculté des Sciences de Gabès

Les techniques de caractérisation et d'exploration ont un aspect pratique et sont liées à un champ expérimental.

Mais les approches de ces techniques sont adoptées dans des domaines virtuels (*assisté par ordinateur*) et théoriques (*travaux pratiques de mathématiques*)

Initiation : en travaux pratiques

Plan

1—Rappels sur les travaux pratiques
2--- Les démarches expérimentales OHERIC et QHE
3---Validité d'une modélisation
4-- Qualité d'un expérimentateur
5---Instruments de mesure
6—Exploration expérimentale
7—Nanomatériaux -Nanotechnologie

1—Rappels sur les travaux pratiques

- Initiation à l'utilisation des appareils et instruments
- Initiation à la démarche expérimentale
  - préparation - bibliographie
    - Etudes précédentes,
    - Théories
    - Principes de fonctionnement des instruments et appareils

Relation causes- effets entre les grandeurs mises en jeux

  - Montage et mesures

relever les mesures avec un esprit critique

  - Observation

C'est une étape importante pour la suite. On note toutes les observations en relation avec l'expérience

- Explication et interprétation

  Etablir une relation entre les variations constatées dans les grandeurs mesurées et les phénomènes physiques dans le système

- Rédaction d'un document
  - Introduction – utilité de l'étude- étude bibliographique- description de ce qui existe et position du problème
  - Techniques expérimentales : éviter de parler de ce qui est connu
  - Résultats
  - Discussions et interprétations
  - Conclusion

L'approche des travaux pratiques est utilisée en recherche mais les résultats de cette dernière

- ne sont pas connus
- doivent conduire à des conclusions plus au moins intéressantes (graves)

Maîtriser la démarche expérimentale

2-Démarche expérimentale
2-1 Méthode OHERIC

- **on Observe**
- **on émet une Hypothèse**
- **on fait une Expérience**
- **on Raisonne**
- **on Interprête**
- **On Conclut**

La méthode OHERIC est rarement utilisée dans l'exploration et la recherche. Elle est utilisée à postériori pour présenter le travail pour faire apparaître une logique dans l'approche.

1-2 Méthode QHE

- on se pose une **Q**uestion
- on fait une **H**ypothèse
- on fait une **E**xpérience

Pourquoi les feuilles d'une plante tombent?	Pourquoi on sent des douleurs au genoux ?	Pourquoi le matériau émet de la lumière?
↓	↓	↓
Elle manque de vitamine.	***Il existe une fracture***	***Des atomes excités reviennent à l'état fondamental***
↓	↓	↓
On fait des analyses	**On fait un examen radiologique**	**On fait de la spectroscopie de la luminescence**

3---Validité d'une modélisation

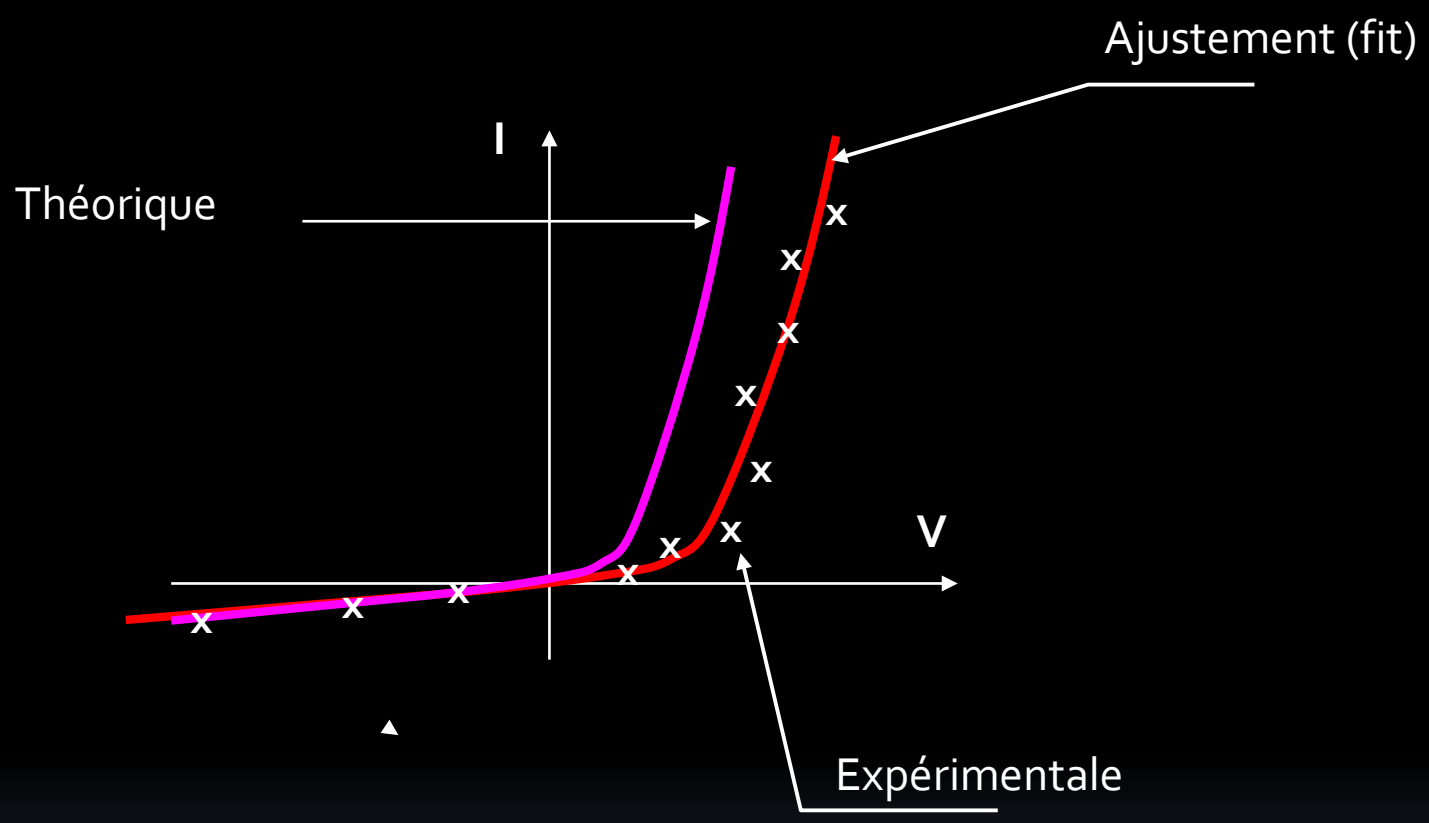
La compréhension d'un phénomène nécessites parfois une modélisation (simulation) : *reconstruction du système à partir de constituants élémentaires*

Cette modélisation est basé sur des hypothèses

Caractéristique d'une diode

- *Mesure d'une intensité et d'une tension*
- *Calcul se base sur* $n \square 10^{23} atome / cm^3$
  - *Un système compliqué:*
  - *Cristallographie (parfait)*
  - *Physique statistique (T≈ 0K)*
  - *Physique des semiconducteurs (dopage uniforme)*

$$I \square I_0 \left(e^{\frac{qV}{kT}} - 1 \right)$$


Ajustement (fit)
I
Théorique
V
Expérimentale

4-- Qualité d'un expérimentateur

Avoir

- Confiance en soi
- Envie de poser des questions
- Envie e communiquer
- Envie de travailler en groupe

Être

- Critique
- Créatif

Savoir

- Entreprendre une activité
- Poser une question
- Rechercher une relation causale
- Formuler une hypothèse
- Faire une bibliographie
- Envisager des causes d'erreurs
- Observer
- Lire des résultats
- Traduire des résultats sous forme de graphes
- Argumenter
- Elaborer un modèle
- Emettre une hypothèse
- Connaître les limites d'une hypothèse

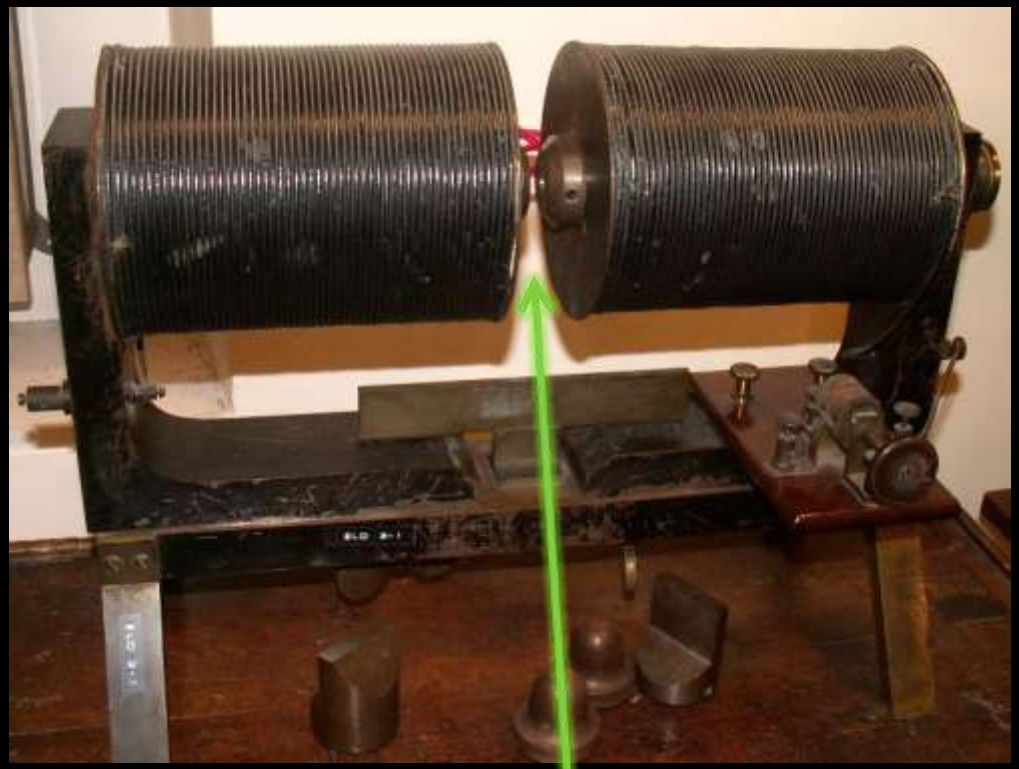
5-Instruments de mesure

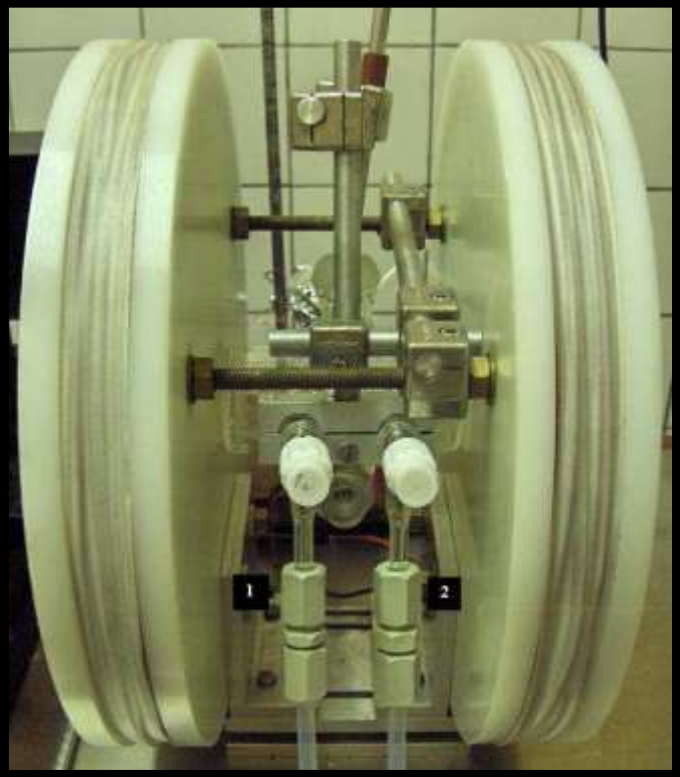
Généralement, le principe des instruments et des dispositifs est simple. Mais la technologie pour se placer dans les conditions des hypothèses est compliquée.

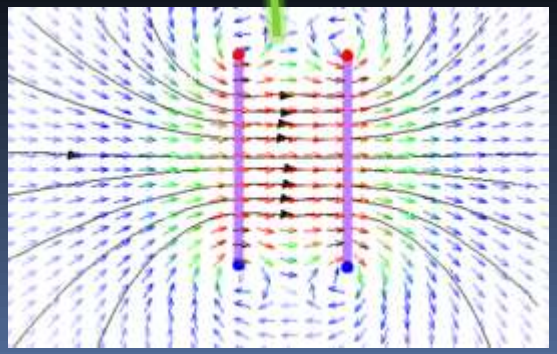
Exemple 1

Pour créer un champ magnétique intense et uniforme : Bobines d'Helmholtz

$$B = \mu_0 n I$$



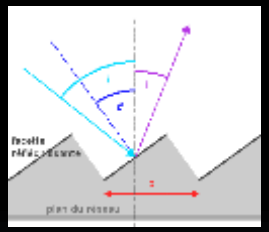

1
2

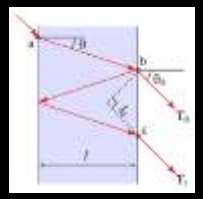


14000$

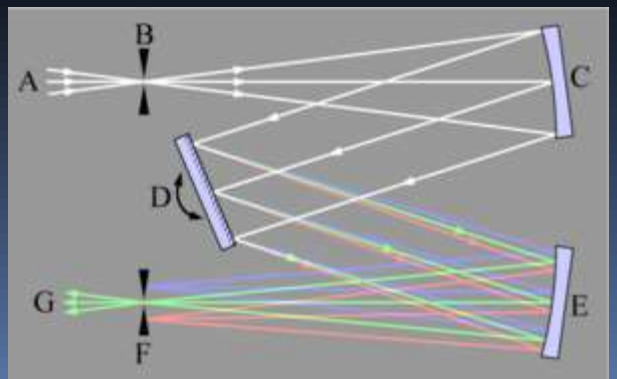
Exemple 2

Spectromètre : Monochromateur





Résolution



La bonne utilisation des instruments nécessite

- La connaissance de son principe, de son mode d'utilisation et de ses limites
- L'adaptation des temps de réponses des appareils

Dans une manipulation, il existe généralement plusieurs appareils dont les temps de réponse diffèrent

Thermique | Mécanique | Electrique | Electronique | Optique

← Temps de réponse

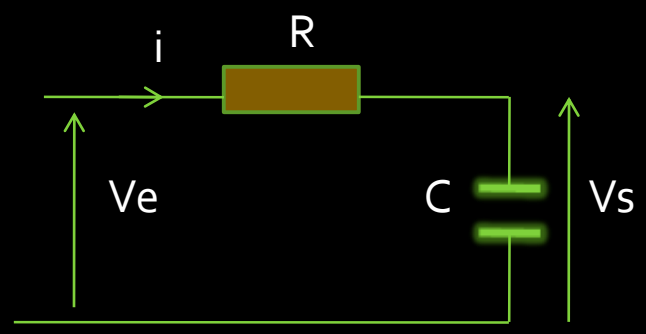
L'instrument le plus long à répondre impose le rythme

- Le choix du temps d'intégration

L'évolution de l'électronique et de l'informatique permettent aux appareils de faire n mesures pendant un temps τ et de prendre la valeur moyenne

$$< g >= \frac{\sum_{i=1}^{n} g_i}{n}$$

Cette valeur moyenne est obtenu avec un circuit RC



$$V_e = V_s + Ri$$

$$V_s = \frac{q}{C}$$

$$\frac{dV_s}{dt} = \frac{1}{C}\frac{dq}{dt} = \frac{i}{C}$$

$$V_e = V_s + RC\frac{dV_s}{dt}$$

$$si \quad \omega \gg \frac{1}{RC} \quad alors \frac{V_s}{V_e} \ll 1$$

On peut négliger Vs devant Ve et on obtient

$$V_s = \frac{1}{RC}\int V_e dt$$

Vs est alors la valeur moyenne de Ve pendant τ=RC

Un signal est composé de variations qui peuvent être du bruit ou qui peuvent avoir une signification physique

Les variations dues à un bruit ne sont pas reproductibles et ont une fréquence élevée. Elle peuvent être éliminées en faisant une moyenne sur une durée suffisamment longue pour les éliminer et suffisamment courte pour ne pas perdre des informations physiques

6—Exploration expérimentale

Des mesures expérimentales relatives à un phénomène reviennent **toujours à obtenir une variation** de la grandeur effet en fonction de la variation de la grandeur cause. L'étude du phénomène consiste à **trouver une origine** (physique) dans le système à ces variations.

Etude physique expérimentale

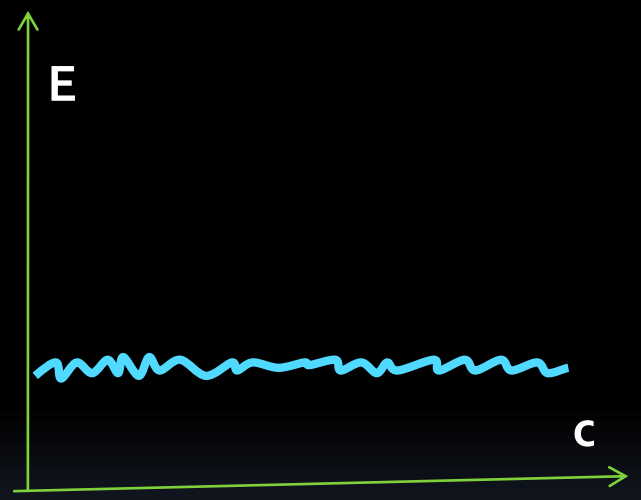
Rechercher des variations

Trouver l'origine de ces variations

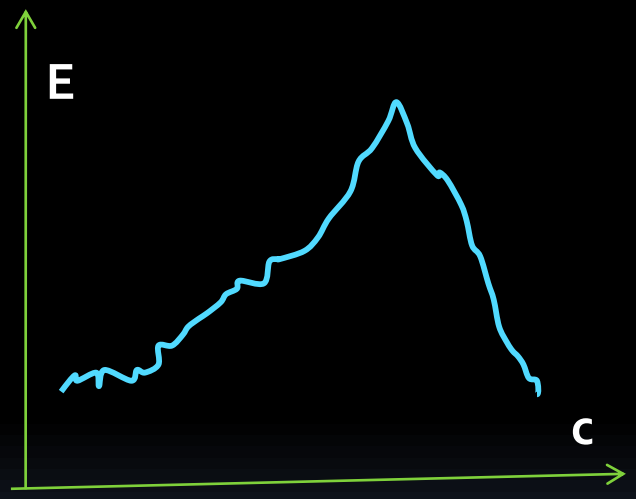
Il faut donc

- un savoir faire expérimentale pour bien faire l'exploration(et ne pas rater les variations)
- une formation, une documentation, des discussions,… pour pouvoir expliquer

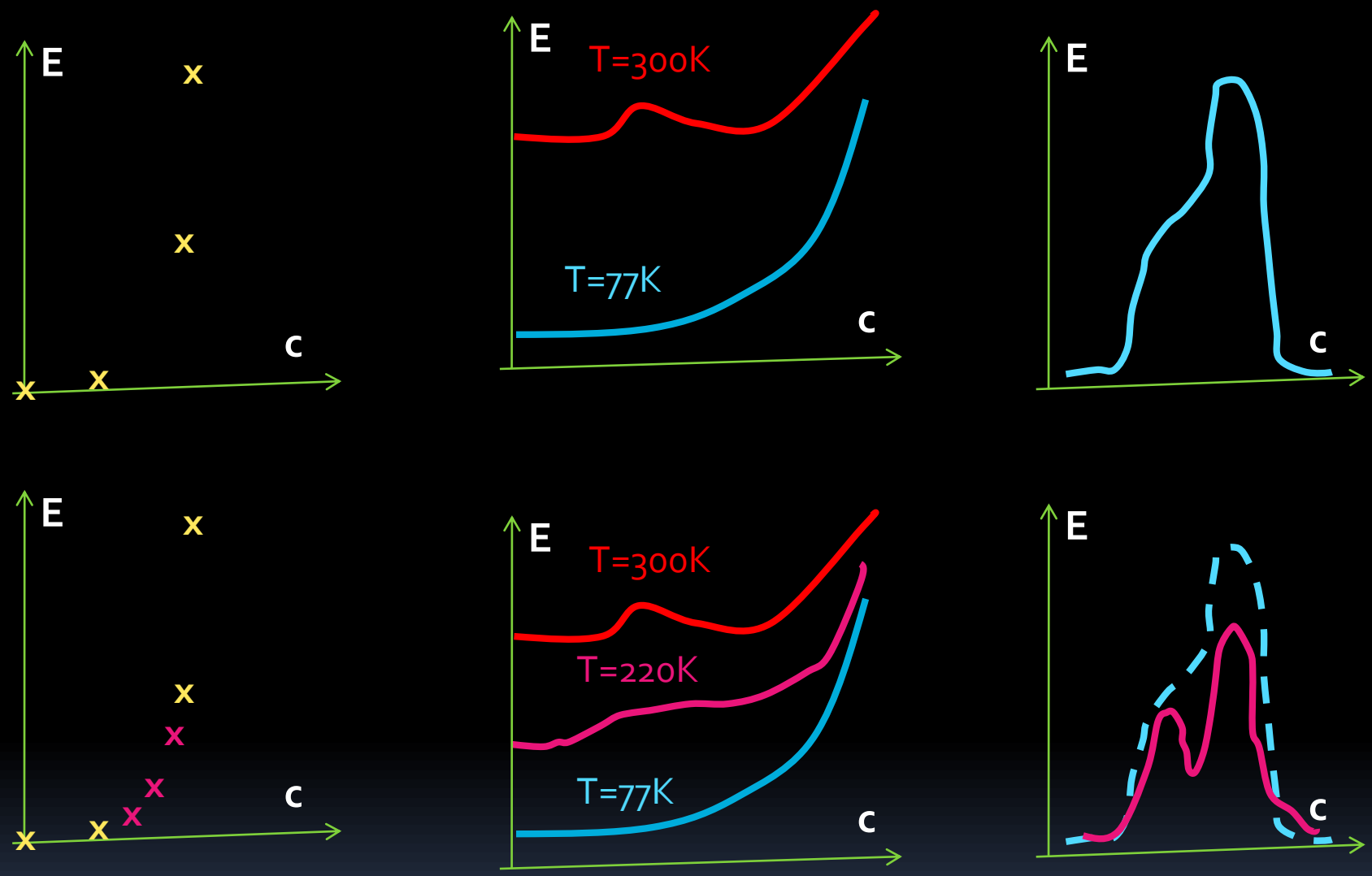
En plus, en physique seuls les écarts ont une signification physique : l'énergie, le potentiel électrostatique, l'entropie , … sont définies à une constante près



Sans interêt
On ne peut rien en déduire



Peut contenir des informations utiles



Le choix du pas de la grandeur cause ou du paramètre est déterminé par l'amplitude de la variation

Plus la variation est importante, plus le pas est faible

Un phénomène dépend en général de plusieurs paramètres

$$G = f(p_1, p_2, p_3, p_4, p_5, p_6)$$

Il faut varier un seul paramètre à la fois (qui sera la cause) et faire des mesures pour différentes valeurs des autres paramètres

$$G = f(p_1) \quad \text{avec } p_i = \text{cte } i \neq 1$$

Pour pouvoir expliquer les résultats, il faut qu'au cours des mesures

- les différents paramètres soient maintenus constants
- les valeurs des paramètres soient conformes à celles considérées dans la théorie
- les hypothèses de la théories soient vérifiées

En conséquence, un banc expérimental est composé :

- **D'instruments pour varier les grandeurs**
- **D'instruments pour maintenir des grandeurs constantes**
- **D'instruments pour se placer dans les hypothèse de la théorie**

4–Classification des techniques de caractérisation

Techniques qualitatives

Montre l'existence d'un phénomène

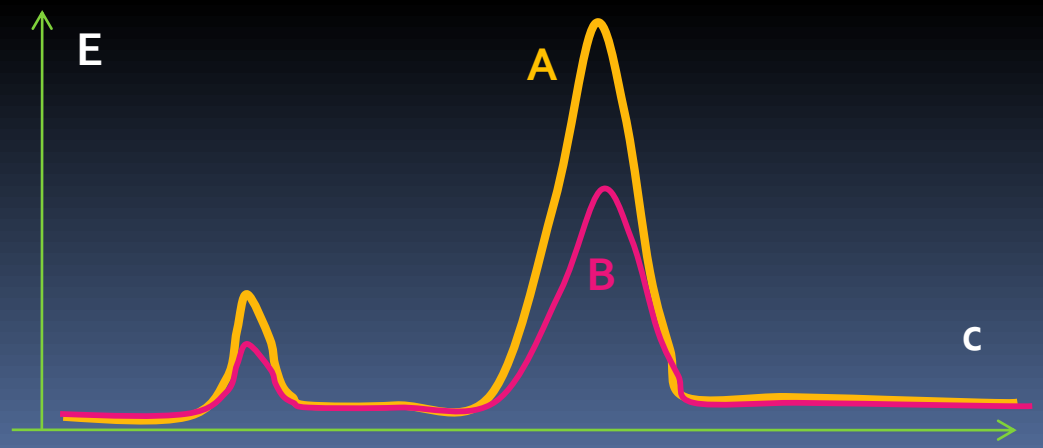
La technique de la pointe chaude détermine le type des porteurs

Techniques quantitatives

Mesure la valeur d'une grandeur

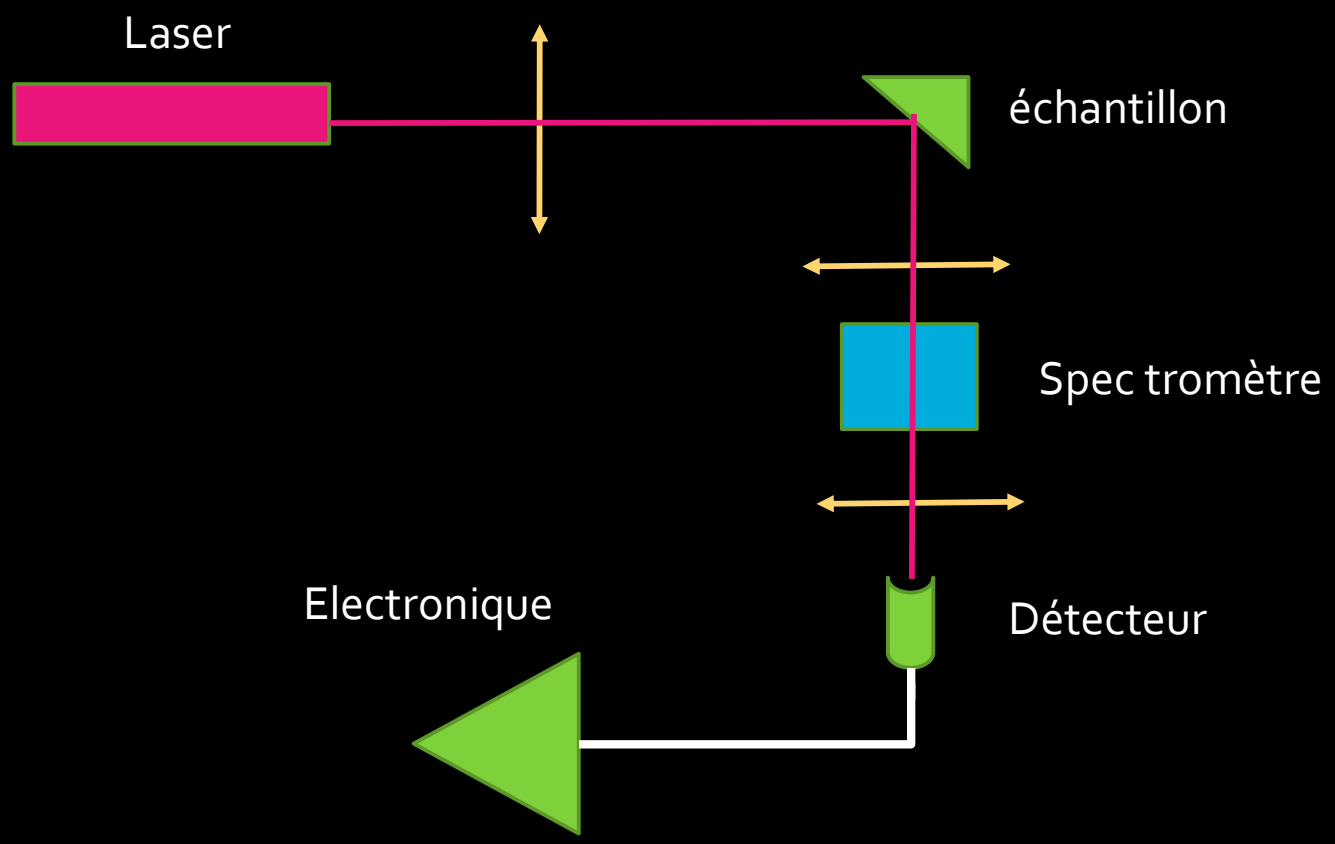
La technique d'effet Hall détermine le type des porteurs et leur concentration

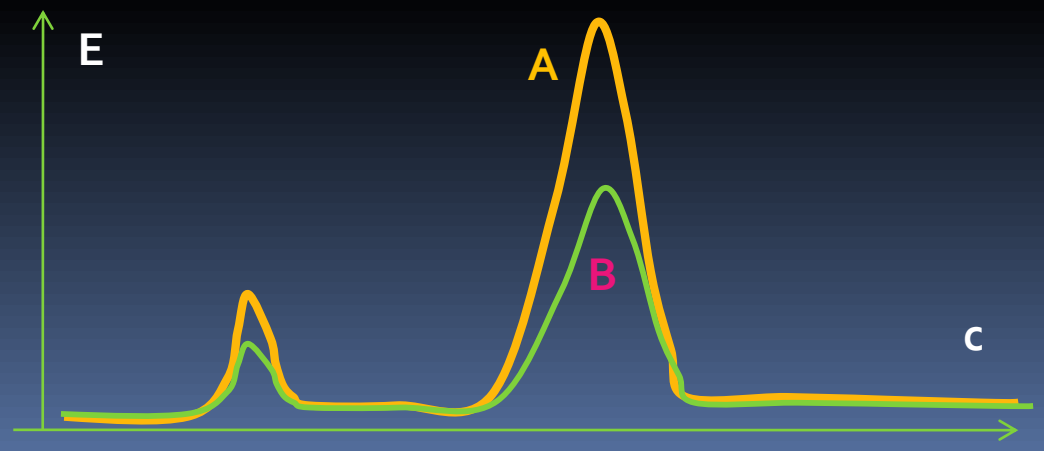
Dans une technique, qualitative on peut faire des comparaisons et estimer les valeurs par étalonnage



Si les expériences sont faites dans les mêmes conditions alors on peut dire :

A est plus luminescent, conducteur, absorbant,… que B


Laser
échantillon
Spec tromètre
Electronique
Détecteur


E
A
B
c

Techniques destructives

Les techniques destructives changent la nature des échantillons

Exemples:

- Microscopie électronique
- Sonde électronique
- SIMS : secondary ion mass spectroscopy
- Analyse thermique différentielle

Les techniques destructives

- soit elles changent la structure de l'échantillon et restent reproductibles
- soit elles ne sont pas reproductibles

Exemple

L'ATD n'est pas reproductible

La microscopie électronique est reproductible

I(V) pour le même échantillon mesurée à 100°C, 150°C, 200°C et 300°C est reproductible

I(V) en fonction de la température du recuit n'est pas reproductible. Il faut 4 échantillons recuits à 100°C, 150°C, 200°C et 300°C respectivement

5—Traitement de base dans les instruments de mesure

Gamme de mesure

Il faut connaître les limites d'utilisation de l'appareil

Fonction de transfert

La sortie en fonction de l'entrée.

Généralement , on s'arrange à avoir un régime linéaire

Sensibilité

Conversion analogique numérique

Temps de réponse

6—Nanomatériaux -Nanotechnologie

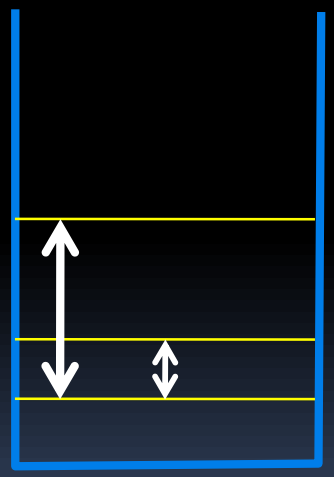
La réduction de la taille à l'échelle nanométrique

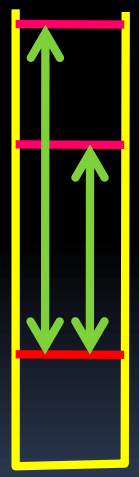
Effet géométrique

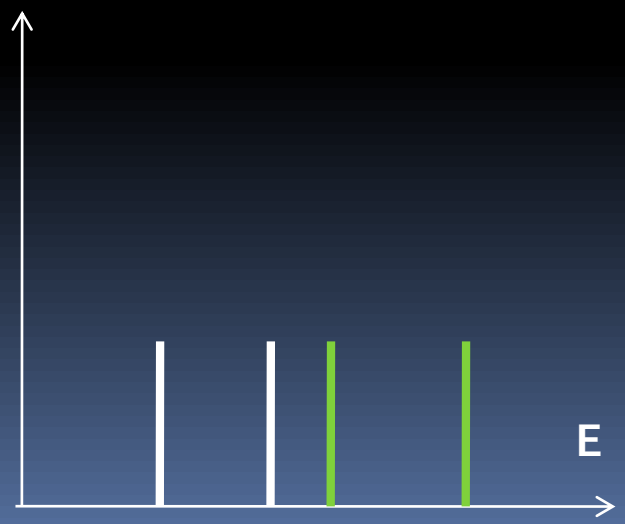
Solubilité
Infiltration,
Homogénéité
.....

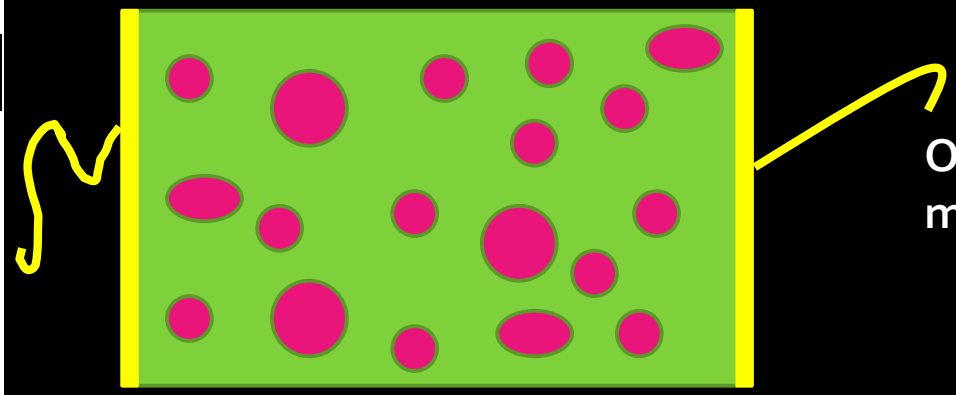
Effet quantique

confinement

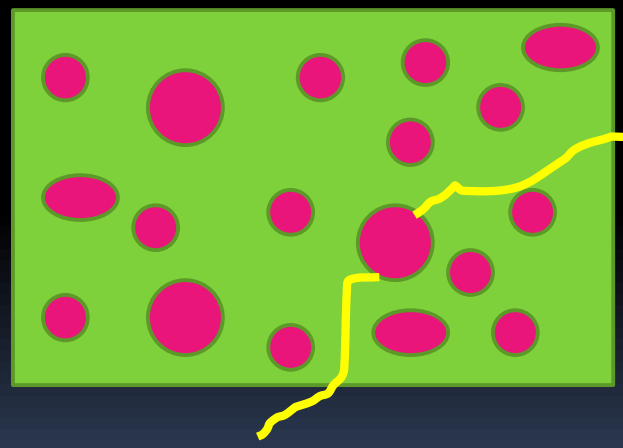




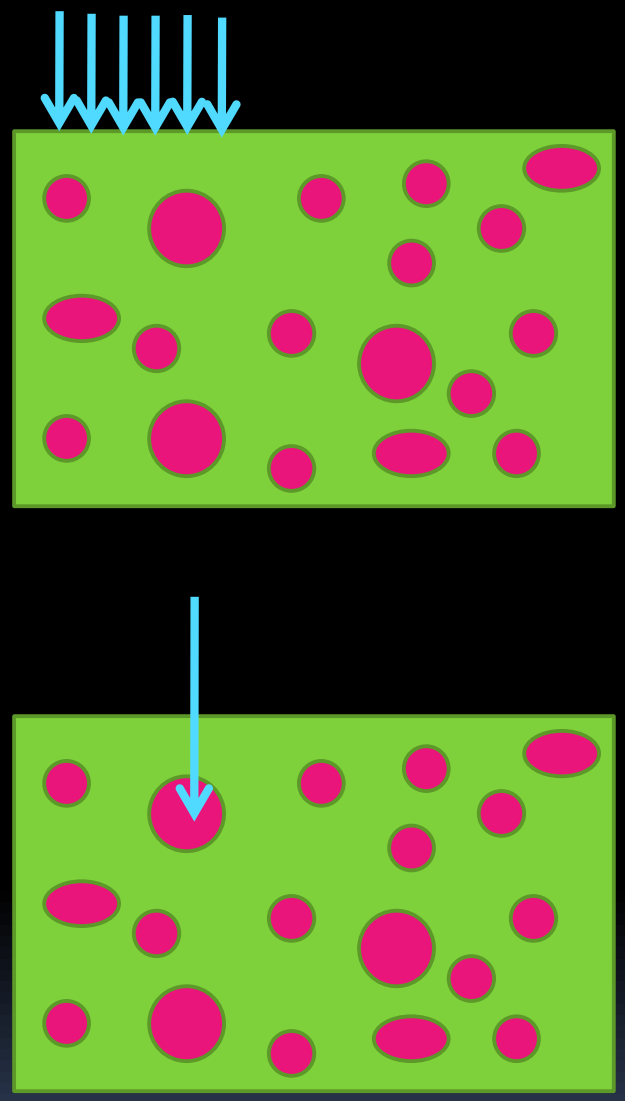


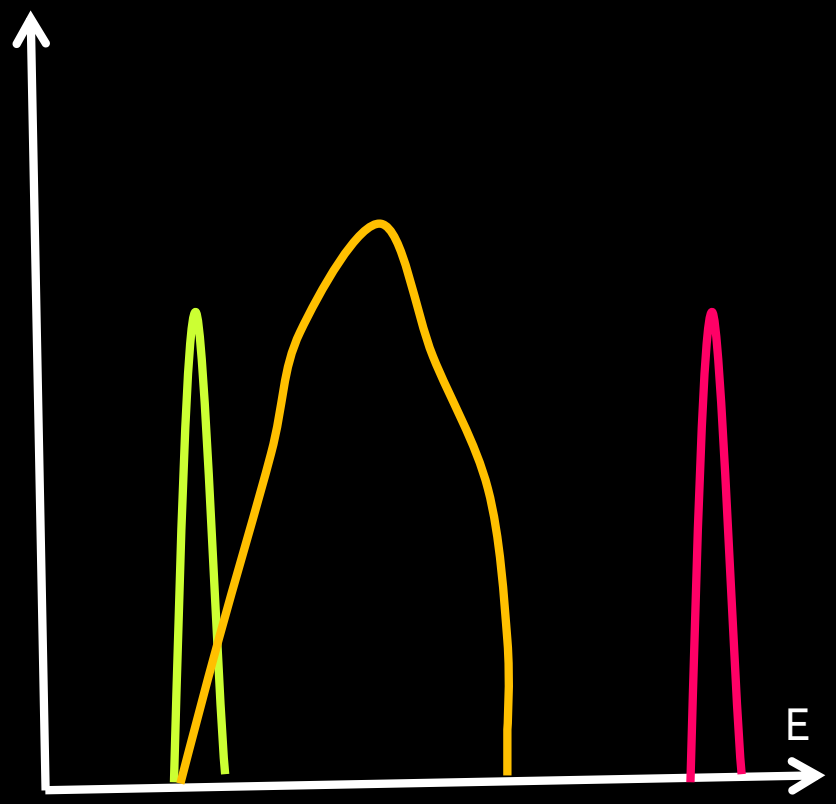


On met en évidence l'effet d'une manière qualitative



Une étude quantitative est possible




E

Kodama et al, *Thermal and Termomechanical Phenomena in Electronic Systems , 2012 13th IEEEE*

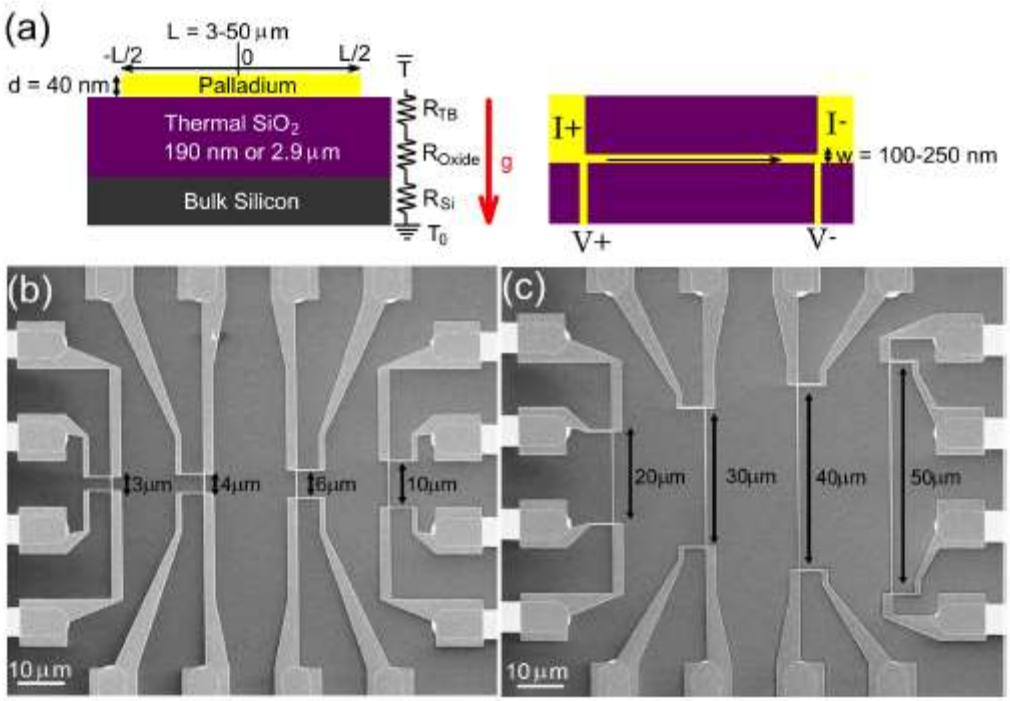


Fig. 1 (a) A schematic of the device structure and measurement. (b), (c) Representative SEM images of Pd nanowire devices fabricated on 190 nm thick SiO_2. The width and thickness of Pd nanowires are 100 and 40 nm, respectively, and the length is 3, 4, 6, 10, 20, 30, 40 and 50 μm from left side.

Keithley :Application note series number 2481

Figure 1: Keithley Model 4200-SCS Semi
the Zyvex S100 Nanomanipulat

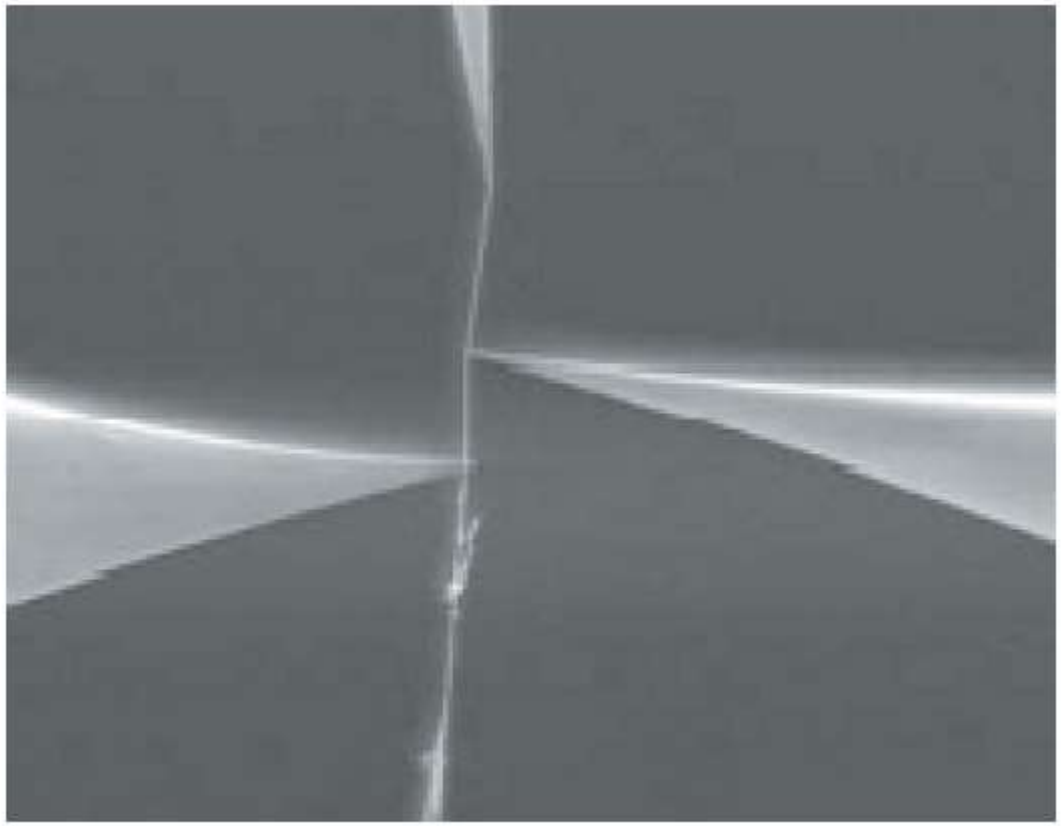


Figure 7: SEM Picture of a Carbon Nanotube Attached to the S100 Probes

Fumagally et al; *Nanotechnology 17 (2006) 4581-4587*

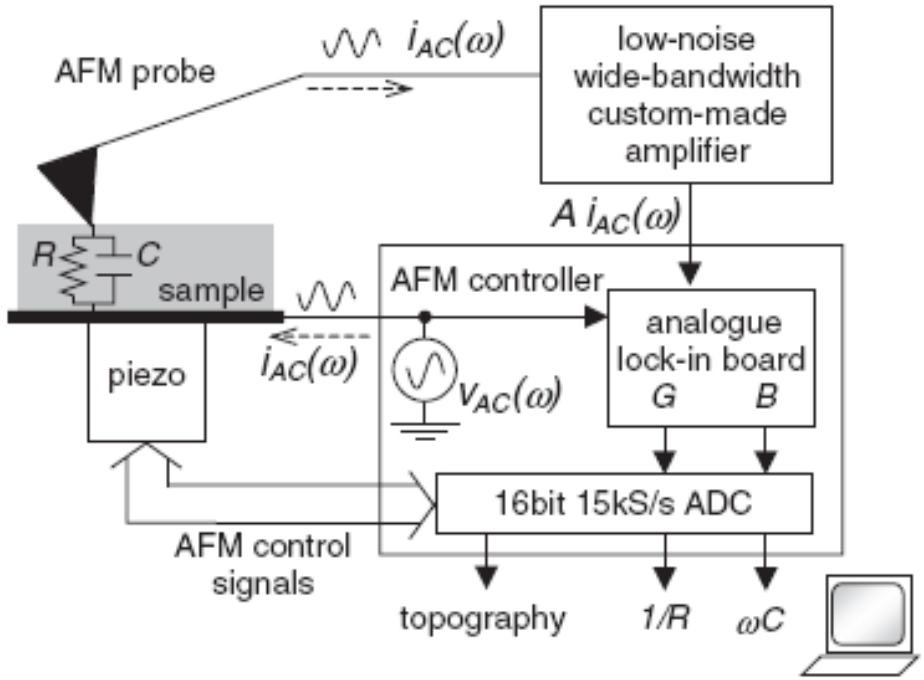


Figure 1. Diagram of the instrumentation for capacitance imaging using ac current sensing AFM. While the AFM tip is maintained in contact with the surface under scanning force control, simultaneous topography and capacitance imaging is performed. A custom-made current-to-voltage amplifier, connected to the AFM tip and coupled to a lock-in board included in the AFM electronics, allows measurement of the admittance, of both the real part G (conductance, $G = 1/R$) and the imaginary part (susceptance, $B = \omega C$), of the sample. The capacitance image is obtained directly from the imaginary component of the admittance.

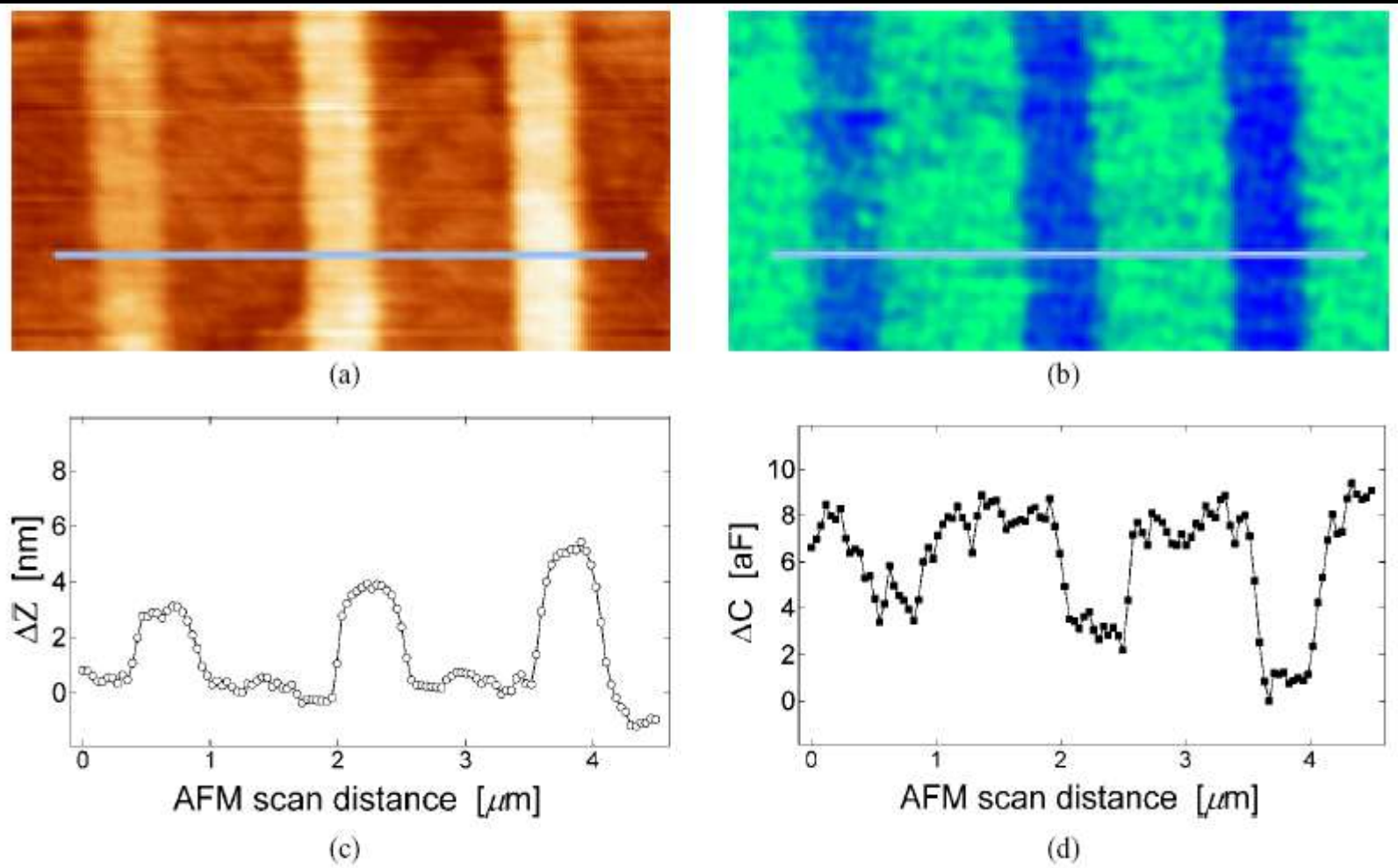
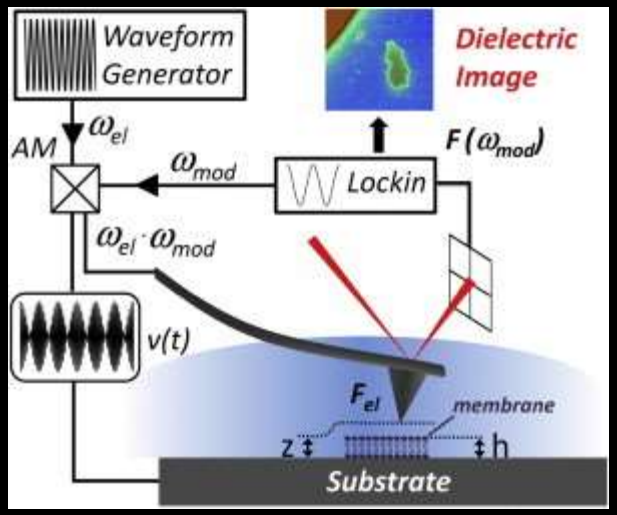


Figure 2. (a) AFM topography image and (b) capacitance image of a nano-structured thin film of silicon oxide used for capacitance measurement at the nanoscale. It consists of a silicon oxide layer of ~5 nm thickness with silicon oxide lines deposited over it (lateral dimension of ~500 nm and ~3 nm, ~4 nm, ~5 nm thick, respectively). Profiles of (c) the AFM topography and (d) the AFM capacitance are given corresponding to the lines indicated in the respective images. Capacitance measurement conditions: ac input voltage signal of 1 V amplitude and 130 kHz frequency and 0 V dc bias; total measured capacitance of ~58 fF. Imaging conditions: 5 μm × 2.5 μm, 128 × 64 pixels; 0.016 Hz scan frequency and ~1 h imaging time.

G. Gramse et al ; *Biophys J. 2013 Mar 19; 104(6): 1257–1262*.

Figure 1

Electrostatic force microscopy setup for measuring local dielectric properties of materials in electrolyte solution. An amplitude-modulated ac-potential with frequency ω_{el} (>MHz) and modulation frequency ω_{mod}(<10 kHz) .



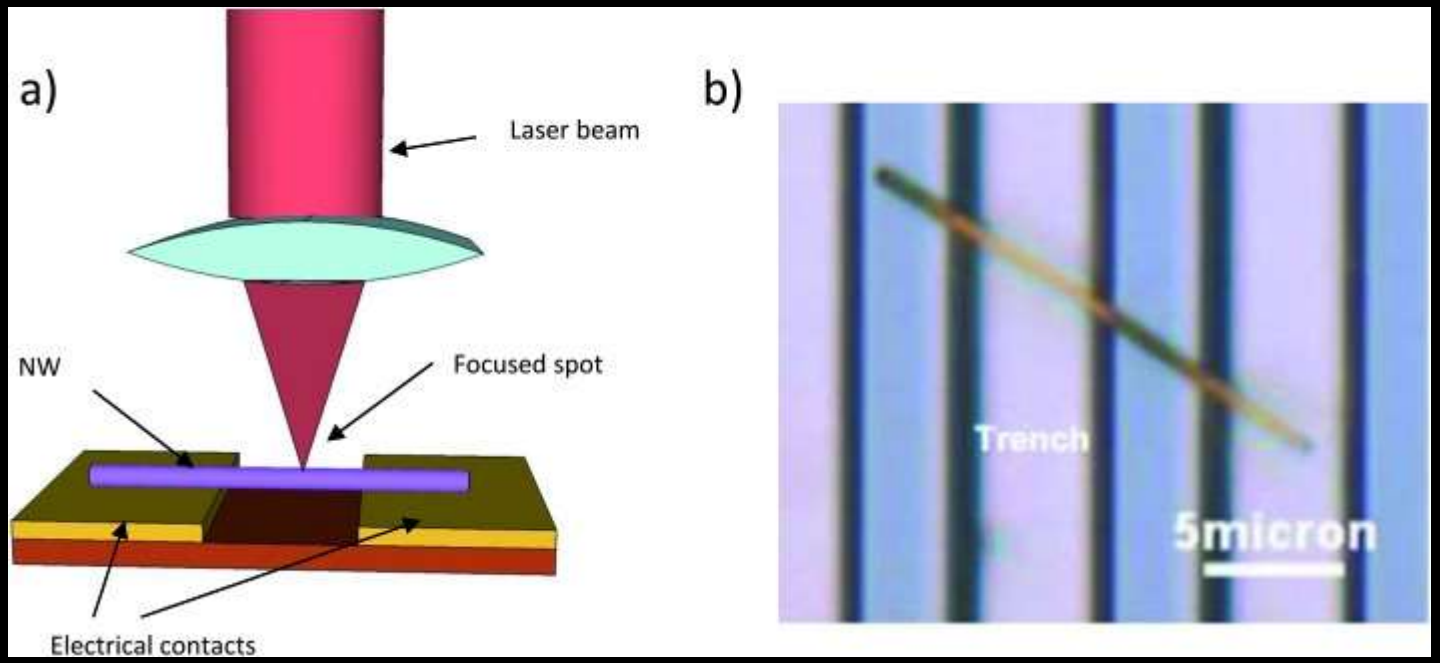
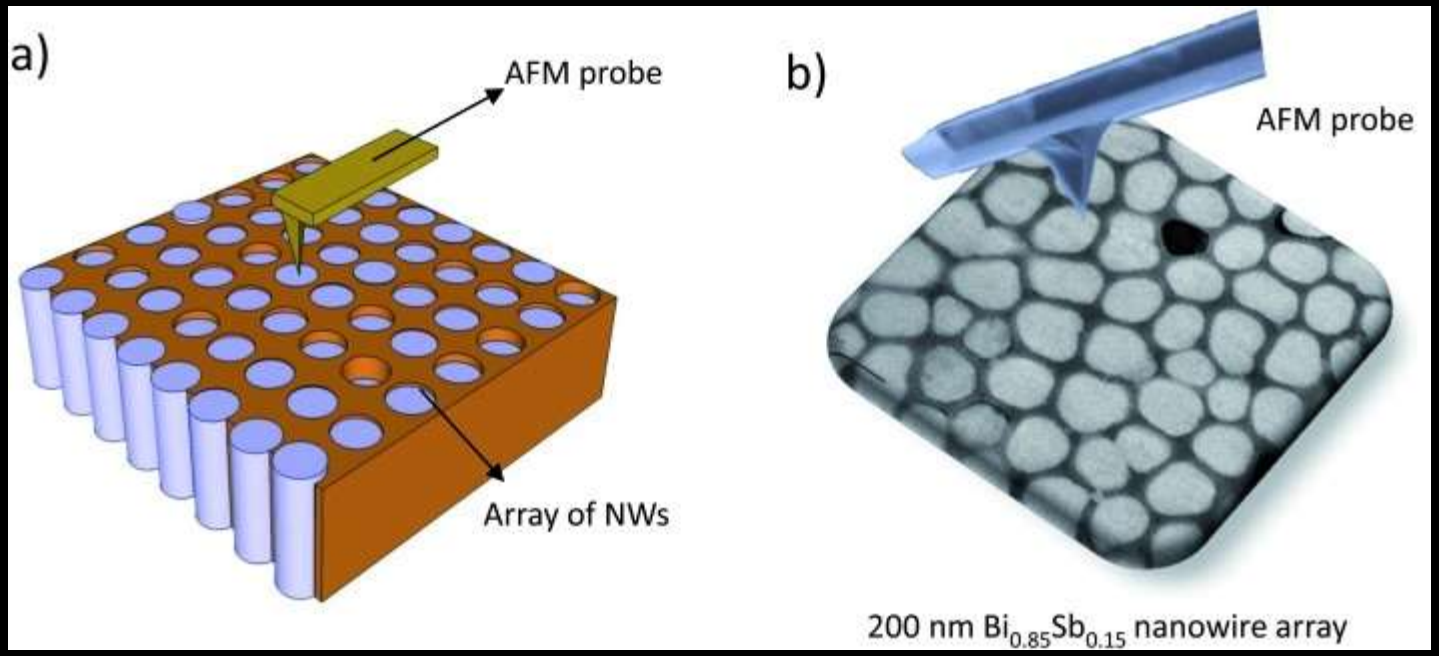


Fig. 4

(a) Schematic view of the experimental set-up used for microphotoluminiscence. (b) Optical image of a suspended CdS nanowire for which microphoto-luminescence spectroscopy was conducted.



(a) Schematics of the positioning of the AFM tip on top of an array of NWs to enable electrical conductivity and Seebeck coefficient measurements. (b) Illustration of an AFM probe scanning 200 nm diameter $Bi_{0.85}Sb_{0.15}$ nanowire array.

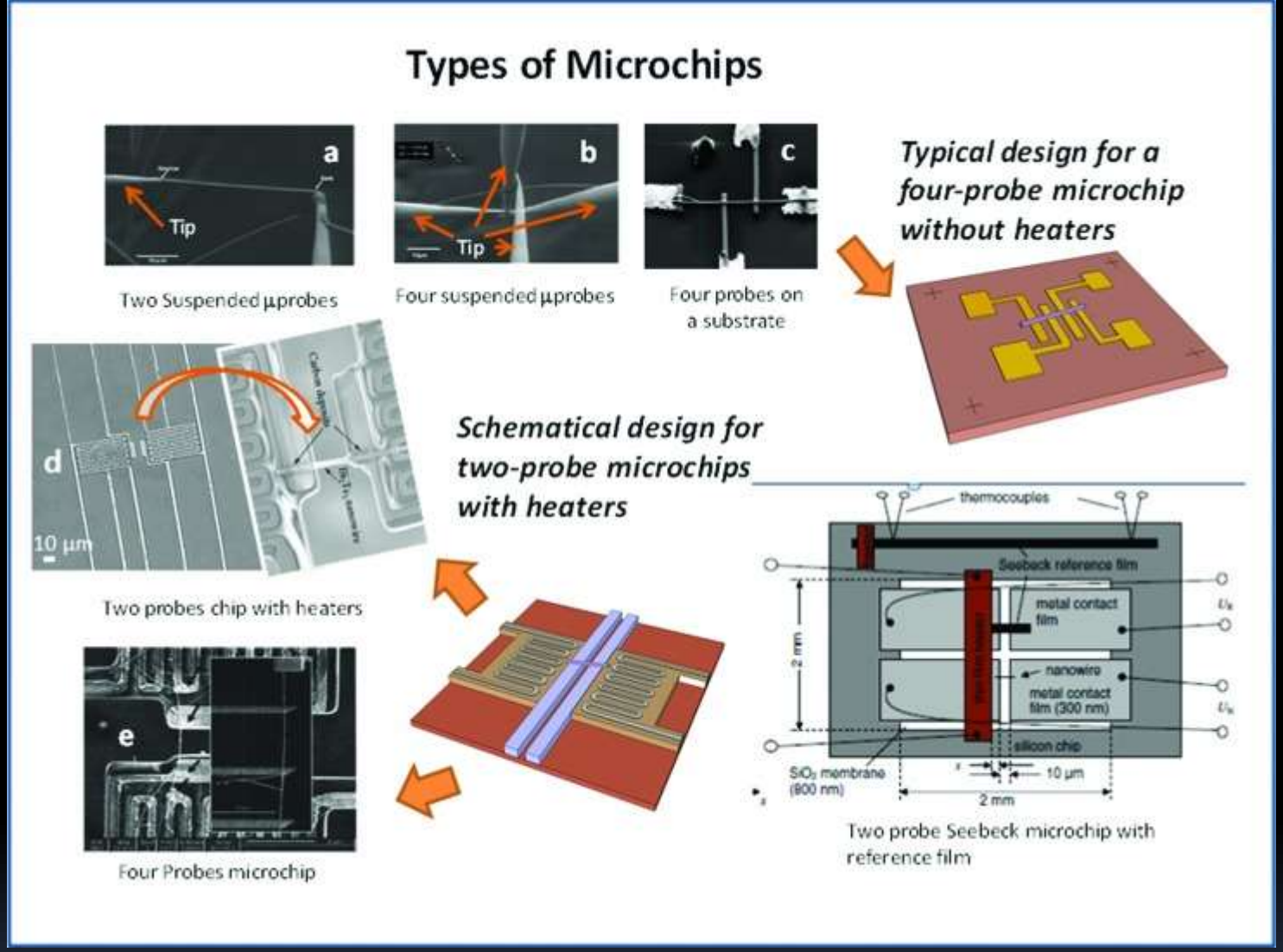


Fig. 2

Main types of microchips used for the measurement of transport properties. The design of the microchip and the technique and methodology of choice highly depend on the transport property to be measured (electrical, thermal or thermoelectrical), on the …

Miguel Muñoz Rojo et al, Nanoscale. 2013 Dec 7; 5(23): 11526–11544.

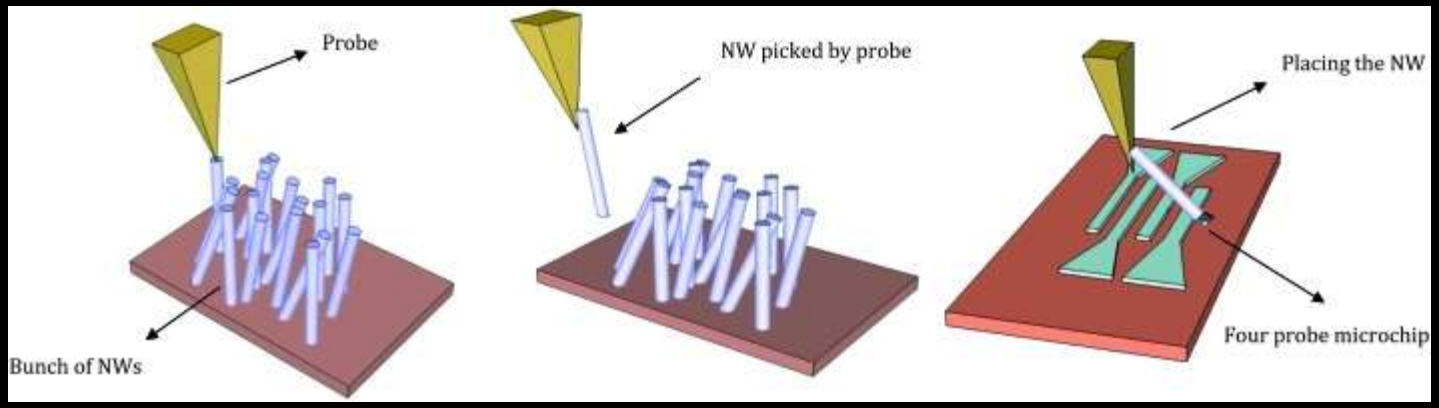


Fig. 1

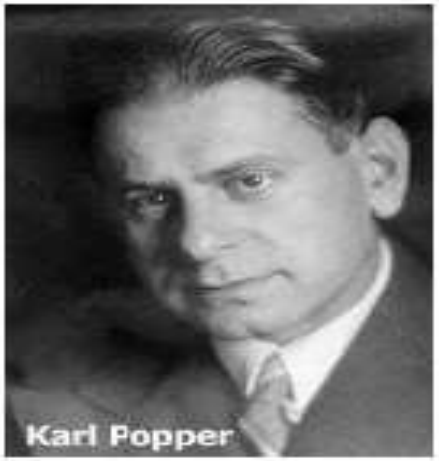
Schematic view of picking and placing a single nanowire for transport property measurements.

Alhazen, 965–1039

La vérité est recherchée pour elle-même.
Et ceux qui la cherchent ne s' intéressent qu'à elle.
Trouver la vérité est difficile, et le chemin qui mène à elle est tortueux.

Popper, 1902-1994

Une théorie qui n'est réfutable par aucun événement qui se puisse concevoir est dépourvue de caractère scientifique.



http://sergecar.club.fr/index.htm

Science = { Connaissances empiriques, théoriques et pratiques de la nature rassemblées selon des méthodes scientifiques }

La physique est une confrontation entre notre pensée et notre perception

La meilleure preuve de l'existence d'un lien de causalité entre deux phénomènes consiste à montrer que l'apparition de l'un de ces phénomènes permet toujours de prédire à l'avance l'apparition de l'autre

Max Planck.