



**HAL**  
open science

# Caractérisation des Interactions entre une Microsphère et une Surface Métalliques aux Echelles Nanométriques.

Gauthier Torricelli

► **To cite this version:**

Gauthier Torricelli. Caractérisation des Interactions entre une Microsphère et une Surface Métalliques aux Echelles Nanométriques.. Physique [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2005. Français. NNT: . tel-00069070

**HAL Id: tel-00069070**

**<https://theses.hal.science/tel-00069070>**

Submitted on 16 May 2006

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**Université Joseph Fourier - Grenoble 1**  
**U.F.R de Physique**

---

**Thèse**

pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université Joseph Fourier Grenoble I**

Discipline: Physique des Matériaux : des Nanostructures aux Grands Instruments

Présentée et soutenue publiquement le 30 Mai 2005

par

Gauthier Torricelli

**Caractérisations des Interactions entre  
une Microsphère et une Surface  
Métalliques aux Echelles  
Nanométriques.**

Composition du jury :

<i>Président :</i>	Jean-Michel Gérard	CEA DRFMC SP2M
<i>Rapporteurs :</i>	Sebastien Gauthier Bernard Legrand	CNRS CEMES CNRS IEMN
<i>Examinatrice :</i>	Elisabeth Charlaix	UCBL LPMC
<i>Directeur de thèse :</i>	Joël Chevrier	UJF LEPES
<i>Co-directeur de thèse :</i>	Fabio Comin	ESRF



## REMERCIEMENTS

S'il vous prenait l'envie irrésistible de lire les quelques 250 pages qui suivent (ou au moins la page 24 si vous êtes un grand fan de Spiderman), vous pourriez peut-être déceler ce que j'ai fait au cours de ces 3 ans et quelques..., comment je l'ai fait, voire même pourquoi je l'ai fait. Il manque néanmoins le plus important, non pas parce que cette page sera (avec la page 24) sans doute la plus lue de ce manuscrit, mais surtout, si vous me permettez de paraphraser un proverbe africain que vous connaissez sûrement : « Pour qu'une thèse aboutisse, il lui faut tout un *entourage* ... » N'ayant pas trouvé pertinent de placer ces quelques mots dans la description du dispositif expérimental (Chapitre IV pour les intéressés...), je vais donc remercier maintenant toutes les personnes qui m'ont permis d'avancer dans la bonne direction pendant ces trois années et qui ont donc une part de responsabilité sur l'aboutissement de la thèse.

« L'étude de la croissance par ablation laser de la surface de symétrie 5 du quasicristal AlPdMn par diffraction RHEED » c'est là que tout a réellement commencé. J'étais face à un nouveau grand mystère de la science : la croissance par ablation (comment diable est-ce possible !). Et oui, je suis un grand naïf ! Quoiqu'il en soit, l'envie de percer cette énigme (enfin résolue...) m'a conduit à rencontrer Joël. Pendant toutes ces années, stage de maîtrise, stage de DEA et enfin thèse, Joël m'a encadré, conseillé, aidé, dirigé (dans la bonne direction), motivé, soutenu, appuyé, assisté, conforté, épaulé, encouragé, réconforté, guidé, revigoré.... Pour tout ça et pour tout le reste, je te remercie.

Alla stessa epoca, ho incontrato Fabio Comin che mi accolto al SSL all'ESRF e per cio tra molte altre cose ti ringrazio.

Je remercie aussi Jean Louis Tholence et Didier Mayou, successivement directeurs du laboratoire, de m'avoir accueilli au LEPES.

Elisabeth Charlaix, Sebastien Gauthier, Bernard Legrand et Jean-Michel Gérard m'ont fait l'honneur de participer à mon jury de thèse. Je les remercie pour leur lecture particulièrement attentive du manuscrit, et pour les discussions que j'ai pu avoir avec eux. De même, je remercie Astrid Lambrecht qui n'a malheureusement pas pu assister à la soutenance mais qui a lu avec attention ce manuscrit et qui de part nos discussions m'a fait découvrir la Force de Casimir.

Depuis mon arrivée, le groupe PicoNewton s'est fortement élargi et je tiens à remercier toutes les personnes que j'ai pu côtoyé au sein du groupe : Raphaëlle Dianoux, Florence Marchi, Charlène Alandi, Emilie Dubard, Michal Hrousek, Sylvain Marlière, Daniela Urma, Jack Smith, Pavel Budau, Frederico Martins... Je remercie tout particulièrement les personnes du groupe qui ont grandement contribué à l'avancé des travaux de thèse soit Martin Stark, Mario Rodrigues et enfin Guillaume Jourdan.

Cette thèse n'aurait pu avancer sans l'aide de Khaled Ayadi qui a assuré avec brio la métallisation des sphères. Je remercie aussi Jacques Marcus, Helena Isern Herrera et Irina Snigireva pour leurs conseils et leurs aides ponctuelles.

Ce travail de thèse s'est déroulé dans l'ambiance sympathique du LEPES et pour cela je remercie toutes les personnes que j'ai côtoyé à la cafete, dans le bureau... soit en vrac : Tomas L-R, Simone F, Laurence M, Thierry G, Julien D, Cécile N, Pascal Q, Philippe C, Karen G, Martine L, Lulu, Marielle L, Céline T, Céline B, Sylvain B, Stephane P, Laurence L, Antonio I, Stecy, Fredrik, Mamadou W, Eva D.F, Jérôme L, Laetitia M.....(j'en ai sûrement oubliés...)

J'ai oublié précédemment quelques membres actifs du LEPES non pas que je ne veuille pas les remercier mais c'est surtout que je tiens à les remercier énormément. Les raisons dépassent largement le cadre du laboratoire et seraient beaucoup trop longues à énumérer, surtout je suis sûr d'en oublier un wagon : Alors je fais un GIGANTISSIME MERCI à Pierre, Aude et Jean-Yves pour la totalité de leur oeuvre.

Il y a une vie après le labo et le soutien des amis est une clé de la réussite alors un ENORME MERCI à mes amis grenoblois, de même il serait superflu de donner une raison et il serait impossible d'énumérer toutes les raisons de remercier Eric, Delphine Br , Delphine Be, Tom « le coloc » et propriétaire d'un monstre félin du doux nom de Laïa, Fab, Betz, Laure, Olivier R, Stephanie G et Patrice.

Olivier S tu es un ancien membre du LEPES et ami ancien Grenoblois, j'aurai pu te mettre dans le GIGANTISSIME MERCI ou dans l'ENORME MERCI, c'est pourquoi je tranche et je te mets à part dans un énorme KÖSSÖNÖM.

Anto, ti ho incontrato al LEPES, necessariamente, eravamo nello stesso ufficio, ma per me non fai parte del labo ma della mia vita. Grazie per il tuo sostegno e di essere tu.

Enfin je remercie ma famille qui me soutient depuis si longtemps (environ 28 ans sauf pour les plus jeunes). Alors merci à ma Maman, Bonne Maman, Laurent, Franck, Yannick, Patrick, Roselyne, Marie et enfin je te remercie et je te dédie ce travail Papa :

à mon père....





<b>INTRODUCTION</b>	<b>11</b>
<hr/>	
<b>CHAPITRE I. INTRODUCTION A LA MESURE DE FORCES FAIBLES</b>	<b>13</b>
<hr/>	
<b>I.1. LES FORCES MISES EN JEU</b>	<b>13</b>
I.1.1. LA FORCE DE CASIMIR/VAN DER WAALS	15
I.1.2. LA LIAISON CHIMIQUE	20
I.1.3. LA FORCE DE GRAVITE	29
I.1.4. LA FORCE ELECTROSTATIQUE	30
I.1.5. LA PRESSION DE RADIATION	34
I.1.6. LES FROTTEMENTS VISQUEUX	38
<b>I.2. STRATEGIES DES MESURES DE FORCES</b>	<b>39</b>
I.2.1. FORCES A LONGUES PORTEES	40
I.2.1.1. Exemples de mesures de la force électrostatique	40
I.2.1.2. Exemples de mesures de la force de gravité	41
I.2.2. FORCES A COURTES PORTEES	42
I.2.2.1. Mesures avec un microlevier.	43
I.2.2.2. Mesures avec un diapason.	46
I.2.2.3. Mesures avec des microsystèmes.	47
<b>RÉFÉRENCES CHAPITRE I:</b>	<b>49</b>
<b>CHAPITRE II. LA MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE</b>	<b>53</b>
<hr/>	
<b>II.1. LE MODE STATIQUE</b>	<b>54</b>
II.1.1. PRINCIPE	54
II.1.2. LES COURBES DE FORCES	55
II.1.3. IMAGERIE EN MODE CONTACT	57
<b>II.2. LE MODE DYNAMIQUE</b>	<b>58</b>
II.2.1. PRINCIPE	58
<b>II.3. MESURES QUANTITATIVES DE FORCES FAIBLES AVEC UN AFM</b>	<b>61</b>
<b>REFERENCES CHAPITRE II</b>	<b>65</b>
<b>CHAPITRE III. LA FORCE DE CASIMIR</b>	<b>67</b>
<hr/>	
<b>III.1. DESCRIPTION THEORIQUE.</b>	<b>67</b>
III.1.1. FORCE DE VAN DER WAALS ENTRE DEUX ATOMES.	67
III.1.2. LA FORCE DE CASIMIR DANS LE CAS IDEAL.	74
III.1.2.1. Fluctuations du vide et force de Casimir	74
III.1.2.2. Pression de radiation exercée par les fluctuations du vide	75
III.1.3. LA FORCE DE CASIMIR DANS LE CAS REEL.	77
III.1.3.1. Force de Casimir entre deux miroirs diélectriques	77
III.1.3.2. Corrections de conductivité.	80
III.1.3.3. Corrections thermiques	84
III.1.3.4. Corrections Géométriques	86
<b>III.2. TOUR D'HORIZON DES MESURES DE LA FORCE DE CASIMIR.</b>	<b>88</b>
<b>REFERENCES CHAPITRE III:</b>	<b>97</b>
<b>CHAPITRE IV. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX</b>	<b>99</b>
<hr/>	
<b>IV.1. PREPARATION DU MICROCAPTEUR SPHERE-MICROLEVIER DE SILICIUM</b>	<b>99</b>
IV.1.1. PREPARATION DES SPHERES.	100



IV.1.1.1. Choix des Microleviers	100
IV.1.1.2. Choix de la colle : Compatibilité avec l'ultra vide.	104
IV.1.1.3. Collage des spheres : Positionnement	104
IV.1.1.4. Métallisation des sphères	107
IV.1.2. CONTROLE ET INFLUENCES DU COLLAGE ET DE LA METALLISATION DES SPHERES	108
IV.1.2.1. Propriétés mecaniques et dynamiques	108
IV.1.2.2. Propriétés electriques.	112
<b>IV.2. MISE EN EQUILIBRE ELECTRIQUE DU SYSTEME SPHERE/SURFACE : DETECTION MECANIQUE DU FEMTOAMPERE</b>	<b>113</b>
IV.2.1. INTRODUCTION	113
IV.2.2. DONNEES BRUTES	114
IV.2.3. TRAITEMENT DES DONNEES	115
IV.2.4. ANALYSE	117
IV.2.5. RESULTATS	121
IV.2.6. CONCLUSION	123
<b>IV.3. PREPARATION DE SURFACE</b>	<b>124</b>
<b>IV.4. DISPOSITIFS DE MESURES DE FORCES</b>	<b>126</b>
IV.4.1. AFM OMICRON SOUS ULTRA VIDE	126
IV.4.1.1. Description de L'AFM Omicron	126
IV.4.1.2. Description du bâti sous ultra vide	128
IV.4.2. DETECTION AVEC UN DIAPASON	129
IV.4.2.1. Description du diapason	129
IV.4.2.2. Dispositif expérimental	131
<b>REFERENCES CHAPITRE IV:</b>	<b>135</b>

---

## **CHAPITRE V. ANALYSE DE LA MESURE** **137**

<b>V.1. SENSIBILITE DE LA MESURE : LIMITES FONDAMENTALES DE LA DETECTION DE FORCES .</b>	<b>138</b>
V.1.1. LA DENSITE SPECTRALE	138
V.1.1.1. Definition	138
V.1.1.2. Mesure de la densité spectrale	142
V.1.2. LE BRUIT THERMIQUE (MOUVEMENT BROWNIEN)	144
<b>V.2. LES DIFFERENTES SOURCES DE BRUITS LIES A LA DETECTION</b>	<b>150</b>
V.2.1. LE BRUIT JOHNSON	150
V.2.2. LE BRUIT EN 1/F	151
V.2.3. LE BRUIT DE GRENAILLE	152
<b>V.3. INFLUENCES DU BRUIT SUR NOS MESURES</b>	<b>153</b>
V.3.1. SENSIBILITE EN MODE STATIQUE	154
V.3.2. LE BRUIT EN MODE RESONANT	157
<b>V.4. BRUIT EN RETOUR INDUIT PAR LE SYSTEME DE MESURE (BACK ACTION) :</b>	<b>159</b>
V.4.1. INTRODUCTION :	159
V.4.2. DESCRIPTION DE L'EXPERIENCE :	161
V.4.3. RESULTAT ESSENTIEL :	162
V.4.4. INTERPRETATION DE CE RESULTAT :	163
V.4.5. CONCLUSION :	166
<b>V.5. DISSIPATION DUE AU COUPLAGE AVEC LE RAYONNEMENT THERMIQUE DANS LE CHAMP PROCHE</b>	<b>168</b>
V.5.1. INTRODUCTION	168
V.5.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX	171
V.5.3. PRESENTATION DE L'AJUSTEMENT ISSU DE LA REFERENCE [20]	173
<b>REFERENCES CHAPITRE V:</b>	<b>177</b>

---

## **CHAPITRE VI. MESURES QUANTITATIVES DE FORCES FAIBLES EN MODE STATIQUE.** **179**

<b>VI.1. DETERMINATION DE LA DISTANCE ABSOLUE ET DE LA CONSTANTE DE RAIDEUR DU MICROLEVIER.</b>	<b>179</b>
VI.1.1. DETERMINATION DE LA DISTANCE ABSOLUE	179
VI.1.2. CALIBRAGE DE LA PHOTODIODE.	185
VI.1.3. DETERMINATION DE LA CONSTANTE DE RAIDEUR	187
<b>VI.2. MESURE DE LA FORCE CAPACITIVE EN FONCTION DE LA DISTANCE</b>	<b>191</b>
<b>VI.3. DIFFICULTES ET LIMITES DES MESURES EN MODE STATIQUE</b>	<b>197</b>
VI.3.1. VARIATIONS DU SIGNAL DE DEFLEXION	198
VI.3.2. CONTROLE DE LA DISTANCE	200
<b>REFERENCES CHAPITRE VI:</b>	<b>203</b>
<b><u>CHAPITRE VII. MESURE DE FORCE EN MODE DYNAMIQUE AVEC UN MICROLEVIER</u></b>	<b><u>205</u></b>
<hr/>	
<b>VII.1. COMPORTEMENT DYNAMIQUE D'UN OSCILLATEUR</b>	<b>206</b>
VII.1.1. MODES DE VIBRATION D'UN MICROLEVIER	206
VII.1.2. DECALAGE DE LA FREQUENCE DE RESONANCE PAR UN GRADIENT DE FORCE.	209
VII.1.3. COURBES DE RESONANCES	211
<b>VII.2. DIFFICULTES DE LA MESURE EN MODE DYNAMIQUE</b>	<b>214</b>
VII.2.1. DIFFICULTES EN MODE FM-AFM DE L'ELECTRONIQUE OMICRON.	215
VII.2.1.1. Amplitude d'excitation	215
VII.2.1.2. Choix de la fréquence d'excitation.	219
VII.2.2. DIFFICULTES DES MESURES DE COURBES DE RESONANCE AVEC UNE DETECTION SYNCHRONE.	220
VII.2.3. SYNTHÈSE	224
<b>VII.3. RESULTATS</b>	<b>225</b>
VII.3.1. COUPLAGE CAPACITIF	225
VII.3.2. VAN DER WAALS/CASIMIR.	229
VII.3.2.1. Mesures de la force de Van der Waals/Casimir en mode FM-AFM.	229
VII.3.2.2. Mesures de courbes d'amplitude sous l'effet de la force de Van der Waals/Casimir.	235
VII.3.2.3. Mesures de la force de Van der Waals/Casimir par la mesure du bruit thermique.	237
<b>REFERENCES CHAPITRE VII:</b>	<b>241</b>
<b><u>CHAPITRE VIII. MESURE DE FORCE EN MODE DYNAMIQUE AVEC UN DIAPASON</u></b>	<b><u>243</u></b>
<hr/>	
<b>VIII.1. MESURES DE FORCES CAPACITIVES A DISTANCE FIXE.</b>	<b>245</b>
<b>VIII.2. COURBES D'APPROCHE RETRAIT.</b>	<b>250</b>
<b>REFERENCES CHAPITRE VIII:</b>	<b>255</b>
<b><u>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</u></b>	<b><u>257</u></b>
<hr/>	



# INTRODUCTION

Ces dernières années, les MEMS et NEMS (Micro et Nano Electro Mechanical Systems) connaissent un développement important notamment dans le cadre de la Nanomécanique. Leurs applications vont de la détection locale, à l'actuation, en passant par la mise en œuvre d'accéléromètre, de système de nanodéplacements, de micromoteur, de résonateur. Le bon fonctionnement de ces MEMS/NEMS est soumis au contrôle des interactions de surfaces séparées par des distances de l'ordre de 100 nm à 1  $\mu\text{m}$ . Ces forces peuvent être de nature variée (Van der Waals, Casimir, électrostatique, capillaire, magnétique,...). On peut contrôler les forces électrostatiques, capillaires, magnétiques, l'adhésion s'il n'y a pas contact mais les forces de Van der Waals et l'effet Casimir sont inévitables. Si les surfaces en regard sont micrométriques, ces perturbations peuvent changer notablement le comportement des MEMS/NEMS (collage des surfaces par instabilité mécanique, déplacement de la fréquence de résonance pour des oscillateurs,...)

Parallèlement, la sensibilité des systèmes de mesures de forces a augmenté drastiquement, pouvant atteindre quelques  $fN/\sqrt{\text{Hz}}$ . Grâce à ces fortes sensibilités, la détection de force faible et à grande distance a connu un développement majeur. L'AFM fait parti de ces systèmes, qui ont permis d'énormes progrès pour les mesures des forces faibles à grande distance.

Le travail réalisé au cours de cette thèse a pour but la mesure quantitative par AFM de la force de Casimir entre une microsphère métallisée et une surface métallique :

Le premier chapitre constitue une introduction à la mesure de forces. D'une part, nous décrivons et comparons les forces qui peuvent interagir entre la sphère et la surface. Ensuite, nous décrivons des dispositifs de mesure de force.

Dans le deuxième chapitre nous décrivons le principe de fonctionnement d'un microscope à Force Atomique, ainsi que la stratégie de mesure employée au cours de ce travail.

Dans le troisième chapitre, nous effectuons une description de la force de Casimir ainsi que des expériences récentes.

Dans le quatrième chapitre, nous décrivons les dispositifs expérimentaux utilisés au cours de cette thèse (AFM commercial Omicron et un AFM basé sur un diapason mis au point à l'ESRF). Nous décrivons la méthode de préparation des systèmes sphère-microlevier.

Le chapitre cinq décrit l'étude de la sensibilité et du bruit de nos mesures.

Dans le chapitre six sont décrits les mesures quantitatives de force en mode statique.

Les mesures de force en mode dynamique sont décrites dans le chapitre sept en ce qui concerne les mesures avec un microlevier et dans le chapitre huit pour les mesures avec un diapason.

# CHAPITRE I. INTRODUCTION A LA MESURE DE FORCES FAIBLES

## I.1. LES FORCES MISES EN JEU

Le but de cette thèse est la mesure quantitative de la force de Casimir/Van der Waals. Il faut alors définir une méthode de mesure permettant d'une part, d'identifier cette force particulière et donc de la séparer des différentes autres interactions, et d'autre part d'analyser quantitativement sa mesure. Avant tout, nous constatons qu'il a fallu attendre 1958 pour que Spaarnay [1] mesure qualitativement (figure 1.1) pour la première fois la force de Casimir alors que Cavendish déjà en 1758 puis Millikan en 1911 ont pu déterminer avec précision la constante universelle de gravitation pour le premier et la charge élémentaire pour le second. Pourtant, les forces mises en jeu sont dans les mêmes ordres de grandeur (nN) comme nous allons ici le préciser.

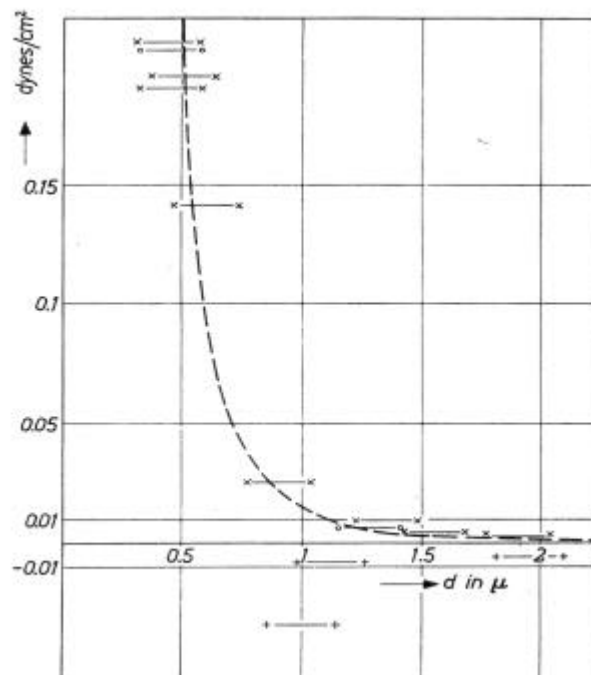


Figure 1.1: Mesure de la force de Casimir entre deux plaques parallèles issue de la référence [1]. Les barres horizontales indiquent la grande incertitude sur la distance réelle entre les 2 plaques.

Nous allons dans un tour d'horizon mettre l'accent sur deux points :

- ✓ l'influence de la constante de couplage dans la détermination de la force (comparaison entre la gravité et l'électromagnétisme)
- ✓ la portée courte ou longue de l'interaction.

La force de Casimir/Van der Waals est essentiellement une force à courte portée (elle est décrite par une loi de puissance,  $z^{-n}$ , avec  $n > 2$ ). Par contre, les forces de gravité et électrostatique sont l'exemple type des forces à longue distance, en  $z^{-2}$ . C'est cette différence de portée qui explique cet écart historique pour l'essentiel. Les stratégies de mesures pour les forces agissant aux grandes distances sont réalisables à l'échelle macroscopique. Inversement une stratégie adaptée à la mesure de la force de Casimir relève de la nanophysique et des nanosystèmes. Cette simple remarque explique certainement en grande partie la popularité actuelle de la force de Casimir. La mise en place de la Nanomécanique rend possible la mesure quantitative. Le développement des microsystèmes voire des nanosystèmes (dont l'acronyme anglais est MEMS et NEMS pour Micro/Nano ElectroMechanical System) rend nécessaire cette mesure dans le but de faire fonctionner des systèmes mécaniques microniques.

Nous allons décrire dans ce qui suit les principales forces mises en jeu en vue essentiellement de déterminer et de comparer les échelles auxquelles elles se manifestent. Ceci va nous permettre de décrire et d'analyser dans le paragraphe suivant les stratégies de mesure qui en découlent.

Les forces que nous considérons sont :

- ✓ la force de Casimir/van der Waals
- ✓ la liaison covalente à très courte distance
- ✓ la force de gravitation
- ✓ la force électrostatique
- ✓ la pression de radiation
- ✓ le frottement visqueux

### I.1.1. LA FORCE DE CASIMIR/VAN DER WAALS

La force de Casimir/van der Waals est liée aux fluctuations de point zéro des électrons confinés dans un atome ou un solide. De fait, une description plus détaillée de cette force nécessite un traitement quantique du couplage électron photon sur lequel nous reviendrons dans le chapitre III. Toutefois, afin de déterminer une stratégie de mesure, nous nous limiterons ici à une approche classique issue de la référence [2] qui permet de souligner des caractéristiques essentielles de la force en vue de sa mesure:

Considérons, le plus simplement, un atome d'hydrogène au voisinage d'une surface métallique. L'atome d'hydrogène possède une charge positive (+e) et une charge négative (-e). La polarisation de la surface métallique écrantant le champ extérieur sur une échelle nanométrique est couramment décrite par des charges images de signes opposés dans le métal (cf.figure.1.2). Cette distribution de charges reproduit exactement les lignes du champ électrique à l'extérieur du métal créé par la proximité de l'atome d'hydrogène et de la surface métallique. Comme c'est bien connu, cette approche simple qui réduit le problème à un exercice d'électrostatique a pour inconvénient de briser la symétrie entre les fluctuations de charges dans l'atome et dans la surface. Mais cette symétrie réapparaîtra dans quelques lignes.

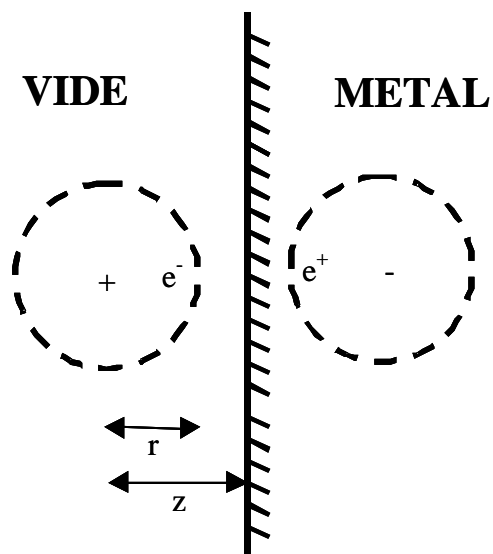


Figure 1.2: Un atome d'hydrogène dans le vide au voisinage d'une surface métallique induit une charge image dans le métal.



Dans ces conditions et pour un modèle non retardé d'interaction entre les différentes charges, l'énergie totale électrostatique  $U$  s'écrit :

$$U = \frac{1}{2} \left[ -\frac{e^2}{2z} - \frac{e^2}{2(z-r)} + \frac{e^2}{2z-r} + \frac{e^2}{2z-r} \right] \quad (1.1)$$

En développant au premier ordre en puissance de  $r/z$ , nous obtenons :

$$U = -\frac{1}{8} \frac{e^2 r^2}{z^3} \quad (1.2)$$

La valeur de l'énergie ainsi trouvée fait apparaître le terme  $er$  correspondant au dipôle créé par deux charges opposées séparées de la distance  $r$ . Classiquement ce dipôle n'a aucune existence. En effet, dans ces considérations les barycentres des charges positifs et négatives sont toujours confondus en moyenne. Bien que très simple, ce modèle nous permet toutefois, d'une part de vérifier que cette force est attractive et d'autre part de déterminer la dépendance en  $1/z^3$  de l'interaction entre un atome neutre et une surface. Toutefois pour déterminer correctement le préfacteur incluant la constante de Planck, il faut considérer un modèle plus élaboré. Ainsi nous pouvons réécrire l'énergie totale :

$$U = -\frac{C_V}{z^3} \quad (1.3)$$

On peut aller un cran plus loin en introduisant toujours très simplement la réponse dynamique des électrons de la surface par un modèle de Drude. Dans une approximation de type Fresnel ( $c \rightarrow +\infty, k \rightarrow 0$ ) la polarisation image s'écrit simplement en fonction du coefficient de

réflectivité de Fresnel de la surface pour  $R_F = \frac{\varepsilon(\omega) - 1}{\varepsilon(\omega) + 1}$  :

$$P_{image}(\omega) = -\frac{\varepsilon(\omega) - 1}{\varepsilon(\omega) + 1} P_{atome}(\omega) \quad (1.4)$$

(Dans le modèle de Drude pour  $\varepsilon(\omega) \rightarrow -\infty$  ce qui correspond à  $P_{image}(\omega) \rightarrow -P_{atome}(\omega)$ ).

De manière symétrique, une fluctuation de charge dans la surface induit une polarisation de l'atome décrite par sa polarisabilité  $\alpha(\omega)$ . Ainsi dans cette vision, en intégrant sur toutes les

fréquences, on obtient pour l'interaction de van der Waals entre un atome et une surface un produit  $C_V$  symétrique entre l'atome et la surface:

$$C_V \propto \int_0^{+\infty} \alpha(\omega) \frac{\epsilon(\omega) - 1}{\epsilon(\omega) + 1} d\omega \quad (1.5)$$

Et pour deux surfaces de constante diélectrique  $\epsilon_1(\omega)$  et  $\epsilon_2(\omega)$ :

$$C_V \propto \int_0^{+\infty} \left( \frac{\epsilon_1(\omega) - 1}{\epsilon_1(\omega) + 1} \right) \left( \frac{\epsilon_2(\omega) - 1}{\epsilon_2(\omega) + 1} \right) d\omega \quad (1.6)$$

Cette simple description nous a permis d'introduire le lien entre la force de Van der Waals et les propriétés électroniques du solide à travers la réponse optique des matériaux soumis à un champ électromagnétique. En introduisant la constante de Planck pour traduire le fait que l'origine de la force de van der Waals est quantique et dérive des fluctuations de point zéro dans le couplage des électrons et des photons nous obtenons:

$$C_V = \frac{\hbar}{4\pi} \int_0^{+\infty} \alpha(\omega) \frac{\epsilon(\omega) - 1}{\epsilon(\omega) + 1} d\omega \quad (1.7)$$

La dépendance en  $1/z^3$  pour l'énergie ainsi obtenue nécessite les remarques suivantes :

Nous avons considéré la vitesse de la lumière  $c$  infinie, ainsi cette expression ne tient pas compte du temps mis par la lumière pour parcourir une distance  $r$ , soit un temps  $t=r/c$ . Toute fois cette expression reste valide pour des distances  $z \ll c/\omega_p$  (de l'ordre de 100 nm) avec  $\omega_p$  la fréquence plasma du solide. Dans le cas d'une interaction atome-atome, il existe deux domaines, le régime non retardé de London [3] nous donnant pour l'énergie une dépendance en  $1/z^6$  et le régime retardé de Casimir-Polder [4] en  $1/z^7$ .

Nous reviendrons sur cette différence dans le chapitre suivant, mais signalons que la distance caractéristique fixant les idées quant au passage d'un régime à l'autre est définie par :

$$\lambda_p = \frac{\hbar c}{|E_a - E_b|} \quad (1.8)$$

$E_a$  et  $E_b$  sont les énergies des niveaux électroniques des 2 atomes qui dans un modèle à 2 niveaux permettent une description de la polarisabilité en considérant les transitions entre ces deux états. Leur différence est donc naturellement de l'ordre de l'électron-volt, ce qui conduit à

$\lambda_p$  de l'ordre de 100nm. L'ordre de grandeur de cette longueur nous montre combien nous sommes dans un domaine spécifique des nanosciences.

Ainsi, même si nous observons que chaque limite est décrite par une loi de puissance, la force de Casimir/van der Waals n'est pas en loi de puissance. L'existence de ces deux domaines nous indique que contrairement aux forces de gravité ou électrostatique, la force de Casimir/van der Waals n'est pas invariante d'échelle et possède intrinsèquement une longueur caractéristique dans le domaine nanométrique

Sur la base de cette analyse, on peut poursuivre et mettre en relief plus encore l'importance de cette longueur. Le coefficient de réflectivité de Fresnel possède un pôle pour la fréquence  $\omega$  telle que  $\epsilon(\omega)=-1$ . Si on utilise un modèle de Jellium pour décrire la constante diélectrique du

métal, cette fréquence est  $\omega = \frac{\omega_p}{\sqrt{2}}$ . Cette fréquence est bien sûr celle qui correspond aux

plasmons de surface dans le modèle de Jellium [20]. De fait, la longueur plasma apparaît naturellement comme une longueur caractéristique de la force de van der Waals. Nous y reviendrons plus tard, mais cette simple remarque permet de comprendre toute l'attention portée récemment par les études théoriques aux rôles du couplage des plasmons de surface dans la détermination de la force de van der Waals entre des surfaces, à l'importance de la structuration de la constante diélectrique et au couplage des excitations électroniques avec les ondes électromagnétiques (plasmons de surface polaritons) [5][6]. Ainsi nous pouvons interpréter cette longueur caractéristique en remarquant que pour des distances de séparation au delà de  $\lambda_p$  le couplage des plasmons de surface par des ondes évanescentes perpendiculairement à la surface devient inopérant alors qu'il devient essentiel voire dominant pour des distances de séparation faible devant  $\lambda_p$ .

Historiquement après les calculs de Casimir, l'approche due à Lifshitz a constitué un pas essentiel dans la description de la force de van der Waals/ Casimir[7]. Cette approche est basée sur la résolution des conditions de bords et des équations de continuité du champ électromagnétique dans le vide emprisonné entre deux matériaux diélectriques. Comme le souligne C.Genet dans sa thèse[8], Lifshitz a introduit la prise en compte détaillée de la réponse optique des miroirs ainsi que celle des fluctuations.

L'expression de Lifshitz de la force de van der Waals dans le régime non retardé entre deux surfaces planes selon la relation (A est l'aire des surfaces en regard) est :

$$F_{VDW}(z) = \frac{3\hbar A}{16\pi^2 z^3} \int_0^{+\infty} \frac{\varepsilon_1(\omega) - 1}{\varepsilon_1(\omega) + 1} \frac{\varepsilon_2(\omega) - 1}{\varepsilon_2(\omega) + 1} d\omega \quad (1.9)$$

que l'on écrit habituellement :

$$F_{VDW}(z) = \frac{3\hbar \varpi A}{16\pi^2 z^3} \quad (1.10)$$

Avec:

$$\varpi = \int_0^{+\infty} \frac{\varepsilon_1(\omega) - 1}{\varepsilon_1(\omega) + 1} \frac{\varepsilon_2(\omega) - 1}{\varepsilon_2(\omega) + 1} d\omega \quad (1.11)$$

En pratique cette formule nous sera très utile dans la suite pour comparer cette force avec les autres interactions envisageables. Pour cela, nous prendrons par exemple des valeurs typiques d'énergie basées sur les constantes diélectriques des métaux. Ces énergies sont donc celles des plasmons, ce qui donne en générale  $\hbar\nu$  de l'ordre de 10 eV [9]. Encore une fois, cette expression est valide aux courtes distances pour lesquelles la vitesse de la lumière peut être considérée infinie.

En pratique le traitement de l'interaction de van der Waals entre deux surfaces repose sur la détermination d'une constante dite constante de Hamaker pour des distances faibles devant  $\lambda_p$ . L'approche de Hamaker permet de déterminer la force de Van der Waals dans de nombreuses géométries idéales. Notamment la force associée à la géométrie sphère-plan au centre de cette thèse et qui est donnée, dans le régime non retardé par [10]:

$$F_{VDW}^{Ham} = -\frac{HR}{6z^2} \quad (1.12)$$

Avec R le rayon de la sphère et H la constante de Hamaker dont l'ordre de grandeur est typiquement  $5.10^{-19}$ J. H dépend essentiellement de la densité des atomes de chacun des matériaux, de leur polarisabilité et du milieu séparant les deux matériaux en interaction. Cette expression est très utilisée en AFM pour l'analyse de l'interaction entre la pointe et la surface, dans l'hypothèse où seule l'apex de la pointe interagit avec la surface. Toutefois, une difficulté

incontournable lors de ce genre d'analyse reste la détermination de la distance absolue  $z$ , du rayon de l'apex et la constante de Hamaker.

C'est bien sûr à ce problème que nous nous sommes attaqués dans ce travail dans la limite des grandes distances si l'on compare avec la microscopie de force atomique en mode non contact et en déterminant la géométrie des surfaces en interaction de manière indépendante.

Le régime décrit jusqu'à maintenant concerne des distances entre les objets est suffisamment faibles pour considérer le régime non retardé soit des distances de l'ordre de 100 nm.

La plupart des expériences réalisées à ce jour, lesquelles seront décrites dans le chapitre III, mettent en jeu des distances au voisinage de la longueur plasma allant de quelques dizaines de nanomètres jusqu'au micromètre [11][12][13][14][15][16][17]. Ce qui est comparable aux distances sondées pour les résultats présentés dans cette thèse. Ainsi, ces expériences sondent le régime non retardé aux courtes distances et pour certaines s'étendent à des distances plus grandes sans toutefois atteindre le régime asymptotique, décrit par H.B Casimir, qui concerne l'interaction entre deux miroirs parfaitement réfléchissant à température nulle. Pour ces expériences, l'analyse quantitative nécessite une description tenant compte notamment de la conductivité finie des miroirs réels. Nous reviendrons sur une telle description dans le chapitre III en nous basant sur les travaux de Astrid Lambrecht et Serge Reynaud (LKB ENS Paris). Dans leurs travaux, ils ont notamment montré, si nous ne tenons pas compte des effets de la température, que l'influence de la conductivité finie des matériaux repousse le cas idéal de la force de Casimir décrit par une loi de puissance en  $1/z^4$  à des distances supérieures à 1  $\mu\text{m}$ . Actuellement très peu d'expériences ont sondé de telles distances [18][19].

### **I.1.2. LA LIAISON CHIMIQUE**

Ici bien sûr, sur un sujet aussi central en physique et en chimie des matériaux, nous n'avons aucune prétention quant à l'originalité de cette présentation. Aussi, nous allons avant tout faire une brève description des points clés de la liaison iono-covalente sur la base de la combinaison linéaire des orbitales atomiques avec les buts suivants :

- ✓ donner rapidement l'origine de l'adhésion par formation de liaison covalente vue comme le prototype des interactions fortes à très courtes distances, interaction liée à l'échange

d'électrons entre les deux surfaces et non plus à l'échange de photons comme dans le cas de l'interaction de van der Waals/ Casimir

- ✓ montrer qu'il s'agit de manière intrinsèque d'une interaction intense à très courte distance (<nm) dont le contrôle est d'ailleurs le point clé de l'imagerie par AFM en mode non-contact à haute résolution
- ✓ mettre en place les premiers éléments qui conduiront à analyser les mesures de gradient de force faites en utilisant un système à diapason quartz en vue d'une analyse quantitative des forces aux très courtes distances.

Lorsque la distance entre deux atomes A et B devient très faible, typiquement inférieure au nanomètre, les fonctions d'ondes des électrons se recouvrent. Lors de ce rapprochement entre les deux atomes, les états électroniques des atomes isolés ( $E_A$  et  $E_B$ ) éclatent pour former des états de basses énergies dits états liants et des états d'énergies plus élevées, les états anti-liants. Une telle situation est généralement illustrée à partir d'un diagramme représentant les états d'énergie.

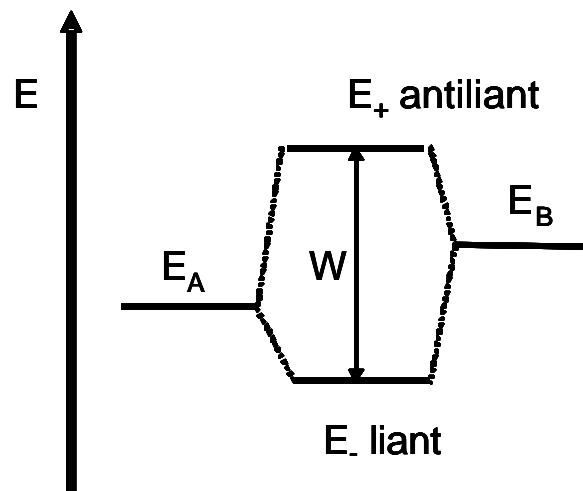


Figure 1.3: Diagramme des états d'énergie illustrant la formation de la liaison covalente.

Ces nouveaux états d'énergie sont décrits pour l'essentiel à partir de la différence entre les états électroniques des atomes isolés et de l'intégrale de saut  $h$  donnée par la relation :

$$h = \int \Psi_A^* V_A \Psi_B d^3 r \quad (1.13)$$

Avec  $\Psi_A, \Psi_B$  les états stationnaires électroniques des atomes isolés. L'intégrale de saut traduit la possibilité de passer d'un état  $\Psi_A$  à un état  $\Psi_B$  pour un électron par effet tunnel avec un temps caractéristique de séjour sur un site donné par :

$$\tau = \frac{\hbar}{|h|} \quad (1.14)$$

$|h|$  représente aussi le gain en énergie induit par le rapprochement des deux atomes pour des électrons peuplant l'état liant. Sa valeur typique est de l'ordre de l'eV.

La différence d'énergie entre l'état liant et l'état antiliant  $W$  est donnée par :

$$W^2 = \Delta E^2 + (2h)^2 \text{ avec } \Delta E^2 = (E_A - E_B)^2. \quad (1.15)$$

Lors du rapprochement des deux atomes deux cas extrêmes sont envisageables :

Si  $\Delta E \gg h$  les charges de l'atome le moins électronégatif sont transférées vers l'atome le plus électronégatif. La localisation de la charge sur l'un des deux atomes induit la formation d'une liaison ionique. Elle se traduit par une interaction coulombienne entre les deux ions ainsi créés. C'est le cas par exemple pour les liaisons NaCl.

A l'opposé, si  $\Delta E = 0$ , le gain en énergie provient essentiellement de la délocalisation de l'électron entre les deux atomes. C'est la liaison covalente. Cette liaison covalente est caractéristique de la molécule d'hydrogène, du silicium, du germanium.....

Dans ce qui précède, nous avons considéré la formation de la liaison chimique à partir du peuplement de l'état liant par les électrons mis en jeu dans la liaison. De fait, nous nous sommes restreints implicitement au cas où chaque atome apporte au maximum un électron (élément monovalent, formation de la liaison Hydrogène). Ainsi, en allant au plus simple, ces deux électrons se retrouvent dans un état de même énergie (l'état liant) et ont forcément d'après le principe de Pauli des spins opposés. Si maintenant, dans cette configuration, le nombre d'électrons est supérieur, toujours en vertu du principe de Pauli, il est nécessaire de peupler à la fois l'état liant et l'état antiliant. C'est le cas par exemple de l'interaction entre deux atomes d'hélium qui ne forment pas de molécule  $\text{He}_2$ . De fait cette configuration serait alors énergétiquement très défavorable et conduirait à une répulsion entre les deux atomes pour lesquels les couches électroniques sont complètes. Ce mécanisme étendu au recouvrement des

couches électroniques saturées permet pour l'essentiel de cerner l'origine de la répulsion de coeur dur entre deux surfaces en contact.

Bien sûr dans cette rapide description, nous nous sommes restreints au cas de la formation d'une molécule diatomique faisant apparaître deux états (liant et antiliant), pour une molécule constituée de  $N$  atomes il y aurait alors  $N$  états possibles. Pour un cristal, le nombre d'états devient très grand et tend vers un continuum d'états. On parle alors de bandes d'énergies peuplées par les électrons jusqu'à atteindre le niveau de Fermi.

Pour nos expériences, la portée de l'interaction est bien sûr un des points essentiels. Elle est d'abord déterminée par l'étendue spatiale des fonctions d'ondes électroniques. De fait, la liaison covalente agit à très courte portée avec une décroissance exponentielle. Cette décroissance exponentielle est bien sûr magnifiquement illustrée par les courbes courant-distance mesurées en microscopie à effet tunnel. En effet, pour des surfaces métalliques ou semiconductrices pour des distances suffisamment proches (inférieures au nanomètre), il est possible en appliquant une différence de potentiel de faire passer un courant d'une surface à l'autre par effet tunnel. C'est le principe de la microscopie à effet tunnel. La dépendance exponentielle avec la distance du courant tunnel donne par ailleurs une très bonne résolution dans l'espace et permet ainsi l'observation de surface avec la résolution atomique avec une relativement grande simplicité pour des surfaces à fortes corrugations.

De même que le courant tunnel, la portée de la liaison chimique est donnée par l'étendue spatiale des fonctions d'ondes électroniques. Lorsque le recouvrement des fonctions d'ondes est négligeable, l'adhésion liée à la liaison covalente devient négligeable.

Le contrôle relatif de la liaison covalente (par extension de la liaison métallique) et de la force de van der Waals/Casimir est déterminant de nos jours dans bien des situations, notamment parce que nous sommes capables de contrôler la planéité ou la rugosité de surfaces en interaction.

- ✓ **Cas des surfaces très plates** : le collage moléculaire des surfaces de silicium (Procédé SOI Silicon On Isolant). Lors de la mise en contact des deux surfaces de rugosité très faible, la force de van der Waals ici très efficace assure un collage efficace. Un recuit postérieur permet d'établir les ponts covalents entre les deux surfaces. Le collage moléculaire est une étape cruciale du procédé smart cut® mis au point par le LETI et



commercialisé par la société SOITEC et qui permet d'obtenir des fines couches monocristallines sur un support mécanique[21.] Ce procédé est actuellement la seule technique utilisée permettant une production de wafer de SOI à l'échelle industrielle pour l'application à la microélectronique.

- ✓ **Cas des surfaces rugueuses** : si la rugosité présente des longueurs caractéristiques très courtes (submicrométrique), la force de van der Waals n'intervient qu'au niveau des rares points de la surface en regard. Même lorsque ces points des deux surfaces sont pratiquement au contact, l'interaction de van der Waals entre ces deux surfaces ne joue pratiquement aucun rôle dans l'interaction entre ces surfaces. C'est finalement notre expérience quotidienne : l'interaction de van der Waals/Casimir ne joue aucun rôle dans notre interaction avec les objets. Par contre c'est la liaison covalente ou pour des surfaces d'or l'établissement entre ces points d'une liaison métallique qui domine l'adhésion.

Ce commentaire sur l'importance de la rugosité paraît pertinent dans deux situations caractéristiques :

**a) Cas du gecko ou de certains insectes** : la structuration de surfaces par des nanopils (un tapis de nanopils) permet d'assurer un contact parfait entre la surface nanostructurée et la surface rugueuse. Cette stratégie est mise en œuvre naturellement par le lézard gecko, des mouches, des araignées. L'extrémité de leurs pattes est couverte de nanopils à haute densité. Plus le poids de l'animal est élevé plus la surface de contact doit être importante et augmenter ainsi la force d'adhésion. De fait, naturellement la taille des nanopils diminue et leur densité augmente quand la masse de l'animal augmente. Le contact de ce tapis déformable avec des surfaces rugueuses même à des échelles très courtes assure une adhésion importante aux conséquences macroscopiques comme le montrent la figure 1.4 issue de la référence [22]. On voit aussi que cette copie des stratégies du vivant permet d'envisager de développer des adhésifs universels basés sur l'interaction de van der Waals.

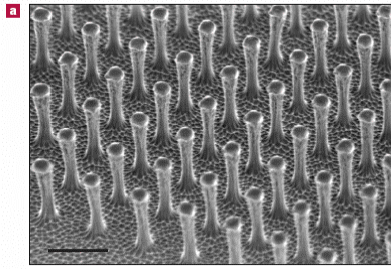


Figure 1.4: Image MEB de nanopils flexibles obtenues par microfabrication sur un Wafer de SiO<sub>2</sub> (à gauche). Une telle structure accrochée à la main d'une figurine de spiderman lui permet d'adhérer au plafond.

Dans ce qui suit, nous allons montrer deux exemples très récents de l'utilisation d'un AFM pour l'étude de l'adhésion des pattes d'insecte.

Tout d'abord, l'étude de l'adhésion d'un nanopoil unique avec une pointe d'AFM standard réalisé par Kesel et al [23]. La figure 1.5 montre une courbe d'approche-retrait en AFM sur un nanopoil d'une araignée. La hauteur du saut observé après le point G permet de déduire la force d'adhésion entre la pointe AFM et un poil. En considérant, l'aire de contact totale les auteurs ont pu déterminer une force d'adhésion de  $2,56 \cdot 10^{-2}$  N ce qui correspond à une force 173 fois plus grandes que le poids de l'araignée.

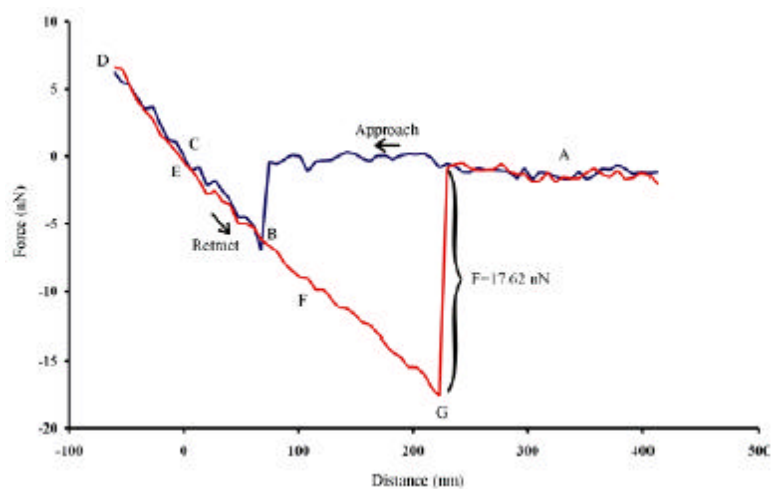


Figure 1.5: Courbe d'approche retrait sur un nanopoil d'araignée.

Ensuite, dans le cadre d'un projet d'étude, des étudiants en 1<sup>ère</sup> année de l'ENSPG ont entrepris sous l'encadrement de Joël chevrier de mesurer l'interaction entre une sphère collée à un microlevier et des pattes de drosophiles. Ce projet leur a permis d'avoir un premier contact avec le monde de la recherche sur un sujet d'actualité, l'étude sur l'araignée présentée précédemment est parue en Avril 2004.

Pour augmenter la surface de contact, ils ont utilisé des sphères plutôt qu'une pointe comme précédemment, en bénéficiant du travail réalisé au cours de cette thèse pour le collage des sphères sur les microleviers. La figure 1.6 montre une sphère au voisinage de la patte de la drosophile.



Figure1.6: Image optique d'une sphère approchant une patte de drosophile.

Comme pour l'étude précédente sur l'araignée, leur stratégie consistait à effectuer des courbes d'approche-retrait et d'estimer la force d'adhésion à partir du saut lors du retrait. Un exemple de mesure est montré sur la figure 1.7.

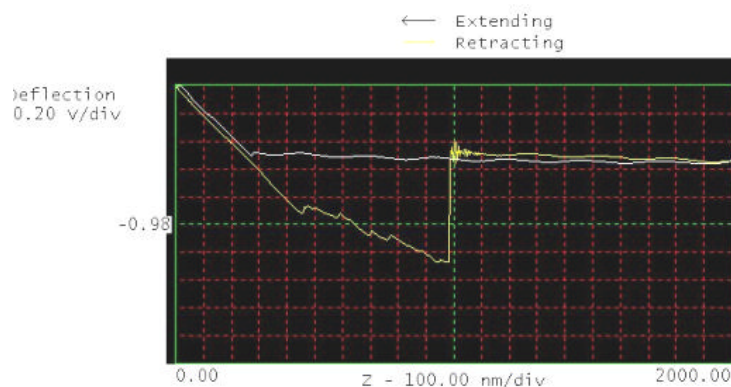


Figure1.7: Courbe d'approche retrait sur une patte de drosophile avec une sphère collée à un microlevier

Bien sûr cette mesure n'a pas la prétention d'avoir la qualité des résultats de la référence [22]. Notamment, la mesure a été effectuée à l'air, la capillarité peut donc jouer un rôle dans l'adhésion mesurée, de fait, l'interprétation des courbes est délicate. De plus, des images MEB ont montré que les drosophiles ne possèdent pas de poils de dimensions sub-microniques limitant ainsi les surfaces en contact et donc l'interaction de van der Waals, ce qui est cohérent avec le poids très faible des drosophiles comparé notamment aux araignées.

**b) La rugosité comme nous le verrons permet aussi de lutter contre la force de van der Waals :** En effet, on peut, simplement par un traitement chimique de passivation, supprimer l'adhésion en supprimant l'établissement de liaisons chimiques lors du contact. Par contre, il n'est pas possible de supprimer la force de van der Waals/ Casimir. Comme l'a bien souligné le récent travail de thèse de O. Raccurt au LETI, le fonctionnement des MEMS est rendu difficile par deux aspects [23] :

- ✓ Lors du séchage de ces structures, les contraintes induites sur les structures par la capillarité sont importantes et peuvent être destructrices. Ce point lié aux techniques de séchage des MEMS est au centre de la thèse de O.Raccurt, mais nous ne l'abordons pas ici.
- ✓ Les forces de van der Waals/ Casimir présentent comme nous le verrons des gradients élevés pour des surfaces en regard micrométriques lorsque la distance de séparation devient inférieure à 100nm environ. Cela peut conduire à l'effondrement sur lui-même du MEMS par instabilité mécanique : Les raideurs des constituants du MEMS sont insuffisantes pour empêcher le collage van der Waals des surfaces en regard. O. Raccurt a proposé l'utilisation de la rugosité des surfaces passivées pour empêcher ce collage irréversible. Dans nos mesures utilisant la machine de force développée dans le cadre de cette thèse, nous verrons effectivement comment l'interaction de van der Waals/Casimir devient négligeable devant toutes les forces mises en jeu dans l'interaction entre les 2 surfaces (adhésion métallique à très courte distance ou force électrostatique par application d'une différence de potentiel)

Suite aux progrès réalisés ces dernières années, la liaison chimique entre une surface et une pointe AFM est au cœur de l'AFM non-contact. Notamment, le groupe de Güntherodt à Bâle a pu mettre en évidence cette force et la séparer de la force de Van der Waals par la forte signature donnée par la dépendance en distance [25]. Une telle mesure (cf. figure 1.8) montre clairement la forte dominance de la liaison chimique au profit de la force de Van der Waals aux très courtes distances, ce qui constitue une limitation théorique à la mesure de la force de Van der Waals aux très courtes distances.

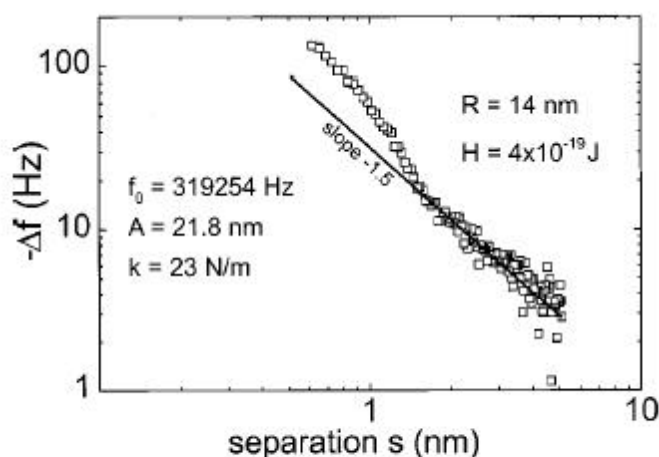


Figure 1.8 : Mesure du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance. Pour les plus grandes distances, les auteurs ont réalisé un ajustement avec une loi à la puissance  $-3/2$  caractéristique de l'interaction de Van der Waals. Aux plus courtes distances, ils observent une augmentation de la pente attribuée aux interactions chimiques.

La possibilité de sonder la force chimique entre une surface et une pointe d'AFM et le bénéfice de la très forte variation spatiale de cette interaction ont permis à quelques groupes à travers le monde d'obtenir la résolution atomique en mode non contact [26][27][28][29]. Ces progrès permettent de nos jours d'imager avec la résolution atomique des surfaces isolantes, l'imagerie STM se limitant aux surfaces conductrices et semiconductrices. Un exemple marquant du potentiel de l'AFM non-contact pour l'imagerie à haute résolution est montré sur la figure 1.9. Elle correspond à la comparaison entre une image STM et AFM de la résolution atomique sur le graphite obtenues par le groupe de Franz Giessibl à Augsburg [30]. L'image AFM a été obtenue avec un AFM qu'ils ont développé et qui utilise un diapason piézoélectrique au lieu d'un cantilever. Le diapason possède une forte constante de raideur (1800 N/m) assurant une grande stabilité aux courtes distances. Cette très grande stabilité associée à une mesure à basse

température éliminant ainsi les dérives thermiques du scanner piézoélectrique leur permet d'effectuer des mesures très lentes limitant ainsi fortement la bande passante et obtenir de fait une grande sensibilité. Dans de telles conditions, ils ont pu imager les deux atomes de la maille élémentaire alors qu'en STM, comme il est bien connu, seul un atome par maille est visible faisant apparaître une symétrie trigonale plutôt qu'hexagonale.

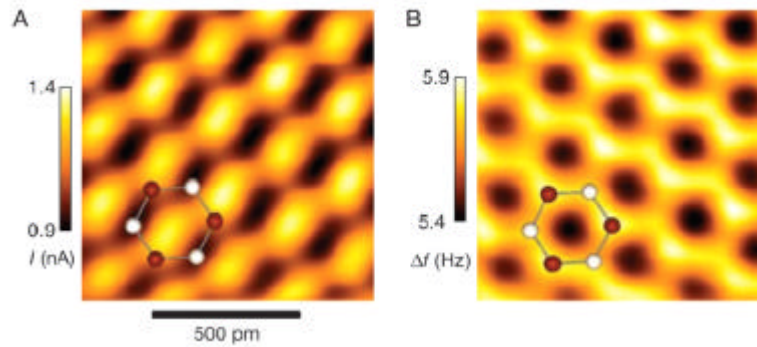


Figure 1.9: Images issues de la référence [30] d'une surface de graphite avec la résolution atomique obtenue en STM (à gauche) et en AFM à droite.

Enfin, comme nous le verrons dans le chapitre VIII, les mesures de forces à très courtes distances réalisées avec une sphère avec une très forte rugosité collée à un diapason montre clairement les effets de la liaison chimique alors qu'aucune manifestation de la force de van der Waals n'a été observée.

### 1.1.3. LA FORCE DE GRAVITE

La force de gravitation décrit l'attraction entre deux objets de masse  $M_1$  et  $M_2$  et est donnée par la relation très connue :

$$F_G = \frac{GM_1M_2}{z^2} \quad (1.16)$$

Avec  $G=6,67 \cdot 10^{-11} \text{ m}^3 \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{s}^{-2}$  la constante universelle de gravitation

Considérons deux surfaces planes séparées d'une distance  $z$ . La force de Van der Waals par unité d'aire peut être donnée par la relation (1.10). Avec une valeur typique de  $\hbar\omega$  de l'ordre de 10 eV. Nous allons maintenant déterminer la distance  $z$  pour laquelle cette force égale la force gravitationnelle sur l'objet. Nous supposons que cet objet est un disque d'épaisseur  $h$  et

donc la force gravitationnelle par unité de surface vaut :  $F_G = \rho gh$ . Cette force devient égale à la force de van der Waals pour une distance :

$$z = \sqrt[3]{\frac{3\hbar\omega}{16\pi^2\rho gh}} \quad (1.17)$$

Ainsi pour un objet d'épaisseur  $1 \mu\text{m}$  on obtient une distance caractéristique  $z$  voisine de  $1 \mu\text{m}$ . Etant donnée la dépendance de la force de Van der Waals en  $1/z^3$  et de la force gravitationnelle en  $1/z^2$ , pour une distance inférieure au micromètre la force de van der Waals devient très rapidement largement dominante devant le poids de l'objet. Inversement pour des distances macroscopiques, la force de gravitation sera largement prépondérante. Ce calcul issu de la référence [9], permet d'obtenir un ordre de grandeur justifiant le fait que la force de van der Waals agit à l'échelle microscopique. Toutefois, la distance déterminée de  $1 \mu\text{m}$  est largement supérieure à la longueur plasma, de fait un calcul plus rigoureux aurait nécessité l'utilisation d'une formule tenant compte des effets de retard.

La prépondérance de la force de Van der Waals aux courtes distances par rapport à la force de gravité et l'impossibilité d'annuler cette force rend les mesures de la force de gravité à courte échelle très difficiles. De fait, la mesure de la force de Casimir avec des précisions inférieures au pourcent est un enjeu majeur pour tester la gravité à l'échelle microscopique. [31][32]

#### **I.1.4. LA FORCE ELECTROSTATIQUE**

La force électrostatique agit entre deux objets chargés électriquement. Suivant le signe des charges mises en jeu, elle peut être attractive ou répulsive et est donnée par la relation :

$$F_{elec}(z) = \frac{q_1 q_2}{4\pi\epsilon_0 z^2} \quad (1.18)$$

Tout comme la force gravitationnelle la force électrostatique est à longue portée. La dépendance en distance étant identique, la prépondérance d'une force par rapport à l'autre entre deux objets va dépendre uniquement du couplage, soit par les masses et les charges des objets. Toutefois, la force électrostatique en physique de la matière condensée, contrairement à la force de gravitation, peut s'annuler (pour la force gravitationnelle il n'existe pas de masse négative) pour devenir une interaction effective à courte distance, comme le montre un

modèle simple de Thomas Fermi des électrons dans le modèle de Jellium avec l'introduction d'une longueur caractéristique  $q_{TF}^{-1}$  [20].

Nous voulons déterminer le rapport entre la force électrostatique et la force gravitationnelle entre deux protons. Pour cela nous écrivons :

$$\frac{F_{elec}(z)}{F_G(z)} = \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 GM_{pr}^2} = 1,2 \cdot 10^{36} \quad (1.19)$$

Comme cela est bien connu, la valeur trouvée est démesurément grande. Elle traduit le fait que le couplage électrostatique est beaucoup plus fort que le couplage gravitationnel. Ainsi, pour deux objets chargés la force électrostatique devient largement prépondérante quelque soit leur distance de séparation.

Lorsque nous nous intéressons à la force électrostatique entre deux surfaces, il est souvent utile de considérer la notion de capacité C relié à la charge totale Q par la relation :

$$Q = CV \quad (1.20)$$

Où V est la différence de potentielle entre les deux surfaces. Entre deux métaux la force capacitive s'écrit :

$$F_{cap}(z) = -\frac{1}{2} C'(z) V^2 \quad (1.21)$$

Où  $C'(z)$  est le gradient de la capacité.

L'expression de la capacité dépend de la géométrie. Ci-dessous, sont exprimées les gradients des capacités pour des géométries très utilisées dans le contexte de l'AFM :

$$\text{Géométrie plan-plan : } C'_{PP}(z) = \epsilon_0 \frac{S}{z^2} \quad (1.22)$$

avec S l'aire des surfaces en regard.

$$\text{Géométrie sphère-plan [33] : } C'_{SP}(z) = 4\pi\epsilon_0 \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\coth(a) - n \coth(na)}{sh(n\alpha)} \quad (1.23)$$

$$\text{avec } \alpha = \cosh^{-1}\left(1 + \frac{z}{R}\right)$$



Dans l'approximation où le rayon de la sphère  $R$  devient très grand devant la distance, on peut écrire [34] :

$$C'_{SP}(z) = 2\pi\epsilon_0 \frac{R}{z} \quad (1.24)$$

Le graphique suivant (Figure 1.10) montre l'erreur introduite par l'approximation pour une sphère de rayon égal à  $50 \mu\text{m}$ . Ainsi l'erreur introduite est inférieure à  $2,5 \%$  pour des distances inférieure à  $500\text{nm}$ .

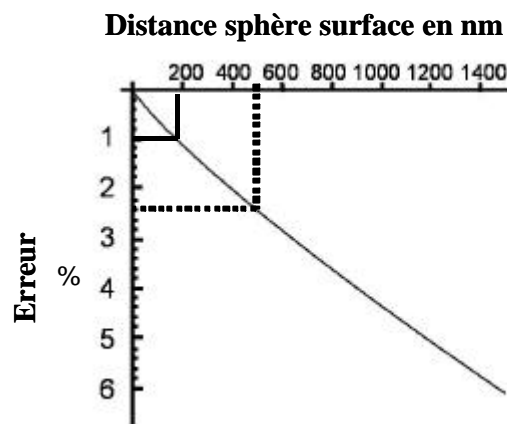


Figure 1.10: Erreur relative sur la force capacitive introduite par l'expression approchée ( $R \gg z$ , équation 1.24) par rapport à la formule exacte (équation 1.23).

Nous avons vu précédemment que la force électrostatique domine la force gravitationnelle quelle que soit la distance. Nous allons maintenant comparer la force de Van der Waals et la force capacitive pour faire apparaître une longueur caractéristique. Pour cela nous nous plaçons dans la géométrie sphère-plan, et dans l'approximation où le rayon de la sphère est grand devant la distance de séparation. Nous pouvons ainsi définir une longueur caractéristique pour laquelle la force de van der Waals et la force capacitive sont égales :

$$z(V) = \frac{H}{6\pi\epsilon_0 V^2} = \frac{0,6}{V^2} \text{ \AA} \quad (1.25)$$

La figure (1.11) montre une comparaison entre la force de Van der Waals et la force capacitive calculée pour trois valeurs de potentiel (200 mV, 100 mV, et 10 mV). Les deux premières valeurs correspondent à l'ordre de grandeur typique entre les potentiels de surfaces de deux

matériaux dont les travaux de sortie sont différents. Le graphique suivant montre les forces en fonctions de la distance allant de 1 nm à 5  $\mu\text{m}$  pour une sphère de rayon 50  $\mu\text{m}$ . Nous nous plaçons ainsi dans des conditions très proche de nos mesures.

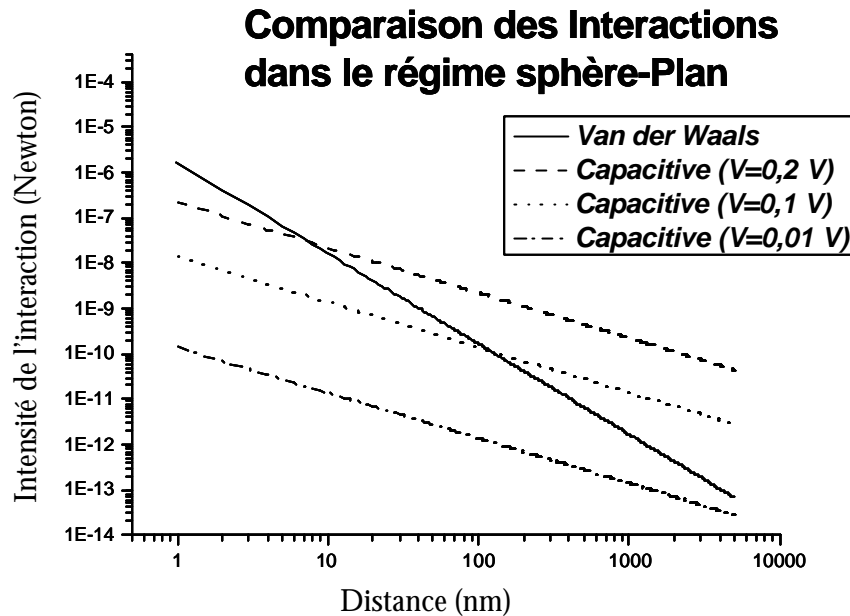


Figure 1.11: Comparaison entre les interactions de Van der Waals et la force capacitive pour ( $V=200$ ,  $100$  et  $10$  mV) dans une géométrie sphère plan.

De ce simple calcul, il apparaît deux points essentiels :

- ✓ La force de Van der Waals l'emporte sur la force capacitive à courte distance, dans cette exemple pour des distances inférieures à 10 nm, ce qui une fois de plus montre clairement le caractère courte portée de la force de Van der Waals.
- ✓ Au-delà de 10 nm pour  $V=200$  mV et 100 nm pour  $V=100$  mV la force capacitive devient prépondérante. De fait, pour mesurer la force de Casimir/Van der Waals pour des distances supérieures à 100 nm, il est nécessaire de travailler en compensant précisément le potentiel de surface. La courbe pour  $V=10$  mV, montre qu'une compensation du potentiel de surface à 10 mV près induirait une erreur sur la mesure inférieure à 5% pour des distances inférieures à 500nm (figure 1.12). Ainsi, une mesure précise du potentiel de surface est nécessaire, une méthode souvent utilisée pour le déterminer à courte échelle est la Kelvin Force microscopie (KFM).

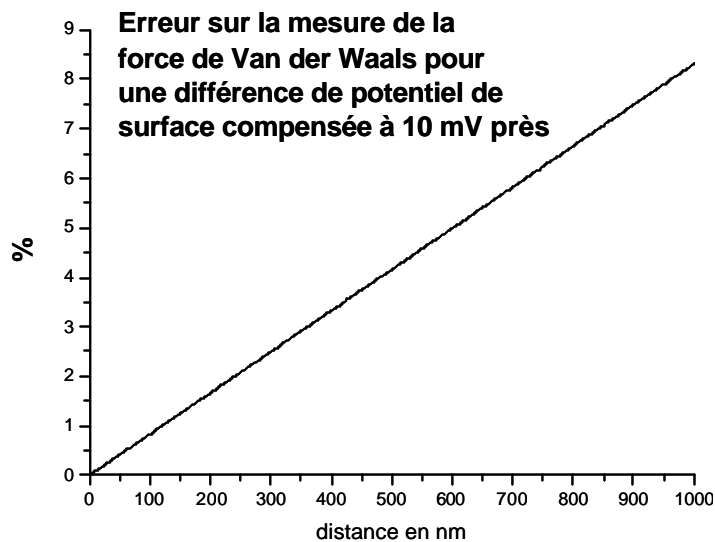


Figure 1.12: Erreur théorique introduite sur la mesure de la force de Van der Waals lorsque la différence de potentiel entre la sphère et la surface est compensée avec une incertitude de 10 mV.

### I.1.5. LA PRESSION DE RADIATION

La mesure de la force de Casimir nous a naturellement conduit à introduire la force due aux photons absorbés ou réfléchis par une surface. Dans ce contexte et en vue des projets initiés par mon travail de thèse, on peut se poser la question de l'effet réel de la pression de radiation d'un faisceau laser visible sur un cantilever.

La pression de radiation est définie comme la force par unité de surface exercée par un rayonnement électromagnétique. Lors d'un processus d'absorption ou de réflexion par une surface, la quantité de mouvement transportée par le rayonnement électromagnétique est transmise à la surface. Ce rayonnement électromagnétique peut provenir d'une source laser, la pression de radiation se déduit alors de la longueur d'onde du faisceau et du nombre de photons incidents par seconde accessibles directement par la puissance du laser. Ainsi l'expression de la pression de radiation peut s'exprimer simplement dans le cas d'un faisceau laser absorbé par une poutre. La réflexion totale ne fait qu'introduire un facteur 2 supplémentaire dans l'expression de la force et la réalité est certainement entre ces deux cas extrêmes. De toutes façons ici en l'absence de mesures, nous ne visons pas une description quantitative.

$$F_{\text{photon}} = \frac{P}{c} \quad (1.26)$$

$F_{\text{photon}}$  est la force due à l'impact du faisceau laser sur la micropoutre.  $P$  est la puissance du faisceau laser et  $c$  est la vitesse de la lumière.

Une puissance typique pour un laser utilisé en AFM est  $P=3\text{mW}$ . Cela conduit à une force :  $F_{\text{photon}} = 10^{-11}$  Newton = 10pN. C'est donc une force constante (dans cette discussion, les bruits liés aux fluctuations du faisceau laser sont négligés) que l'on peut comparer à :

$$F_{Th} = \sqrt{k_B T k} \quad (1.27)$$

L'effet thermique pour  $k=0.1\text{N/m}$  à température ambiante.  $F_{Th} = 2 \times 10^{-11}$  Newton = 20pN

La force de gravitation sur la sphère :  $F_{\text{pes}} = mg$ . Pour une sphère de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre et de densité de 1, cette force est de 10nN ! Dans les expériences que nous avons effectuées c'est une force négligeable pour deux raisons :

Elle ne dépend pas du temps à de très faibles fluctuations près négligeables ici.

Elle est constante dans l'espace et n'intervient donc pas dans le gradient de la force pour les très faibles déplacements que nous considérons lors de la mesure. Par contre ces variations sur des longueurs importantes pourraient avoir un effet à considérer dans le cas d'une mesure statique d'une très faible force. Nos analyses des forces électrostatiques présentées au chapitre VI, vont nous convaincre que nous n'avons pas décelé un effet de ce type.

Au total cette force comme la force de gravitation, n'apparaît pas dans l'analyse des mesures présentées. De fait, il n'a pas été nécessaire de l'introduire et ces arguments simples nous montrent pourquoi. Par contre cette force est dans l'absolue tout à fait détectable et utilisable.

Dans une cavité, l'équilibre thermique est atteint par l'émission et l'absorption d'un rayonnement électromagnétique, décrit par la théorie du corps noir en thermodynamique statistique. Dans ce cas, l'énergie et la quantité de mouvement du rayonnement électromagnétique et donc la pression de radiation dépendront de la température d'équilibre de la cavité. De façon analogue, la force de Casimir peut être décrite à partir de la différence de pression de radiation agissant sur les parois internes et externes de la cavité. A température nulle, seules les fluctuations quantiques du vide, correspondant à la moitié de l'énergie d'un photon par mode, contribuent à la force de Casimir. A des températures non nulles, la

pression de radiation du rayonnement du corps noir apporte une contribution à la force de Casimir. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre III.

Nos expériences ont été réalisées à température ambiante, nous allons maintenant expliciter la pression de radiation due au rayonnement du corps noir. Pour cela il est nécessaire de connaître le nombre de photons moyens pour chaque état possible. Ce nombre moyen est donné par la distribution de Planck soit [35]:

$$N_s = \frac{1}{\exp(\beta E_s) - 1} \quad (1.28)$$

En considérant l'onde électromagnétique comme une assemblée de photons, l'énergie et la quantité de mouvement transportées par chaque photon sont données par

$$E = \hbar\omega \text{ et } \vec{p} = \hbar\vec{k} \quad \text{avec } \hbar \text{ la constante de Planck, } \omega \text{ la pulsation du photon et } \vec{k} \text{ son vecteur.}$$

D'onde. Pour une onde plane on a  $|\vec{k}| = \frac{\omega}{c}$  soit  $|\vec{p}| = \frac{\hbar\omega}{c}$ .

Dans ce qui suit, les dimensions de la cavité supposée parallélépipédique ( $L_x, L_y, L_z$ ) sont prises très grandes devant les longueurs d'ondes mises en jeu. De façon bien connue, le décompte des états imposés par les dimensions de la cavité et les conditions aux limites périodiques donnent des valeurs de  $\vec{k}$  possibles données par :

$$k_x = \frac{2\pi}{L_x} n_x, \quad k_y = \frac{2\pi}{L_y} n_y, \quad k_z = \frac{2\pi}{L_z} n_z \quad \text{avec } n_x, n_y, n_z, \text{ entiers.}$$

Le nombre moyen de photons ayant une valeur  $\vec{k}$  comprise entre  $\vec{k}$  et  $\vec{k} + d\vec{k}$ , pour une direction de polarisation est donné par :

$$f(\vec{k})d^3\vec{k} = \frac{1}{\exp(\beta\hbar\omega) - 1} \frac{d^3\vec{k}}{(2\pi)^3} \quad (1.29)$$

Le nombre moyen de photons par unité de volume pour les deux directions de polarisation avec une pulsation comprise entre  $\omega$  et  $\omega+d\omega$  est obtenu en sommant sur tout le volume de l'espace des  $\vec{k}$  contenu dans une coquille sphérique de rayon  $|\vec{k}| = k = \frac{\omega}{c}$  et

$k + dk = \frac{(\omega + d\omega)}{c}$ . Ce qui nous donne en multipliant par un facteur 2 pour tenir compte des

2 directions de polarisations :

$$2f(k)(4\pi k^2 dk) = \frac{\omega^2 d\omega}{\exp(\beta\hbar\omega) - 1} \frac{8\pi}{(2\pi c)^3} \quad (1.30)$$

La densité d'énergie moyenne des photons pour les deux polarisations, dans la même gamme de fréquence, soit une énergie par photons de  $\hbar\omega$ , est donnée par :

$$u(\omega, T) = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \frac{\omega^3 d\omega}{\exp(\beta\hbar\omega) - 1} \text{ soit en considérant le paramètre sans dimension } \eta = \frac{\hbar\omega}{k_B T} \text{ on}$$

obtient :

$$u(\omega, T) = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \left( \frac{k_B T}{\hbar} \right)^4 \frac{\eta^3 d\eta}{\exp(\eta) - 1} \quad (1.31)$$

La densité d'énergie moyenne totale est alors obtenue en intégrant sur toutes les fréquences et on retrouve naturellement la loi de Stefan :

$$u(T) = \sigma T^4 \text{ avec } \sigma = \frac{\pi^2 (k_B)^4}{15 (\hbar c)^3} \quad (1.32)$$

La pression de radiation est simplement reliée à  $u(T)$  par la relation :

$$P_{rad} = \frac{1}{3} u(T) = \frac{1}{3} \sigma T^4 \quad (1.33)$$

Ainsi la pression de radiation dépend uniquement de la température et en aucun cas des dimensions de la cavité. Un tel résultat découle de l'hypothèse faite sur les dimensions de la cavité qui est centrale dans la description classique d'un rayonnement en équilibre thermique.

Cette description n'est plus vraie dans le cas où les dimensions de la cavité sont inférieures ou de l'ordre de la longueur d'onde caractéristique d'une température T donnée  $\lambda_T = \frac{2\pi c \hbar}{k_B T}$  (soit

$\lambda_T = 8.4 \mu m$  pour  $T=273K$ ). Notamment, l'échange de chaleur entre deux corps noirs séparés d'une distance  $d < \lambda_T$  n'est plus dominé par les modes propagatifs mais par les

modes évanescents et dépend de la distance entre les corps [36]. Comme nous le verrons dans le chapitre III, les effets thermiques sur la force de Casimir dépendent aussi de la distance. Notamment, à température ambiante, l'effet apparaît pour des distances supérieures à 3  $\mu\text{m}$  [37].

### I.1.6. LES FROTTEMENTS VISQUEUX

En présence d'un fluide, un objet subit une force proportionnelle à sa vitesse qui s'oppose à son mouvement. Très souvent en mécanique classique, le coefficient de frottement est relié à la viscosité du fluide  $\eta$  par la loi de Stokes qui s'écrit pour une sphère de rayon  $R$  :

$$f = 6\pi\eta R \quad (1.34)$$

Ainsi la force de frottement visqueux pour une sphère se déplaçant à la vitesse  $V$  s'écrit :

$$F_v = -fV = -6\pi\eta RV \quad (1.35)$$

Ainsi pour une sphère de masse volumique  $\rho$  soumise à la force de pesanteur et en présence d'un fluide introduisant d'une part une force de frottement et la poussée d'Archimède, la relation fondamentale de la dynamique s'écrit :

$$\frac{4}{3}\pi R^3 \rho \frac{dV}{dt} = \frac{4}{3}\pi R^3 \rho g - \frac{4}{3}\pi R^3 \rho_f g - 6\pi\eta RV \quad (1.36)$$

Avec  $\rho_f$  la densité volumique du fluide.

Après résolution de l'équation, nous obtenons pour la vitesse de déplacement  $V(t)$  la relation :

$$V(t) = g\tau(1 - \alpha)(1 - e^{-t/\tau}) \quad (1.37)$$

$$\text{avec } \tau = \frac{2}{9} \frac{\rho R^2}{\eta} \text{ et } \alpha = \frac{\rho_f}{\rho}$$

Ainsi pour un temps suffisamment long, l'objet atteint une vitesse limite  $V_{\text{lim}} = g\tau(1 - \alpha)$ , qui correspond à la compensation de la force de pesanteur par la poussée d'Archimède et la force de frottement. Dans l'expérience de Millikan, décrite plus tard, le temps nécessaire pour atteindre cette vitesse limite est de l'ordre de 2 ms pour des gouttes d'un diamètre de 500  $\mu\text{m}$ .

En AFM, les mesures en mode dynamique pour lequel le levier est délibérément mis en vibration, cette force de frottement visqueux joue un rôle majeur dans la dissipation pour des expériences effectuées à l'air. Expérimentalement, la dissipation peut être caractérisée par le facteur de qualité du levier qui à l'air prend des valeurs généralement autour de 100. Sous ultra-vide, le facteur de qualité gagne souvent deux ordres de grandeur. En mode dynamique, comme nous le verrons dans le chapitre V, la sensibilité de la mesure augmente avec le facteur de qualité. Cette dernière remarque montre l'intérêt apporté par des expériences sous ultra-vide.

## **1.2. STRATEGIES DES MESURES DE FORCES**

A partir de maintenant, nous nous intéressons aux interactions entre deux objets dans le vide, nous ne considérerons ni la force de capillarité liée à la présence d'un liquide, ni les frottements visqueux provenant de la dissipation dans un fluide.

Dans ces considérations, nous nous intéresserons donc uniquement aux stratégies de mesures de la force électrostatique, la force de gravité, la force de Van der Waals et Casimir et les liaisons covalentes.

La force de Casimir/van der Waals possède deux régimes asymptotiques séparés par une longueur caractéristique associée à la dynamique des électrons. Cette longueur est la longueur plasma et est de l'ordre de 100nm pour les métaux. Le régime à longue distance qui tend vers le régime de Casimir pour des miroirs parfaits décroît rapidement en  $1/z^4$  dans la configuration plan-plan. De fait, cette force de dispersion se manifeste uniquement à courte distance. Pour la mesurer, il est donc nécessaire de rentrer dans le cadre de la nanophysique et des nanosystèmes.

A la fin du chapitre II, nous voulons définir une méthode de mesure quantitative de la force de Casimir. Dans ce but, nous allons décrire, à partir de différents exemples, des mesures de forces dont les stratégies reposent essentiellement sur la portée des interactions mesurées ou mises en jeu lors des expériences.



## I.2.1. FORCES A LONGUES PORTEES

### I.2.1.1. EXEMPLES DE MESURES DE LA FORCE ELECTROSTATIQUE

La force électrostatique est une force à longue portée avec une dépendance en  $1/z^2$  et invariante d'échelle. De plus, bénéficiant d'un couplage fort, elle se manifeste à l'échelle macroscopique. Sa mise en évidence expérimentale en est de fait facilitée. Déjà en -600 av. JC, Thalès de Millet a observé les effets de l'électrisation en frottant de l'ambre jaune sur une peau de chat. Actuellement, des expériences aussi simples que le pendule électrostatique, consistant simplement à approcher une baguette électrisée par frottement (par exemple une baguette d'ébonite) d'une sphère légère recouverte d'une couche conductrice et suspendue à une potence par un fil, sont couramment effectuées en TP de Licence.

Toutefois, ces mesures font intervenir un grand nombre de charges. Il est intéressant de se poser la question sur les stratégies permettant la détection d'une charge unique  $q$ . Dans ce cas, l'énergie mise en jeu est  $qV$ , où  $V$  est relié au champ électrique  $E$  et la distance  $l$  par la relation  $V=El$ . Ainsi si on veut travailler à basse énergie soit des énergies entre 1 et 10 eV deux méthodes peuvent être mises en place :

***Une mesure à l'échelle macroscopique*** met en jeu des champs électriques faibles. Ce type de méthode, reposant sur le caractère longue portée de l'interaction électrostatique, a permis à Millikan en 1909 de déterminer d'une part la quantification de la charge et d'autre part la valeur absolue de la charge de l'électron. Dans cette expérience, des gouttelettes d'huile chargées sont pulvérisées entre les armatures d'un condensateur. La mesure consiste à déterminer la vitesse des gouttelettes en fonction de la différence de potentiel appliquée entre les armatures du condensateur et de leur rayon. De fait, cette mesure n'est pas directement une mesure de force, mais une mesure de déplacement et de vitesse. Toutefois, cette mesure met en jeu des forces dont leur intensité est de l'ordre du poids des gouttelettes qui pour un rayon de 500  $\mu\text{m}$  correspond à une force de 0,56 nN.

Outre la caractéristique longue portée de la force électrostatique, Millikan bénéficiait de la présence d'un fluide (l'air) entre les armatures du condensateur. Le couplage avec l'air caractérisé par un coefficient de frottement visqueux donné par la loi de Stokes ( $f=6\pi\eta R$ ) introduit un temps caractéristique  $\tau=m/f$  correspondant au temps nécessaire pour que la

gouttelette atteint sa vitesse limite. Ainsi pour une goutte de rayon  $500 \mu\text{m}$  dans l'air ( $\eta=17,9 \mu\text{Pa}\cdot\text{s}$ ) ce temps caractéristique est de l'ordre de  $10^{-3}\text{s}$ . L'expérience s'étendant sur des temps de l'ordre de plusieurs secondes, nous sommes dans un régime où la vitesse limite est atteinte et donc un régime où la vitesse est constante. C'est un point crucial pour pouvoir réaliser la mesure. En effet, la vitesse de la gouttelette étant constante, elle dépend uniquement des dimensions et de la charge des gouttelettes.

La valeur de  $\tau$  trouvée précédemment, est classique pour des objets de dimensions micrométriques soumis aux frottements visqueux de l'air. Notamment le facteur de qualité d'un microlevier d'AFM dans l'air est de l'ordre de 100, ce qui nous donne, en considérant une valeur typique de fréquence de résonance autour de 100 kHz, une valeur de  $\tau$  identique.

**L'autre possibilité est une mesure locale**, à courte distance mais qui impose des forts champs électriques de l'ordre  $10^8\text{V/m}$  pour des distances nanométriques. C'est la stratégie utilisée pour des mesures de forces électrostatiques en AFM (EFM). Elle permet notamment de mesurer des charges dans des boîtes quantiques semi-conductrices. De nombreuses expériences mettant en jeu un nombre de charges faibles ont été réalisées [38][39][40]. Toutefois, la mise en évidence expérimentale de la mesure d'une charge unique et la quantification de la charge reste assez rare [41].

Cette technique fait intervenir des distances nanométriques comparables aux longueurs mises en jeu pour la force de Van der Waals et Casimir. Nous verrons plus tard, l'intérêt que peuvent porter des mesures de forces électrostatiques à cette échelle. Notamment, ce type de mesure est central dans la stratégie mise en place au cours de cette thèse. En effet, comme nous le verrons plus tard la force capacitive va nous permettre de calibrer nos mesures dans le but d'effectuer une analyse quantitative de la force de Casimir et Van der Waals.

#### I.2.1.2. EXEMPLES DE MESURES DE LA FORCE DE GRAVITE

De façon identique à la force électrostatique, la force de gravitation est une interaction à longue portée. Toutefois, contrairement au couplage électrostatique, cette force est caractérisée par un couplage faible. Ceci signifie que la force gravitationnelle se manifeste de façon conséquente uniquement entre des objets électriquement neutres et pour des masses mises en jeu extrêmement grandes. (Dans l'expérience de Millikan, si les gouttelettes sont soumises de

façon conséquente à la gravité c'est uniquement en raison de la masse importante de la Terre). Ce faible couplage se traduit aussi par la disparition de toute manifestation de la force gravitationnelle à l'échelle microscopique où elle est notamment largement dominée par la force de Casimir/van der Waals. L'impossibilité de compenser la force de Casimir/van der Waals rend très délicates toutes mesures de la force de gravité à cette échelle. Ainsi, contrairement à la force électrostatique, dont le couplage fort permet des mesures de forces aussi bien à échelle microscopiques que macroscopique. Les mesures de la force de gravité sont restreintes à l'échelle macroscopique.

Pour mesurer la force de gravité entre deux masses de l'ordre du kilogramme, il faut rentrer dans une stratégie de mesure de forces faibles et donc avoir une grande sensibilité mais aussi s'affranchir de l'attraction terrestre. Dans ce but, en 1798, Cavendish a mis au point un pendule de torsion. Dans ce système, on mesure un angle proportionnel au couple de rappel du fil de torsion. La sensibilité de la mesure est ainsi accrue en mesurant non pas un paramètre proportionnel à la force mais à son moment. Cette sensibilité sera d'autant plus grande que la longueur de la tige est grande. De cette façon, Cavendish a pu mesurer la masse la Terre ainsi que la constante de gravitation universelle  $G$  pour des forces mises en jeu inférieures au  $\mu\text{N}$ . Dans le cas de l'expérience de Cavendish, les masses mises en jeu étaient de 789g et 150 kg ce qui nous donne une force de 3.5 nN.

### **I.2.2. FORCES A COURTES PORTEES**

Nous avons vu que la mesure de la force de Casimir/Van der Waals nécessite obligatoirement de considérer des objets de tailles micrométriques et de contrôler des distances de séparation à l'échelle du micromètre ou du nanomètre. Contrairement aux forces à longues portées, il est donc nécessaire de faire des mesures locales de forces.

Très souvent en mécanique la mesure de force consiste à mesurer les déplacements, un angle ou la déformation d'un système élastique de constante de raideur  $k$ . A partir de la mesure de ces déplacements deux stratégies couramment utilisées peuvent être mises en place :

- ✓ Les mesures statiques, très simples d'utilisation, elles consistent à mesurer la déformation où le déplacement  $\Delta x$  et d'accéder directement à la force  $F=k \Delta x$ . Toutefois la mesure

intègre généralement sur une bande passante très large limitant considérablement la sensibilité de la mesure. Nous y reviendrons dans le chapitre V.

- ✓ Les mesures en mode dynamique consistent généralement, mais pas toujours [42], à attaquer le système à la fréquence de résonance et de mesurer les variations des grandeurs physiques telles que la fréquence de résonance, l'amplitude ou encore la phase de vibration lorsque la sonde est en interaction avec la surface. Cette technique requiert une analyse souvent plus délicate qu'en mode statique, mais souvent les possibilités de mesurer sur des bandes passantes plus étroites, en font une technique plus sensible.

#### I.2.2.1. MESURES AVEC UN MICROLEVIER.

Un dispositif fréquemment utilisé pour des mesures locales de forces est le microscope à force atomique. Les dimensions et performances de l'AFM sont rapidement fixées par le raisonnement suivant. Le module d'Young d'un matériau standard est d'environ  $10^9$  N/m<sup>2</sup>, ce qui donne à l'échelle du nanomètre une raideur de  $k=Ea$  soit  $k$  de l'ordre de 1N/m. C'est la raideur typique d'une micropoutre de Silicium, telle que celle montrée sur la figure 1.13. Plus généralement en AFM, les microleviers ont des constantes de raideurs allant 0,01 à 100n/m. L'utilisation de très faibles constantes de raideur vont permettre des mesures avec une grande sensibilité à grande distance mais limitées à courtes distances par l'instabilité mécanique. Inversement des microleviers plus rigides vont entraîner une baisse de la sensibilité à grande distance mais repousser l'instabilité mécanique à des plus courtes distances.

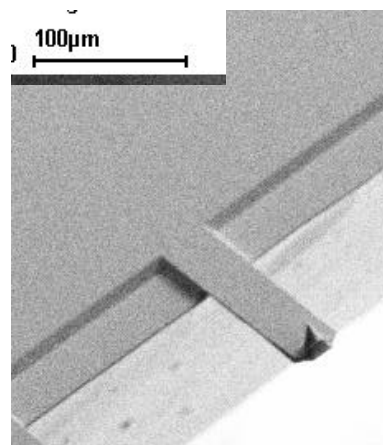


Figure 1.13 : Image MEB d'un microlevier d'AFM. On observe la pointe à son extrémité libre.

Il existe principalement quatre méthodes pour mesurer les paramètres physiques d'intérêt en AFM (la déflexion, l'amplitude de vibration, la fréquence de résonance...):

**a) Mesure du courant tunnel :**

Les déplacements du levier sont contrôlés et mesurés en acquérant le courant tunnel entre le microlevier et une pointe STM. La dépendance exponentielle du courant tunnel donne à cette méthode une très grande sensibilité. Toutefois, les courants tunnels typiques sont de l'ordre du nA et nécessitent une amplification, ce qui limite la bande passante à quelques kHz. En mode dynamique, les leviers oscillent à leur fréquence de résonance de l'ordre de 30 à 300 kHz. Ainsi, l'utilisation de cette méthode, se limite très souvent au mode statique. Un autre handicap majeur de cette technique est la grande sensibilité du courant tunnel à la contamination qui engendre de fortes instabilités du courant tunnel. Enfin, la pointe STM peut exercer une force considérable sur le microlevier et ainsi perturber la mesure de la force entre la pointe AFM et la surface. Actuellement à notre connaissance, cette méthode délicate à mettre en œuvre n'est plus utilisée.

**b) Mesures par couplage capacitif :**

Le couplage capacitif est une méthode beaucoup moins répandue que les méthodes optiques décrites ci-dessous. Différents dispositifs expérimentaux ont été introduits [43][44]. Ces dispositifs reposent sur le couplage capacitif entre le microlevier et une électrode fixe. Une variation de la distance entraîne une variation de la capacitance et donc de la différence de potentiel. Les résolutions standards de ces dispositifs sont de l'ordre de 0,1 Å. [45] La sensibilité de cette technique augmente avec une diminution de la distance. Toutefois, la force électrostatique entre les deux corps augmente aussi en diminuant la distance. De même, les risques d'instabilités mécaniques entre les deux électrodes lorsque le gradient de la force devient trop élevé, augmentent lorsque la distance diminue. De fait, la géométrie des systèmes est contrainte par un compromis entre la plus grande sensibilité possible tout en empêchant les risques d'instabilités mécaniques.

**c) Système de détection optique : La méthode interférométrique :**

Un exemple de dispositif est celui donné dans la référence [46], il est composé d'une fibre optique, qui achemine et collecte un faisceau laser, et forme avec le microlevier une cavité

Fabry-Perot. Le faisceau d'intensité  $I_1$  réfléchi par le levier puis collecté par la fibre optique interfère avec le faisceau d'intensité  $I_2$  réfléchi à l'interface verre-air en fin de la fibre optique. Le photocourant mesuré est proportionnel à l'intensité lumineuse  $I$  laquelle est donnée par la superposition de  $I_1$  et  $I_2$ [45] :

$$I = I_1 + I_2 + \sqrt{I_1 I_2} \cos \phi \quad (1.38)$$

Où  $\phi$  est la différence de phase entre les champs électriques des deux faisceaux. Cette différence de phase dépend de la différence entre les chemins optiques des deux faisceaux :

$$\phi = \phi_0 + \frac{4 \pi \Delta z}{\lambda} \quad (1.39)$$

Où  $I$  est la longueur d'onde et  $\Delta z$  est la déflexion du microlevier. Pour une meilleure sensibilité, la cavité est ajustée pour une valeur de  $\phi_0 = m \frac{\pi}{2}$  avec  $m$  un entier. La variation relative de l'intensité est alors proportionnelle à  $\Delta z$  :

$$\frac{\Delta I}{I} \propto \frac{\Delta z}{\lambda} \quad (1.40)$$

Une variation de  $\Delta z$  de  $0,1\text{\AA}$  entraînent des variations relatives d'intensité de l'ordre de  $10^{-5}$  [45].

Ce dispositif est relativement compact et permet de plonger le système dans un cryostat. Il est donc fréquemment utilisé pour des mesures à basse température. Travailler à basse température réduirait considérablement le bruit d'origine thermique augmentant de fait la sensibilité de la mesure. Ceci permettrait aussi de s'affranchir des instabilités liées aux dérives mécaniques notamment des systèmes de déplacement. Dans cette vision, le groupe picoNewton en collaboration avec Serge Huant et Martin Starck (LSP Grenoble) développe un AFM basse température basé sur ce système.

#### **d) Système de détection optique : Photodiode quatre quadrants :**

Cette méthode est actuellement la plus couramment utilisée. Elle consiste à mesurer la déflexion d'un faisceau laser (« beam deflection » en anglais) réfléchi par le dos du microlevier. La position du faisceau réfléchi est mesurée à l'aide d'une photodiode généralement divisée en

quatre quadrants. La différence entre l'intensité de la partie supérieure et de la partie inférieure de la diode divisée par l'intensité totale donne une mesure directe de la déflexion du levier :

$$\frac{\Delta I}{I} \propto \frac{6\Delta z}{l} \frac{1}{\delta} \quad (1.41)$$

Où  $l$  est la longueur du microlevier et  $\delta$  la divergence du faisceau réfléchi. Cet angle peut être déterminé par la diffraction sur le microlevier :  $\delta \approx \frac{2\lambda}{b}$  où  $b$  est la largeur du microlevier.

Ceci nous donne donc[45]:

$$\frac{\Delta I}{I} \propto \frac{\Delta z}{\lambda} \quad (1.42)$$

Ainsi, nous retrouvons une très forte similitude avec la méthode interférométrique. Notamment les deux méthodes sont limitées par la longueur d'onde du faisceau et ont une sensibilité similaire. Cette méthode de détection est mise en place sur l'AFM Omicron que j'ai utilisé au cours de cette thèse, nous y reviendrons dans le chapitre II.

#### 1.2.2.2. MESURES AVEC UN DIAPASON.

Dans le système représenté dans la figure 1.14, on abandonne le microlevier au profit d'un diapason en quartz piézoélectrique. Introduit par le groupe de Karraï [48], le diapason est devenu un système très largement utilisé en microscopie en champs proche [30][49]

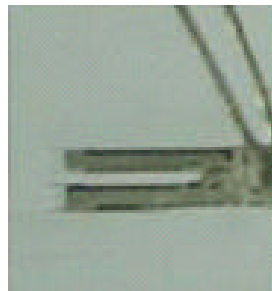


Figure 1.14: Image de microscopie optique d'un diapason piézoélectrique.

Le diapason possède une très grande constante de raideur supérieure au kN/m. De fait, dans ce dispositif, on s'affranchit de l'instabilité mécanique à courte distance. Ainsi, on privilégie une grande stabilité à courte distance au dépend d'une faible sensibilité à grande distance. En

imagerie AFM, ce système permet d'obtenir une grande stabilité dans le régime où l'interaction dominante entre la pointe et la surface est la liaison chimique dont la dépendance exponentielle assure une très bonne résolution latérale comparable au STM. De même, un tel système nous permettrait d'obtenir une grande stabilité dans le régime non retardé de Van der Waals à très courte distance. C'est une des raisons principales pour laquelle le groupe Piconewton développe un système identique en collaboration avec Fabio Comin à l'ESRF. A la fin de cette thèse nous montrerons d'ailleurs les premiers résultats obtenus avec un diapason. Le diapason permet uniquement de fonctionner dans le mode dynamique. La fréquence de résonance est de l'ordre de 30 kHz et il bénéficie d'un grand facteur de qualité supérieur 1000 dans l'air (au lieu typiquement de 100 pour les leviers). La mesure de l'amplitude de vibration s'effectue en mesurant le courant induit par la déformation des bras piézoélectriques. Une mesure électrique permet notamment de s'affranchir des artefacts liés aux systèmes de détection optique telles que les oscillations mesurées dans le signal de déflexion liées aux interférences. Nous reviendrons sur ces oscillations plus tard. De plus, l'utilisation d'un convertisseur courant tension et d'un amplificateur permet de mesurer de très faibles amplitudes de vibration nous assurant de travailler dans un régime linéaire [50]. Enfin, la compacité du système, son faible coût et son utilisation facile font que ce dispositif devient très fréquemment utilisé aussi bien dans le développement des AFM, que des microscopies optiques en champs proche.

### I.2.2.3. MESURES AVEC DES MICROSYSTEMES.

Enfin, pour mesurer les forces à courtes distances il est possible d'utiliser des microsystèmes qui ont connu un très grand développement ces dernières années. Notamment, les progrès réalisés dans l'élaboration des microsystèmes et nanosystèmes ont permis par exemple l'élaboration de balances de torsion à l'échelle micrométrique permettant ainsi une mesure locale de force. Ainsi avec le système présenté dans la figure 1.15, Capasso et al [14][15] ont pu mesurer une variation significative de la force de Casimir sur des distances s'étendant de 100 nanomètres à 400 nanomètres. Nous reviendrons en détails sur cette mesure à la fin du chapitre III.



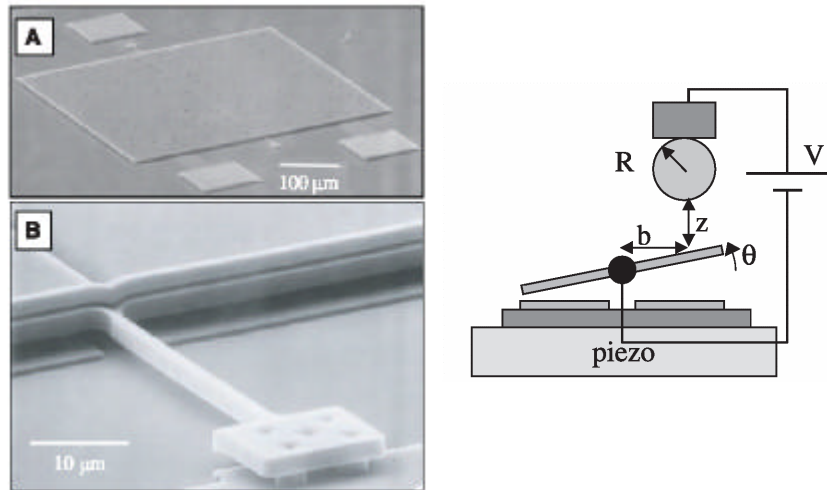


Figure 1.15 : A gauche, images MEB de la balance de torsion de dimensions micrométriques élaborée par Capasso et al. A droite, schéma du dispositif expérimental de mesure de forces.

Ainsi, nous venons de voir de façon non exhaustive, les principales forces interagissant entre deux objets. Les méthodes pour mesurer et mettre en évidence ces forces reposent essentiellement sur la portée de ces forces et leurs domaines de prédominance. A la fin du prochain chapitre, nous décrirons la stratégie que nous avons employée au cours de cette thèse. Nous verrons notamment que notre volonté d'effectuer des mesures quantitatives précises et d'augmenter au maximum les gammes de distances à sonder nous a contraint à abandonner le domaine de la microscopie bien que nos mesures soient basées sur l'utilisation d'un microscope à force atomique.

## REFERENCES CHAPITRE I:

- [1] M.J. Spaarnay. *Measurements of attractive forces between flat plates*. Physica, 24, p751 (1958)
- [2] A. Zangwill. *Physics at Surfaces*. Cambridges University Press (1988)
- [3] F. London, Z. phys. Chemie. B, **11**, 222 (1930)
- [4] H.B.G Casimir et D. Polder. *The Influence of Retardation on the London-Van der Waals Forces*. Phys. Rev. **73**, 360 (1948).
- [5] C.Genet, F. Intravaia, A. Lambrecht, S. Reynaud. *Electromagnetic Vacuum fluctuations, Casimir and Van der Waals Forces*. Annales de la fondation Louis de Broglie. **29**, 311 (2004)
- [6] C. Henkel, K. Joulain, J.-Ph. Mulet, and J.-J. Greffet. *Coupled surface polaritons and the Casimir force*. Phys. Rev. A. **69**, 023808 (2004)
- [7] Lifshitz E.M. Sov. Phys. JETP, **2**, 73 (1956)
- [8] C.Genet. *La force de Casimir entre deux miroirs métalliques à température non nulle*. Thèse de doctorat, Université de Paris VI. (Juillet 2002)
- [9] B.N.J Persson. *Sliding Friction : Physical Principles and Applications*. Springer, (2000)
- [10] L. Nony. *Analyse de la microscopie de force dynamique : application à l'étude de l'ADN*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I. (Décembre 2000)
- [11] B.W. Harris, F. Chen et U.Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force using gold surfaces*. Phys. Rev A, **62**, 052109(2000)
- [12] U. Mohideen et A. Roy. *Precision Measurement of the Casimir Force from 0.1 to 0.9  $\mu\text{m}$* . Phys. Rev. Lett. **81**, 4549 (1998)
- [13] A. Roy, C.Y. Lin et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D. 60, R111101 (1999)
- [14] H.B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop et F. Capasso. *Quantum mechanical actuation Microelectromechanical systems by the Casimir force*. Science, 291, 1941 (2001)
- [15] H.B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop et F. Capasso. *Nonlinear Micromechanical Casimir Oscillator*. Phys. Rev. Lett, 87, 211801 (2001)

- [16] T. Ederth. *Template-stripped gold surfaces with 0.4 nm rms roughness suitable for measurements. Application to the Casimir force in the 20-100 nm range.* Phys. Rev. A. **62**, 062104 (2000)
- [17] R.S. Decca, D. Lopez, E. Fischbach et D.E. Krause. *Measurement of the Casimir force between dissimilar metals.* Phys. Rev. Lett, 91, 050402 (2003)
- [18] S.K. Lamoreaux. *Demonstration of the Casimir Force in the 0.6 to 6  $\mu\text{m}$  range.* Phys. Rev. Lett. **78**, 5 (1996)
- [19] G. Bressi, G. Carugno, R. Onofrio et G. Ruoso. *Measurement of the Casimir force between parallel metallic surfaces* Phys. Rev. Lett. **88**, 041804 (2002).
- [20] D.Pines. *Elementary Excitations in Solids.* WA Benjamin (1963)
- [21] G.Celler et M. Wolf *Smart Cut<sup>TM</sup> A guide to the technology, the process, the products.* (2003) <http://www.soitec.com>
- [22] A. K. Geim, S. V. Dubonos, I. V. Grigorieva, K. S. Novoselov, A. A. Zhukov et S. Yu. Shapoval. *Microfabricated adhesive mimicking gecko foot-hair.* Nature Materials **2**, 461–463 (2003)
- [23] A. B. Kesel, A. Martin, et T. Seidl. *Getting a grip on spider attachment: an AFM approach to microstructure adhesion in arthropods.* Smart. Mater. Struct. **13**, 512–518 (2004)
- [24] O. Raccurt. *Etude des mécanismes de collage des microsystèmes lors de la phase de libération. Mise en œuvre de moyens de prévention .* Thèse de doctorat, Université Aix Marseille II (Juin 2004)
- [25] M. Guggisberg, M. Bammerlin, Ch. Loppacher, O. Pfeiffer, A. Abdurixit, V. Barwich, R. Bennewitz, A. Baratoff, E. Meyer, et H.-J. Güntherodt. *Separation of interactions by non contact force microscopy.* Phys. Rev. B. **61**, 11151–11155 (2000)
- [26] M. Reichling et C. Barth. *Scanning Force Imaging of Atomic Size Defects on the CaF<sub>2</sub>(111) Surface* Phys. Rev. Lett. **83**, 768 (1999)
- [27] K. Fukui, H. Onishi, et Y. Iwasawa. *Atom-Resolved Image of the TiO<sub>2</sub>(110) Surface by Noncontact Atomic Force Microscopy.* Phys. Rev. Lett. **79**, 4202–4205 (1997)
- [28] H. Raza, C. L. Pang, S. A. Haycock, and G. Thornton. *Evidence of Discrete Bond Breaking Steps in the 1 x 1 to 1 x 3 Phase Transition of TiO<sub>2</sub>(100)* Phys. Rev. Lett. **82**, 5265–5268 (1999)

- [29] M. A. Lantz, H. J. Hug, P. J. A. van Schendel, R. Hoffmann, S. Martin, A. Baratoff, A. Abdurixit, H.-J. Güntherodt, and Ch. Gerber. *Low Temperature Scanning Force Microscopy of the Si(111)-(7 x 7) Surface*. Phys. Rev. Lett. **84**, 2642–2645 (2000)
- [30] S Hembacher, FJ Giessibl, J Mannhart, CF Quate. *Revealing the hidden atom in graphite by low-temperature atomic force microscopy*. Proc. Natl. Acad. Sci. USA **100**, 12539–12542. (2003)
- [31] M. Bordag, B. Geyer, G. L. Klimchitskaya, et V. M. Mostepanenko. *New constraints for non-Newtonian gravity in the nanometer range from the improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D **62**, 011701 (2000)
- [32] V. M. Mostepanenko et M. Novello. *Constraints on non-Newtonian gravity from the Casimir force measurements between two crossed cylinders* Phys. Rev. D **63**, 115003 (2003)
- [33] E. Durand. *Electrostatique*. Tome II, Masson et Cie (1966)
- [34] S. Hudlet. *Etude des propriétés électrostatiques de surface par microscopie à force atomique: L'exemple de la triboélectricité*. Thèse de doctorat, Université Paris VI (Juin 1997)
- [35] F. Reif. *Fundamentals of Statistical and thermal physics*. Mc Graw- Hill International student edition. (1965)
- [36] J.B.Pendry. *radiative Exchange of Heat between nanostructures*. J. Phys. Condensed Matter **11**, 6621-6633 (1999)
- [37] C Genet, A Lambrecht et S. Reynaud. *Temperature dependence of the Casimir effect between metallic mirrors*. Phys. Rev. A. **62**, 012110 (2000)
- [38] R. Dianoux, F. Martins, F. Marchi, C. Alandi, F. Comin, et J. Chevrier. *Detection of electrostatic forces with an atomic force microscope Analytical and experimental dynamic force curves in the nonlinear regime*. Phys. Rev. B **68**, 045403 (2003)
- [39] E. A. Boer, L. D. Bell, M. L. Brongersma, H. A. Atwater M. L. Ostraat et R. C. Flagan. *Charging of single Si nanocrystals by atomic force microscopy*. Appl. Phys. Lett. **78**, 3133 (2001).
- [40] S. Banerjee, M. A. Salem et S. Oda *Conducting-tip atomic force microscopy for injection and probing of localized charges in silicon nanocrystals*. Appl. Phys. Lett. **83**, 3788 (2003).
- [41] L. J. Klein et C. C. Williams. *Single electron tunneling detected by electrostatic force* Appl. Phys. Lett. **79**, 1828 (2001).

- [42] Peter M. Hoffmann, Ahmet Oral, Ralph A. Grimble, H. Özgür Özer, Steve Jeffery et John B. Pethica. *Direct measurement of interatomic force gradients using an ultra-low-amplitude atomic force microscope* Proc. R. Soc. Lond. A. **457**, 1161 (2001)
- [43] G. Neubauer, S. R. Cohen, G.M. McClelland, D.Horne et C. M. Mate. *Force microscopy with a bidirectional capacitance sensor*. Rev. Sci. Instrum. **61**, 2296 (1990)
- [44] G. L. Miller, E. R. Wagner et T. Sleator *Resonant phase shift technique for the measurement of small changes in grounded capacitors*. Rev. Sci. Instrum. **61**, 1267 (1990)
- [45] E.Meyer. *Atomic Force Microscopy*. Progress in Surface Science. **41**, 3 (1992)
- [46] D. Rugar, H. J. Mamin, et P. Guethner. *Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy*. Appl. Phys. Lett. **55**, 2588 (1989).
- [47] G. Meyer et N.M Amer. *Novel optical approach to atomic force microscopy*. Appl. Phys. Lett. **53**, 1045 (1988).
- [48] K.Karrai, et R.D.Grober. *Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes*. Appl. Phys. Lett. **66**, 1842 (1995).
- [49] M. Brun, S. Huant, J. C. Woehl, J.-F. Motte, L. Marsal et H. Mariette. *Low-temperature near-field spectroscopy of CdTe quantum dots*. Journal of Microscopy, **202**, 202 (2001)
- [50] G.Rubio-Bollinger, P. Joyez et N. Agrait. *Metallic Adhesion in Atomic-Size Junctions*. Phys. Rev. Lett. **93**, 116803 (2004)

## CHAPITRE II. LA MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE

L'AFM a été mis au point en 1986 par Binnig [1] et al. Le concept de l'AFM est très proche de celui du STM inventé 5 ans plus tôt [2]. La principale différence étant l'utilisation d'un senseur de force plutôt qu'une pointe tunnel. Le senseur de force est constitué d'une pointe placée à l'extrémité libre d'un microlevier ou plus récemment à l'extrémité d'un des bras d'un diapason. Contrairement au STM pour lequel le régime tunnel agit à très courte portée, la force agissant entre une pointe AFM et une surface fait apparaître 3 régimes :

- ✓ Au contact, la pointe et la surface sont soumises à la répulsion de cœur dur.
- ✓ Un régime à courte portée s'étendant sur des fractions de nanomètres correspondant aux liaisons chimiques entre la pointe et la surface.
- ✓ Un régime à plus longue portée (Van der Waals, électrostatiques, magnétiques) pouvant s'étendre à la centaine de nanomètre pour les forces électrostatiques et magnétiques. Sous conditions ambiantes des forces de capillarité peuvent aussi être présentes.

Du fait du grand nombre de forces qui peuvent être mises en jeu entre une pointe AFM et une surface, un AFM permet de larges possibilités d'applications aussi bien sur des surfaces isolantes que conductrices et dans différents milieux (air ambiant, ultra vide, liquide...) :

- ✓ L'imagerie s'étendant sur des champs de plusieurs dizaines de micromètres pour atteindre la résolution atomique.[3][4][5]
- ✓ L'étude des propriétés mécaniques [6][7], électriques [8][9], magnétiques[10] ou bien encore tribologiques [11][12]...
- ✓ La manipulation d'objets nanométriques [13]
- ✓ La nanolithographie ou la nano-oxydation.[14][15]
- ✓ La spectroscopie de force.[16]

Dans ce chapitre, nous décrivons les différents modes de fonctionnement de l'AFM, basés soit sur la mesure de la déformation élastique des microleviers (le mode statique) soit sur la mesure des grandeurs physiques d'un microlevier oscillant ou d'un diapason oscillant telles que la

fréquence de résonance, l'amplitude de vibration... Nous finirons ce chapitre par une description de la méthode que nous avons utilisée pour mesurer quantitativement des forces sur des distances de plusieurs centaines de nanomètres avec un AFM qui est le plus souvent restreint sur des gammes de distances plus réduites bien souvent inférieures à 100 nm.

## II.1. LE MODE STATIQUE

### II.1.1. PRINCIPE

Le mode statique consiste à mesurer la déflexion ou la torsion du microlevier lorsque la pointe et la surface interagissent. La méthode de détection la plus couramment utilisée en mode statique consiste à mesurer la déviation d'un faisceau laser réfléchi par le microlevier avec une photodiode à quatre quadrants. Le schéma de principe est montré sur la figure 2.1.

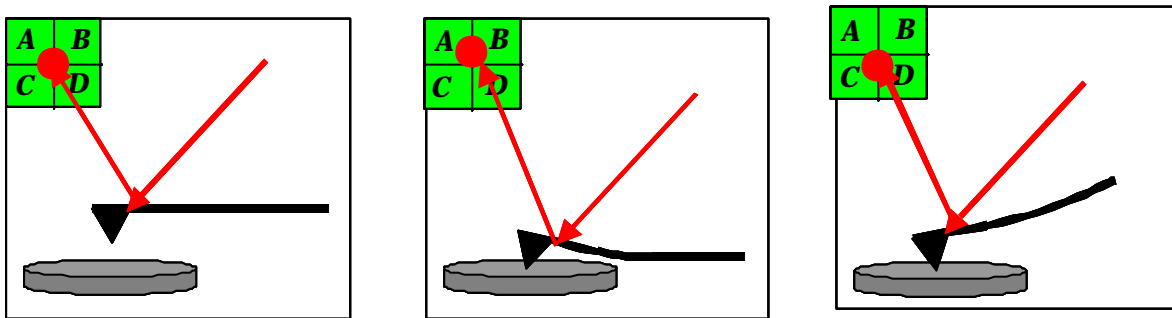


Figure 2.1 Schéma de principe de la détection de la déflexion d'un microlevier par le déplacement d'un faisceau laser dans une photodiode quatre quadrants.

La déflexion ou la flexion du microlevier (notée  $F_N$  pour Force Normale) sont directement obtenues par la différence entre les courants en sortie des quadrants supérieurs (A et B) et les courants en sortie des quadrants inférieurs (C et D) normalisée par le courant total soit:

$$F_N = \frac{(A + B) - (C + D)}{A + B + C + D} \quad (2.1)$$

Avec  $F_N < 0$  lorsque la force est attractive et  $F_N > 0$  lorsque la force est répulsive.

La mesure de la torsion notée ( $F_L$  pour Force Latérale) est donnée par la différence entre les courants en sortie des quadrants de droite (A et C) et les courants en sortie des quadrants de gauche (B et D) normalisée par le courant total soit :

$$F_L = \frac{(A + C) - (B + D)}{A + B + C + D} \quad (2.2)$$

### II.1.2. LES COURBES DE FORCES

Les courbes de forces en mode statique consistent à mesurer la force normale, égale au produit de la déflexion du microlevier et de sa constante de raideur en fonction de la distance entre la pointe et la surface. Une courbe de force typique est représentée sur la figure 2.2.

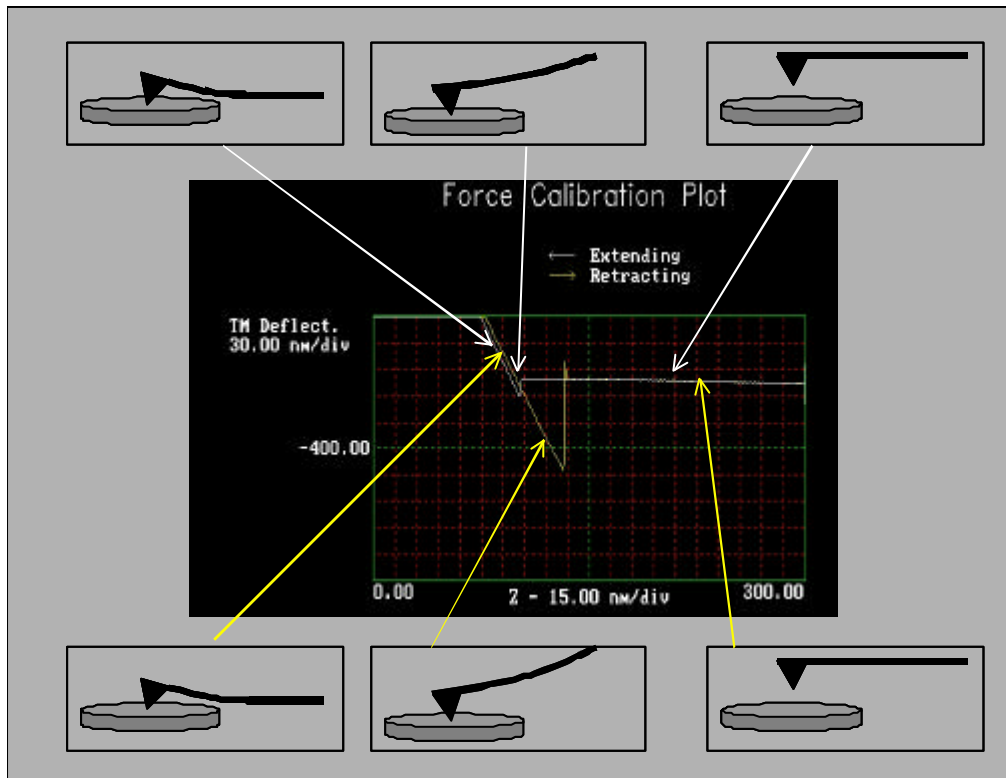


Figure 2.2 : Courbe de force typique. La courbe blanche correspond à l'approche et la courbe jaune au retrait. La déformation du microlevier est schématisée pour différents points de la courbe.

La courbe blanche correspond à l'approche et la courbe jaune au retrait. Au début de la mesure, la pointe est loin de la surface, il n'y a donc aucune interaction et la déflexion mesurée est nulle (courbe plate). En se rapprochant de la surface, la pointe et la surface entrent en interaction, la force est alors attractive, de fait la déflexion devient négative. Lorsque la distance



diminue encore le gradient des forces attractives devient supérieur à la constante de raideur du microlevier conduisant à une instabilité mécanique et on observe un inévitable « plongeon à la surface » de la pointe. En continuant à diminuer la distance, les contributions répulsives et négatives des forces s'annulent, la déflexion redevient nulle. Puis, la diminution de la distance entraîne une augmentation de la déflexion, liée à la répulsion de cœur entre la pointe et la surface en contact, qui devient alors positive.

Lorsque l'on retire la pointe de la surface on observe tout d'abord une diminution de la déflexion. Après la répulsion de cœur dur, la déflexion redevient négative et il apparaît un cycle d'hystérésis entre la courbe d'approche (pour mémoire en blanc) et la courbe de retrait (en jaune). Ce cycle d'hystérésis est lié à l'adhésion entre la pointe et la surface. Enfin, lorsque la force élastique liée à la déflexion du microlevier devient plus grande que la force d'adhésion entre la pointe et la surface, la pointe se décroche de la surface. On revient alors à une déflexion nulle.

En mode statique, le régime délimité par la distance pour laquelle l'interaction attractive est suffisamment intense pour être détectée et par la distance à laquelle l'instabilité mécanique se manifeste s'étend généralement sur une gamme de distances très réduites, tout au plus de l'ordre de quelques nanomètres, voire même inexistante. Ceci nous conduit à deux remarques concernant le mode de fonctionnement standard en mode statique :

- ✓ Il est très délicat, voire même impossible de mesurer des forces attractives avant contact dans le mode statique en utilisant un système microlevier-pointe standard. Nous reviendrons en détails sur ce point à la fin de ce chapitre.
- ✓ Le régime de fonctionnement de l'AFM est stable uniquement dans le régime répulsif pour lequel la déflexion est donc la force normale est positive. De fait, les images topographiques sont réalisées dans ce régime quand la pointe est en contact avec la surface. C'est pourquoi le mode statique est couramment appelé mode contact.

### II.1.3. IMAGERIE EN MODE CONTACT

L'utilisation la plus répandue de l'AFM en mode contact est l'imagerie. Elle consiste à balayer la surface dans le plan X, Y alors que la pointe est en contact avec la surface tout en asservissant le signal suivant la direction Z. L'asservissement s'effectue à partir d'une boucle de régulation qui contraint le microlevier à garder sa déflexion constante et donc en gardant la force normale constante. Le balayage s'effectue selon un axe rapide durant laquelle l'acquisition du signal s'effectue et un axe lent selon lequel le balayage s'effectue pas à pas après un aller retour selon l'axe rapide. Deux situations sont alors envisageables :

- ✓ L'axe du microlevier est parallèle à l'axe lent. Dans ce cas, l'enregistrement de la variation de hauteur du microlevier maintenant la déflexion constante en fonction des positions X et Y permet une reconstruction en 3 dimensions de la surface. Dans ce cas, le contraste est un contraste de hauteur et l'image ainsi obtenue correspond à la topographie de la surface. La figure 2.3 représente les mesures de la topographie d'une surface d'un quasicristal et d'un cristal d'or obtenues en mode contact à l'air. A travers ces deux exemples nous pouvons notamment voir la possibilité d'effectuer des images topographiques à grands champs (ici  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ ).

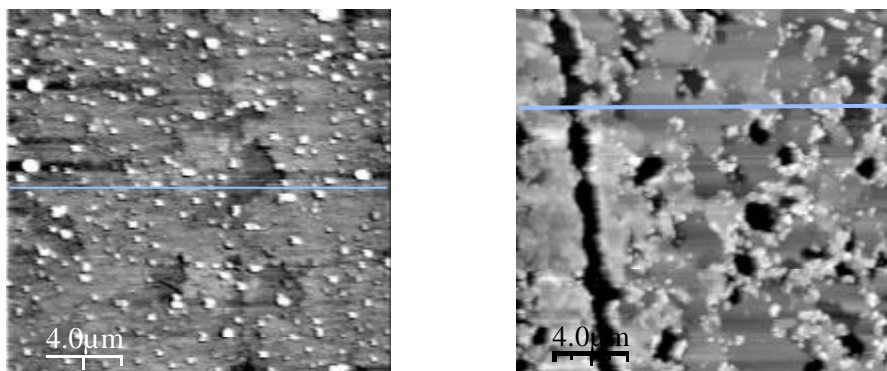


Figure 2.3: Images topographiques en mode contact obtenues à l'air, d'un cristal d'or à gauche et d'un quasicristal (AlPdMn) à droite.

- ✓ L'axe du microlevier est perpendiculaire à l'axe rapide. Dans ce cas, en plus de mesurer le signal topographique, il est possible de mesurer le signal de torsion du levier. C'est le mode de force latérale pour lequel le contraste est en partie dû à la friction entre la pointe et la surface.

En mode contact, la pression exercée par la pointe peut être élevée et risque d'endommager une surface molle ou fragile. Inversement, une surface très dure risque de dégrader irrémédiablement la pointe. En 1987, Martin et al [17] ont développé le mode dynamique pour lequel il n'y a aucun contact et ou alors de façon intermittente. Ce mode de fonctionnement permet de limiter les risques de dégradation de la pointe et de la surface. Avec ce mode de fonctionnement, il est alors possible d'imager des surfaces fragiles comme des échantillons biologiques ou encore des nano-objets faiblement ancrés sur la surface (nanotubes, polymères, brins d'ADN...)

## **II.2. LE MODE DYNAMIQUE**

### **II.2.1. PRINCIPE**

En mode dynamique le microlevier est délibérément mis en vibration. Le levier est monté sur un actuateur pour permettre une excitation externe, soit mécanique soit électrique, de l'oscillation. Il existe principalement deux méthodes de fonctionnement : La modulation d'amplitude (AM-AFM) et la modulation de fréquence (FM-AFM). Ces modes de fonctionnement sont appelés mode non contact par opposition au mode contact. En effet, contrairement au mode statique où la pointe est en contact avec la surface, en mode dynamique la pointe est «loin de la surface ». De fait, les interactions entre la pointe et la surface sont généralement attractives. Toutefois, le mode AM-AFM pour des expériences à l'air est souvent utilisé avec des distances pointe surface de l'ordre de l'amplitude de vibration. Dans ces conditions, la pointe sonde à la fois le régime répulsif et attractif. On parle alors de mode « Tapping » ou de contact intermittent.

En mode AM-AFM, le levier est excité avec une amplitude et une fréquence d'excitation fixes [17]. La fréquence d'excitation est choisie au voisinage de la fréquence de résonance du microlevier lorsque ce dernier n'est soumis à aucune interaction. Quand la pointe approche la surface, les interactions entraînent à la fois un changement d'amplitude de vibration du microlevier et du déphasage entre la vibration du microlevier et l'excitation. Ces variations sont utilisées pour contrôler la boucle d'asservissement. Les variations d'amplitude ne sont pas instantanées, elles se déroulent sur une échelle de temps  $\tau_{AM} = 2Q/f_0$  où  $Q$  est le facteur de qualité et  $f_0$  la fréquence de résonance du levier. On considère en général, qu'il faut attendre

$3\tau_{AM}$  avant d'atteindre l'équilibre. Pour un microlevier de fréquence de résonance de 100kHz et un facteur de qualité de 300, le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire est de 3 ms. Sous vide,  $Q$  peut atteindre typiquement des valeurs de l'ordre de 50000 voire plus. Si on considère un facteur de qualité de 30000, il faudrait atteindre pratiquement 24h pour obtenir une image 512\*512 points. Ainsi, le mode AM-AFM est très lent pour des mesures sous vide.

Albrecht et al [18] ont résolu ce problème en introduisant le mode FM-AFM pour lequel les variations de fréquence propre du microlevier évoluent au cours d'une seule oscillation et donc avec un temps caractéristique  $t_{FM} = 1/f_0$ .

En FM-AFM, la phase du microlevier est maintenue à  $90^\circ$  par rapport au signal d'excitation afin d'exciter le microlevier constamment à sa fréquence de résonance. De plus, il est soumis à une boucle de régulation positive qui fait varier l'amplitude d'excitation de telle sorte que l'amplitude de vibration reste constante. Les signaux extraits sont le déplacement de la fréquence de résonance  $\Delta f$  et l'amplitude d'excitation  $A_{exc}$ . Comme nous le verrons dans le chapitre VII, ce décalage  $\Delta f$  est, dans le régime linéaire, proportionnel au gradient de la force agissant entre la pointe et la surface. Les variations de  $A_{exc}$  avec la distance sont reliés aux pertes d'énergie de l'oscillateur en interaction. Ce signal permet d'obtenir une mesure de la dissipation et est souvent appelé signal de « damping ». En général, les variations de la fréquence de résonance sont utilisées pour contrôler la boucle d'asservissement et donc la distance de séparation entre la pointe et la surface.

Ainsi en mode dynamique, nous détectons directement la perturbation d'un oscillateur soumis à une interaction avec une surface, soit par les variations de l'amplitude de vibration ou de la phase pour le mode AM-AFM, soit par les variations de la fréquence de résonance ou du signal de « damping » pour le mode FM-AFM. La réponse d'un oscillateur soumis à un champ de force sera décrite dans le chapitre VII. Au cours de cette thèse, nous nous sommes intéressés principalement à la variation de la fréquence de résonance qui comme nous le verrons, est proportionnelle aux variations du gradient des forces mises en jeu.

Contrairement au mode contact où l'imagerie repose principalement sur l'interaction dite de répulsion de cœur dur, en mode non contact de nombreuses interactions peuvent agir

entre la pointe et la surface (Van der Waals, liaison chimique électrostatique, magnétiques). De fait, le mode non contact permet un grand nombre d'applications (imagerie des surfaces, mesures des propriétés électriques ou magnétiques des matériaux...). Toutefois, pour chaque application il est alors absolument nécessaire de contrôler les interactions. Ainsi, pour augmenter la résolution latérale des mesures topographiques, il est nécessaire que les contributions des forces à longues portées soient négligeables devant les forces à plus courtes distances afin que seule l'extrémité de la pointe interagisse avec la surface. Par exemple, il peut être nécessaire de compenser au mieux les différences de potentiel de surface pour s'affranchir des forces électrostatiques. Un exemple marquant du contrôle des interactions est la possibilité, sous ultra-vide, de ne sonder que l'interaction chimique entre la pointe et la surface permettant d'obtenir des images de surface avec la résolution atomique.

A l'opposé, pour de nombreuses autres applications il peut être intéressant de mesurer et de contrôler les interactions à longue portée. Un exemple typique est la microscopie à force électrostatique (Electrostatic Force Microscopy en anglais EFM) qui consiste à mesurer localement l'effet de charges sur une surface. En appliquant une tension entre une pointe AFM et une surface. Dans un cas particulier de surfaces nanostructurées, on peut charger positivement ou négativement des nanoclusters[8]. Les mesures de forces électrostatiques permettent ensuite de détecter ces charges et d'étudier leur évolution au cours du temps [19]. Enfin, il existe différents modes opératoires dérivés de la microscopie à force électrique tels que par exemple le SCM (« Scanning Capacitance Microscopy ») qui mesure la capacitance locale ou encore le KFM (« Kelvin Force Microscopy ») qui mesure le potentiel de surface d'un conducteur.

Comme nous le verrons dans le chapitre VII, les mesures en mode dynamique que nous avons effectuées consistent à mesurer le décalage de la fréquence de résonance  $\Delta f$  de l'oscillateur (système sphère-microlevier) en interaction électrostatique ou de Van der Waals/Casimir avec une surface en fonction de la distance ou du potentiel appliqué à la sphère. Les mesures de  $\Delta f$  ont été obtenues par des mesures directes en mode FM-AFM ou à partir de mesures de courbes de résonance.

### II.3. MESURES QUANTITATIVES DE FORCES FAIBLES AVEC UN AFM

Nous avons vu précédemment que pour mesurer la force de Van der Waals il fallait contrôler des distances à l'échelle micrométrique et nanométrique entre deux objets de taille micrométrique. De fait, deux possibilités sont généralement envisageables: l'utilisation de la technologie des microsystèmes ou bien l'utilisation d'un AFM.

- ✓ Nous nous sommes orientés vers des mesures avec un AFM. Où les distances mises en jeu sont généralement inférieures à la dizaine de nanomètres et pouvant atteindre 100 nanomètres pour des mesures en mode EFM. De plus, les mesures quantitatives de forces en AFM sont très souvent limitées par la non-connaissance de la géométrie de la pointe, de la distance absolue entre la pointe et la surface et enfin la constante de raideur du microlevier. Il nous faut donc mettre en place une stratégie nous permettant :
  - ✓ De sonder la gamme de distance la plus grande possible, typiquement allant de 10 nm à 1  $\mu\text{m}$ .
  - ✓ De déterminer la distance absolue.
  - ✓ De calibrer avec précision le système de mesure et notamment la constante de raideur du microlevier.

Les distances accessibles en AFM sont d'abord déterminées par la portée des interactions mises en jeu et les dimensions des surfaces en interaction. La force de Van der Waals est une force à courte portée, il est alors considéré que seule l'extrémité de la pointe contribue à l'interaction. Le rayon de courbure d'une pointe d'AFM standard est typiquement proche de 10 nm. C'est pourquoi les mesures AFM sont sensibles à l'interaction entre la pointe et la surface pour des distances de quelques nanomètres. Ainsi, des mesures à plus grande distance nécessitent l'utilisation d'une sonde dont la surface effective d'interaction est largement supérieure au rayon d'une pointe AFM. La limite supérieure pour les dimensions de la sonde est fixée par les dimensions du microlevier qui lui servira de support. Un microlevier d'AFM a typiquement une longueur de quelques centaines de micromètres et une largeur de quelques

dizaines de micromètres. Ces deux remarques fixent les dimensions de la sonde dans des gammes micrométriques.

Pour effectuer des mesures quantitatives de forces précises et directement comparables avec des prédictions théoriques, il est nécessaire de considérer une géométrie parfaitement définie et adaptée aux modélisations existantes. Les deux géométries qui apparaissent naturellement sont les configurations plan-plan et sphère-plan. Nous avons opté pour la géométrie sphère-plan afin de s'affranchir des difficultés liées au contrôle du parallélisme de deux surfaces lors des déplacements relatifs. Compte tenu des remarques précédentes, nous avons choisi des sphères de polystyrène avec des rayons proches de  $40\mu m$ . Comme nous le verrons dans le chapitre IV, ces sphères sont métallisées par évaporation d'une couche d'or.

Nous allons maintenant estimer la gamme des distances sondées avec une microsphère ( $R=50\mu m$ ) et une pointe AFM ( $R=10nm$ ). Le but est de montrer que non seulement l'utilisation des microsphères permet des mesures à plus grandes distances mais permet aussi d'augmenter l'écart entre la distance la plus proche et la plus éloignée :

La gamme des distances sondées est limitée à courte distance par l'instabilité mécanique du microlevier et à grande distance par la sensibilité des mesures. Pour l'estimation de cette distance minimale, nous considérons l'interaction de Van der Waals dans le régime non retardé, dans une géométrie sphère-plan (cf. chapitre I). La distance minimale ( $D_{min}$ ) que nous pouvons sonder est alors donnée par :

$$D_{min} = \sqrt[3]{\frac{HR}{3.k}} \quad (2.3)$$

Avec H la constante de Hamaker que nous prendrons égale à  $5.10^{-19}$  J et k la constante de raideur du microlevier que nous prendrons égale à  $0,1N/m$ . Nous trouvons ainsi pour la pointe une distance minimale de  $2,6$  nm et pour la sphère de  $55nm$ .

La limite supérieure est donnée par la force minimale que nous pouvons mesurer. Pour cette valeur nous prendrons une résolution en force typique de nos mesures qui comme nous le verrons dans le chapitre 5 est proche de  $5pN$ . Pour la pointe, cette force minimale sera comparée de nouveau avec la force de Van der Waals non retardée. Pour la microsphère, nous considérerons la force de Casimir entre une sphère et plan parfaitement réfléchissant. Ainsi nous obtenons les relations :

$$D_{sup}^P = \sqrt{\frac{HR}{6F_{min}}} \quad (2.4)$$

$$D_{sup}^S = \sqrt[3]{\frac{\pi^3 R h c}{360F_{min}}} \quad (2.5)$$

qui mènent à une distance supérieure  $D_{sup}^P = 14nm$  pour la pointe et à  $D_{sup}^S = 378nm$  pour la sphère. La figure 2.4, dessinée à l'échelle, fait apparaître clairement le gain apporté par l'utilisation de la sphère sur la gamme des distances que nous pouvons sonder :

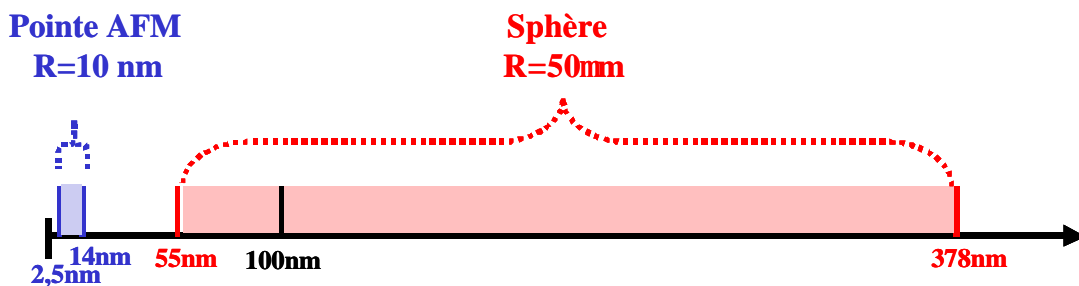


Figure 2.4 : Gammes des distances accessibles sondées lors de mesures de forces en AFM. En bleu, la sonde est une pointe d'AFM standard. En rouge la pointe a été remplacée par une microsphère.

Une mesure quantitative de forces nécessite notamment de connaître la distance absolue entre la sphère et la surface et la constante de raideur du microlevier. De plus, pour une comparaison précise entre les prédictions théoriques pour la force de Casimir et les mesures, il est nécessaire que cette comparaison se fasse sans paramètre ajustable. Ainsi, la détermination des paramètres (distance absolue...) doit être indépendante de la mesure de la force de Casimir. Pour cela, nous utilisons une stratégie généralement employée par les différents groupes qui étudient la force de Casimir[20][21]. La méthode consiste à systématiquement mesurer la force électrostatique en appliquant une différence de potentiel entre la sphère et la surface. Les paramètres sont alors ajustés pour optimiser la comparaison entre les prédictions théoriques d'une force capacitive sphère-plan et les mesures. Ces paramètres sont ensuite directement utilisés pour comparer les mesures de la force de Casimir aux prédictions théoriques. La figure suivante résume la stratégie des expériences utilisées au cours de cette thèse.



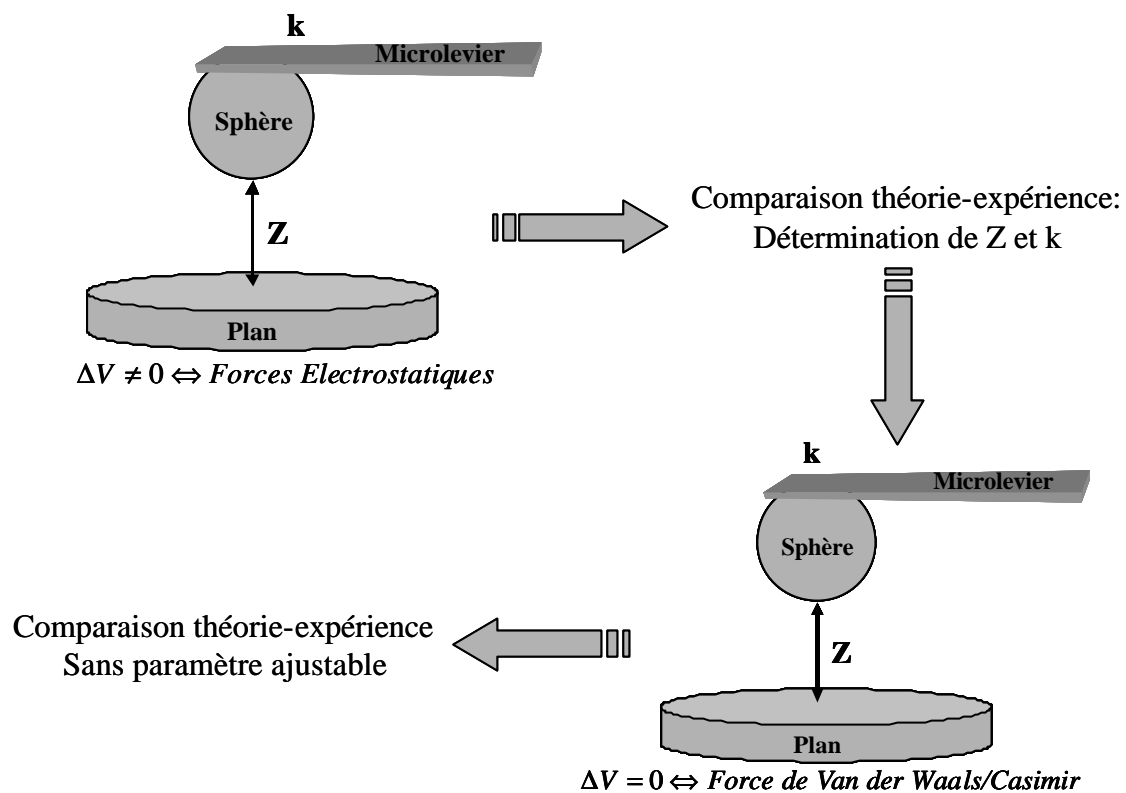


Figure 2.5 : Stratégie de mesure systématiquement employée au cours de cette thèse en vue d'effectuer des mesures quantitatives de la force de Casimir.

## RÉFÉRENCES CHAPITRE II:

- [1] G. Binning, C.F. Quate et Ch. Gerber *Atomic force Microscope*. Phys. Rev. Lett. **56**, 930-933 (1986)
- [2] G. Binning, H. Rohrer, Ch. Gerber et E. Weibel. *Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy*. Phys. Rev. Lett. **49**, 57-60 (1982)
- [3] M. Reichling et C. Barth. *Scanning Force Imaging of Atomic Size Defects on the CaF<sub>2</sub>(111) Surface*. Phys. Rev. Lett. **83**, 768 (1999)
- [4] K. Fukui, H. Onishi, et Y. Iwasawa. *Atom-Resolved Image of the TiO<sub>2</sub>(110) Surface by Noncontact Atomic Force Microscopy*. Phys. Rev. Lett. **79**, 4202–4205 (1997)
- [5] S Hembacher, FJ Giessibl, J Mannhart, CF Quate. *Revealing the hidden atom in graphite by low-temperature atomic force microscopy*. Proc. Natl. Acad. Sci. USA **100**, 12539–12542. (2003)
- [6] J.P. Salvetat, J.M. Bonard, N.H. Thomson, A.J. Kulik, L. Forró, W. Benoit et L. Zuppiroli. *Mechanical properties of carbon nanotubes*. Appl. Phys. A. **69**, 255 (1999)
- [7] S. Decossas, G. Cappello, L. Patrone, A.M. Bonnot, F. Comin et J. Chevrier. *Mechanics of multi walled carbon nanotubes probed by AFM*. Proceedings MRS vol. **675** (2001)
- [8] C. Guillemot, P. Budeau, J. Chevrier, F. Marchi, F. Comin, C. Alandi, F. Bertin, N. Buffet, Ch. Wyon et P. Mur. *Imaging of Stored charges in Si Quantum Dots by Tapping and Electrostatic Force Microscopy*. Appl. Phys. A. **69**, 255 (1999)
- [9] R. Dianoux, F. Martins, F. Marchi, C. Alandi, F. Comin, J. Chevrier. *Detection of electrostatic forces with an AFM : analytical and experimental dynamic force curves in non-linear regime*. Phys. Rev. B **68**, 045403 (2003)
- [10] D. Rugar, H. J. Mamin, P. Guethner, S. E. Lambert, J. E. Stern, I. McFadyen et T. Yogi. *Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media*. J. Appl. Phys. **68**, 1169 (1990)
- [11] E. Riedo, J. Chevrier, F. Comin et H. Brune. *Nanotribology of carbon based thin films: the influence of film structure and surface morphology*. Surface Science **477**, 25-34 (2001)
- [12] E. Riedo, F. Levy et H. Brune. *Kinetics of capillary condensation in nanoscopic sliding friction*, Phys. Rev. Lett. **88**, 185505-4, (2002)

- [13] S. Decossas, L. Patrone, A.M. Bonnot, F. Comin, M. Derivaz, A. Barski et J. Chevrier. *Nanomanipulation by atomic force microscopy of carbon nanotubes on a nanostructured surface*. Surface Science **543**, 57 (2003)
- [14] F. Marchi, V. Bouchiat, H. Dallaporta, V. Safarov, D. Tonneau et P. Doppelt. *Growth of silicon oxide on hydrogenated silicon during lithography with an atomic force microscope*. J. Vac. Sci. Technol. B. **16**, 2952 (1998)
- [15] J. Smith, G. Torricelli, F. Marchi, P. Budau, F. Comin, J. Chevrier. *Oxidation and Adhesion on the Quasi-Crystalline AlPdMn Surface: Studied by Nanolithography*. Surface Science (2005) à paraître.
- [16] T. Strunz, K. Oroszlan, R. Schaefer, H.J. Guentherodt. *Dynamic force spectroscopy of single DNA molecules*. Proc Natl Acad Sci U S A. **96**, 11277 (1999)
- [17] Y. Martin, C.C Williams et H.K. Wickramasinghe,. *Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale*. J. Appl. Phys **61**, 4724 (1987).
- [18] T.R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne et D.Rugar. *Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*. J. Appl. Phys **69**, 668 (1991)
- [19] R. Dianoux, H.J.H Smilde, F. Marchi, N Buffet, P. Mur, F.Comin, J. Chevrier. *Kinetic Roughening of charge spreading in a 2D Silicon-nanocrystal network detected by Electrostatic Force Microscop*. Phys. Rev. B. (2005) à paraître.
- [20] H.B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop et F. Capasso. *Quantum mechanical actuation Microelectromechanical systems by the Casimir force*. Science, **291**, 1941 (2001)
- [21] A. Roy, C.Y. Lin et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D. **60**, R111101 (1999)

# **CHAPITRE III. LA FORCE DE CASIMIR**

Dans ce chapitre, nous décrivons les principales caractéristiques de la force de Casimir. Pour cela, nous commencerons par décrire de façon simplifiée l'interaction de Van der Waals par échange de photons virtuels entre deux atomes neutres. Cette description nous permettra de faire apparaître naturellement, l'existence d'une distance caractéristique qui délimite le régime classique non retardé de la force de Van der Waals et le régime retardé souvent appelé Casimir-Polder.

Nous présenterons ensuite brièvement les fluctuations quantiques du vide afin de décrire la force de Casimir. Nous soulignerons le fait que la force de Casimir est une interprétation par H.BG Casimir de la force de Van der Waals à partir des notions des fluctuations du vide. Nous verrons que la force de Casimir peut être interprétée comme la résultante des pressions de radiation des fluctuations du vide sur les parois d'une cavité formée par deux miroirs plans, parallèles, parfaitement réfléchissants et à température nulle.

Puis, nous présenterons, à partir des travaux du groupe de S. Reynaud à Paris, une description de la force de Casimir pour des miroirs réels (i.e. possédant une conductivité finie), à température ambiante et pour une géométrie sphère-plan.

Enfin, nous terminerons par la description de quelques expériences récentes de mesures de la force de Casimir.

## **III.1. DESCRIPTION THEORIQUE.**

### **III.1.1. FORCE DE VAN DER WAALS ENTRE DEUX ATOMES.**

Dans ce paragraphe, nous allons étudier les interactions entre deux atomes neutres dans les limites de la force de Van der Waals et de la force de Casimir-Polder (Van der Waals retardé). Pour cela, nous ferons un traitement simplifié de l'interaction entre deux atomes neutres dans leur état fondamental par échanges de photons en se basant sur la référence[1]. L'objectif principal de ce traitement est de faire apparaître l'existence d'une distance caractéristique.

En électrodynamique, le système étudié est constitué de deux sous systèmes en interaction : le champ électromagnétique transverse (caractérisé par le potentiel vecteur transverse  $\vec{A}_T$ , le champ électrique transverse  $\vec{E}_T$  et le champ magnétique  $\vec{B}$ ) et un ensemble de particules chargées  $\alpha$  (caractérisées par leur charge  $q_\alpha$ , leur impulsion  $\vec{p}_\alpha$ , leur masse  $m_\alpha$  et leur position  $\vec{r}_\alpha$ ). L'Hamiltonien  $H$  du système global a pour expression en jauge de coulomb ( $\nabla \cdot \vec{A} = 0$ ):

$$H = \sum_{\alpha} \frac{1}{2m_{\alpha}} [\vec{p}_{\alpha} - q_{\alpha} \vec{A}_T(\vec{r}_{\alpha})]^2 + V_{coul} + H_R. \quad (3.1)$$

Ici nous n'avons pas considéré l'énergie d'interaction des moments magnétiques de spin avec le champ magnétique.

Le premier terme correspond à l'énergie cinétique des particules. Le deuxième terme est l'énergie de coulomb qui correspond à l'énergie du champ longitudinal. Le troisième terme de  $H$  représente l'énergie du champ transverse :

$$H_R = \frac{\epsilon_0}{2} \int d^3r [\vec{E}_T^2(r) + \vec{B}^2(r)] \quad (3.2)$$

Dans une description quantique, les champs sont exprimés à partir des opérateurs création et annihilation ( $a$  et  $a^\dagger$ ). En ces termes, l'Hamiltonien du champ transverse s'écrit :

$$H_R = \sum_i \hbar \omega_i (a_i^\dagger a_i + \frac{1}{2}) \quad (3.3)$$

Nous rappelons que nous désirons étudier l'interaction entre deux atomes neutres. Il est alors intéressant de considérer le couplage entre l'atome et le champ transverse sous la forme d'une interaction dipolaire électrique entre le dipôle atomique  $\vec{d} = \sum_{\alpha} q_{\alpha} \vec{r}_{\alpha}$  et le rayonnement transverse. De plus, nous supposons que l'extension spatiale des particules chargées formant l'atome (typiquement de l'ordre du rayon de Bohr) est faible devant la longueur d'onde du rayonnement. Ainsi, nous considérons que toutes les particules de l'atome voient le même champ : C'est l'approximation des grandes longueurs d'onde. Dans l'approximation dipolaire électrique, l'Hamiltonien pour un atome neutre (avec un centre de masse en  $R$ ) s'écrit :

$$H = H_p + H_R - \vec{d} \cdot \vec{E}_T(R) \quad (3.4)$$

Avec  $H_p$  l'Hamiltonien de l'atome isolé,  $H_R$  l'Hamiltonien du champ transverse et le dernier terme exprime l'interaction entre le champ transverse et l'atome.

Pour deux atomes neutres A et B, l'Hamiltonien total s'écrit :

$$H_{tot} = H_{pA} + H_{pB} + H_R + H_{int} \quad (3.5)$$

Avec  $H_{int} = -\vec{d}_A \cdot \vec{E}_T(\vec{R}_A) - \vec{d}_B \cdot \vec{E}_T(\vec{R}_B)$  Dans cette description, les atomes étant globalement neutres, il n'y a pas d'interaction coulombienne entre les atomes. La totalité de l'interaction entre A et B est alors véhiculée par le champ transverse. Ce qui se traduit par un échange de photons virtuels entre A et B. Nous allons maintenant décrire l'interaction dipolaire par l'échange d'un photon entre deux atomes que nous choisirons identiques. Pour cela, considérons un atome à deux niveaux avec un état fondamental  $|0\rangle$  d'énergie  $E_0$  et un état excité  $|m\rangle$  d'énergie  $E_m$ . Il faut alors chercher un Hamiltonien effectif de couplage entre ces deux atomes neutres dont l'élément de matrice représente l'amplitude de probabilité de passer d'un état initial  $|i\rangle$  à un état final  $|f\rangle$  après émission d'un photon par un atome A puis absorption de ce photon par l'atome B. L'état initial ( $|i\rangle = |E_m^A, E_0^B; 0\rangle$ ) correspond au système constitué de l'atome A dans l'état excité, de l'atome B dans l'état fondamental en l'absence de photon. Entre l'émission et l'absorption du photon, il existe un état intermédiaire  $|I\rangle = |E_0^A, E_0^B; (k, p)\rangle$ . Cet état correspond à un état où les deux atomes sont dans l'état fondamental et la présence d'un photon de vecteur d'onde  $k$  et de polarisation  $p$ . Enfin, l'état initial  $|f\rangle = |E_0^A, E_m^B; 0\rangle$ . L'amplitude de probabilité peut se schématiser à partir d'un diagramme qui dans le cas que nous considérons est donné par la figure (3.1). Les lignes droites correspondent à l'évolution des particules (atomes) et la ligne ondulée à la propagation du photon. Le diagramme se lit de bas en haut, les flèches indiquant le déroulement temporel du processus.

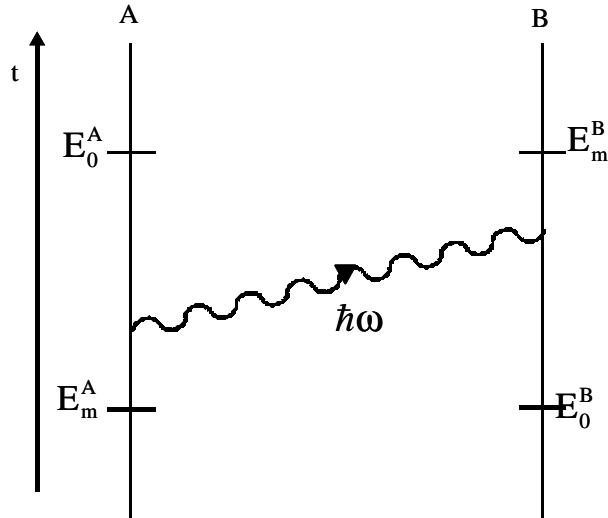


Figure 3.1. Exemple d'une représentation diagrammatique de l'interaction entre deux atomes A et B par échange de 1 photon transverse. L'atome A initialement dans un état excité d'énergie  $E_m$  émet un photon. Le photon est ensuite absorbé par l'atome B initialement dans l'état fondamental. Suite à l'émission puis l'absorption du photon, l'atome A se retrouve finalement dans son état fondamental et l'atome B dans un état excité.

L'élément de matrice de l'Hamiltonien effectif s'écrit alors :

$$M = \langle f | M | i \rangle = \sum_I \frac{1}{E_m - E_0 - \hbar\omega} \langle f | H_{\text{int}} | I \rangle \langle I | H_{\text{int}} | i \rangle \quad (3.6)$$

Dans la limite, où l'énergie du photon est grande devant la différence d'énergie entre les deux états ( $\hbar\omega \gg E_m - E_0$ ), l'élément de matrice M est inversement proportionnel au cube de la distance D entre les deux atomes:

$$M \propto \frac{1}{D^3} \quad (3.7)$$

On retrouve ainsi, le couplage dipolaire standard en  $\frac{1}{D^3}$  entre deux dipôles en interaction.

Dans le cas décrit précédemment, l'état initial et l'état final impliquent tous les deux, un atome excité et un atome dans son état fondamental.

Nous allons maintenant nous intéresser au cas où les deux atomes neutres sont dans leur état fondamental avant et après l'interaction. L'objectif de ce paragraphe est, rappelons-le, de mettre en évidence l'existence d'une longueur caractéristique. Dans ce but, nous nous limiterons dans la suite à une description qualitative.

L'émission d'un photon par l'un des atomes dans l'état  $|E_0^A\rangle$  s'accompagne nécessairement d'une transition vers un état excité  $|E_m^A\rangle$ . La conservation de l'énergie nécessite alors une absorption ou une émission ultérieure pour permettre un retour de l'atome à l'état fondamental  $|E_0^A\rangle$ . Le cas le plus simple consiste à considérer l'émission et l'absorption par le même atome. Toutefois dans cette situation le deuxième atome est spectateur et il n'y a donc pas d'interaction entre les atomes. Pour que les deux atomes soient impliqués, il faut au minimum que deux photons soient échangés. Dans la figure 3.2, sont représentés deux exemples de diagramme décrivant un tel processus.

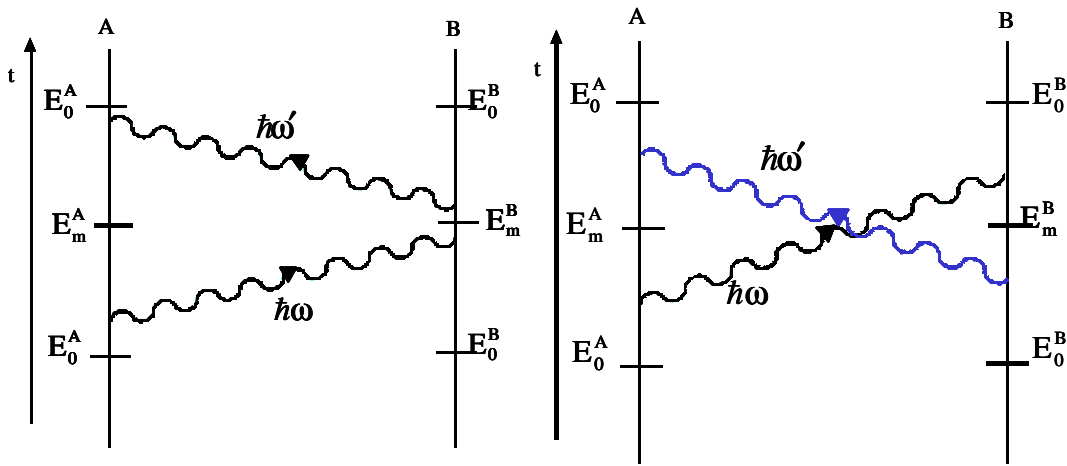


Figure 3.2. Deux exemples de diagramme de l'interaction entre deux atomes neutres A et B qui restent dans leur état fondamental par échange de deux photons. A gauche, l'atome B absorbe le photon émis par A avant d'émettre lui aussi un photon. A droite, l'atome B émet un photon avant d'absorber le photon émis par A.

L'amplitude de probabilité pour que le système reste dans l'état initial permet de calculer la variation  $\Delta E$  de l'énergie de cet état initial. Cette variation d'énergie dépend de la distance D entre les atomes : c'est l'interaction de Van der Waals. Nous ne calculerons pas cette variation d'énergie mais nous pouvons remarquer que les différents modes du champ transverse ne contribuent pas de façon uniforme à l'interaction. La densité de modes est en  $k^2 dk$ , ce qui signifie que les modes sont peu nombreux pour les basses fréquences. De plus, les modes de vecteurs d'ondes élevés se brouillent mutuellement par suite de la variation rapide, d'un mode à l'autre, de la différence de phase entre les facteurs  $e^{i\vec{k}\vec{R}_A}$  et  $e^{i\vec{k}\vec{R}_B}$  qui apparaissent dans les éléments de matrice d'interactions relatifs à chaque photon échangé. C'est pourquoi, la



contribution essentielle à l'interaction est issue des modes dont la longueur d'onde est de l'ordre de la distance  $D$  entre les atomes.

Deux cas peuvent alors être distingués selon que l'énergie de ces photons est grande ou petite par rapport à l'énergie d'excitation des atomes, soit typiquement  $|E_m - E_0|$ .

Le premier cas correspond à une distance  $D$  devant la longueur caractéristique des atomes donnée par  $\lambda_{atome} = \frac{\hbar c}{|E_m - E_0|}$ . L'ordre de grandeur typique de cette longueur est de 100nm pour une différence d'énergie entre l'état excité et l'état fondamental  $|E_m - E_0|$  de l'ordre de 1eV. L'énergie d'excitation des atomes est alors négligeable devant celle des photons intermédiaires. Inversement pour une distance grande devant  $\lambda_{atome}$ , l'énergie d'excitation des atomes devient prépondérante :

- ✓ Pour  $D \ll \lambda_{atome}$ , l'énergie des photons concernés est alors grande, leur durée de vie est alors limitée à un intervalle de temps très court devant le temps pendant lequel les deux atomes sont excités. Dans une représentation diagrammatique, les lignes des photons sont alors quasi-horizontales ce qui correspond à un processus quasi instantané. Ceci revient donc à considérer la vitesse de la lumière infinie. Cette limite, correspond à l'interaction de Van der Waals habituelle entre deux atomes, la dépendance avec la distance est alors donnée:  $\Delta E \propto \frac{1}{D^6}$ . (Cette dépendance est donnée par les variations de la matrice  $M$  (en  $1/D^3$  précédente qui apparaît deux fois dans le calcul de  $\Delta E$ ).

- ✓  $D \gg \lambda_{atome}$ , l'énergie des photons échangés est faible devant l'énergie d'excitation des atomes. A très grande distance, le processus global peut être considéré comme l'émission quasi instantanée d'une paire de photons par l'un des atomes, suivie par l'absorption de la paire par l'autre atome après un certain intervalle de temps. Une telle situation peut être décrite par le diagramme de la figure 3.3.

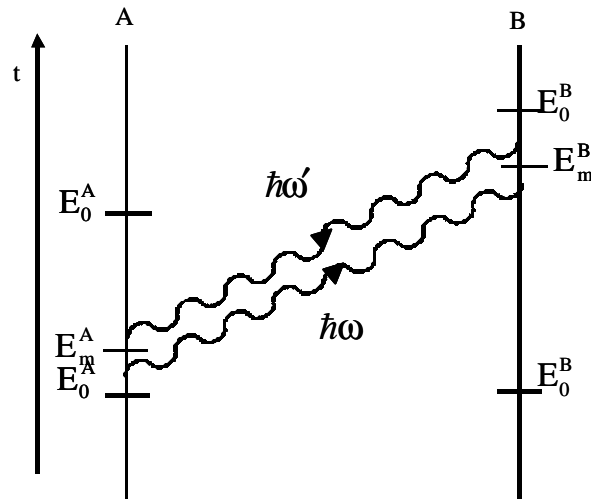


Figure 3.3. Exemple de processus d'échange de deux photons qui devient prépondérant à grande distance. L'énergie des photons virtuels est très faible devant l'énergie d'excitation des atomes. De fait, la durée d'excitation virtuelle de chaque atome est très courte devant le temps de propagation des photons.

Dans ce cas, l'interaction est donnée par une dépendance en distance de  $\Delta E \propto \frac{1}{D^7}$ . C'est l'interaction de Van der Waals dans le régime non retardé. Il s'agit de l'effet Casimir et Polder qui ont été les premiers à calculer l'interaction de Van der Waals en considérant la vitesse finie des photons entre deux atomes neutres et entre un atome et une plaque parfaitement conductrice [2]. Dans la continuité de ces travaux, H.B.G. Casimir réalise que ses résultats peuvent s'interpréter à partir de la notion d'énergie du vide et calcule la force entre deux miroirs parfaits. C'est la force de Casimir.

Nous venons de voir que l'interaction de Van der Waals décroît plus rapidement à grande distance qu'à courte distance. Le passage d'un régime à l'autre se fait pour une distance  $D$  de l'ordre de la longueur d'onde des rayonnements propres des atomes. Pour des surfaces métalliques, cette distance caractéristique est la longueur plasma qui est typiquement de l'ordre de 100nm. L'existence d'une distance caractéristique brise l'invariance d'échelle. La force de Van der Waals ne suit donc pas une loi de puissance, sauf dans les deux cas limites des très courtes et des très grandes distances.

### III.1.2. LA FORCE DE CASIMIR DANS LE CAS IDEAL.

#### III.1.2.1. FLUCTUATIONS DU VIDE ET FORCE DE CASIMIR

En physique classique, il est tout à fait concevable de considérer, dans la limite idéale d'un espace vide, l'absence complète de matière et de rayonnement. Toutefois, la naissance de la théorie quantique a bouleversé nos conceptions du vide en imposant de considérer le vide comme rempli des fluctuations quantiques du champ. La découverte du rayonnement du corps noir a été un des événements précurseurs du développement de la mécanique quantique. En effet, les théories classiques étaient insuffisantes pour décrire ce phénomène et ont conduit à la « catastrophe de l'ultraviolet ». C'est pour expliquer les propriétés de ce rayonnement que Planck a introduit en 1900, sa première loi qui fut un des fondements de la mécanique quantique. Cette loi donne l'énergie moyenne  $\bar{E}$  pour un mode du champ électromagnétique en fonction de l'énergie d'un photon  $\hbar\omega$  (avec  $\hbar$  la constante de Planck) et le nombre moyen de photons  $\bar{n}$  dans ce mode, selon la relation :

$$\bar{E} = \bar{n}\hbar\omega = \frac{\hbar\omega}{\exp\left(\frac{\hbar\omega}{k_B T}\right) - 1} \quad (3.8)$$

Avec  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température. Toutefois cette loi implique qu'il est toujours concevable de considérer un espace vide sans présence ni de matière, ni de rayonnement. En effet, dans cette formule, le nombre moyen de photons atteint 0 pour une température nulle. Toutefois, en 1912 Planck reprend sa description et obtient une formule différente de la première donnée par :

$$\bar{E} = \left(\bar{n} + \frac{1}{2}\right)\hbar\omega \quad (3.9)$$

Le terme supplémentaire  $\frac{1}{2}\hbar\omega$  est appelé fluctuations du vide et reste même pour une température nulle. En effet dans cette limite, il subsiste les fluctuations quantiques du champ qui contribuent à l'énergie moyenne à raison de la moitié de l'énergie d'un photon par mode.

Ainsi, en mécanique quantique le vide est défini comme l'état d'énergie minimale. L'énergie est minimale quand seules les fluctuations du vide sont présentes.

En 1949, Casimir réalise que la force de Van der Waals dans le régime retardé peut s'interpréter à partir de la notion d'énergie du vide [3]. Il observe que l'énergie du vide calculée en présence de deux miroirs dépend de leur distance. Il en déduit que les fluctuations du vide exercent une force sur les parois de la cavité formée par ces deux miroirs. Casimir considère alors un cas idéal où la cavité est formée par deux miroirs parfaitement plans, parallèles entre eux et séparés d'une distance  $L$ . Il suppose que la surface  $S$  de ces miroirs est beaucoup plus grande que la distance de séparation afin de négliger les effets de la diffraction aux bords du miroir. Enfin, en considérant des miroirs parfaitement réfléchissants, il parvient à donner une expression pour l'énergie et la force mécanique exercée par les fluctuations du vide. Les expressions de la force de Casimir et de l'énergie sont données par [4]:

$$F = \frac{\hbar c \pi^2 A}{240 L^4} \quad (3.10)$$

$$E = \frac{\hbar c \pi^2 A}{720 L^3} \quad (3.11)$$

La force est attractive et l'énergie est une énergie de liaison. La convention de signe est celle la plus couramment utilisée sur les travaux de l'effet Casimir. Dans l'expression de la force de Casimir et de l'énergie pour des miroirs parfaits, seul les paramètres géométriques et les constantes fondamentales  $\hbar$  et  $c$  interviennent.

### III.1.2.2. PRESSION DE RADIATION EXERCEE PAR LES FLUCTUATIONS DU VIDE

En 1988, P.W. Milonni propose une interprétation intuitive de la force de Casimir en utilisant le concept de pression de radiation [5]. Pour cela, Milonni a calculé la pression de radiation exercée par les fluctuations du vide à l'intérieur et à l'extérieur d'une cavité formée par deux miroirs parfaitement réfléchissants, parallèles et séparés d'une distance  $L$  :

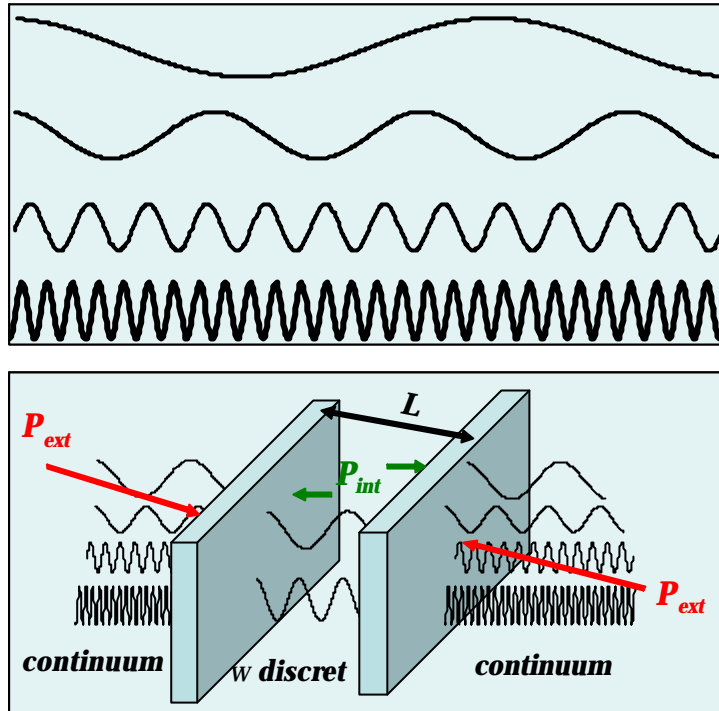


Figure 3.4. Schéma descriptif de la force de Casimir à partir de la notion de pression de radiation exercée par les fluctuations quantiques du vide. En haut, en l'absence de cavité, une infinité de modes électromagnétiques du vide sont présents. La présence de la cavité, en bas, impose des conditions aux limites sur les modes du champ intracavité. A l'extérieur de la cavité, tous les modes persistent. Les pressions de radiation exercées sur les parois internes et externes de la cavité par les fluctuations du vide induisent une force attractive: la force de Casimir.

Les conditions aux limites, imposées par la cavité, discrétise les fréquences permises pour les modes du champ électromagnétique du vide, à l'intérieur de la cavité. A l'extérieur de la cavité, les modes du champ électromagnétique du vide forment un continuum de fréquences permises. Le nombre de modes présents à l'intérieur de la cavité et à l'extérieur de la cavité est infini. De fait, les pressions de radiation exercées par les fluctuations du vide, à l'intérieur de la cavité  $P_{int}$  et à l'extérieur  $P_{ext}$ , sont infinies. Le problème de la divergence imposée par la valeur infinie de l'énergie du vide, est habituellement contourné en imposant une fréquence de coupure. Cette fréquence de coupure vient naturellement dans le cas des matériaux réels qui sont tous transparents aux hautes fréquences[6]. P.W.Milonni « régularise » cette divergence et obtient une valeur finie pour la différence qu'il démontre être égale à la force de Casimir par unité de surface selon la relation :

$$P_{int} - P_{ext} = -\frac{\pi\hbar c}{480L^4} \quad (3.11)$$

La description de la force de Casimir par H.B Casimir puis interprétée par Milonni considère un cas idéal (miroirs parfaitement réfléchissants, lisses, à température nulle et dans une géométrie plan-plan) différent des situations réelles expérimentales. Lifschitz a été le premier à étudier les effets de la force de Casimir dans une situation plus réaliste en considérant des miroirs diélectriques.

Ces dernières années, S. Reynaud et A. Lambrecht (LKB, ENS Paris) ont étudié les effets de la force de Casimir avec pour objectif essentiel une comparaison précise entre les résultats expérimentaux et les prédictions théoriques. C'est pourquoi, notamment dans le cadre de la thèse de C. Genet [3], ils se sont intéressés aux corrections par rapport au cas idéal en prenant en compte les points suivants:

- ✓ La prise en compte de la géométrie sphère-plan, qui comme nous le verrons, est la situation la plus souvent envisagée pour les expériences.
- ✓ La prise en compte de la réflectivité optique notamment des métaux, laquelle dépend de la fréquence du champ incident, contrairement aux miroirs parfaits.
- ✓ La prise en compte des effets de la température, la totalité des expériences étant effectuée à température ambiante.
- ✓ Enfin la prise en compte de la rugosité.

### **III.1.3. LA FORCE DE CASIMIR DANS LE CAS REEL.**

#### III.1.3.1. FORCE DE CASIMIR ENTRE DEUX MIROIRS DIELECTRIQUES

Le paragraphe III.1.3 reprend pour l'essentiel, les travaux du groupe de S. Reynaud. Ils sont décrits en détails dans la thèse de C. Genet [3]. C'est pourquoi, nous nous limiterons à une description qualitative sans rentrer dans les détails des calculs.

Leurs méthodes sont basées sur le fait que les fluctuations quantiques du vide obéissent aux lois de l'optique. Dans cette approche, ils ont calculé la force de Casimir comme la différence des pressions de radiation entre les cotés externes et internes des miroirs notés 1 et 2 (Figure 3.5). La géométrie étudiée est celle d'une cavité Fabry-Perot formée par deux miroirs

parfaitement plans, parallèles entre eux et de surface infinie. Un mode se propageant dans le vide est défini par les 2 composantes transverses  $k_x$  et  $k_y$  et 1 composante longitudinale  $k_z$  de son vecteur d'onde et sa polarisation. La géométrie est invariante par translation dans le plan transverse (x,y). Ainsi, lors d'une diffusion stationnaire les vecteurs d'ondes transverses se conservent, tout comme la fréquence  $\omega$ . Les vecteurs d'ondes transverses seront considérés comme spectateurs pour le calcul de la force.

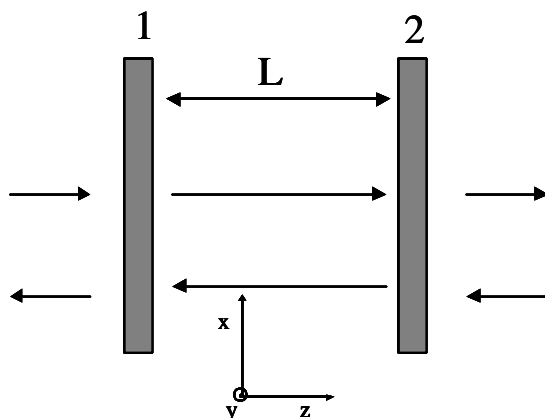


Figure 3.5. Géométrie de la cavité Fabry-Perot formée par les miroirs 1 et 2 partiellement réfléchissant. Les flèches représentent les champs entrants et sortants de la cavité qui participent à la pression de radiation.

La différence de pression de radiation exercée sur les 2 faces du miroir 1 et du miroir 2 est donnée par la relation suivante:

$$\langle P_2 \rangle = \sum_m \cos^2 \theta_m \hbar \omega_m (1 - g_m) = -\langle P_1 \rangle \quad (3.13)$$

avec  $g_m$  la fonction d'Airy de la cavité pour le mode m.  $g_m$  est reliée au coefficient de réflexion des miroirs 1 et 2 par la relation :

$$g_m = g_k^p[\omega] = \left( \frac{1 - |r_{k1}^p[\omega] r_{k2}^p[\omega]|^2}{|1 - r_{k1}^p[\omega] r_{k2}^p[\omega] e^{2ik_z L}|^2} \right) \quad (3.14)$$

La fonction d'Airy fait intervenir directement les coefficients de réflexion  $r_1$  et  $r_2$  des miroirs. Ces coefficients de réflexions traduisent la réponse optique des miroirs et dépendent de la fréquence de l'onde incidente. Ainsi, à l'extérieur de la cavité, la pression correspond simplement à la pression de radiation du vide. A l'intérieur de la cavité, la pression du vide est modulée par la fonction d'Airy qui décrit la densité spectrale de la cavité. De fait, les

fluctuations sont augmentées ou diminuées selon que leur fréquence correspond ou pas à un mode de la cavité. La force de Casimir est alors donnée par le bilan des augmentations et des réductions en sommant sur tous les modes.

Dans cette approche, la force de Casimir et l'énergie entre deux miroirs diélectriques s'écrivent :

$$F = \frac{\hbar A}{2\pi} \sum_p \int \frac{d^2k}{4\pi^2} \int_0^\infty d\omega k_z (-f_k^p[\omega] - f_k^p[\omega]^*) \quad (3.15)$$

$$E = \frac{\hbar A}{2\pi} \sum_p \int \frac{d^2k}{4\pi^2} \int_0^\infty d\omega \frac{1}{2i} \ln \left[ \frac{1 - \rho_k^p[\omega]}{1 - \rho_k^p[\omega]^*} \right] \quad (3.16)$$

avec  $A$  l'aire des miroirs, et  $f_k^p[\omega]$  est relié à la fonction d'Airy par la relation :

$$g_k^p[\omega] = 1 + f_k^p[\omega] + f_k^p[\omega]^* \quad (3.17)$$

Enfin  $\rho_k^p[\omega]$  est relié aux coefficients de réflexions selon la relation :

$$\rho_k^p[\omega] = r_{k1}^p[\omega] r_{k2}^p[\omega] e^{2ik_z L} \quad (3.18)$$

La somme sur  $p$  correspond à la somme sur les deux polarisations transverses. L'intégrale

$\int \frac{d^2k}{4\pi^2}$  rassemble les intégrales sur les deux vecteurs d'onde transverses ( $k_x$  et  $k_y$ ). L'intégrale

sur les fréquences traduit l'intégrale sur le vecteur d'onde  $k_z$  selon le changement de variable :

$$k_z^2 = \frac{\omega^2}{c^2} - k^2 \quad \Rightarrow \quad k_z dk_z = \frac{\omega d\omega}{c^2} \quad (3.19)$$

Il est à noter que l'intégrale sur les fréquences s'effectue de 0 jusqu'à l'infini. Ceci signifie que l'expression de la force de Casimir tient non seulement compte des ondes progressives mais aussi des ondes évanescentes qui, malgré leur localisation à la surface, contribuent à la pression de radiation exercée sur les miroirs. Ces modes évanescents sont notamment associés à la dissipation dans les matériaux.

Ainsi, les travaux présentés ici expriment la force de Casimir en fonction des coefficients de réflexion dans le cas des miroirs diélectriques. Cette formulation prend donc en compte la réponse optique des miroirs. A partir de différents modèles décrivant la réponse optique des



métaux par une permittivité, leur approche leur a permis d'étendre leur étude aux miroirs métalliques et de calculer ainsi les corrections liées aux effets de la conductivité des métaux. Or comme nous le verrons à la fin de ce chapitre, les expériences, réalisées ces dernières années, ont été effectuées entre deux miroirs métalliques. Ce qui souligne le grand intérêt d'une telle étude pour la comparaison entre les expériences et la théorie. Ainsi dans ce qui suit nous allons présenter les principaux effets de la conductivité sur la force de Casimir.

### III.1.3.2. CORRECTIONS DE CONDUCTIVITE.

Les équations (3.15) et (3.16) donnent les expressions de la force et de l'énergie de Casimir en fonction de la réponse optique des miroirs diélectriques. Ces expressions font intervenir directement les coefficients de réflexion eux-mêmes reliés à la permittivité des matériaux. Bien que calculer pour des miroirs diélectriques, cette formulation est générale et peut s'appliquer à tout type de miroirs. De même que pour des miroirs diélectriques, pour des miroirs métalliques la réponse optique peut s'exprimer à partir des constantes diélectriques. Les constantes diélectriques doivent alors prendre en compte la présence d'électrons libres.

L'influence de la conductivité des métaux sur la force de Casimir peut être évaluée relativement à la prédiction de Casimir dans le cas idéal. La correction de conductivité sur la force de Casimir  $\eta_F$  ou sur l'énergie  $\eta_E$  est alors exprimée par le rapport entre la force de Casimir pour des miroirs réels et la force de Casimir pour des miroirs parfaitement réfléchissant selon la relation :

$$\eta_F = \frac{F}{F_{\text{cas}}} \quad (3.20)$$

$$\eta_E = \frac{E}{E_{\text{cas}}} \quad (3.21)$$

Les expressions des facteurs correctifs sont alors données par les formules générales :

$$\eta_F = \frac{60L^4}{c\pi^5} \sum_p \int d^2k \int_0^\infty d\xi \kappa \frac{\rho_k^p[i\xi]}{1 - \rho_k^p[i\xi]} \quad (3.22)$$

$$\eta_E = \frac{90L^3}{c\pi^5} \sum_p \int d^2k \int_0^\infty d\xi \ln[1 - \rho_k^p[i\xi]] \quad (3.23)$$

Les expressions sont données comme une intégrale sur les fréquences imaginaires avec  $\omega = i\xi$  et  $k_z = \pm i\kappa$ .

Pour calculer les facteurs de corrections, A. Lambrecht et al. ont considéré différents modèles pour décrire la réponse optique des métaux :

- ✓ Le modèle plasma qui leur a permis d'effectuer des calculs analytiquement. Dans ce modèle, la permittivité sur les fréquences imaginaires est donnée par la relation :

$$\varepsilon(i\xi) = 1 + \frac{\omega_p^2}{\xi^2} \quad (3.24)$$

avec  $\omega_p$  la fréquence plasma, qui est reliée à la longueur plasma par la relation :

$\omega_p = \frac{2\pi c}{\lambda_p}$ . Le modèle plasma bien que simple permet de souligner le rôle de la

longueur plasma. En effet, cette longueur plasma pour les métaux est équivalente à la longueur caractéristique des atomes  $\lambda_{atome}$  décrite dans le premier paragraphe. Elle est la longueur caractéristique de la force de Casimir et délimite de même, deux régimes limites : pour  $L \ll \lambda_p$ , les fréquences des modes mises en jeu sont supérieures à  $\omega_p$ . Pour ces fréquences, les métaux sont de mauvais réflecteurs et la force est alors inférieure à la force idéale. Pour  $L \gg \lambda_p$ , les métaux deviennent des réflecteurs parfaits pour les fréquences mises en jeu et la force tend vers la force idéale. Pour des métaux,  $\lambda_p$  est de l'ordre de 100 nm. Enfin, le modèle plasma est étroitement lié aux plasmons de surface. Des études récentes ont montré le rôle important de l'interaction entre les plasmons de surface des deux métaux dans la force de Casimir à courte distance. [7] [18]

- ✓ Le modèle de Drude qui permet non seulement de décrire la réponse plasma des électrons de conduction, mais contrairement au modèle plasma prend aussi en compte les effets de dissipation.

$$\varepsilon(i\xi) = 1 + \frac{\omega_p^2}{\xi(\xi + \Gamma)} \quad (3.25)$$

avec  $\Gamma$  défini comme l'inverse du temps moyen de relaxation.

- ✓ La dernière méthode utilisée consiste à prendre à calculer les permittivités à partir des données optiques tabulées. Cette méthode permet contrairement au deux premiers modèles de prendre en compte les transitions électroniques interbandes.

Nous n'irons pas plus loin dans la description des différents modèles. Toutefois, nous montrons sur la figure 3.6, issue de la thèse de C. Genet, les résultats obtenus sur le calcul des facteurs de corrections de la force de Casimir entre deux miroirs métalliques (Au) selon que la réponse optique de l'or est modélisée à partir du modèle plasma ou définie à partir des données optiques tabulées.

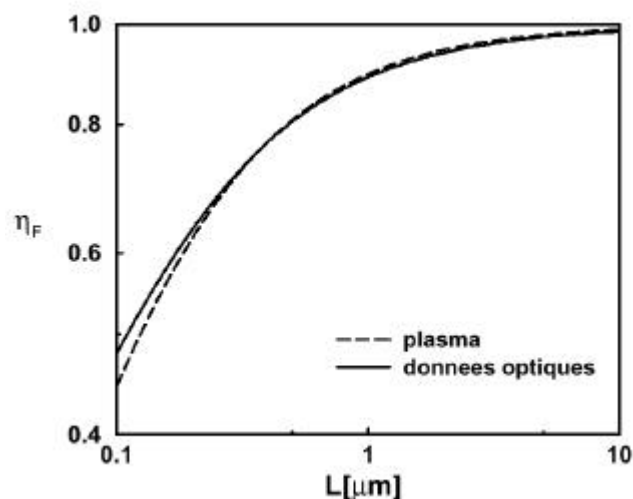


Figure 3.6. Facteurs de correction de la force de Casimir pour l'or en fonction de la distance intracavité. La réponse optique de l'or est modélisée à partir du modèle plasma ou définie à partir des données optiques tabulées.

La différence principale entre les modèles se situe aux courtes distances. Cette différence souligne l'importance de prendre en compte les transitions inter-bandes pour une description

précise de la force de Casimir. A grande distance, les miroirs tendent vers des réflecteurs parfaits, ainsi le modèle plasma est un modèle correct pour les distances supérieures à 500nm.

La figure 3.7, issue de même de la thèse de C. Genet, donne des valeurs numériques des coefficients de corrections de la force et de l'énergie pour différents métaux et différentes distances. Les facteurs de corrections ont été calculés à partir des données optiques tabulées. Ce tableau permet de voir clairement l'influence quantitative de la conductivité finie des miroirs sur le calcul de la force de Casimir. Pour une distance de 100 nm, la force est notamment modifiée d'un facteur 2 environ. A grande distance les facteurs de correction tendent vers 1, de fait la force tend vers le cas idéal des réflecteurs parfaits. La diminution de la force entraîne un changement de la loi de puissance aux courtes distances par rapport aux grandes distances.

	Al	Au	Cu
$\eta_F [0.1 \mu\text{m}]$	0.55	0.48	0.48
$\eta_E [0.1 \mu\text{m}]$	0.63	0.55	0.55
$\eta_F [0.5 \mu\text{m}]$	0.85	0.81	0.81
$\eta_E [0.5 \mu\text{m}]$	0.88	0.85	0.85
$\eta_F [3.0 \mu\text{m}]$	0.96	0.96	0.96
$\eta_E [3.0 \mu\text{m}]$	0.97	0.97	0.97

Figure 3.7 : Facteurs de corrections de la force de Casimir et de l'énergie pour différents métaux (Au, Al, Cu) et différentes distances de séparation. Ces facteurs de correction ont été calculés à partir des données optiques tabulées.

Ainsi nous venons de voir la correction sur la force de Casimir idéale apportée par la prise en compte de la conductivité finie des métaux. Dans cette description, la force et l'énergie entre deux miroirs réels s'écrivent sous la forme d'un facteur correctif multiplié par la force et l'énergie dans le cas idéale :

$$F = \eta_F F_{\text{cas}} \quad (3.26)$$

$$E = \eta_E E_{\text{cas}} \quad (3.27)$$

Toutefois, cette description ne tient pas compte des effets thermiques. Dans le paragraphe suivant nous décrirons brièvement les influences de la température. La formulation de ces effets est équivalente, à celle décrite ci-dessus ; dans le sens où le traitement effectué consiste à calculer un facteur correctif ( $\eta_F^T, \eta_E^T$ ) par rapport à la force dans le cas idéal. Dans ce cas, et en négligeant les corrélations entre les effets thermiques et de conductivités, la force totale et l'énergie s'écrivent :

$$F = \eta_F^{\text{tot}} F_{\text{cas}} = \eta_F \eta_F^T F_{\text{cas}} \quad (3.28)$$

$$E = \eta_E^{\text{tot}} E_{\text{cas}} = \eta_E \eta_E^T E_{\text{cas}} \quad (3.29)$$

### III.1.3.3. CORRECTIONS THERMIQUES

A température nulle, l'énergie du champ se réduit à la contribution du vide  $\frac{1}{2}\hbar\omega$  par mode de fréquence  $\omega$ . A température non nulle, pour obtenir l'énergie du champ, il faut ajouter à l'énergie du vide l'énergie apportée par le nombre moyen de photons par mode donné par la loi de Planck. Ainsi, pour le calcul de la force de Casimir, il faut considérer la pression de radiation exercée par les fluctuations thermiques. Dans ce qui suit nous nous limiterons à une description qualitative dans le but de faire ressortir un point essentiel qui est la gamme de distance pour laquelle la correction thermique est prépondérante.

Qualitativement, les corrections thermiques doivent devenir importantes pour un mode de fréquence  $\omega$  lorsque l'énergie  $k_B T$  est de l'ordre de  $\frac{1}{2}\hbar\omega$ . Comme pour la correction de conductivité, il est possible de définir une longueur caractéristique : la longueur d'onde thermique  $\lambda_T$  donnée par la relation :

$$\lambda_T = \frac{\hbar c}{k_B T}. \quad (3.30)$$

L'existence d'une longueur caractéristique suggère que les effets de la température seront différents selon si on considère des distances entre les miroirs supérieures ou inférieures à cette longueur. A température ambiante, comme c'est le cas pour les expériences réalisées jusqu'à présent,  $\lambda_T$  est de l'ordre de  $7\mu m$ . Ceci implique a priori que la correction thermique et la

correction de conductivité sont importantes dans des domaines distincts. On peut considérer, que la cavité formée par les miroirs agit comme un filtre en fréquence et coupe les longueurs d'ondes largement supérieures à la distance entre les miroirs. De fait, plus la température sera faible (i.e. plus  $\lambda_T$  sera grand) plus les distances pour lesquelles les effets thermiques seront importants seront grandes. Ainsi, à température ambiante, pour des distances inférieures au micromètre, les effets thermiques n'auront pas d'influence sur la force de Casimir. Inversement, l'étude expérimentale des effets thermiques nécessite des mesures à grande distance ou à des températures plus élevées que la température ambiante.

La figure 3.8, montre l'évolution des facteurs correctifs de conductivité et de température en fonction de la distance pour des miroirs d'Aluminium à température ambiante. Le facteur correctif thermique est égal à 1 aux courtes distances puis il augmente pour une distance proche de  $2\mu m$ . Comme on pouvait s'y attendre, la prise en compte de la température augmente la force par rapport au cas idéal. Notamment, la force est multipliée d'un facteur 3 pour une distance de  $10\mu m$ .

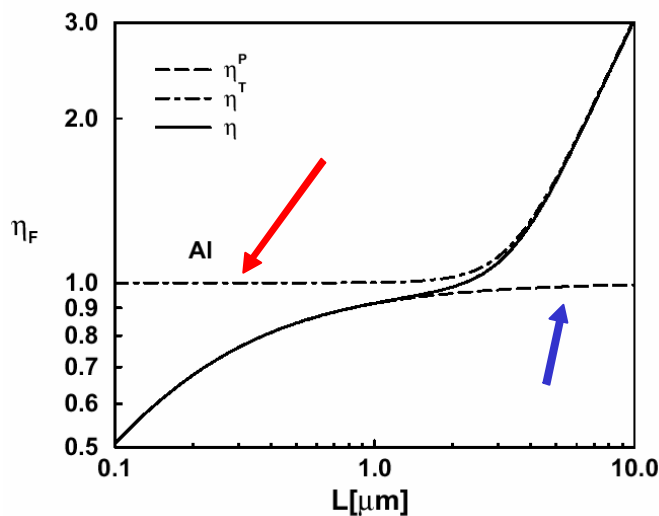


Figure 3.8. Facteurs correctifs de la force de Casimir entre deux miroirs d'aluminium. Le trait plein correspond au coefficient de correction total. La flèche rouge indique la correction thermique et la flèche bleue la correction de conductivité.

Dans le but de comparer les expériences réelles aux prédictions théoriques, A. Lambrecht et al. ont étudié l'influence de la conductivité des métaux et de la température sur la force de Casimir. Leurs résultats sont en partie synthétisés par la figure précédente. Toutefois, pour une comparaison plus précise, il est nécessaire de tenir compte de la géométrie exacte des

expériences. Or, la plupart des expériences sont réalisées dans la géométrie sphère-plan et pour des miroirs qui présentent une rugosité non nulle. Dans le paragraphe suivant nous allons décrire les effets de la géométrie sur la force de Casimir.

#### III.1.3.4. CORRECTIONS GEOMETRIQUES

##### **Géométrie sphère-plan**

Le calcul de la force de Casimir entre des miroirs parfaitement réflecteurs dans une géométrie sphère-plan est habituellement obtenu à partir de l'approximation de proximité. Cette approximation, dans une vision simple, permet de calculer la force en ajoutant les contributions des différentes distances comme si elles étaient indépendantes.

Une condition nécessaire pour la validité de cette approximation est que le rayon de courbure de la sphère considérée est grand devant la distance de séparation la plus proche ( $R \gg L$ ). Les expériences réalisées ces dernières années respectent cette condition avec des rayons de sphères supérieures à plusieurs dizaines de micromètres et des distances sondées inférieures à 1 micromètre.

L'approximation de proximité consiste à calculer la force pour une géométrie quelconque à partir de la force dans la géométrie plan-plan. Pour cela, la force dans la géométrie considérée ( $F_d$ ) est donnée par l'intégrale sur la surface de la force d'interaction par unité de surface entre deux plans parallèles ( $F_{p-p}$ ) définis localement le long de la surface des corps :

$$F_d = \int \frac{d^2r}{A} F_{p-p}(\Lambda(r))$$

La longueur  $\Lambda(r)$  est la distance de séparation entre les deux plans parallèles définis localement. La distance  $r$  correspond à la position transverse (le plan  $x,y$ ). Dans le cas d'une interaction sphère plan, cette longueur est donnée par la relation :

$$\Lambda(r) = L + \frac{r^2}{2R} \quad (3.31)$$

Pour la force de Casimir, l'approximation de proximité relie la force d'interaction sphère-plan à l'énergie de Casimir dans la configuration plan-plan selon la relation :

$$F_{s-p}(L) = \frac{2\pi R}{A} E_{p-p}(L) \quad (3.32)$$

Ainsi, dans le cas de la géométrie sphère plan la force de Casimir (en tenant compte des corrections thermiques et de conductivité) peut s'écrire :

$$F_{s-p}(L) = 2\pi R \frac{\hbar c \pi^2}{720L^3} \eta_E^{\text{tot}}(L) = \frac{\hbar c \pi^3 R}{360L^3} \eta_E^{\text{tot}}(L) \quad (3.33)$$

Cette expression inclue les effets de la géométrie, de la conductivité finie et de la température. C'est elle qui est utilisée pour comparer les prédictions théoriques avec la plupart des expériences réalisées récemment. Cette comparaison conduit à un très bon accord, de l'ordre du pourcent.

### **Rugosité des surfaces**

Les prédictions théoriques doivent prendre en compte les différences entre les modèles réalistes des expériences et la configuration idéale initialement considérée par Casimir. Nous avons décrit jusqu'à présent, les corrections liées à la conductivité finie des miroirs, les corrections thermiques et la configuration sphère-plan. La plupart des expériences sont réalisées pour des distances de séparation inférieures au micromètre. Pour ces expériences, il faut considérer une dernière correction liée à la rugosité des surfaces en regards. Etant donnée les distances sondées lors des expériences, cette correction, avec la correction de conductivité, doit être nécessairement prise en compte pour une comparaison fiable avec les prédictions théoriques. Nous ne détaillerons pas les calculs (habituellement basés sur l'approximation de proximité) des corrections de rugosité sur la force de Casimir. Toutefois pour avoir une vision des effets de la rugosité sur la force de Casimir, nous donnons la formule généralement utilisée par les différents groupes pour décrire leurs expériences [10][13]. Ils obtiennent la force de Casimir globale ( $F_{\text{tot}}$ ) en multipliant la force de Casimir corrigée par les effets décrits précédemment ( $F$ ) par un facteur multiplicatif selon la relation :

$$F_{\text{tot}}(z) = F(z) \left[ 1 + 6 \left( \frac{A_z}{z} \right)^2 + 15 \left( \frac{A_z}{z} \right)^4 \right] \quad (3.34)$$

Où  $z$  défini la distance moyenne entre les deux surfaces, et  $A_z$  est l'amplitude moyenne de la rugosité qui est mesurée en générale par AFM. La correction de rugosité ainsi exprimée est



calculée pour des miroirs parfaitement réfléchissants et ne suppose aucune corrélation avec la correction de rugosité. Récemment, P.A. Maia Neto, A. Lambrecht et S. Reynaud ont étudié la correction de rugosité en tenant compte de la corrélation entre la correction de rugosité et de conductivité [19]. Cette correction a été trouvée toujours plus importante que pour les études qui ont abouti à la relation (3.34).

Enfin, la correction de rugosité telle qu'elle est exprimée dans l'équation (3.34) montre clairement que la rugosité des surfaces métalliques tend à augmenter l'attraction entre les deux surfaces.

### **III.2. TOUR D'HORIZON DES MESURES DE LA FORCE DE CASIMIR.**

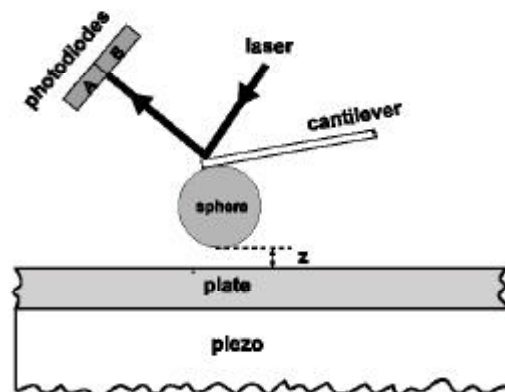
Nous avons décrit précédemment, à partir des travaux de A. Lambrecht et al, les corrections (géométrie, conductivité, température) apportées à la force de Casimir pour permettre une comparaison précise entre la théorie et les expériences. Nous avons vu notamment que certaines corrections sont importantes, d'autres non, selon les gammes de distances bien distinctes. Ainsi, ces corrections devront être prises en compte ou non selon les distances sondées lors des expériences. Inversement, pour vérifier expérimentalement les différentes corrections, il sera nécessaire de considérer des gammes de distances précises.

Le but de ce paragraphe est de donner un tour d'horizon des expériences récentes sur les mesures de la force de Casimir. Cette description ne sera pas exhaustive mais permettra de montrer les orientations principales des mesures effectuées ces dernières années. Notamment, le choix de la géométrie qui en générale correspond à une configuration sphère-plan. La motivation première étant de s'affranchir des difficultés de maintenir le parallélisme entre deux plans en mouvement. Le choix des miroirs, s'est focalisé principalement sur des mesures or-or. L'utilisation de l'or permet notamment de s'affranchir au maximum des charges parasites et des contaminants. Enfin, ces brèves descriptions montreront les distances sondées lors des dernières expériences. Les distances majoritairement sondées se situent autour de la longueur d'onde plasma des métaux. Seules quelques expériences ont sondé des gammes de distance plus élevées en s'approchant du régime pour lequel les conducteurs sont de parfaits réflecteurs [8][9]. Ce régime correspond aussi à celui où les effets de la température attendus sont importants. Toutefois, il correspond à un domaine où la force devient très faible et donc très

difficile à mesurer. C'est pourquoi actuellement, aucunes évidences expérimentales des effets thermiques n'ont été jusqu'alors observées de manière probante.

### **Expérience du groupe de U. Mohideen** [10]:

U. Mohideen a utilisé un AFM pour effectuer ses expériences. Le principe de la mesure ainsi que le dispositif expérimental (figure 3.9) est similaire à celui que nous avons utilisé au cours de cette thèse et qui est décrit en détail dans le chapitre IV. La géométrie utilisée correspond donc à une configuration sphère-plan. La sphère de polystyrène a un diamètre de  $191\mu m$  et est recouverte d'or. L'échantillon est un disque de saphir également recouvert d'or. Auparavant, U. Mohideen a effectué des mesures identiques avec des surfaces d'Aluminium sur lesquels une fine couche d'or et de Palladium était déposé pour s'affranchir des effets de l'oxydation [11][12]. La superposition des couches métalliques compliquant le traitement théorique, les ont conduit par la suite à considérer des matériaux inertes chimiquement comme l'or.



*Figure 3.9 : Schéma du dispositif expérimental utilisé par U. Mohideen pour mesurer la force de Casimir entre une sphère et une surface plane.*

Les mesures ont été réalisées en mode statique, autrement dit, elles correspondent à une mesure de la déflexion du microlevier en fonction de la distance. La figure 3.10 montre la courbe expérimentale de la mesure de la force de Casimir pour des distances de séparation variants de 60 à 350 nm. La courbe expérimentale est une moyenne sur 30 mesures. L'écart quadratique moyen entre les données expérimentales et la théorie vaut 3,8 pN. Ainsi, La précision affichée par rapport aux prédictions théoriques (en tenant compte de la conductivité finie de l'or et de la rugosité des surfaces) est de l'ordre de 1%. Cette expérience est actuellement considérée comme la référence pour les mesures de force de Casimir.

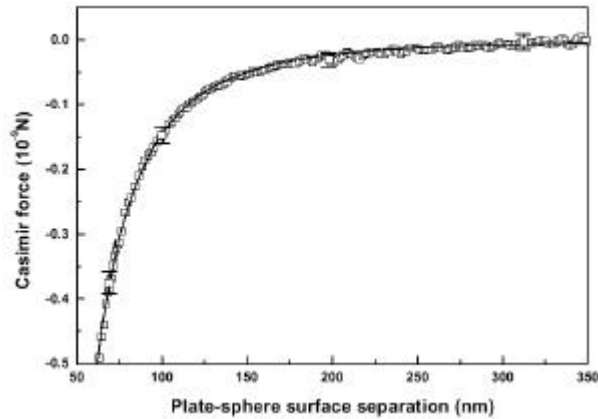


Figure 3.10 : Mesure de la force de Casimir en fonction de la distance. La courbe expérimentale est une moyenne sur 30 mesures.

**Expérience du groupe de F. Capasso [13][14]:**

Le dispositif expérimental utilisé par le groupe de F. Capasso pour mesurer les effets de la force de Casimir est basé sur la technologie de MEMS. Ils ont élaboré une balance de torsion qui leur ont permis d’effectuer des mesures en mode dynamique et en mode statique. Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 3.11. La partie supérieure de la balance de torsion ainsi que la sphère ( $R= 100\mu m$ ) est recouverte d’une couche d’or.

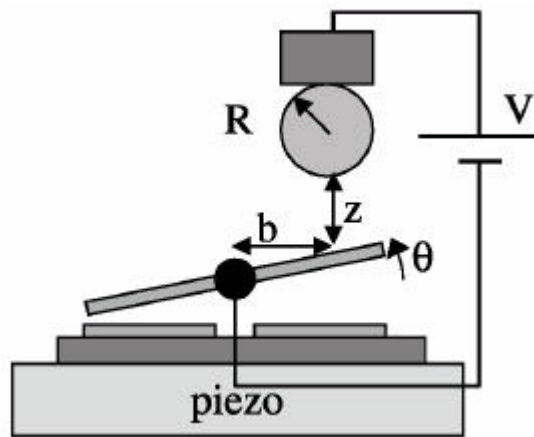


Figure 3.11 : Schéma du dispositif expérimental utilisé par F. Capasso pour mesurer la force de Casimir entre une sphère et une surface plane.

Les mesures en mode dynamique leur ont permis de démontrer la profonde influence de la force de Casimir sur le fonctionnement des micro-systèmes oscillants. Notamment, ils ont observé le comportement non linéaire des oscillateurs induit par la force de Casimir. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre VII.

Les mesures en mode statique consistent à détecter les variations de l'angle de rotation du pendule de torsion en fonction de la distance de séparation. La figure 3.12 montre les résultats expérimentaux de la mesure de la force de Casimir pour des distances de séparation variant de  $1\ \mu\text{m}$  à environ  $80\ \text{nm}$ .

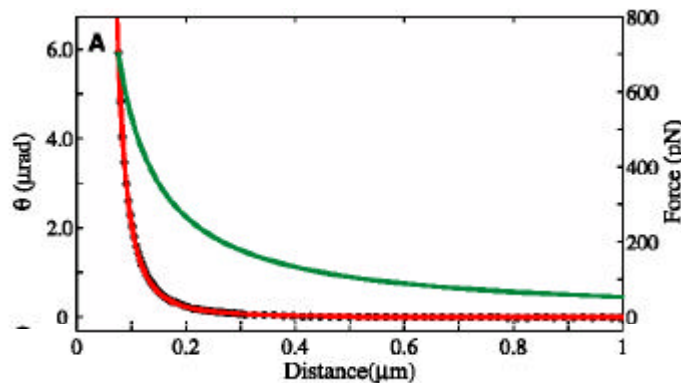


Figure 3.12. Angle de rotation du plateau supérieur de la balance de torsion sous l'effet de la force de Casimir en fonction de la distance de séparation. L'ajustement (en rouge) a été obtenu en tenant compte des effets de la rugosité et de la conductivité finie de l'or. En vert, est représentée la force électrostatique calculée pour une différence de potentiel de  $136\ \text{mV}$ . La tension a été choisie de telle sorte que les deux forces s'égalisent pour la distance de mesure la plus courte.

La courbe expérimentale (points noirs) semblent en bon accord avec les prédictions théoriques (courbes rouges) qui tiennent compte des corrections de rugosité et de conductivités. Les auteurs indiquent que la correction apportée par la prise en compte de la rugosité ne peut pas permettre d'obtenir une précision meilleure que 1% et il souligne qu'une augmentation de la précision nécessite la diminution de la rugosité des surfaces. En 2000, T. Ederth s'est intéressé à la préparation de surface dans le but d'effectuer des mesures de la force de Casimir à très courte distance et une grande précision[15]. Nous ne décrivons pas les mesures de force mais nous voulons souligner les efforts réalisés pour leurs expériences en ce qui concerne la préparation des surfaces. Ils ont pu obtenir une surface d'or avec une rugosité RMS inférieure à  $4\ \text{\AA}$  au lieu de plusieurs nanomètres comme c'est le cas habituellement pour des dépôts d'or effectués par simple évaporation.

### **Expérience du groupe de E. Fischbach** [16] :

Le dispositif expérimental utilisé par le groupe de E.Fischbach est similaire à celui utilisé par le groupe de Capasso. Il est schématisé sur la figure 3.13. Ils ont utilisé une sphère d'alumine recouverte d'un dépôt d'or de  $200\ \text{nm}$ . Le rayon de la sphère est de  $300\ \mu\text{m}$ . La partie

supérieure de la balance de torsion est recouverte d'un dépôt de cuivre d'épaisseur 200nm. Il s'agit de la première mesure précise de la force de Casimir entre deux métaux différents.

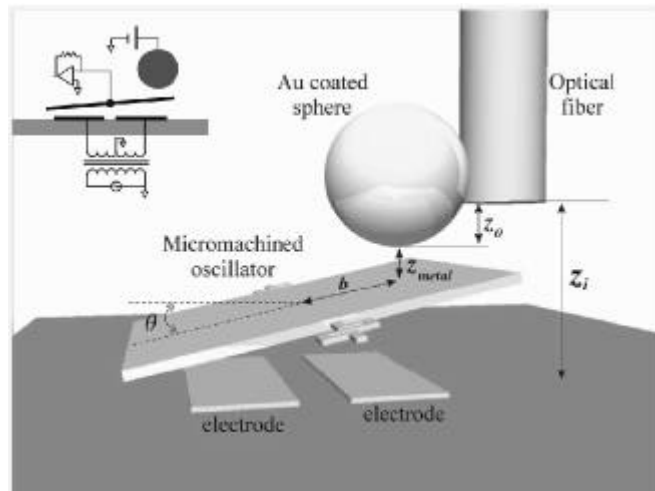


Figure 3.13: Schéma du dispositif expérimental utilisé par E. Fischbach pour mesurer la force de Casimir entre une sphère et une surface plane.

Comme précédemment, ils ont effectué des mesures en mode statique et en mode dynamique. La gamme de distance sondée s'étend de 1200 à 200 nm environ. Les résultats expérimentaux sont montrés sur la figure 3.14.

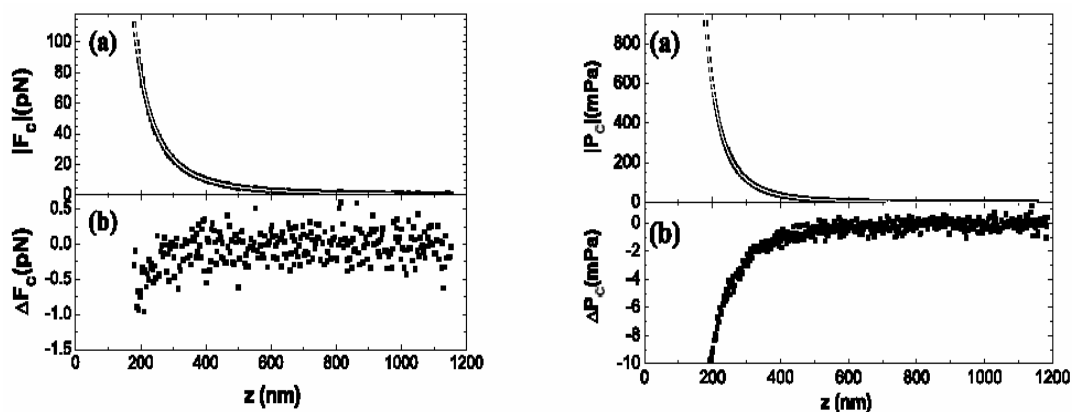


Figure 3.14. A gauche: Mesure direct de la force de Casimir en fonction de la distance de séparation. En bas, est montrée la déviation entre la courbe expérimentale (points noirs) et la courbe théorique (trait continu blanc). A droite: Mesure du gradient de la force de Casimir en fonction de la distance. De même, la déviation entre la courbe expérimentale (points noirs) et la courbe théorique (trait continu blanc) est montrée en bas.

La courbe de gauche correspond à la mesure de la force en fonction de la distance obtenue directement par les mesures en mode statique. La différence entre la courbe expérimentale et la courbe théorique est aussi représentée en dessous. L'accord entre les expériences et la

théorie est affichée avec une précision meilleure que 1% sur la gamme de distance : 200-500 nm.

La courbe de droite correspond aux variations du gradient de la force de Casimir en fonction de la distance obtenue à partir du décalage de la fréquence de résonance de l'oscillateur. En utilisant un système de détection basé sur une boucle à verrouillage de phase et pour un temps d'intégration de 10s, ils obtiennent une résolution en décalage de fréquence de 10 mHz. Ce qui leur permet d'obtenir une sensibilité en force de  $6fN / \sqrt{Hz}$ . Comme nous le verrons (chapitre VII), cette résolution est de 10 à 50 fois meilleure que la résolution que nous avons obtenue avec un microlevier lors des mesures avec l'AFM Omicron. Toutefois, nous avons aussi effectué des mesures avec un système de détection basé sur une boucle à verrouillage de phase en utilisant un diapason piézoélectrique comme oscillateur et comme nous le verrons, la résolution en fréquence que nous avons alors obtenu est de quelques mHz). Aux plus courtes distances, ils observent une déviation des courbes expérimentales par rapport aux prédictions théoriques. Ils attribuent en partie cette déviation aux effets non linéaire.

### **Expérience du groupe de G. Bressi [9]:**

Depuis l'expérience de Spaarnay en 1958 [17], les expériences entreprises par G. Bressi et R. Onofrio sont, à notre connaissance, les seules mesures qui considèrent la géométrie initiale de la force de Casimir, c'est à dire la configuration plan-plan. Pour cela, ils ont mis au point un dispositif expérimental leur permettant de contrôler le parallélisme des surfaces en interaction avec une déviation angulaire inférieure à  $3.10^{-5}$  rad . Le dispositif expérimental est montré sur la figure 3.15.

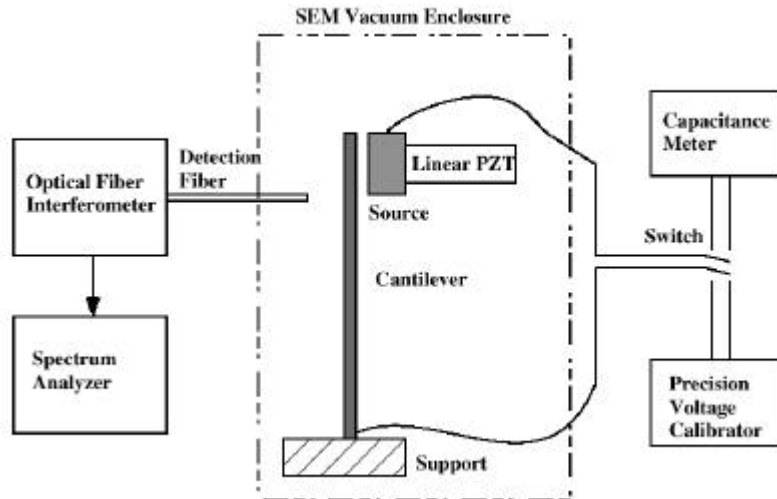


Figure 3.15: Schéma du dispositif expérimental utilisé par F. Bressi pour mesurer la force de Casimir entre une surfaces planes et parallèles.

L'aire des surfaces en regard est de  $1,2 \times 1,2 \text{ mm}^2$ . Les deux surfaces parallèles en regard sont d'une part un levier (nommé cantilever sur la figure) en silicium libre d'osciller autour de son point d'ancrage et une poutre épaisse en silicium (nommée source sur la figure). Les surfaces en regard sont recouvertes d'un dépôt de 50 nm de chrome. La mesure consiste à détecter les variations de la fréquence de résonance du levier en fonction de la distance de séparation entre les deux surfaces. La courbe expérimentale est montrée sur la figure 3.16.

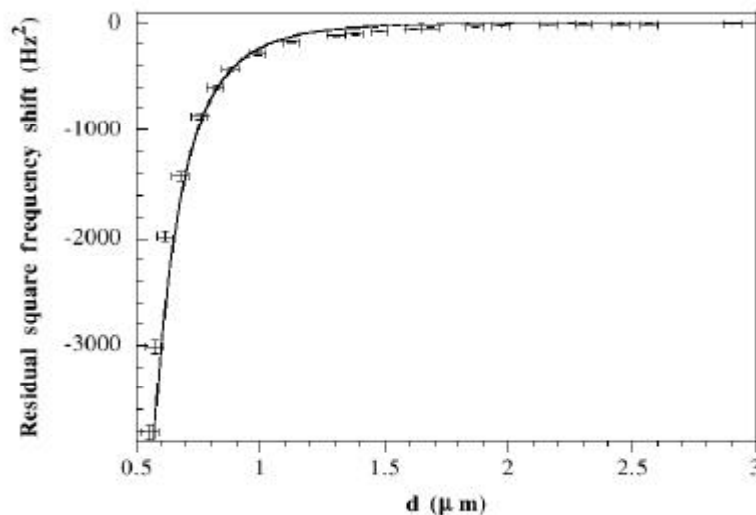


Figure 3.16. Observation de la force de Casimir. Le tracé de la courbe expérimentale donne directement le carré du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance de séparation.

Les distances sondées sont supérieures à celles présentées précédemment, et elles varient de 500 nm à  $3\mu m$ . La comparaison entre les prédictions théoriques et leurs mesures donnent une précision de 15%. Toutefois, leur description théorique ne tient pas compte, ni de la correction de conductivité pour les plus proches distances sondées, ni de la correction thermique pour les distances les plus grandes.

Ainsi, dans ce chapitre, nous avons décrit quelques notions sur la force de Casimir. Nous avons donné une interprétation intuitive de la force de Casimir à partir de la notion de pression de radiation. Nous avons aussi décrit succinctement, les travaux du groupe de S. Reynaud, qui permettent de décrire les effets de la conductivité finie des matériaux réels, de la température et de la géométrie sur la force de Casimir. Enfin, nous avons décrit quelques expériences récentes de mesures de la force de Casimir. Dans le chapitre suivant, nous allons décrire les dispositifs expérimentaux que nous avons utilisés au cours de cette thèse. Les résultats obtenus seront quant à eux décrits dans les chapitres VI, VII et VIII.





### REFERENCES CHAPITRE III:

- [1] C. Cohen tannoudji, J. Dupont-Roc et G. Grynberg. *Processus d'interaction entre photons et atomes*. EDP Sciences. (1996)
- [2] H.B.G Casimir et D. Polder. *The Influence of Retardation on the London-Van der Waals Forces*. Phys. Rev. **73**, 360 (1948).
- [3] C.Genet. *La force de Casimir entre deux miroirs métalliques à température non nulle*. Thèse de doctorat, Université de Paris VI. (Juillet 2002)
- [4] A. Lambrecht et S. Reynaud. *Casimir force between metallic mirrors*. Eur. Phys. J. D, **8**, 309 (2000)
- [5] P. W. Milonni, R. J. Cook, M. E. Goggin. *Radiation pressure from the vacuum: Physical interpretation of the Casimir force*. Phys. Rev. A. **38**, 1621 (1988).
- [6] M.T. Jaeckel et S. Reynaud. *Casimir force between partially transmitting mirror*. Journal de Physique I, **1**, 1395 (1991)
- [7] C. Henkel, K. Joulain, J.-Ph. Mulet, and J.-J. Greffet. *Coupled surface polaritons and the Casimir force*. Phys. Rev. A. **69**, 023808 (2004)
- [8] S.K. Lamoreaux. *Demonstration of the Casimir Force in the 0.6 to 6  $\mu\text{m}$  range*. Phys. Rev. Lett. **78**, 5 (1996)
- [9] G. Bressi, G. Carugno, R. Onofrio et G. Ruoso. *Measurement of the Casimir force between parallel metallic surfaces* Phys. Rev. Lett. **88**, 041804 (2002).
- [10] B.W. Harris, F. Chen et U.Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force using gold surfaces*. Phys. Rev A, **62**, 052109(2000)
- [11] U. Mohideen et A. Roy. *Precision Measurement of the Casimir Force from 0.1 to 0.9  $\mu\text{m}$* . Phys. Rev. Lett. **81**, 4549 (1998)
- [12] A. Roy, C.Y. Lin et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D. 60, R111101 (1999)
- [13] H.B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop et F. Capasso. *Quantum mechanical actuation Microelectromechanical systems by the Casimir force*. Science, 291, 1941 (2001)

- [14] H.B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop et F. Capasso. *Nonlinear Micromechanical Casimir Oscillator*. Phys. Rev. Lett, 87, 211801 (2001)
- [15] T. Ederth. *Template-stripped gold surfaces with 0.4 nm rms roughness suitable for measurements. Application to the Casimir force in the 20-100 nm range*. Phys. Rev. A. **62**, 062104 (2000)
- [16] R.S. Decca, D. Lopez, E. Fischbach et D.E. Krause. *Measurement of the Casimir force between dissimilar metals*. Phys. Rev. Lett, 91, 050402 (2003)
- [17] M.J. Sparnay. *Measurements of attractive forces between flat plates*. Physica, 24, p751 (1958)
- [18] C.Genet, F. Intravaia, A. Lambrecht, S. Reynaud. *Electromagnetic Vacuum fluctuations, Casimir and Van der Waals Forces*. Annales de la fondation Louis de Broglie. **29**, 311 (2004)
- [19] P.A. Maia Neto, A. Lambrecht et S. Reynaud. *Roughness correction to the Casimir force : Beyond the Proximity Force Approximation*. ArXiv: quant-ph/0410101 v2 (Novembre 2004)

# CHAPITRE IV. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

Dans ce chapitre, nous présenterons les principaux points expérimentaux qui conditionnent la réussite des expériences entreprises:

- ✓ La préparation du microcapteur sphère-microlevier de silicium et leur caractérisation.
- ✓ Les techniques de préparation de surface sous ultra-vide.
- ✓ La description de l'AFM Omicron

Nous décrirons en fin de chapitre, les développements expérimentaux pour aller vers une machine de forces faibles dédiée : analyse et réalisation d'un système de mesure.

## IV.1. PREPARATION DU MICROCAPTEUR SPHERE-MICROLEVIER DE SILICIUM

Nous avons vu dans le chapitre II, les intérêts de travailler dans une configuration sphère-plan dans notre stratégie de mesure. Les sphères de rayon proche de 40  $\mu\text{m}$  sont en polystyrène et sont collées sur des micropoutres de silicium, en fait des leviers standard d'AFM. Le plan utilisé est un monocristal d'or (111) préparé sous ultra-vide. De fait, la réalisation de nos expériences repose sur deux points essentiels :

- ✓ La préparation de l'ensemble. sphère/microlevier avec principalement :
  - Qualité du collage
  - Positionnement de la sphère sur le microlevier
  - Préservation du cantilever (constante de raideur, réflectivité optique)
  - Qualité du dépôt métallique (bonne adhésion, continuité électrique, faible rugosité)
- ✓ La préparation de la surface sous ultravide :
  - Minimisation de la rugosité à courte distance et longue distance
  - Décontamination de la surface (poussière, charges parasites)

## IV.1.1. PREPARATION DES SPHERES.

### IV.1.1.1. CHOIX DES MICROLEVIER

La première étape consiste à choisir le microlevier qui servira de support pour la sphère. Ils se posent alors deux questions essentielles :

- ✓ Le choix de la méthode :
  - Les mesures en mode statique pour des forces comprises entre 1 nN et 1 pN.
  - Les mesures en mode dynamique pour des gradients de forces variant de 10 N/m à  $10^{-4}$  N/m
- ✓ La gamme de distances à sonder :
  - Les courtes distances pour sonder le régime de Van der Waals non retardé. Le choix du microlevier doit permettre de réduire la distance pour laquelle l'instabilité mécanique intervient.
  - Les longues distances pour sonder la limite de Casimir pour les miroirs parfaits et les effets thermiques. Dans ce cas, la limite est donnée par la sensibilité de la mesure. Pour se donner un ordre de grandeur nous supposerons que cette sensibilité est fixée par le bruit thermique et donc la température.

#### **a) Mesures à grandes distances:**

Pour des mesures en mode statique, les leviers utilisés doivent assurer une grande sensibilité. Ce qui en d'autres termes signifie, que pour une force donnée, la déformation du microlevier doit être la plus grande possible. Ceci nous a conduit à choisir les constantes de raideurs les plus faibles possibles. De plus, nous verrons en détails dans le chapitre V comment les effets de moyenne permettent de s'affranchir au moins en principe des bruits de mesure et notamment du bruit thermique qui augmente en  $k^{-1/2}$ .

En pratique, nous avons opté pour les microleviers les plus souples dont nous disposions. Ces microleviers, de la marque « Mikromasch », ont une constante de raideur qui, d'après le constructeur se situe autour de 0,02 N/m pour des dimensions au voisinage de

(340 $\mu\text{m}$ x35 $\mu\text{m}$ x1 $\mu\text{m}$ ). A notre connaissance, ces constantes de raideur sont standards et il n'existe pas dans le commerce de levier plus souple. C'est l'ordre de grandeur des constantes de raideurs des microleviers utilisé par U. Mohideen pour ces expériences[1][2][3]. Nous verrons par la suite que la constante de raideur mesurée avec précision après le collage de la sphère donne une valeur très proche de celle donnée par le constructeur. Cette solution est donc la meilleure à partir des microleviers disponibles. Nous en verrons le potentiel intrinsèque pour des mesures de forces faibles et comment l'améliorer pour le futur.

Pour des mesures en modes dynamiques, comme nous le verrons dans le chapitre V, la sensibilité en gradient de force fixé par le bruit thermique est donnée par  $\sqrt{\frac{4kk_BTB}{Qw_0\langle z_{osc}^2 \rangle}}$  (avec

$\langle z_{osc} \rangle$  est l'amplitude d'oscillation du microlevier, Q le facteur de qualité,  $w_0$  la fréquence de résonance du microlevier et B la bande passante de la mesure). Ainsi le choix du microlevier pour augmenter la sensibilité se porte sur une augmentation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité ou d'une diminution de la constante de raideur. Comme nous le verrons, après le collage des sphères, les fréquences de résonance ont des valeurs voisines pour tous les microleviers (typiquement les valeurs sont comprises entre 2 et 60 kHz) alors que les constantes de raideur varient sur plusieurs ordres de grandeurs (de 0.01N/m à 100 n/m). De fait, nous avons considéré la constante de raideur comme le critère principal pour le choix des microleviers. Les premières expériences ont donc été réalisées avec des leviers de très faibles constantes de raideurs identiques à ceux utilisé en mode statique. Après le collage des sphères, des mesures de bruits thermiques sur ces leviers nous ont permis de mesurer trois modes de vibrations avec une fréquence de résonance fondamentale proche de 2 kHz. Toutefois, malgré l'observation de ce mode fondamentale par les mesures de bruits thermiques, il nous a été impossible d'exciter ce mode avec l'AFM Omicron dont le système électronique automatique n'a jamais été capable d'identifier ce mode. Nous reviendrons plus en détail sur la description dynamique de ces leviers dans le chapitre VII.

Au final, pour le mode dynamique nous avons opté pour un compromis nous limitant à des distances allant de 50 à 300 nm, nous nous sommes donc tournés vers des leviers de mesures standards en AFM non contact provenant toujours du même constructeur, les constantes de raideur allant de 1 N/m à 100 n/m et les fréquences de résonances s'étendant de 100 à 300 kHz avant le collage des sphères. En pratique, les mesures en mode dynamique présentées

dans le chapitre VII ont été effectuées avec un microlevier avec une constante de raideur de plusieurs dizaines de N/m. L'utilisation de ces plus fortes constantes de raideurs conduit à une sensibilité plus faible qu'elle l'aurait été avec le levier précédent mais dans ce cas leurs fréquences de résonances fondamentales peuvent être excitées avec l'AFM omicron. Toutefois, il serait intéressant de considérer des leviers intermédiaires, possédant une fréquence de résonance fondamentale suffisamment élevée pour exciter le microlevier et une constante de raideur la plus faible possible pour augmenter la sensibilité et ainsi effectuer des mesures à plus grandes distances.

### **b) Mesures aux courtes distances :**

Nous avons vu que pour les mesures à grande distance, le choix des microleviers que ce soit en mode statique ou dynamique est principalement donné par la constante de raideur la plus faible possible pour augmenter la sensibilité des mesures.

A courte distance, ce qui signifie typiquement des distances comprises entre 10 et 100 nm, la limitation centrale est d'abord liée à l'instabilité mécanique du microlevier lorsque le gradient de la force devient plus grand que la constante de raideur du levier. Ceci est incontournable que les mesures soient effectuées en mode statique ou dynamique. Le gradient de la force de Van der Waals dans l'approximation sphère-plan pour une sphère de 40 micromètres de rayon est de l'ordre de 10 N/m pour une distance sphère surface de 10 nm. C'est pourquoi, les microleviers, pour effectuer des mesures à courtes distances, doivent avoir des constantes de raideurs au minimum de 10 N/m. Pour de telles constantes de raideur la sensibilité en force pour des mesures en mode statique devient très faible. En effet, pour une constante de raideur égale à 10 N/m et pour des forces inférieures à 1nN, il est nécessaire de mesurer des déplacements inférieurs à l'angstroem ce qui, comme nous le verrons dans le chapitre VI, est très délicat. Au contraire des mesures dans les mêmes conditions en mode dynamique nécessite des mesures de décalage de fréquence de quelques Hz pour une distance de 100 nm, ce qui est tout à fait courant en AFM. De fait pour les courtes distances le mode dynamique semble être la meilleure solution.

Comme cela est précisé précédemment, les microleviers utilisés pour les mesures en mode dynamique ont des constantes de raideur supérieures à 10 N/m ce qui en théorie devrait

permettre des mesures à courtes distances. Toutefois, nous n'avons pas pu nous rapprocher à 10 nm de la surface. Les mesures que nous avons effectuées sont comprises entre 50 et 200 nm soit (comme nous l'avons vu dans le chapitre III) une gamme de distance très proche des résultats internationaux. Deux raisons peuvent expliquer que nous sommes restés dans une gamme de distance entre 50 et 200 nm sans pouvoir nous approcher plus près. D'une part, la rugosité de la sphère comprise entre 10 et 20 nm pic à pics sur une distance de 1 micromètre et d'autre part les très fortes amplitudes de vibration du microlevier. Nous attribuons les très fortes amplitudes de vibration à un effet d'inertie lié à la présence d'une forte masse à l'extrémité du microlevier. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre VII.

Pour diminuer les amplitudes de vibrations, une alternative est de considérer les mesures dynamiques avec un diapason. La masse de la sphère est négligeable devant celle d'un bras du diapason, il sera donc possible d'exciter les bras du diapason avec de très faibles amplitudes.

La figure 4.1 représente des microleviers que nous avons utilisés après le collage des sphères. A gauche se trouve un microlevier typique utilisé en mode statique. De même largeur que celui utilisé en mode dynamique (à droite) il se caractérise par une épaisseur 2 fois plus faible et une longueur plus importante.

Bien entendu, avant le collage des sphères, le bon comportement dynamique du levier a été systématiquement vérifié par la mesure de la courbe de résonance.

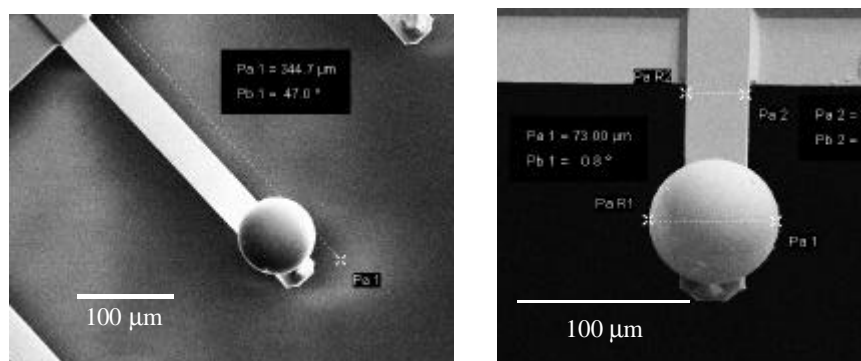


Figure 4.1 : Exemples de systèmes sphère-microlevier utilisés au cours de cette thèse.



#### IV.1.1.2. CHOIX DE LA COLLE : COMPATIBILITE AVEC L'ULTRA VIDE.

Le choix de la colle est principalement contraint par nos conditions expérimentales. Il est donc déterminant. La colle doit être compatible avec des expériences effectuées sous vide ou sous ultra vide. Nous avons utilisé deux types de colles : la colle Torrseal et une colle métallique argentée, toutes deux sont de type époxy dont la polymérisation s'effectue par chauffage à des températures supérieures à 100°C, laissant ainsi tout le temps nécessaire à l'expérimentateur pendant la manipulation. La Torrseal, est largement utilisée pour effectuer des maintenances sur des dispositifs ultra vide. En pratique, nous nous sommes aperçus que cette colle possède une viscosité adéquate pour ce type d'utilisation : on peut localement déposer une microgoutte au moyen d'une seringue ou d'une micropipette sans aller vers un mouillage étendu de la sphère et du cantilever. Elle présente par contre le désavantage d'être isolante et comme nous le verrons par la suite, cela peut dégrader voire empêcher tout contact électrique entre la sphère et le microlevier. Dans ce cas, le contact électrique est totalement assuré par la métallisation. La colle à l'argent est celle que nous utilisons pour coller le microlevier sur son support dans le cas de l'AFM omicron. Le caractère métallique facilite le contact électrique entre le microlevier et la sphère. Toutefois, de part sa texture, nous avons remarqué que son utilisation pour des collages d'objets micrométriques est plus délicate que pour la Torrseal. Elle est plus liquide et envahit plus facilement l'ensemble.

#### IV.1.1.3. COLLAGE DES SPHERES : POSITIONNEMENT

La première méthode envisagée pour le collage des sphères était l'utilisation d'un autre AFM fonctionnant à l'air dans le Surface Science Laboratory à l'ESRF. Ce système possède une caméra optique avec un grossissement suffisamment important pour observer les sphères et permettre une approche du microlevier sur une sphère prédéterminée. La méthode envisagée consistait à déposer une goutte de colle à proximité de sphères déposées sur une lame de verre propre. L'idée était d'utiliser le moteur pas à pas de l'AFM pour approcher le levier jusqu'au contact de la colle puis se retirer aussitôt. Une fois la colle déposée sur le levier, la pointe était engagée avec une faible déflexion de consigne. Le contact était ensuite maintenu pendant le durcissement de la colle. La caméra ayant seulement une vision par le dessus, il était très

difficile de contrôler la distance entre la colle et le microlevier, ce qui rendait très délicat le contrôle de la quantité de colle déposée. Une solution envisageable aurait été de placer une camera dans un angle de vue permettant d'observer précisément la distance de séparation et ainsi assurer un meilleur contrôle.

Toutefois, nous nous sommes tournés vers l'utilisation d'un micromanipulateur mis en place par Irina Sngigereva au laboratoire de microanalyse de l'ESRF. Le micromanipulateur permet une manipulation sous microscope optique qui permet de contrôler plus facilement la quantité de colle déposée. Les sphères sont déposées sur une surface de verre posée sur la tranche permettant aussi de contrôler la distance entre le microlevier et les sphères. Une pince, sur laquelle est fixé le support des microleviers, est accrochée au bras du micromanipulateur qui assure à l'aide de vis micrométriques des déplacements dans les 3 directions perpendiculaire du microlevier. Une photo du système dans son ensemble est montrée sur la figure 4.2.

*Vue d'ensemble du système de collage des sphères*

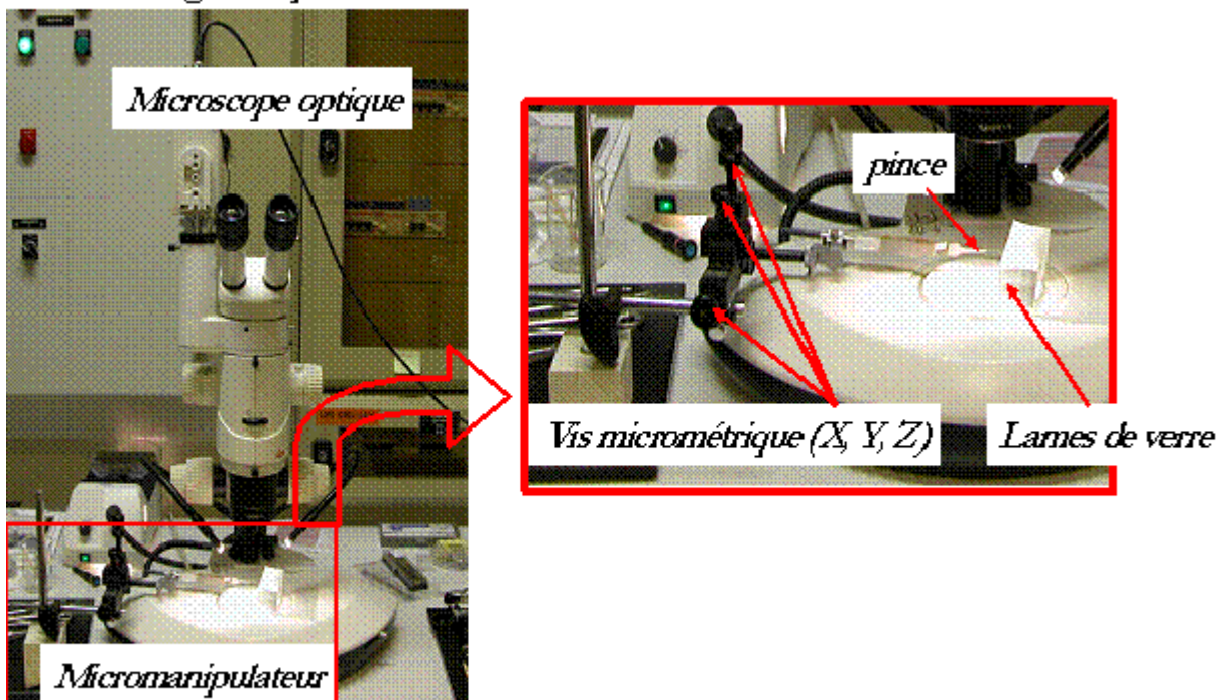
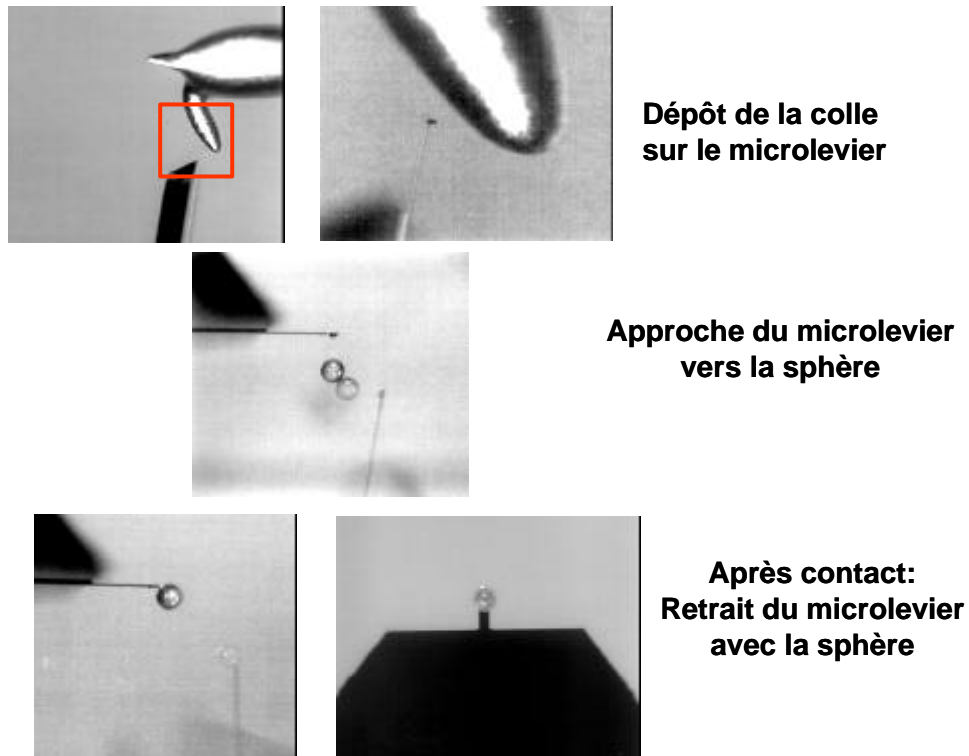


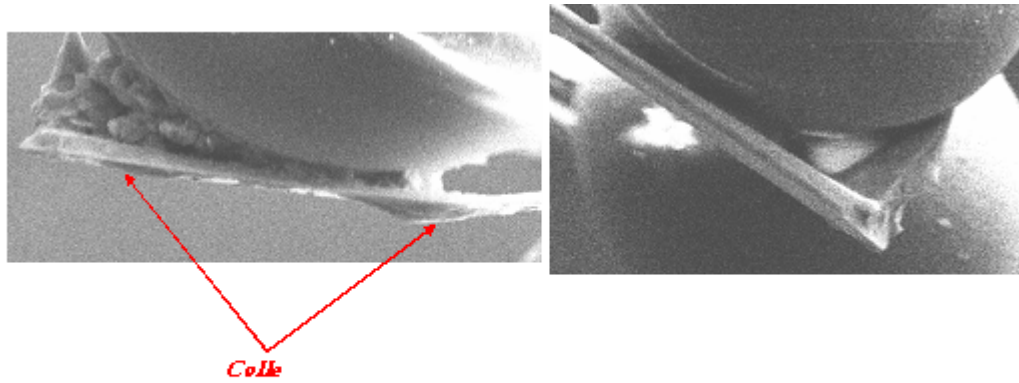
Figure 4.2 : vue d'ensemble du micromanipulateur.

Le collage de la sphère se déroule en trois étapes, chacune de ces étapes est représentée sur la figure 4.3.



*Figure 4.3 : Les différentes étapes du collage de la sphère sur le microlevier.*

Après avoir récupéré un échantillon de colle à l'extrémité d'une micropipette, on dépose la colle sur le microlevier à proximité de la pointe en approchant manuellement la micropipette vers la pointe. Il est possible aussi de fixer la micropipette, il faut alors approcher le microlevier de la goutte de colle à l'aide du micromanipulateur. Cette étape est cruciale, une trop grande quantité de colle déposée rend inutilisable le système sphère-microlevier. Notamment, la présence de colle sur le dos du levier dégrade la réflectivité rendant impossible la détection de la déflexion par méthode optique. Les mauvais comportements de nos systèmes lors des mesures décrites dans le paragraphe IV.1.2 proviennent essentiellement d'un mauvais contrôle de cette étape et de la métallisation des sphères. La figure 4.4 montre des images de microscopies électroniques à balayage. A gauche, nous pouvons observer le collage d'une sphère avec une application de la colle mal contrôlée. Notamment la présence de colle sur le dos du levier peut entraîner une baisse de la réflectivité. Au contraire, à droite nous observons une application de la colle bien contrôlée. Les mesures présentées dans le chapitre VII ont été effectuées avec ce système.



*Figure 4.4 : Images MEB du collage de la sphère. A gauche, application de la colle mal contrôlée qui se traduit notamment par la présence de colle sur le dos du microlevier. A droite, la quantité de colle déposée est faible et on n'observe aucune trace de colle sur le dos du microlevier. Le collage est dans ce cas mieux contrôlé.*

L'étape suivante consiste à approcher le microlevier de la sphère. La réflexion du microlevier sur la lame de verre sur laquelle sont déposées les sphères facilite l'évaluation de la distance entre les deux. L'alignement vertical est assuré en utilisant un fort grossissement pour lequel la profondeur de champs est faible. Le plan focal est ajusté sur la sphère choisie puis on déplace verticalement le levier jusqu'à ce qu'il se trouve dans ce plan.

Une fois le contact obtenu, on retire le microlevier avec la sphère. Bien que la colle ne soit pas encore polymérisée, l'adhésion est suffisamment forte pour assurer le maintien mécanique. Le chauffage est effectué une fois que le microlevier est monté sur son support porte pointe de l'AFM Omicron.

#### IV.1.1.4. METALLISATION DES SPHERES

Après le collage de la sphère sur le microlevier, l'ensemble est introduit dans un bâti d'évaporation. La métallisation de la sphère est obtenue par évaporation dans un vide compris entre  $10^{-7}$  et  $10^{-8}$  mbar. Une fine couche de titane d'épaisseur inférieure à 10 nanomètres est d'abord déposée. Cette couche de titane assure une bonne adhésion de la couche d'or déposée ensuite. L'épaisseur de la couche d'or déposée est de l'ordre de 300 nm sur plus de la moitié de la sphère correspondant à la partie en regard avec la surface. L'épaisseur est ainsi suffisante pour considérer les propriétés de la couche d'or identique à celle du volume. La partie restante possède une épaisseur d'or moins importante de l'ordre de 100 nm mais suffisante pour assurer dans la majorité des cas un bon contact électrique entre la sphère et le microlevier.

La rugosité de la surface de la sphère après la métallisation par AFM (figure 4.5). Ces mesures ont été effectuées sur des sphères déposées sur une plaque de silicium. La quantité d'or déposée lors de la métallisation est identique à celle effectuée sur les sphères collées au microlevier. La rugosité après métallisation est de l'ordre de 20 nm pic à pic sur une distance de 1 micron. La rugosité rms calculé par le logiciel WSxM de la société Nanotec à Madrid vaut 4.7nm. [4]

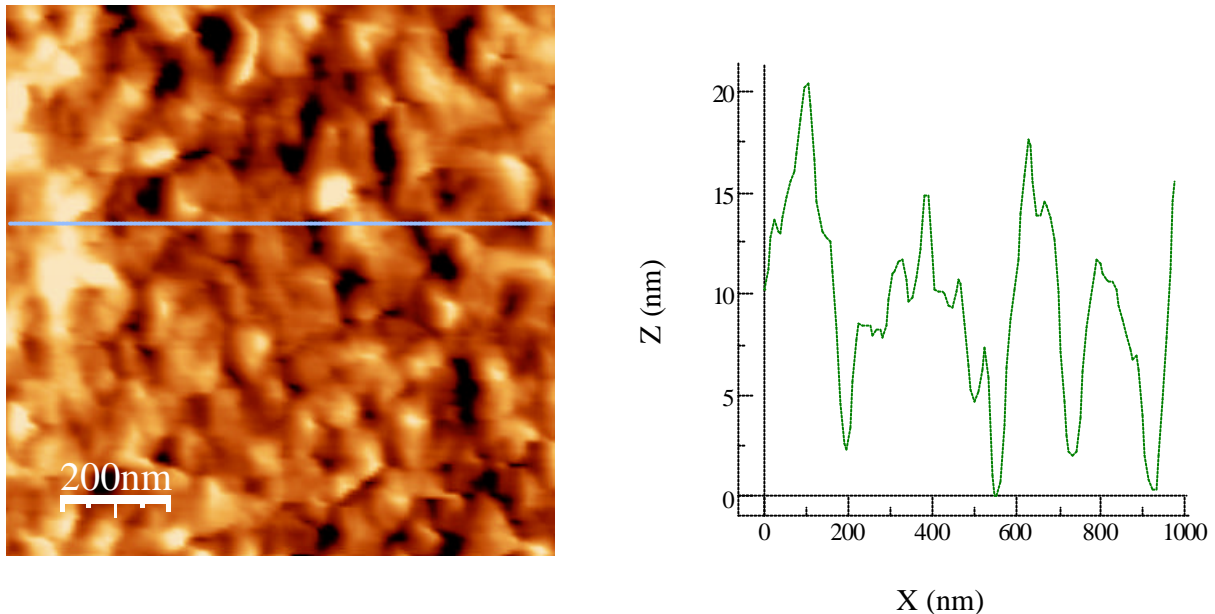


Figure 4.5 : Image AFM de la sphère après métallisation. Le profil montré à droite est mesuré le long de la ligne bleue.

## IV.1.2. CONTROLE ET INFLUENCES DU COLLAGE ET DE LA METALLISATION DES SPHERES

### IV.1.2.1. PROPRIETES MECANIQUES ET DYNAMIQUES

Nous avons vu précédemment, l'importance du choix des microleviers sur lesquels nous collons les sphères. Ce choix est principalement défini sur les considérations de la constante de raideur dans le but d'augmenter la sensibilité et/ou de limiter l'instabilité mécanique aux distances les plus courtes. Toutefois, avant toute expérience, il est nécessaire de s'assurer du bon comportement du microlevier après le collage de la sphère. Tout d'abord, deux points essentiels sont la conservation d'une constante de raideur proche de celle du microlevier nu et l'assurance de la continuité électrique entre la sphère et le microlevier. Toutefois, nous avons

vérifié ces deux points uniquement au cours des expériences. Le troisième critère de bon comportement du microlevier concerne les propriétés dynamiques soit :

- ✓ L'allure de la courbe de résonance notamment vérifier l'absence de résonance parasite au voisinage de la fréquence de résonance.
- ✓ Une fréquence de résonance la plus élevée possible.
- ✓ Un facteur de qualité le plus grand possible.

Nous avons vérifié systématiquement ces trois caractéristiques en mesurant les courbes de résonance avec un autre AFM fonctionnant à l'air dans le «Surface Science Laboratory » à l'ESRF. Ces mesures ont été effectuées avant la métallisation des sphères. Un exemple de ces mesures de courbe de résonance est montré sur la figure 4.6. Sur cette figure sont représentées deux courbes de résonances sur le même microlevier avant et après le collage d'une sphère et une courbe de résonance après le collage d'une sphère montrant un pic parasite au voisinage de la fréquence de résonance.

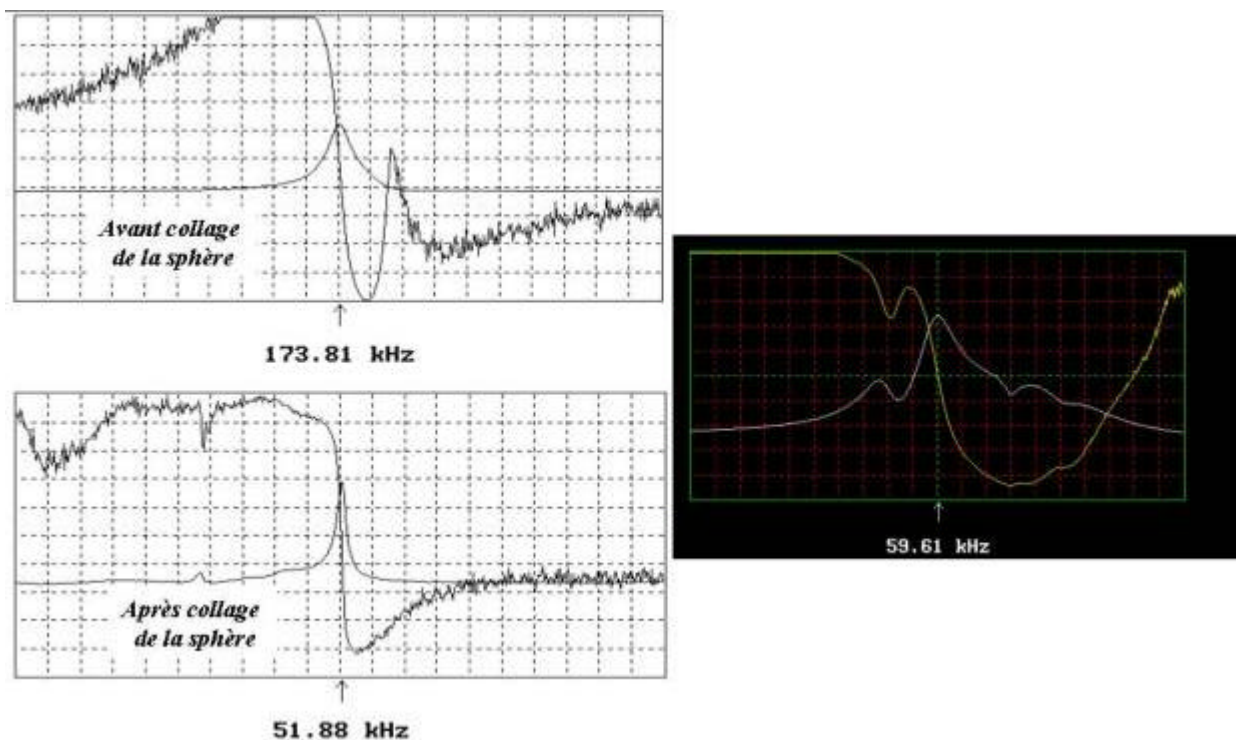


Figure 4.6 : A gauche, courbes de résonances d'un microlevier utilisé en mode dynamique avant le collage de la sphère (en haut) et après le collage de la sphère (en bas). A droite est montrée une courbe de résonance sur un microlevier après le collage de la sphère. Un pic parasite proche de la fréquence de résonance est observé.

Comme nous l'attendions, le collage de la sphère sur le microlevier a pour première conséquence de modifier le comportement dynamique du levier. La présence de la sphère à l'extrémité a pour effet principal de diminuer considérablement la fréquence de résonance fondamentale du levier en raison de l'augmentation de la masse. Nous avons observé que la quantité de colle nécessaire pour assurer le maintien mécanique entre la sphère et le microlevier est suffisamment faible pour ne pas modifier de façon significative la fréquence de résonance. Autrement dit, la variation de la fréquence de résonance liée à la masse de la colle excède tout au plus quelques dizaines de Hz alors que la présence de la sphère diminue la fréquence de plusieurs dizaines de kHz. De même que la colle, l'influence de la couche d'or déposée sur la sphère a une influence négligeable sur la fréquence de résonance. La figure 4.6 montre deux courbes de résonances obtenues à l'air sur le même microlevier avant et après collage de la sphère. On observe clairement une diminution de la fréquence de résonance de 173 kHz à 52 kHz soit une diminution proche d'un facteur 4. Sur des leviers similaires des diminutions de la fréquence de résonance plus importantes ont été observées, nous avons attribué cet effet à une trop grande quantité de colle déposée. Une faible fréquence de résonance pour une constante de raideur comparable entraîne une diminution de la sensibilité dans la mesure en mode dynamique (mesure de la variation de fréquence de résonance), en effet dans l'approximation linéaire  $\Delta f \propto \frac{w_0}{k}$ .

Le facteur de qualité a diminué de 500 à 400. Cette diminution est liée en partie à l'augmentation de la dissipation dans l'air. Certaines de nos mesures ont montré des facteurs de qualité de l'ordre de quelques dizaines seulement après le collage de la sphère. Pour des mesures en mode dynamique, pour augmenter la sensibilité au maximum pour une constante de raideur donnée, il est nécessaire de travailler avec des facteurs de qualité les plus élevés possibles.

Le microlevier choisi comme exemple ci-dessus est celui de que nous avons utilisé pour effectuer les mesures présentées dans le chapitre VII. Bien que nous ne puissions pas affirmer que pour un microlevier similaire nous obtiendrions au mieux les mêmes caractéristiques, l'étude décrite précédemment permet au moins d'assurer que tous microlevier présentant des caractéristiques comparables sont utilisables pour effectuer nos mesures et donc que le collage des sphères est suffisamment bien contrôlé.

Pour les microleviers utilisés pour des mesures en mode statique, seules la continuité électrique et la préservation de la constante de raideur sont les paramètres essentiels, le facteur de qualité et la fréquence de résonance ne jouant aucun rôle. Toutefois comme nous l'avons vu précédemment la mesure de la courbe de résonance pour déterminer la fréquence de résonance, le facteur de qualité et l'absence de pic parasite est une bonne indication sur la qualité du collage. C'est pourquoi, même pour les microleviers utilisés pour le mode statique nous avons effectué des études comparables. Ainsi, la figure 4.7 montre deux courbes de résonances avant et après le collage des sphères. Ici, la fréquence de résonance varie de 12 kHz à 2 kHz et le facteur de qualité de 367 à 103. La fréquence de résonance a varié d'un facteur 6 après le collage de la sphère (au lieu de 3 précédemment). Nous attribuons cette différence par rapport aux leviers précédents à la différence de géométrie entre les leviers. De même que pour l'exemple précédent, les courbes de résonance présentées ici sont celles obtenues pour le microlevier utilisé pour les mesures présentées dans le chapitre VI. Dans ce cas, une indication de la qualité du collage est donnée par la bonne reproductibilité de ces caractéristiques sur des microleviers similaires.

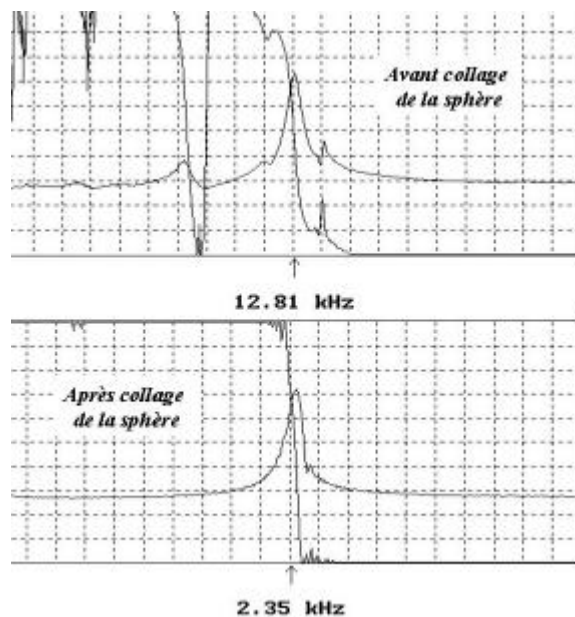


Figure 4.7 : Courbes de résonance d'un microlevier utilisé en mode statique avant le collage (en haut) et après le collage de la sphère (en bas).

Ainsi, la méthode mise au point pour le collage des sphères permet d'obtenir des résultats satisfaisants concernant les propriétés mécaniques et dynamiques des systèmes sphère-microlevier.



Un autre enjeu majeur de la méthode concerne les propriétés électriques. Cette partie concerne essentiellement la métallisation mais dépend encore de la colle déposée. Il est indispensable de contrôler les propriétés électriques et dynamiques des systèmes sphère-microlevier. Pour les utiliser en vue de mesures à grandes distances, il est nécessaire de maîtriser ces deux aspects.

#### IV.1.2.2. PROPRIETES ELECTRIQUES.

Toutes les mesures de forces faibles nécessitent le contrôle à la fois des propriétés électrostatiques et électrocinétique du système sphère/plan :

- ✓ Il est nécessaire de contrôler l'état de charge électrostatique du système dans le but de s'affranchir des charges parasites. C'est actuellement la raison pour laquelle on travaille avec des surfaces d'or.
- ✓ Cela nécessite aussi de contrôler la continuité électrique du système pour nous assurer d'une conduction électrique depuis la surface de la sphère jusqu'au porte pointe de bonne qualité (temps  $\tau=RC$  court). Cette mise à l'équilibre du système doit être plus rapide que les vitesses de variations de paramètre dans nos mesures.

La pire des difficultés à cet égard, provient vraisemblablement de la rupture complète du lien électrique. Notamment, nous avons observé ce type de difficulté en lien avec l'adhésion de la couche d'or sur la sphère. Lors des mesures de courbes d'approche-retrait, on reste à la merci d'un contact accidentel entre la sphère et la surface. Dans le cas où la couche d'or n'accroche pas suffisamment la sphère, nous avons observé que le dépôt est arraché à la sphère perdant ainsi son caractère métallique rendant impossible toute mesure. De plus, cet arrachement signifie aussi la perte de la géométrie bien définie que nous recherchons. Comme nous l'avons vu précédemment, pour nous affranchir de la mauvaise adhésion de la couche d'or, une fine couche de titane est déposée entre la sphère et la couche d'or.

Nous avons aussi mesuré les effets accidentels d'un temps de mise en équilibre trop long entre le microlevier et la sphère. Comme nous le verrons à travers un exemple décrit en détails dans le paragraphe suivant, ce temps  $\tau=RC$  peut atteindre des valeurs de plusieurs dizaines de millisecondes pour un écoulement de quelques milliers de charges. Cet effet est essentiellement lié à l'utilisation d'une colle non conductrice, la métallisation n'ayant pas suffisamment bien

assuré la continuité électrique. Ce mauvais contact se traduit alors par l'apparition d'une résistance entre la sphère et le microlevier.

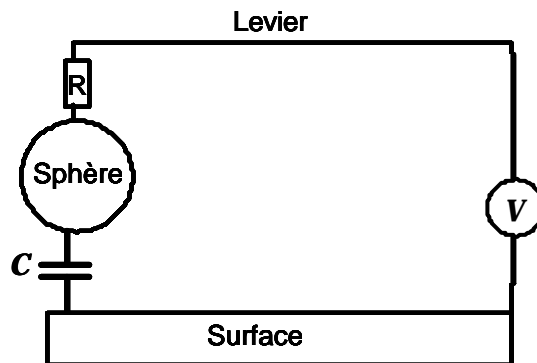
## **IV.2. MISE EN EQUILIBRE ELECTRIQUE DU SYSTEME SPHERE/SURFACE : DETECTION MECANIQUE DU FEMTOAMPERE**

### **IV.2.1. INTRODUCTION**

Le but de ce paragraphe est d'analyser la mise en équilibre du système sphère/surface dans le cas d'un temps caractéristique trop long lié à une mauvaise continuité électrique entre le microlevier et la sphère. A partir d'un système montrant clairement la présence d'une résistance entre le microlevier et la sphère, nous allons décrire comment nous pouvons obtenir une détection mécanique d'un courant de l'ordre du femtoampère. La possibilité de détecter mécaniquement de très faibles courants a déjà été démontrée avec un AFM avec la possibilité de détecter une charge unique [5] ou encore avec le développement d'un électromètre mécanique de dimensions nanométriques issu de la technologie des NEMS [6].

Bien qu'obtenu de façon accidentelle, il est envisageable de pouvoir contrôler l'élaboration et d'optimiser un tel système pour permettre de mesurer des courants en deçà de la gamme du femtoampère.

L'électromètre ainsi formé à partir du système sphère surface peut être décrit par le schéma de la figure 4.8.



*Figure 4.8. Schéma électrique équivalent du système sphère-microlevier en face d'une surface.*

#### IV.2.2. DONNEES BRUTES

La figure 4.9 montre des mesures de la déflexion d'un microlevier en fonction de la tension qui lui est appliquée. Pour mettre en évidence les effets cinétiques liés à un temps de mise en équilibre suffisamment long pour être observé, nous avons enregistré la déflexion du microlevier en faisant varier le temps de mesure ce qui constitue la seule différence entre chacune des courbes. En augmentant la durée de la mesure, qui correspond en fait à une augmentation de la durée entre chaque point mesuré, on augmente le potentiel de la sphère qui tend à égaliser le potentiel appliqué au microlevier. De fait, plus ce temps de mesure sera long plus la déflexion mesurée, proportionnelle au carré de la différence de potentiel entre la sphère et la surface, sera grande. La courbe pour laquelle le temps de mesure est suffisamment long pour que l'équilibre soit considéré comme atteint est indiquée par une flèche. Pour cette courbe, chaque point est donc mesuré à l'équilibre électrostatique. On note à l'appui de cette affirmation l'empilement progressif des courbes au voisinage de cette dernière.

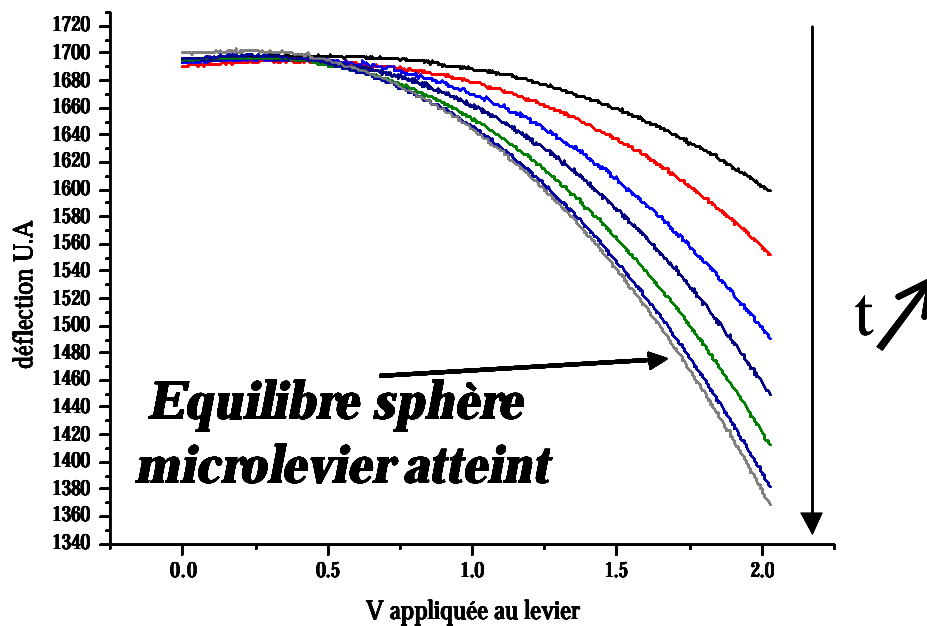


Figure 4.9 : données expérimentales brutes du signal de déflexion du microlevier en fonction de la tension appliquée au microlevier. Chaque courbe correspond à un temps de mesure différents.

### IV.2.3. TRAITEMENT DES DONNEES

Notre analyse de la mise en équilibre électrique entre la sphère et le microlevier consiste, dans un premier temps, à étudier l'évolution du potentiel de la sphère en fonction du temps à partir des données expérimentales de la figure 4.9. Dans ce qui suit nous allons décrire comment déduire le potentiel de la sphère en fonction de la déflexion. Le potentiel de la sphère sera ensuite tracé non pas en fonction du potentiel appliqué au microlevier mais en fonction du temps de mesure.

Chacune des courbes de la figure 4.9 peut être expérimentalement décrite par une parabole donnée par l'expression :

$$y_i(V_{lev}) = \alpha_i (V_{lev} - V_0)^2 + y_0 \quad (4.1)$$

Où  $V_{lev}$  correspond au potentiel appliqué au levier,  $V_0$  la différence de potentiel entre la sphère et la surface sans aucun potentiel appliqué au microlevier,  $\alpha_i$  le coefficient de la  $i^{\text{ème}}$  courbe et  $y_0$  le décalage par rapport au 0. Dans la suite, le terme  $y_0$  sera systématiquement retranché aux données expérimentales de telle sorte que pour  $V_{lev} = V_0$  la déflexion mesurée soit égale à 0.

De plus, chaque coefficient  $\alpha_i$  est relié au potentiel de la sphère selon l'expression :

$$\alpha_i = \beta \frac{1}{2} C'(z) (V_{sph,i} - V_0)^2 \quad (4.2)$$

$\beta$  est le coefficient permettant la conversion de l'unité arbitraire du signal de photodiode en unité de force,  $C'(z)$  est le gradient de la capacité et  $V_{sph,i}$  est le potentiel de la sphère pour la  $i^{\text{ème}}$  courbe.

Nous supposons que pour chaque point de la courbe indiquée par la flèche dans la figure 4.9, l'équilibre est bien atteint entre la sphère et le microlevier. En d'autres termes, le potentiel de la sphère est identique au potentiel appliqué au microlevier, le coefficient  $\alpha_i$  de cette courbe, que

nous noterons  $\alpha_{eq}$ , est donc égal à  $\alpha_{eq} = \beta \frac{1}{2} C'(z) (V_{lev} - V_0)^2$  (en substituant  $V_{sph,i}$  par

$V_{lev}$  dans l'équation (4.2)) En considérant le rapport, de chacune des courbes avec  $\alpha_{eq}$  puis en prenant la racine carrée de ces courbes on obtient le potentiel de la sphère  $V_{sph}$  en fonction de

$V_{lev}$  :

$$\sqrt{\frac{y_i(V_{lev})}{\alpha_{eq}(V_{lev})}} = \sqrt{\frac{\alpha_i(V_{lev} - V_0)^2}{\beta \frac{1}{2} C'(z)(V_{lev} - V_0)^2}} = \sqrt{\frac{\beta \frac{1}{2} C'(z)(V_{sph,i} - V_0)^2 (V_{lev} - V_0)^2}{\beta \frac{1}{2} C'(z)(V_{lev} - V_0)^2}} = V_{sph,i} - V_0 \quad (4.3)$$

Le potentiel de la sphère en fonction du potentiel appliqué au microlevier est montré figure 4.10.

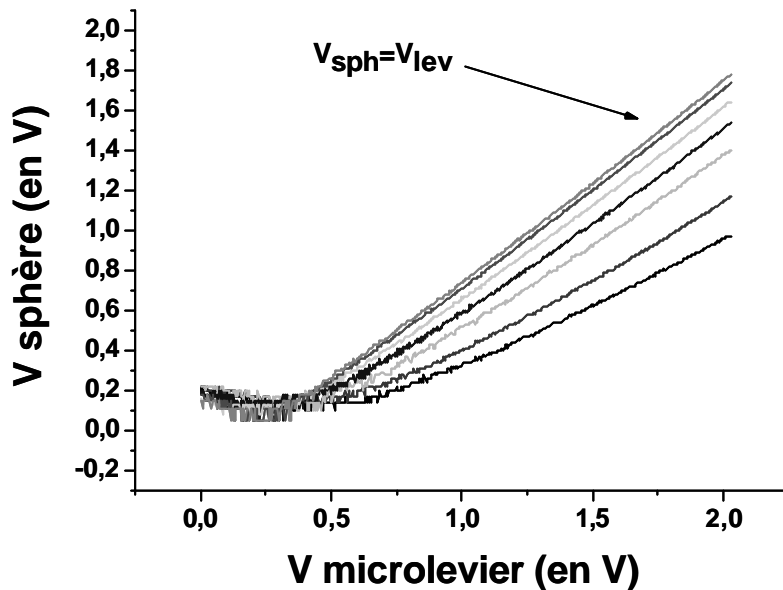


Figure 4.10 : Potentiel de la sphère en fonction du potentiel appliqué au microlevier.

Pour déterminer, le temps caractéristique, il est nécessaire d'exprimer le potentiel de la sphère en fonction du temps pour chacune des courbes. La durée totale de chacune des mesures s'obtient en multipliant le temps de mesure d'un point de la courbe par le nombre de points mesurés. Dans le choix effectué par le constructeur de l'électronique Omicron, ce temps de mesure se décompose en deux contributions :

- ✓ Le temps mort entre deux acquisitions. Ce temps diffère d'une courbe à l'autre et varie de 100  $\mu$ s pour la mesure la plus rapide à 200000  $\mu$ s pour la mesure la plus longue.
- ✓ Le temps d'acquisition : pendant ce temps d'acquisition, un certain nombre de points est mesuré, la valeur ensuite obtenue correspond à la moyenne de ces mesures. Le

temps d'acquisition minimal que nous pouvons choisir correspond à une seule mesure. Il vaut  $20 \mu\text{s}$ . Pour toutes les mesures présentées dans ce paragraphe, le temps d'acquisition vaut  $10240 \mu\text{s}$ . Ce qui correspond à une moyenne sur 512 points.

En considérant la somme de ces deux temps, multipliée par le nombre de points mesurés, nous pouvons tracer le potentiel de la sphère en fonction du temps, ce qui est représenté sur la figure 4.11.

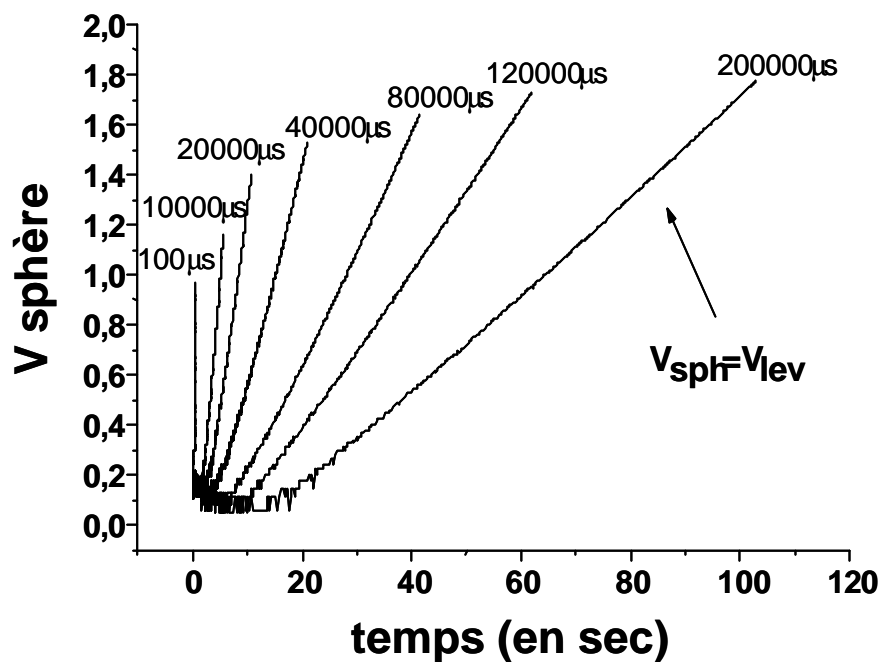


Figure 4.11 : Potentiel de la sphère en fonction du temps total de la mesure. Le temps mort entre chaque point est indiqué pour chaque courbe.

#### IV.2.4. ANALYSE

Le but de ce paragraphe est de déterminer le temps de mise à l'équilibre :  $\tau$ . Pour cela nous utilisons un modèle qui permet d'exprimer l'évolution du potentiel de la sphère au cours du temps. Cette description doit considérer les points suivants :

- ✓ L'application de la tension sur le microlevier n'est pas continue et s'effectue par sauts de valeur  $\Delta V$ .

- ✓ Après chaque saut de tension, l'acquisition démarre après un temps  $t_{de}$  qui correspond au delay time.
- ✓ La valeur mesurée correspond à une moyenne de 512 mesures réalisées toutes les 20  $\mu s$  soit pendant une durée totale d'acquisition  $t_{ac}=10240 \mu s$ .

Les variations de la tension en fonction du temps sont schématisées sur la figure 4.12 :

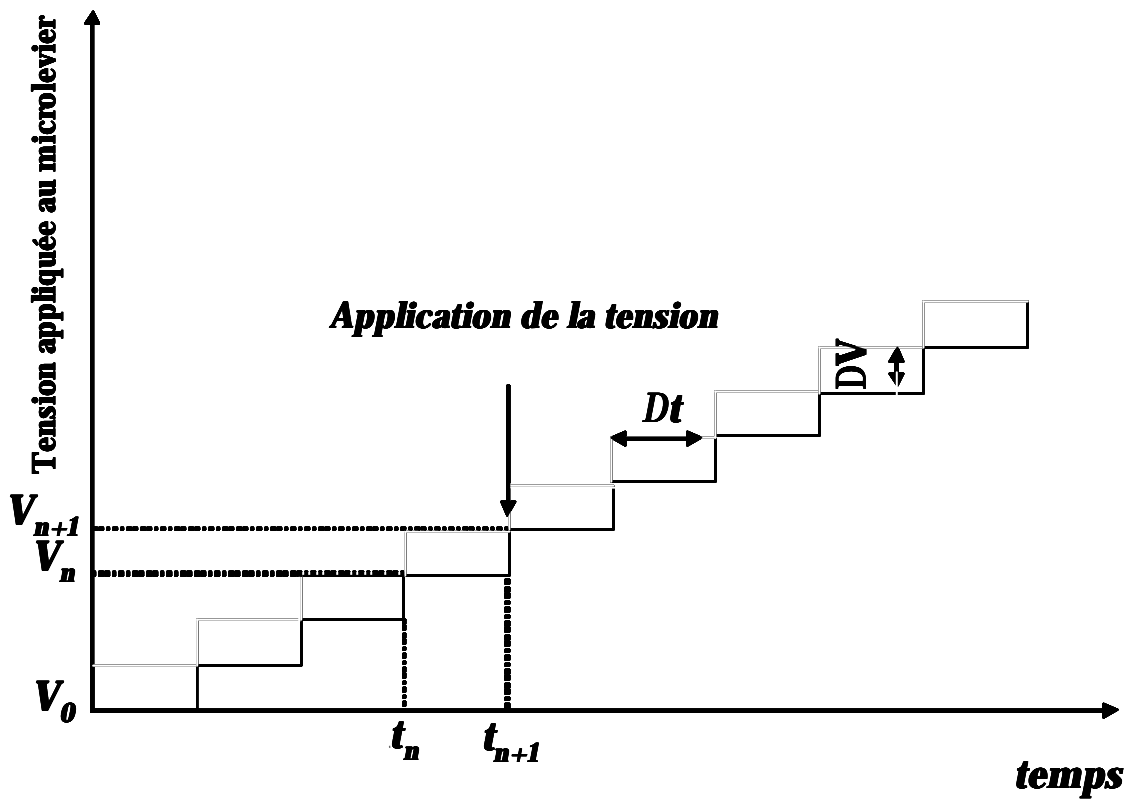


Figure 4.2 : schéma décrivant l'application de la tension en fonction du temps.

Dans ces conditions, la tension de la sphère pour le  $n+1^{\text{ème}}$  point peut être décrit en fonction de la tension du  $n^{\text{ème}}$  point par la relation :

$$V_{n+1}^{sph}(t_{n+1} + \Delta t) = V_n^{sph} + \Delta V (1 - e^{-\Delta t / \tau}) \quad (4.4)$$

Avec  $\Delta t = t_{de} + t_{ac}$

Par récurrence nous obtenons pour  $V_{n+1}^{sph}$  :

$$V_{n+1}^{sph}(t_{n+1} + \Delta t) = V_0^{sph} + N_{n+1} \Delta V (1 - e^{-\Delta t / \tau}) \quad (4.5)$$

Avec,  $V_0^{sph}$  le potentiel de la sphère à  $t=0$  qui vaut ici  $-0,26V$ ,  $N_{n+1}$  le nombre de points mesurés au temps  $t_{n+1} + \Delta t$  et  $\tau$  le temps caractéristique.  $N_{n+1}$  en fonction du temps s'écrit

$$\text{donc } N_{n+1} = \frac{t}{\Delta t} .$$

Finalement, nous pouvons écrire  $V_{n+1}^{sph}$  en fonction du temps selon la relation:

$$V_{n+1}^{sph}(t) = \Delta V \frac{t}{\Delta t} (1 - e^{-\Delta t / \tau}) \quad (4.6)$$

La relation 4.6 telle que nous l'avons exprimé ne tient pas compte de la moyenne sur le temps d'acquisition. Dans ce cas l'expression 4.3 devient :

$$V_{n+1}^{sph}(t) = -0.26 + \Delta V \frac{t}{\Delta t} \frac{\sum_{n=1}^{512} (1 - e^{-\frac{t_{de} + 20n}{\tau}})}{512} \quad (4.7)$$

$$V_{n+1}^{sph}(t) = -0.26 + \Delta V \frac{t}{\Delta t} (1 - e^{-\frac{t_{de}}{\tau}} \frac{\sum_{n=1}^{512} e^{-\frac{20n}{\tau}}}{512}) \quad (4.8)$$

$$V_{n+1}^{sph}(t) \approx -0.26 + \Delta V \frac{t}{\Delta t} (1 - e^{-\frac{t_{de}}{\tau}} (\frac{\tau}{10240} (1 - e^{-\frac{10240}{\tau}}))) \quad (4.9)$$

Ainsi dans cette description la variation du potentiel de la sphère est linéaire avec le temps. Dans cette équation, seul le paramètre  $\tau$  reste encore indéterminé,  $\Delta V$  et  $\Delta t$  sont fixés et donnés par les conditions de l'expérience. Une estimation de  $\tau$  a été effectuée indépendamment pour chacune des courbes de la figure 4.10. à partir de l'équation 4.9. Les valeurs de  $\tau$  obtenues sont reportées dans le tableau et le graphique de la figure 4.13.



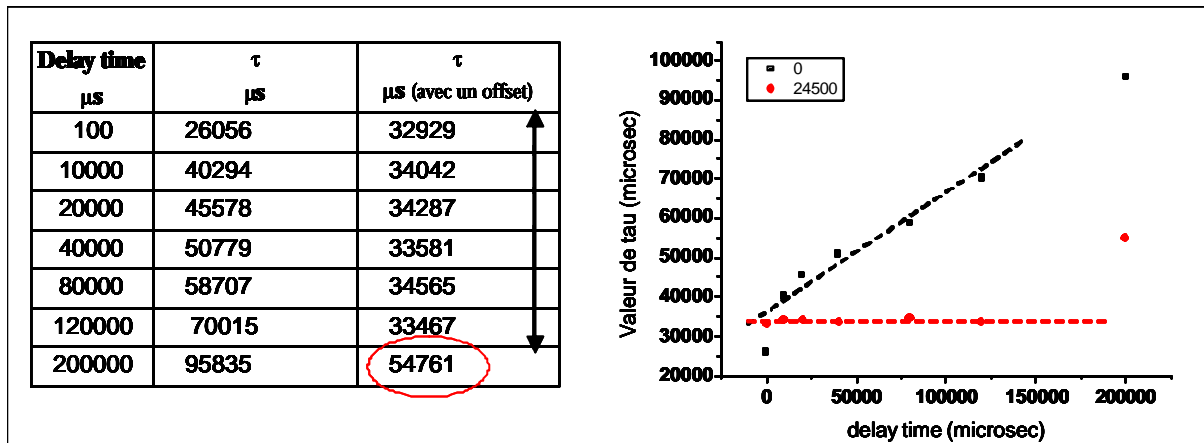


Figure 4.13 : Le tableau à gauche, donne les valeurs de  $\tau$  déterminées directement à partir des courbes de la figure 4.11. pour la colonne du milieu et en ajoutant un temps de 24500  $\mu\text{s}$  au temps mort pour la colonne de droite. Ces valeurs sont reportées sur le graphique de droite.

Nous pouvons voir que les valeurs de  $\tau$  ainsi estimées montrent une grande dispersion (colonne du gauche sur le tableau et points noirs sur le graphique). Ce temps  $\tau$  devrait être identique pour chacune des courbes. Nous pouvons expliquer cette incohérence sur les valeurs de  $\tau$  ainsi obtenues en supposant que le temps réel de la mesure est différent de celui que nous avons considéré en sommant le temps entre deux mesures et le temps d'acquisition. Nous nous sommes en effet rendu compte qu'il est nécessaire de rajouter un autre temps pour déterminer un temps caractéristique. La possibilité de déterminer un temps caractéristique se traduit concrètement par la diminution de la dispersion entre les valeurs estimées pour ce temps caractéristique. Nous obtenons une dispersion minimale pour la valeur de  $\tau$  en ajoutant un temps de 24500  $\mu\text{s}$  au temps de chaque mesure. A ce stade de notre étude, nous ne connaissons pas l'origine de ce temps qui résulte d'une observation expérimentale. Les nouvelles valeurs de  $\tau$  sont reportées dans la colonne de droite du tableau et correspondent aux points rouges sur le graphique. En faisant la moyenne des valeurs de  $\tau$  ainsi trouvées nous obtenons finalement une valeur de  $\tau$  égale à  $33662 \pm 528 \mu\text{s}$ . Pour le calcul de cette moyenne nous n'avons pas considéré la courbe pour laquelle l'équilibre est atteint. En effet, pour cette dernière courbe le temps estimé est grandement différent des autres valeurs, ce qui est cohérent avec l'hypothèse que l'équilibre est bien atteint pour cette courbe.

En intégrant cette valeur de  $\tau$  et en considérant le temps de 24500  $\mu\text{s}$  dans l'équation 4.9 nous obtenons une comparaison cohérente entre les courbes mesurées et la théorie. Cette comparaison est montrée sur la figure 4.14.

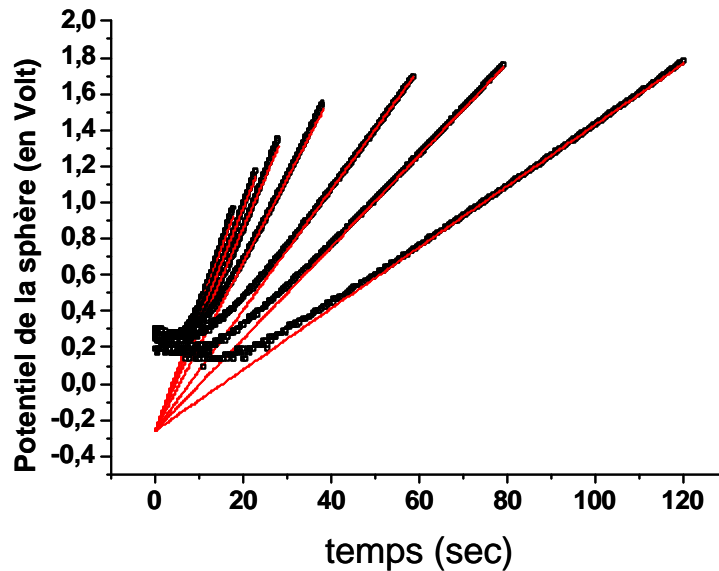


Figure 4.14 : courbes expérimentales (en noir) montrant le potentiel de la sphère en fonction du temps. Ces courbes sont directement comparées avec les courbes théoriques (en rouge).

#### IV.2.5. RESULTATS

Nous venons ainsi, de déterminer le temps caractéristique lié à la résistance introduite par la colle entre le microlevier et la sphère. Nous allons maintenant estimer les courants mis en jeu dans la mise en équilibre du système. Pour cela, nous allons tout d'abord estimer le nombre de charges transférées. Le but de ce calcul est uniquement de donner un ordre de grandeur du courant et non pas un calcul rigoureux. De fait, pour simplifier le problème nous considérons une capacité plan-plan avec une surface égale à  $\pi R^2$  avec R le rayon de la sphère. De plus, en considérant dans un premier temps, une distance sphère-surface de 1000 nm, nous pouvons estimer la charge selon la relation  $Q=CV$  (avec  $C=4,46 \cdot 10^{-14} \text{F}$ ).

Dans ces conditions, nous obtenons un nombre de charges de l'ordre de  $10^{-14} \text{C}$ . Ainsi, nous pouvons reporter les courbes de la figure 4.14, cette fois-ci exprime en Coulomb (Figure4.15).

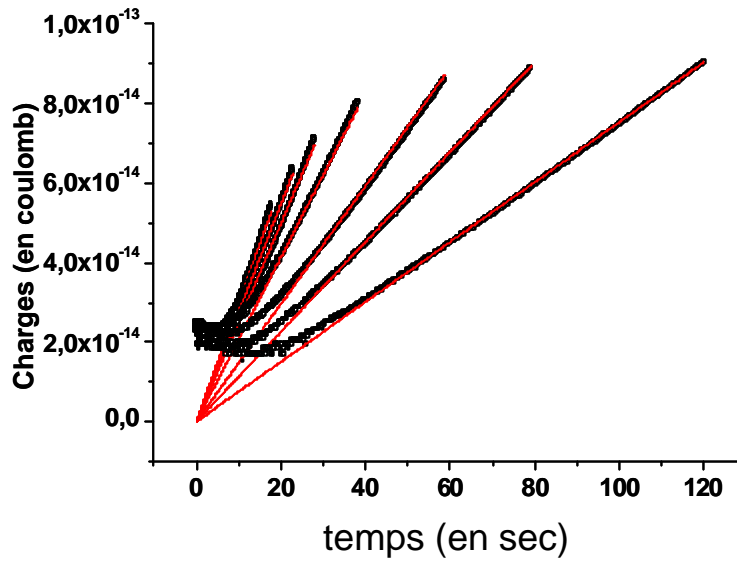


Figure 4.15 : Nombre de charges transférées à la sphère en fonction du temps total de mesure. Les courbes expérimentales (en noir) sont comparées avec les courbes théoriques (en rouge). La capacité a été calculée en supposant un distance  $z=1000$  nm.

Nous avons ensuite déterminé le courant pour chacune des courbes, en calculant la dérivée temporelle de la charge. Selon la relation 4.9, le courant doit être constant en fonction du temps et dépend de la durée totale d'un palier ( $\Delta t$ ) selon la relation :

$$i = \frac{dQ}{dt} \approx \frac{C\Delta V}{\Delta t} \left( 1 - e^{-\frac{t_{de}}{\tau}} \left( \frac{\tau}{10240} \left( 1 - e^{-\frac{10240}{\tau}} \right) \right) \right) \quad (4.10)$$

Nous avons calculé numériquement le courant à partir des courbes expérimentales puis nous avons pris la moyenne du courant ainsi trouvé pour chacune des courbes. Dans ce calcul, la valeur de la distance n'étant pas connue, nous avons effectué ce calcul pour trois distances différentes (500 nm, 1000 nm, 2000 nm) dans le calcul de la capacité et donc de la charge puis du courant. Les valeurs du courant, ainsi déterminées sont de l'ordre du femtoampère.

La figure 4.16, montre la comparaison entre le courant calculé à partir des courbes expérimentales et des courbes théoriques données par l'équation 4.5 en fonction de  $\Delta t$ .

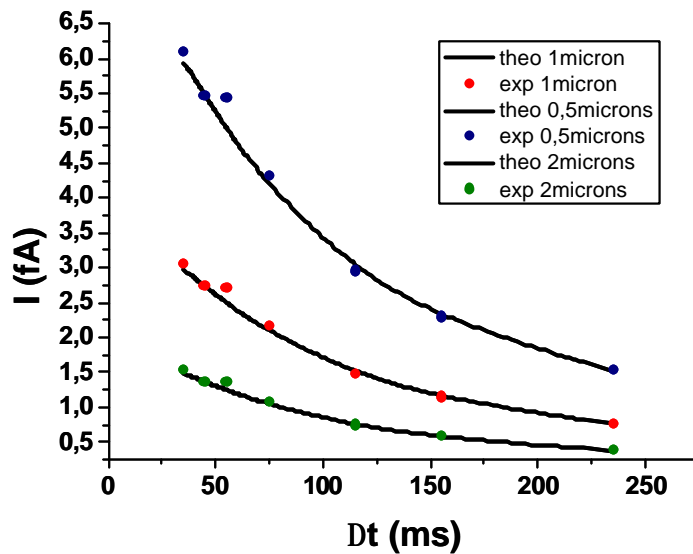


Figure 4.16 : Courant estimé à partir des courbes expérimentales (points) et calculé à partir de l'équation 4.10 (traits noirs). Chaque courbe correspond à une distance sphère surface différente pour le calcul de la capacité.

On observe clairement une diminution de l'intensité du courant estimé avec l'augmentation de  $\Delta t$ . De même, plus la distance sphère surface sera grande tout en ayant une sensibilité suffisante plus nous pourrons mesurer de faibles courants. Toutefois, pour une connaissance précise du courant, il est nécessaire de connaître précisément la distance entre la sphère et la surface.

#### IV.2.6. CONCLUSION

Il nous semble raisonnable d'envisager un contrôle de la constante de temps RC lié au contact électrique entre la sphère et le microlevier. Un tel contrôle permettrait de réaliser des mesures quantitatives de faibles courants basées sur une détection mécanique pour des temps de mesures de l'ordre de quelques minutes.

Le temps de 120 secondes correspondant au temps de la mesure d'une courbe de 512 points pour laquelle l'équilibre est atteint correspond au temps minimum nécessaire pour mesurer la force capacitive entre la sphère et la surface en fonction de la tension appliquée à la sphère. Comme nous le verrons, l'analyse quantitative présentée dans cette thèse dépend fortement de la qualité de ces mesures. Une analyse quantitative demande d'effectuer une moyenne sur un certain nombre de courbes et pour différentes distances de séparations entre la sphère et la surface.

Etant donné le grand nombre de courbes nécessaire, le collage et la métallisation des sphères doivent de fait assurer un bon contact électrique entre le microlevier et la sphère, ce qui est observé dans la majorité des cas.

### **IV.3. PREPARATION DE SURFACE**

Dans ce paragraphe, nous décrivons la préparation de la surface d'or. Les deux points essentiels de la préparation de surface sont :

- ✓ La minimisation de la rugosité aux courtes et grandes distances dans le but d'effectuer des mesures à plus courtes distances.
- ✓ La décontamination de la surface afin d'éliminer la présence de poussière et de diminuer au maximum les charges parasites.

Le monocristal d'or est préparé sous ultra-vide selon une méthode standard et bien définie. Elle consiste en des cycles de bombardements ioniques et recuits. Le bombardement ionique est effectué sous une pression d'Argon aux alentours de  $10^{-6}$  mbar. Le gaz est ionisé et les ions d'argon sont ensuite accélérés en direction la surface avec une énergie comprise entre 1 et 2 keV. Les contaminants sont éjectés de la surface suite aux chocs avec les ions. Une mesure du courant entre l'échantillon et la masse permet d'optimiser les conditions du bombardement (position de l'échantillon, focalisation du faisceau...). Les courants typiques lors du bombardement ionique sont de quelques microampères. Les durées des bombardements ioniques sont comprises entre 15 minutes et 1 heure.

Ensuite la surface est réorganisée par un recuit à une température autour de  $500^{\circ}\text{C}$  avec une pression résiduelle de l'ordre  $10^{-10}$  mbar pendant une heure.

L'état de la surface est ensuite vérifié directement par imagerie en STM ou AFM. Les images présentées ci-dessus (Figure 4.17) ont été prises après plusieurs cycles de préparation de surfaces à deux endroits séparés de plusieurs millimètres sur la surface en STM. La présence claire de marches et de terrasses assure de la bonne préparation de la surface. Bien que nous pouvons assurer de l'état de la surface sur la totalité de l'échantillon, la similitude de l'état de la surface sur ces deux zones éloignées nous suggère que l'état de surface est le même sur une zone étendue de l'échantillon et donc sur les zones de nos mesures réalisées par la suite.

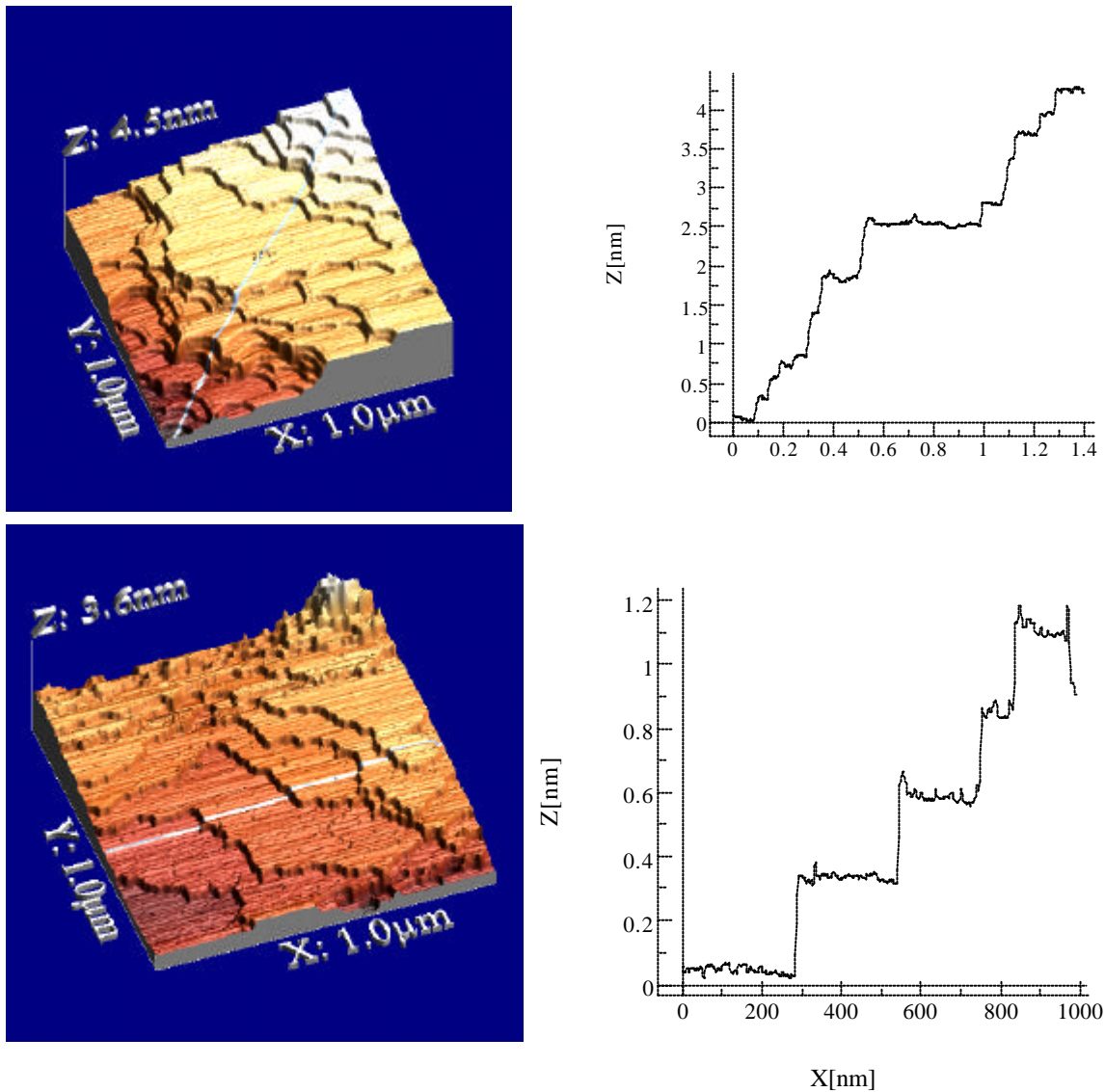


Figure 4.17: Mesure de la morphologie de la surface du monocristal d'or après plusieurs cycles de bombardements et recuits et pour deux zones distinctes de l'échantillon.

A courte distance, la rugosité de la surface joue un rôle prépondérant dans l'analyse quantitative de la force de Casimir et de la force capacitive. Une caractérisation précise de l'état de surface est de fait incontournable. A notre connaissance, très peu d'étude ont été réalisés jusqu'à présent afin d'optimiser l'état de surface de la sphère et de la surface. Actuellement, seul Ederth et al se sont grandement intéressés à la préparation de la surface d'or et ont préparé des surfaces d'or avec une rugosité rms de 0,4 nm par micromètre carré [7]. L'utilisation d'un monocristal d'or préparé selon la méthode que nous avons utilisée nous permet d'obtenir une surface possédant une rugosité bien contrôlée, reproductible et de

diminuer le nombre de contaminants présents. Jusqu'à présent, aucune optimisation de la rugosité des dépôts d'or sur la sphère n'a été réalisée de notre part. Dans le futur, un effort pour améliorer la qualité de ces dépôts pourrait devenir indispensable.

## IV.4. DISPOSITIFS DE MESURES DE FORCES

### IV.4.1. AFM OMICRON SOUS ULTRA VIDE

Dans le chapitre II, nous avons décrit le principe général de la mesure avec un AFM. Dans ce paragraphe, nous allons décrire l'AFM que nous avons utilisé pour nos mesures de forces à grandes distances en s'intéressant aux caractéristiques propres (système de détection, de déplacements) de cet appareillage qui ont en parti conditionné le déroulement de nos mesures. Nous décrirons de plus, le bâti ultra vide dans son ensemble.

#### IV.4.1.1. DESCRIPTION DE L'AFM OMICRON

Les mesures de forces à grandes distances ont été réalisées avec AFM commercial omicron. L'AFM est combiné à un STM, il permet des mesures à température variable de 70K à XXX. La figure 4.18 montre les principaux éléments de l'AFM.

Un seul tube piézoélectrique permet les déplacements du cantilever avec une course maximale de 10  $\mu\text{m}$  dans les directions X et Y et une course d'environ 1,5  $\mu\text{m}$  dans la direction Z. Ce tube piézoélectrique est positionné sur un moteur inertielle piézoélectrique qui permet des déplacements macroscopiques dans les 3 directions. Ainsi dans ce système l'échantillon est fixe et le microlevier est soumis aux déplacements. L'échantillon est relié à la masse et l'utilisateur peut appliquer un potentiel au microlevier.

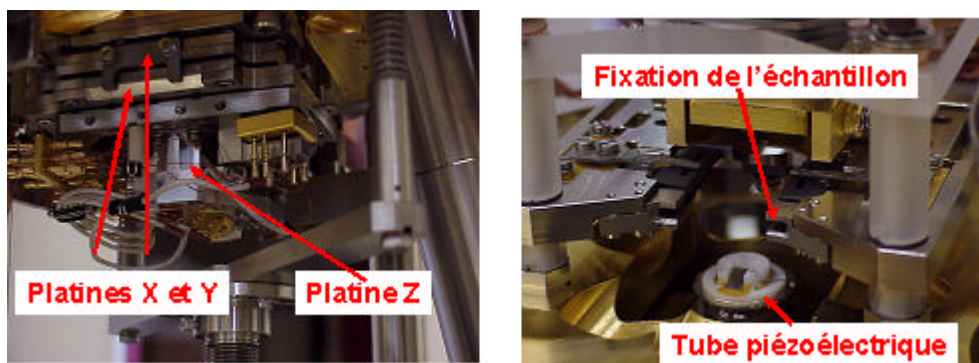


Figure 4.18 : vue des principaux éléments de l'AFM Omicron.

La mesure de la déflexion s'effectue en détectant les déplacements dans une photodiode quatre cadrans de la réflexion d'un faisceau laser (avec une longueur d'onde de 630 nm) par le microlevier. Un schéma du système optique est représenté sur la figure 4.19. Un premier miroir associé aux déplacements horizontaux de la fibre optique permet d'ajuster le faisceau laser sur le microlevier. Un deuxième miroir permet d'ajuster le faisceau réfléchi par le levier au centre de la photodiode. Comme nous l'avons précisé précédemment, dans ce système l'échantillon est fixe et le microlevier se déplace. De fait, le système optique doit assurer de conserver la position de faisceau laser au centre de la photodiode lorsque ce dernier n'est pas défléchi. Toutefois nous avons observé expérimentalement des variations de la position dans la photodiode, au moins pour des grands déplacements, dont l'effet le plus marquant est un décalage de la position du faisceau après chaque courbe d'approche retrait.

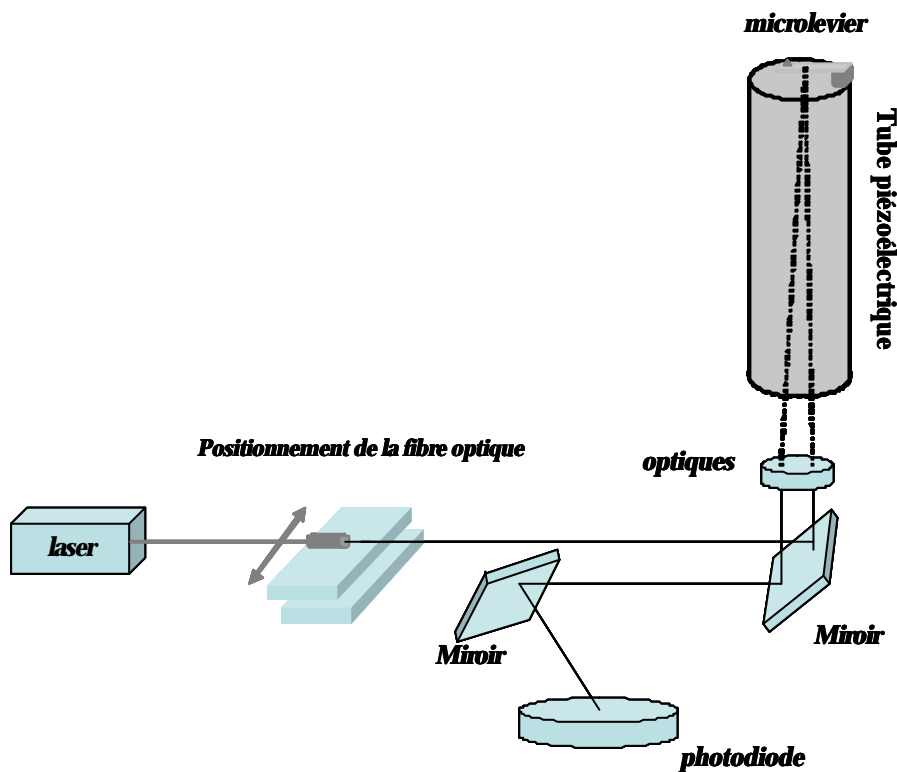


Figure 4.19 : schéma du système optique de l'AFM VT Omicron



#### IV.4.1.2. DESCRIPTION DU BATI SOUS ULTRA VIDE

L'AFM/STM est connecté à un bâti sous ultravide dont une vue globale est montrée sur la figure 4.20.

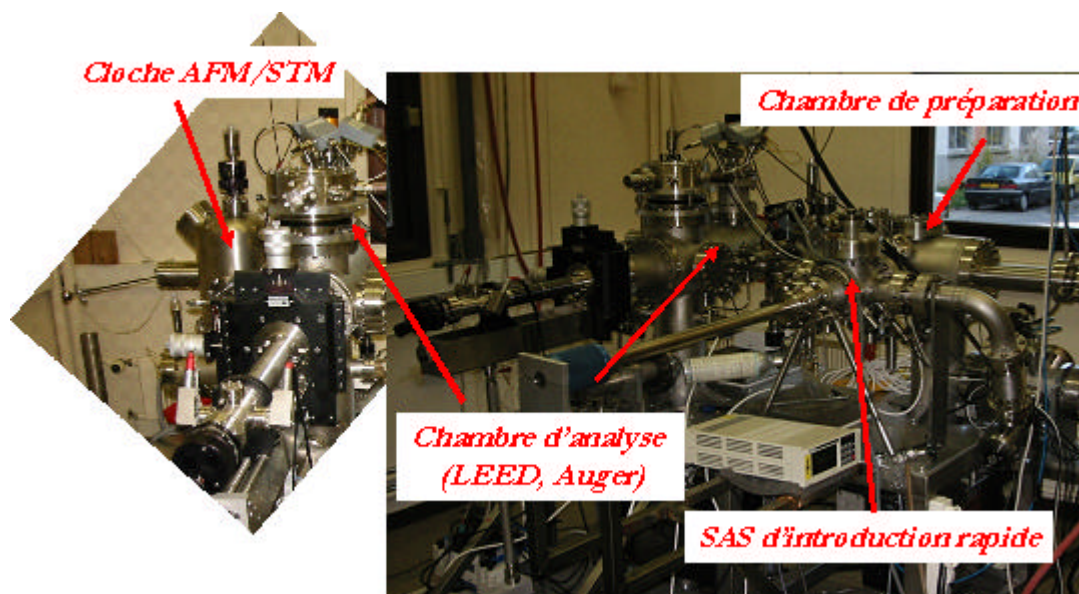


Figure 4.20 : vue d'ensemble du groupe ultra-vide

Le bâti est constitué d'un sas d'introduction rapide, d'une chambre de préparation, et d'une chambre d'analyse. La chambre de préparation contient un canon à ion pour le bombardement ionique, la canne de transfert est munie d'un four positionné sous l'échantillon pour effectuer les recuits. Enfin, elle est munie d'un évaporateur permettant de déposer des métaux ou des molécules sur une surface. En plus de l'AFM/STM, la chambre d'analyse possède des éléments classiques pour l'étude des surfaces tels que un diffractomètre à électron lent (LEED) ou encore un analyseur d'électron permettant d'effectuer des analyses de spectre auger.

Le système de pompage est constitué pour la chambre de préparation et la chambre d'analyse d'une pompe turbo-moléculaire, d'une pompe ionique et d'un sublimateur à titane permettant d'obtenir une pression comprise entre  $10^{-11}$  et  $10^{-10}$  mbar. Sur le sas d'introduction rapide est monté une pompe turbo-moléculaire permettant, en quelques heures, d'obtenir depuis l'atmosphère une pression de l'ordre de  $10^{-8}$  mbar qui est suffisante pour introduire un échantillon ou une pointe sans détériorer le vide dans la chambre de préparation.

#### IV.4.2. DETECTION AVEC UN DIAPASON

Les travaux précurseurs du groupe de Khaled Karraï à Munich [8], ont montré la possibilité d'utiliser des diapasons piézoélectriques pour détecter les interactions entre une pointe et une surface. Depuis lors, l'utilisation des diapasons s'est largement développée dans le domaine des microscopies à sonde à locale [9][10][11]. Bénéficiant du caractère piézoélectrique des diapasons, il est bien souvent plus aisé expérimentalement de mettre en place un système basé sur un diapason plutôt que sur un cantilever rendu délicat notamment par les systèmes de détection optique. De plus, comme nous le verrons, les diapasons possèdent de nombreux avantages pour effectuer des mesures à très courte distance. Ce qui nous a conduits à mettre en place un système de mesure de forces basé sur la détection avec un diapason.

Ainsi, dans ce paragraphe, nous décrirons les principales caractéristiques des diapasons, déjà évoquées très succinctement dans le chapitre I, ainsi que le montage expérimental que nous avons mis en place dans le cadre du stage de Mario Rodrigues à l'ESRF, stage que j'ai co-encadré.

##### IV.4.2.1. DESCRIPTION DU DIAPASON

Le grand succès de la mise en œuvre des diapasons, dont un exemple typique est montré sur la figure 4.21, comme détecteur de forces pour différentes applications dans le domaine des microscopies à sondes locales, repose en grande partie sur les propriétés piézoélectriques de ces systèmes. En effet, un grand avantage de ces diapasons est la possibilité de mesurer les amplitudes d'oscillation de ses bras à partir d'une mesure directe du courant issu des effets piézoélectriques des cristaux de quartz. De fait, il n'est pas nécessaire d'utiliser des systèmes de détection optique comme lors d'utilisation de microlevier dont la mise en place est souvent compliquée. De plus, l'absence de systèmes de détection optique permet d'obtenir des systèmes basés beaucoup plus compact. Enfin, les sources diverses de bruits en sont aussi diminuées.

Les diapasons possèdent une constante de raideur bien supérieure (plusieurs ordres de grandeur) à ceux des microleviers standard en AFM. Les valeurs typiques de ces constantes de raideurs vont de 1kN/m à 50kN/m. Ces grandes valeurs de constante de raideur assurent une

grande stabilité aux très courtes distances. Les gradients de forces sont trop faibles pour dominer la force de rappel des diapasons empêchant ainsi les instabilités mécaniques très couramment observées avec des microleviers. Toutefois, malgré ces constantes de raideurs élevées, les diapasons montrent des facteurs de qualités très élevés ( $10^4$ ) aussi bien à l'air que sous vide. Ces grands facteurs de qualités permettent d'atteindre des grandes sensibilités lorsque les diapasons sont excités autour de leur fréquence de résonance, pouvant atteindre des sensibilités bien inférieures au piconewton. La fréquence de résonance de ces systèmes se situe autour de 30kHz [12]. Un autre avantage de l'utilisation des diapasons est la possibilité d'exciter, de contrôler et de mesurer ces oscillations avec des amplitudes pouvant être inférieures à l'angstrœm. [10]

Afin de mesurer le signal de courant, 4 contacts sont situés sur chacun des bras du diapason [12]. Le positionnement de ces contacts est choisi de sorte à mesurer et maximiser le signal correspondant au mode antisymétrique. Une vue schématique en coupe des bras du diapason avec leurs contacts est représentée sur la figure 4.21.

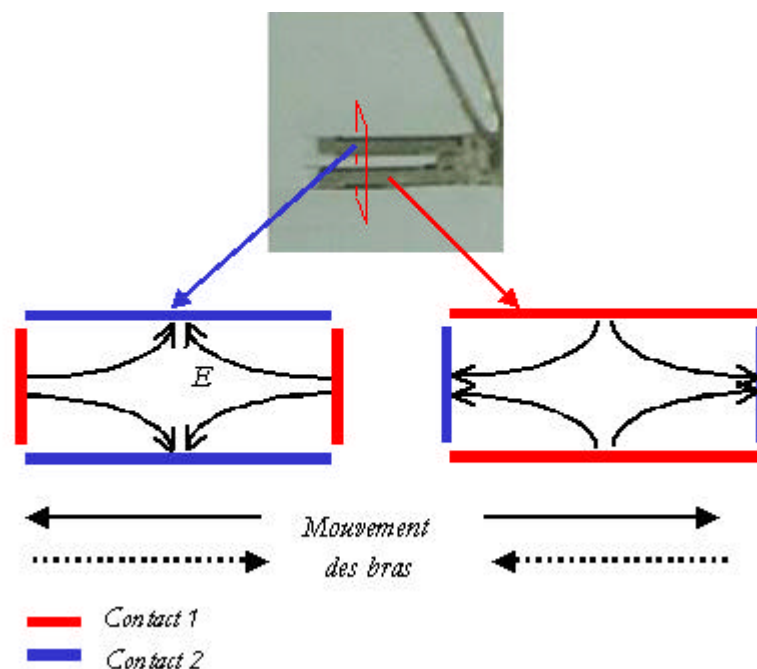


Figure 4.21 : En haut, photo d'un diapason. En bas, vue en coupe des bras du diapason montrant le positionnement des contacts permettant de maximiser le signal issu du mode de vibration antisymétrique.

Pour chacune des deux couleurs données (rouge ou bleue), les contacts sont au même potentiel. Des lignes de champs électriques induites par la déformation des bras du diapason en mouvement sont aussi représentées en noir.

Pour exciter le diapason à sa fréquence de résonance ou au voisinage de cette fréquence, deux possibilités sont envisageables [12] :

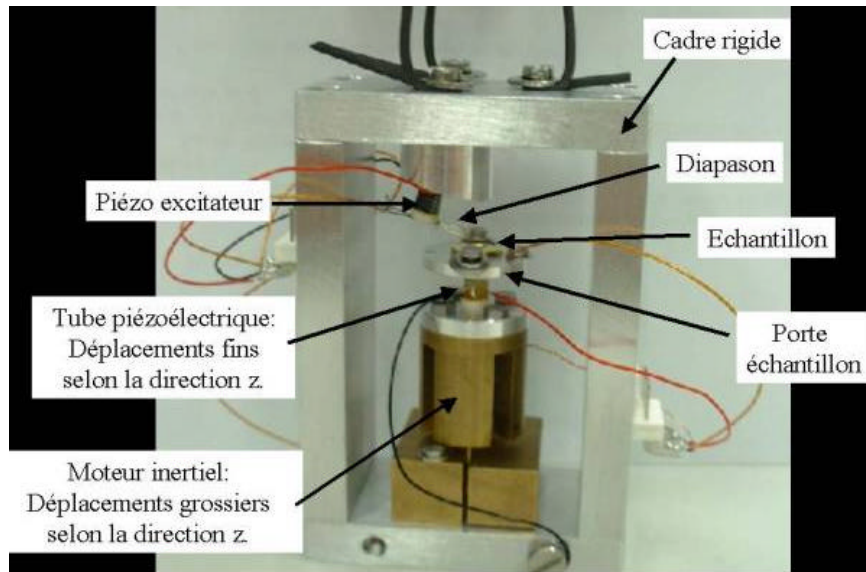
- ✓ La stimulation électronique consiste à directement appliquer une tension alternative dont la fréquence est identique à la fréquence de résonance du diapason pour ensuite mesurer le courant induit.
- ✓ La stimulation mécanique consiste à secouer mécaniquement le diapason à la fréquence désirée. Pour cela, il suffit par exemple d'effectuer un contact rigide entre le diapason et une céramique piézoélectrique à laquelle on applique une tension alternative à la fréquence d'excitation choisie.

Les résultats présentés dans cette thèse ont été obtenus en excitant mécaniquement le diapason. Cette méthode nous a semblé être la plus directe et la plus facile à mettre en œuvre. Toutefois, il est envisagé actuellement d'exciter électroniquement le système dont un des effets serait de rendre le système plus compact au prix d'un investissement dans le système électronique.

Nous venons de décrire les principales caractéristiques des diapasons. Dans le paragraphe suivant, nous allons décrire le dispositif expérimental que nous avons mis en œuvre.

#### IV.4.2.2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le dispositif expérimental a été développé dans le but de construire une machine de force. Le but n'étant pas d'imager une surface, la possibilité d'effectuer des déplacements dans le plan  $x,y$  n'a pas été considérée dans notre montage ce qui constitue la seule différence par rapport à un AFM standard. Les principaux composants de notre système sont représentés sur la figure 4.22.



*Figure 4.22 : vue d'ensemble du système de mesure de forces.*

Le système est monté sur un cadre aluminium permettant d'assurer une rigidité et une compacité maximale du montage. Pour diminuer les vibrations mécaniques, la machine de force est suspendue par 3 cordons en vitton. Les déplacements selon la direction z sont assurés par un moteur inertiel piézoélectrique avec une course maximale de 4 mm pour les approches grossières et une céramique piézoélectrique avec une course maximale de 4  $\mu\text{m}$  pour contrôler les déplacements fins. Le porte échantillon repose sur cette céramique qui elle-même repose sur le moteur inertiel. Un contact électrique permet de polariser ou de relier à la terre l'échantillon. Dans ce montage, le diapason est excité mécaniquement. Pour cela le diapason est collé directement sur une céramique piézoélectrique sur laquelle on applique une tension sinusoïdale dont la fréquence correspond à la fréquence de résonance du diapason. Enfin, l'axe du diapason fait un angle de 15 degrés par rapport à l'horizontale et donc par rapport à l'échantillon.

La mesure de force avec un diapason, contrairement aux microleviers pour lesquels il est possible d'effectuer une détection statique de la force, seule une détection dynamique peut être effectuée. Comme nous l'avons décrit au chapitre II, deux modes de fonctionnement sont envisageables : la modulation d'amplitude et la modulation de fréquence. Nous avons opté pour ce dernier mode de fonctionnement. Pour mémoire, le principe est de mesurer à chaque instant la fréquence de résonance du diapason. La fréquence de résonance du diapason dépend

de l'interaction entre l'échantillon et le diapason. A chaque instant, le diapason est excité à sa fréquence de résonance tout en maintenant son amplitude de vibration constante.

Pour détecter et suivre l'évolution de la fréquence de résonance du diapason ainsi que pour l'exciter, nous avons utilisé une électronique commerciale : « Easy PLL » de la société Nanosurf. Cette électronique se divise en deux parties :

- ✓ Le « sensor controller » qui permet tout d'abord de garder l'amplitude de vibration du diapason constante en ajustant l'amplitude d'excitation. Les variations de l'amplitude d'excitation (couramment appelé signal de damping) permettent de suivre l'évolution de la dissipation. Le « sensor controller » permet aussi de bloquer le décalage de phase entre l'excitation et la vibration. Pour exciter l'oscillateur à sa fréquence de résonance, il faut fixer ce décalage de phase à  $90^\circ$ .
- ✓ Le « frequency detector » qui permet de suivre les variations de la fréquence de résonance à partir d'une boucle à verrouillage de phase. Le signal en sortie du « frequency detector » est directement proportionnel au décalage de la fréquence de résonance du diapason par rapport à la fréquence de résonance de l'oscillateur libre.

Pour travailler en modulation de fréquence deux possibilités sont réalisables à partir de l'électronique Nanosurf :

- ✓ Le mode « self oscillation » pour lequel on applique un décalage de phase directement le signal en sortie du diapason. Ce signal déphasé est ensuite utilisé pour l'excitation. Ce mode est le plus simple à mettre en œuvre mais nécessite que le facteur de qualité du diapason soit suffisamment grand.
- ✓ Le mode PLL pour lequel la boucle à verrouillage de phase détecte d'abord la fréquence de résonance du diapason. Un signal est ensuite généré avec une fréquence égale à la fréquence de résonance du diapason. Ce signal moins bruité que celui du diapason est déphasé puis utilisé comme signal d'excitation. Ce mode de fonctionnement permet d'obtenir des signaux moins bruités mais est plus délicat à utiliser. Habituellement, le mode « self oscillation » est utilisé au démarrage pour verrouiller la boucle à verrouillage de phase puis le mode PLL est ensuite utilisé pour effectuer les mesures.

Afin d'améliorer la résolution, le signal en sortie de l'électronique Nanosurf est ensuite filtré avec un filtre passe bas (fréquence de coupure de 1Hz). Ce filtrage a permis d'obtenir des résolutions de l'ordre de quelques mHz pour le décalage de la fréquence de résonance, soit comme nous le verrons, une résolution bien supérieure que celle obtenue avec L'AFM Omicron (approximativement 2 ordres de grandeurs).

Ce dispositif expérimental a été développé au cours du stage de Mario Rodrigues à l'ESRF. Au cours de ce stage, des mesures quantitatives de forces entre une sphère métallisée et une surface d'or ont été aussi réalisées. Les résultats expérimentaux seront décrits dans le chapitre VIII.

## REFERENCES CHAPITRE IV:

- [1] U. Mohideen et A. Roy. *Precision Measurement of the Casimir Force from 0.1 to 0.9  $\mu\text{m}$* . Phys. Rev. Lett. **81**, 4549 (1998)
- [2] A. Roy, C.Y. Lin et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D. **60**, R111101 (1999)
- [3] B.W. Harris, F. Chen et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force using gold surfaces*. Phys. Rev A, **62**, 052109(2000)
- [4] Le logiciel WSxM est disponible sur le site de Nanotec: <http://www.nanotec.es>.
- [5] L. J. Klein et C. C. Williams. *Single electron tunneling detected by electrostatic force* Appl. Phys. Lett. **79**, 1828 (2001).
- [6] A. N. Cleland et M. L. Roukes . *A nanometre-scale mechanical electrometer*. Nature **392**, 160 - 162 (1998)
- [7] T. Ederth. *Template-stripped gold surfaces with 0.4 nm rms roughness suitable for measurements. Application to the Casimir force in the 20-100 nm range*. Phys. Rev. A. **62**, 062104 (2000)
- [8] K. Karrai, et R.D. Grober. *Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes*. Appl. Phys. Lett. **66**, 1842 (1995).
- [9] M. Brun, S. Huant, J. C. Woehl, J.-F. Motte, L. Marsal et H. Mariette. *Low-temperature near-field spectroscopy of CdTe quantum dots*. Journal of Microscopy, **202**, 202 (2001)
- [10] G. Rubio-Bollinger, P. Joyez et N. Agrait. *Metallic Adhesion in Atomic-Size Junctions*. Phys. Rev. Lett. **93**, 116803 (2004)
- [11] S Hembacher, FJ Giessibl, J Mannhart, CF Quate. *Revealing the hidden atom in graphite by low-temperature atomic force microscopy*. Proc. Natl. Acad. Sci. USA **100**, 12539–12542. (2003)
- [12] K. Karrai. *Lecture notes on shear and friction force detection with quartz tuning forks*. Notes de cours, "Ecole thématique du CNRS" sur le champs proche optique à La Londe les Maures (Mars 2000)





## CHAPITRE V. ANALYSE DE LA MESURE

La mesure de force avec un AFM consiste à détecter la déflexion d'un cantilever lorsque celui-ci interagit avec une surface. Mesurer des forces faibles ( $\ll 1\text{nN}$ ) nécessite la détection de très faibles déplacements du microlevier ( $\ll 1\text{nm}$  pour un microlevier de raideur  $1\text{N/m}$ ). Dans ce paragraphe nous nous intéressons aux limites fondamentales dans les mesures liées aux déplacements du microlevier, lesquelles sont définies par le bruit intrinsèque du système. Soit, d'une part les fluctuations liées aux dissipations mécaniques du microlevier couplé à un bain thermique (mouvement brownien) et d'autre part les fluctuations liées à la détection du signal (Fluctuations de la source laser, bruits dans le détecteur, bruits électroniques...).

Dans la première partie de ce chapitre, nous commencerons par définir la notion de densité spectrale de bruit. Ensuite nous décrirons le dispositif expérimental que nous avons utilisé pour mesurer la densité spectrale. Enfin, nous déterminerons la limite fondamentale de la détection de forces à partir des fluctuations thermiques liées au couplage mécanique entre le microlevier et son environnement.

Ensuite nous décrirons différentes sources de bruit qui peuvent influencer la sensibilité des mesures.

A travers quelques exemples de mesures présentées dans les chapitres suivants, nous déterminerons expérimentalement la résolution en force ou en gradient de force de ces mesures.

Dans le but d'interpréter des observations expérimentales, nous terminerons par décrire deux phénomènes qui peuvent entraîner la dégradation du facteur de qualité d'un oscillateur, autrement dit une augmentation de la dissipation :

- ✓ La notion de bruit en retour induit par le système de mesure (back action).
- ✓ La notion de couplage d'un oscillateur avec le rayonnement thermique dans le champ proche.

## V.1. SENSIBILITE DE LA MESURE : LIMITES FONDAMENTALES DE LA DETECTION DE FORCES.

### V.1.1. LA DENSITE SPECTRALE

#### V.1.1.1. DEFINITION

A partir d'un signal  $s(t)$  (un courant, une tension, ... variant dans le temps), l'analyse du bruit se fait de manière générale à partir de la densité spectrale du signal  $s(t)$  qui permet de caractériser les composantes spectrales dans l'espace des fréquences  $\omega$ .

C'est une analyse courante et nous en rappelons les points essentiels avec en vue l'application à l'AFM et aux microsystemes oscillants.

Dans la suite, le signal  $s(t)$  sera supposé aléatoire et stationnaire. Il est caractérisé par une valeur moyenne  $\langle s(t) \rangle$  indépendante du temps que nous supposerons nulle et par une fonction d'autocorrélation  $\langle s(t)s(t+\tau) \rangle$  ne dépendant que de la différence entre les deux temps soit uniquement du temps  $\tau$ . Notamment, la fonction d'autocorrélation va nous permettre de caractériser la réponse du système lorsque celui-ci est soumis à une force fluctuante caractérisée par une fonction d'autocorrélation  $\langle F(t)F(t+\tau) \rangle$ . Cette force fluctuante peut être par exemple créée par les multiples chocs des particules de l'air sur un microlevier et donc à l'origine du bruit thermique. Bien sûr, à l'équilibre, il n'est pas nécessaire d'explicitier le mécanisme de couplage, son existence suffit pour appliquer en régime classique l'équipartition de l'énergie.

Dans le domaine fréquentiel, le théorème de Wiener-Khintchine (eq. 5.1) relie la fonction d'autocorrélation d'un signal aléatoire à sa densité spectrale de puissance ( $J_s(\omega)$ ) [1] :

$$\langle s(t)s(t+\tau) \rangle = C_{ss}(\tau) = \int_{-\infty}^{+\infty} J_s(\omega) e^{i\omega\tau} d\omega \quad (5.1)$$

La densité spectrale de puissance exprime la répartition de la puissance du signal entre les différentes fréquences.

La valeur quadratique moyenne du signal, dans notre cas, les fluctuations de la déflexion du microlevier n'étant rien d'autre que la fonction d'autocorrélation du signal pour  $\tau=0$ , il vient que :

$$\langle s^2 \rangle = \int_{-\infty}^{+\infty} J_s(\omega) d\omega \quad (5.2)$$

Si nous considérons l'exemple du bruit thermique, en terme de densité spectrale, nous pouvons relier les fluctuations de la déflexion du microlevier et la force fluctuante selon la relation :

$$J_z(\omega) = |G(\omega)|^2 J_F(\omega) \quad (5.3)$$

Où  $J_z(\omega)$  est la densité spectrale de la déflexion du microlevier,  $J_F(\omega)$  est la densité spectrale du bruit thermique et  $G(\omega)$  est par définition la fonction de transfert traduisant la réponse mécanique du microlevier à une force de pulsation ( $\omega$ ). Cette analyse issue de la thermodynamique statistique permettra de bien faire la différence entre deux versions de la même formule de la densité spectrale de bruit  $J_F(\omega)$  pour les AFM et les microsystèmes:

En effet dans les études avec un AFM,  $J_F(\omega)$  est souvent exprimé en fonction du facteur de qualité  $Q$ , de la fréquence de résonance du microlevier ( $\omega_0$ ), de la masse du microlevier  $m$  ou encore de sa constante de raideur  $k$ , selon la relation [2][3][4][5]:

$$J_F(\omega) = \frac{4m\omega_0 k_B T}{Q} = \frac{4k k_B T}{\omega_0 Q} \quad (5.4)$$

Cette relation permet d'avoir une expression de la densité spectrale en fonction de paramètres facilement accessible en AFM et ainsi la rend pertinente pour les applications à l'AFM. Toutefois, cette expression ne fait pas apparaître clairement l'origine physique du couplage entre le microlevier et le bain thermique et peut entraîner une confusion entre le facteur de qualité et la dissipation. En effet, Les fluctuations dans le déplacements du microlevier sont créés par une force fluctuante résultant des multiples chocs entre les particules du réservoir et le microlevier.

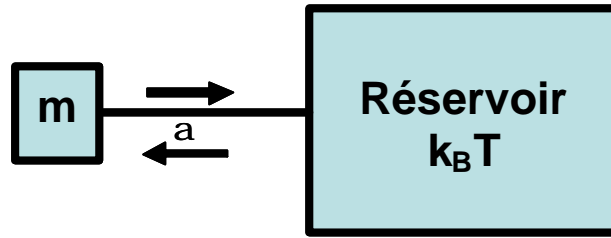


Figure 5.1. Le couplage entre un microlevier de masse  $m$  et un réservoir thermique est donné par la dissipation  $a$ .

Comme schématiser sur la figure (5.1), l'action de cette force fluctuante sur les fluctuations du microlevier dépend du couplage entre le bain thermique et le microlevier et est donné par la dissipation ( $\alpha$ ). Ainsi plus la dissipation est grande plus l'action de la force fluctuante sur le microlevier sera grande (relation de fluctuation-dissipation). Ainsi, malgré la fonctionnalité de l'expression (5.4) il est important d'avoir en mémoire que la densité spectrale de bruit est avant tout relié à la dissipation selon la relation [1]:

$$J_F(\omega) = 4a k_B T \quad (5.5)$$

L'expression pour  $J_F(\omega)$  écrite ainsi traduit bien le fait que la valeur du spectre de bruit est fixée entièrement par la dissipation et la température. De plus, plus le couplage est fort plus la thermalisation du microlevier sera rapide. Le temps nécessaire au microlevier pour atteindre l'équilibre après avoir subit une perturbation sera d'autant plus court que la dissipation sera grande. La valeur de ce temps est donné par :

$$t_a = \frac{m}{a} \quad (5.6)$$

La figure 5.2 montre une évidence expérimentale de l'existence de ce temps caractéristique lié à la dissipation. Cette courbe représente la déflexion d'un cantilever sur lequel a été collé une sphère métallisée lors d'une courbe d'approche-retrait sur une surface d'or. (Seule la courbe de retrait est représenté) L'expérience a été effectuée sous ultra vide. Or, lors de l'approche, la sphère rentre en contact avec la surface. Ainsi, un contact or-or et crée sous ultra vide et entraîne une forte adhésion entre la sphère et la surface. Lors du retrait, la forte adhésion entraîne une forte variation de la déflexion lors de la rupture du contact et conduit à une oscillation du microlevier qui s'amortie progressivement sous l'effet de la dissipation. Pour des expériences à l'air, la dissipation étant très importante le temps d'amortissement devient très rapide et ne peut être observé sauf dans le cas où l'impulsion initiale devient très grande.

Martin Stark a pu mesurer cet effet à l'air pour laquelle l'impulsion initiale était engendrée par la rupture de l'adhésion entre une pointe AFM et la partie adhésive d'un ruban de scotch [6].

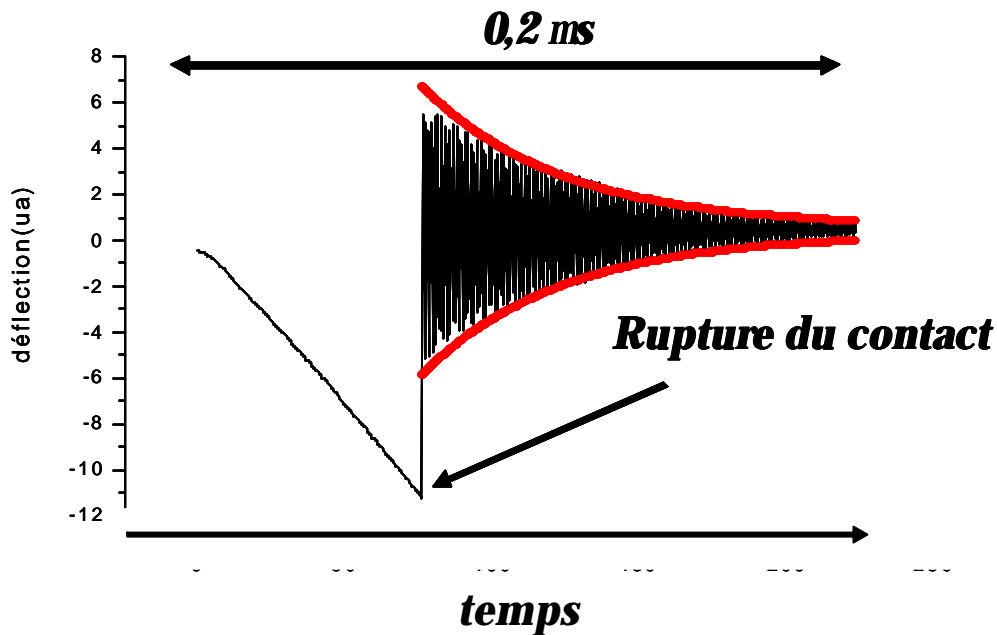


Figure 5.2. Amortissement des oscillations d'un système sphère- microlevier soumis à une force impulsionnelle créée par la rupture du contact entre la sphère et la surface.

Ainsi nous venons de voir l'intérêt de la notion de la densité spectrale dans un exemple précis: le bruit thermique. Toutefois, nous décrirons de façon plus détaillée le bruit thermique et son origine dans le paragraphe 4.1.2.

De manière plus générale, la densité spectrale du signal mesuré sera fonction d'une part des densités spectrales des différents bruits, des fonctions de transferts aussi bien du microlevier ou du diapason que du système de détection dans son ensemble et de la bande passante. Elle dépendra donc du mode de fonctionnement de l'appareil, mode statique ou dynamique. Effectuer une analyse théorique rigoureuse et complète du bruit de la mesure en AFM est un problème complexe. Depuis quelques années de nombreuses études ont été effectuées sur le bruit en AFM, ce qui montre l'intérêt toujours actuel que portent de nombreux groupes sur l'analyse du bruit [2][3][4][7][8]. Toutefois, à notre connaissance, les nombreux travaux effectués jusqu'à maintenant ne considèrent que des origines du bruit très précises traitées de façon indépendante. Notamment de nos jours, il est toujours délicat de préciser quelles seront les contributions dominantes et celles négligeables dans des conditions précises de mesure. Ceci souligne, la complexité du traitement complet du bruit en AFM

Toutefois, la mesure de la densité spectrale décrite dans le paragraphe suivant, peut permettre d'identifier et de caractériser certaines de ces contributions et constitue une mesure centrale pour l'analyse de bruits.

#### V.1.1.2. MESURE DE LA DENSITE SPECTRALE

La figure 5.3 montre un exemple typique d'une mesure expérimentale de la densité spectrale.

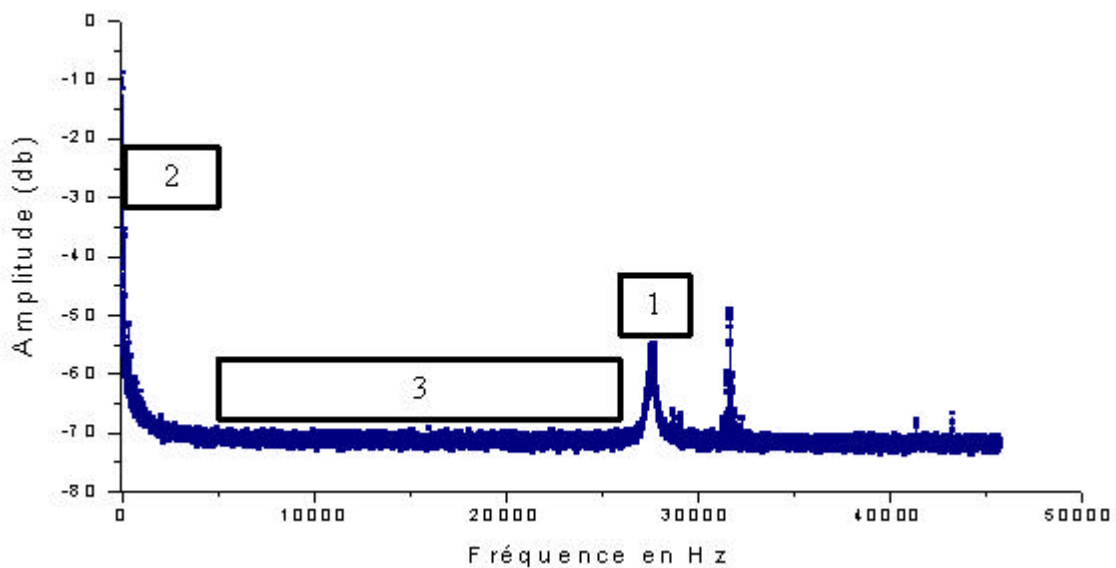


Figure 5.3. Densité spectrale de bruit d'un microlevier d'AFM.

On distingue trois aspects essentiels :

Dans la région 2, le bruit à basse fréquence est dominé par une contribution dite «bruit en  $1/f$ ».

Dans la région 3, on observe un bruit de fond constant indépendant de la fréquence, dont nous décrivons des contributions possibles à ce bruit blanc dans le paragraphe 4.2.

Enfin, la région 1 correspondant au voisinage de la fréquence de résonance du microlevier, le bruit est dominé par le bruit thermique. Dans le paragraphe suivant, nous décrivons de façon détaillée le bruit thermique. Les raisons de l'intérêt que nous portons au bruit thermique sont les suivantes :

Sa contribution au bruit apparaît clairement dans l'enregistrement de la densité spectrale. Notamment, pour des mesures en mode dynamique à la fréquence de résonance la contribution du bruit thermique est centrale.

Le bruit thermique est très souvent considéré pour définir la sensibilité des mesures avec un AFM ou un microsystème. [2][3][4]

L'observation de la contribution du thermique est un pré requis essentiel pour assurer une sensibilité suffisante pour mesurer des forces faibles.

La mesure a été effectuée à l'air avec un cantilever de fréquence de résonance 27,6 kHz avec une fréquence d'échantillonnage de 500kHz. La courbe obtenue est une moyenne sur 100 mesures.

La mesure d'un tel spectre de bruit est obtenue à partir du montage décrit dans la figure (5.4).

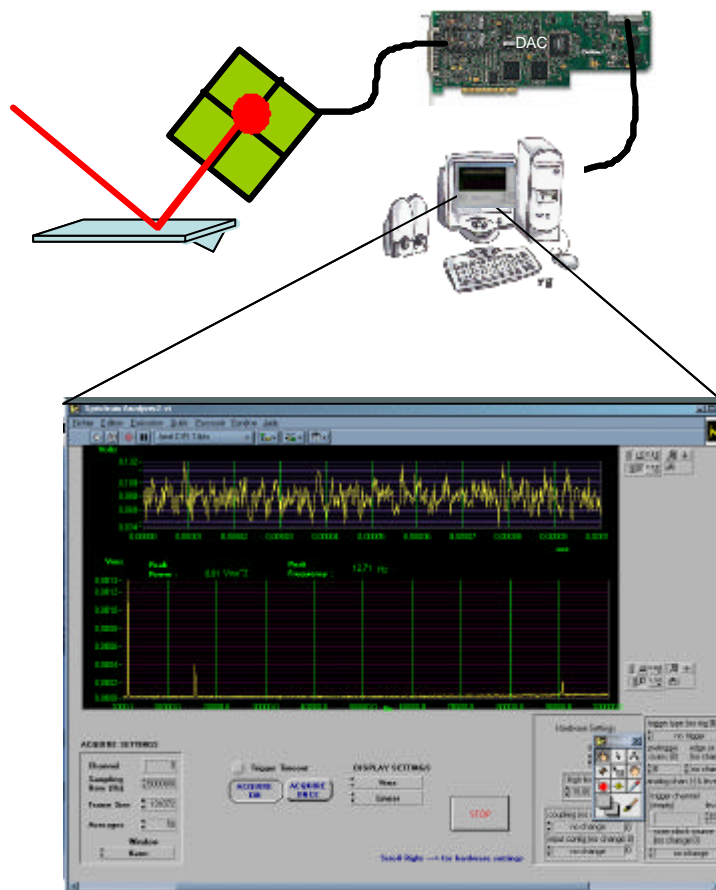


Figure 5.4. Schéma du principe de la mesure de la densité spectrale de bruit

Le signal  $(s(t))$  correspondant à la mesure de la déflexion du microlevier. Ce microlevier est uniquement soumis aux fluctuations thermiques de l'environnement autrement dit, il n'est pas



soumis à une excitation extérieure (mécanique ou électrostatique) et il n'interagit pas avec une surface. Ce signal est récupéré en sortie de la photodiode avec une carte d'acquisition National Instruments (PCI 6110). La bande passante de la carte d'acquisition est de 5MHz, ce qui est bien supérieure aux fréquences de résonances des microleviers d'AFM (10 à 350 kHz environ) et de la bande passante de la photodiode de l'AFM Omicron (500kHz).

La carte d'acquisition est pilotée par un micro-ordinateur par l'intermédiaire d'un programme écrit sous Labview. Ce programme nous permet d'une part de visualiser et d'enregistrer le signal  $s(t)$ , et d'autre part de calculer et d'enregistrer la densité spectrale du signal. A partir de ce programme, il est possible de contrôler la fréquence d'échantillonnage, le nombre de points du signal à analyser et le nombre de mesures que nous désirons moyenner. Même au voisinage de la fréquence de résonance, le bruit peut être dominé par le fond constant. Il est souvent alors nécessaire de moyenner les mesures pour observer la contribution du bruit thermique à la résonance.

### **V.1.2. LE BRUIT THERMIQUE (MOUVEMENT BROWNIEN)**

Le mouvement Brownien, observé pour la première fois par R. Brown en 1828, désigne le mouvement aléatoire d'une grosse particule immergée dans un fluide. Une particule immergée dans un fluide, est soumise à une force de frottement visqueux et une force fluctuante. Ces deux forces sont les conséquences d'une même cause : les impacts successifs des molécules du fluide sur la grosse particule. Ces phénomènes apparaissent non seulement pour des grains de pollen à la surface de l'eau mais c'est aussi le cas des électrons qui présentant un mouvement aléatoire induisent des fluctuations dans le courant à travers une résistance (Bruit Johnson) ou encore pour les molécules de l'air dont les impacts induisent des fluctuations par rapport à la position d'équilibre d'un microlevier par exemple.

En physique statistique classique, de manière très générale, le théorème d'équipartition de l'énergie donne  $\frac{1}{2}k_B T = \langle E \rangle$  par degré de liberté. [1]

L'action du bain sur la particule brownienne est souvent décrite par l'équation de Langevin laquelle en présence d'une force extérieure  $F_{ext}$  appliquée s'écrit à une dimension:

$$m \frac{d^2 z}{dt^2} = -\alpha \frac{dz}{dt} + F_{fluct}(t) + F_{ext} \quad (5.7)$$

L'équation de Langevin est avant tout phénoménologique et décompose l'action de l'environnement sur la particule en un terme fluctuant purement aléatoire ( $F_{fluct}$ ) et un terme de frottement visqueux ( $-\alpha \frac{dz}{dt}$ ). L'origine commune de ces deux forces, (les collisions moléculaires sur la particule) conduit à une relation très précise entre  $\alpha$  et  $F_{fluct}$  (théorème de fluctuation-dissipation) donnée par :

$$\gamma = \frac{1}{2mk_B T} \int_{-\infty}^{+\infty} \langle F_{Fluct}(0) F_{Fluct}(\tau) \rangle d\tau \quad (5.8)$$

Avec  $\gamma = \frac{\alpha}{m}$

L'échelle temporelle de la force fluctuante est caractérisée par un temps de corrélation ( $\tau_c$ ) très court à l'échelle d'observation macroscopique (typiquement de l'ordre de la distance intermoléculaire moyenne divisée par la vitesse moyenne des molécules soit environ  $10^{-13}$  sec). Sous l'influence de la force fluctuante, la vitesse de la particule brownienne va connaître aussi des variations erratiques. Toutefois si la masse de la particule brownienne est bien supérieure à celle des molécules du milieu environnant, l'échelle de temps ( $\tau_\alpha$ ) de variation de cette vitesse sera beaucoup plus grande voire même suffisamment lente pour être mesurable à l'échelle macroscopique. Ce temps  $\tau_\alpha$  peut être interprété comme le temps nécessaire à la particule pour atteindre l'équilibre thermique avec le milieu environnant et est relié à la masse de la particule et à la viscosité du fluide par la relation :

$$\tau_\alpha = \frac{m}{\alpha} = \gamma^{-1} \quad (5.9)$$

Pour un microlevier modélisé comme un simple oscillateur harmonique, le bruit thermique peut être considéré comme la résultante d'une force thermique qui excite l'extrémité du

microlevier avec un écart quadratique moyen d'amplitude de vibration  $\sqrt{\langle z^2 \rangle_{th}}$ . Dans ce cas

l'équation de Langevin s'écrit :

$$\frac{d^2z}{dt^2} + \gamma \frac{dz}{dt} + \omega_0^2 z = \frac{F_{fluct}(t)}{m} \quad (5.10)$$

Avec  $\omega_0$  la pulsation propre du microlevier.

Dans ce qui suit, nous nous plaçons d'emblée dans l'espace des fréquences, l'analyse harmonique de l'équation de Langevin nous permettra de déterminer les résultats importants pour notre analyse du bruit thermique pour un microlevier. Notamment, cette analyse est suffisante pour déterminer la résolution en force que nous pourrions atteindre en utilisant un microlevier vibrant librement, et ceci en ne prenant en compte que le bruit thermique.

En revenant à l'équation de Langevin pour un microlevier et étant donnée que l'équation 5.11 est linéaire, on peut écrire dans l'espace des fréquences que :

$$Z(\omega) = G(\omega)F(\omega) \quad (5.11)$$

Où  $Z(\omega)$  (resp.  $F(\omega)$ ) est la transformée de Fourier de  $z(t)$  (resp.  $F_{fluct}(t)$ ) et  $G(\omega)$  est par définition la fonction de transfert traduisant la réponse mécanique du microlevier à une force de pulsation  $(\omega)$  et est donnée par la relation :

$$G(\omega) = \frac{1}{m} \frac{(\omega_0^2 - \omega^2) + i\gamma\omega}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2\omega^2} \quad (5.12)$$

En terme de densité spectrale l'équation (5.11) revient à écrire :

$$J_z(\omega) = \frac{1}{m^2} \frac{J_F(\omega)}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2\omega^2} \quad (5.13)$$

Où  $J_F(\omega)$  est la densité spectrale de puissance qui caractérise la force thermique. Le bruit thermique étant un bruit blanc,  $J_F(\omega)$  est constante.

L'application du théorème de Wiener-khintchine nous donne:

$$\left\langle z^2 \right\rangle_{th} = \int_0^{+\infty} \frac{1}{m^2} \frac{J_F(\omega)}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \frac{\omega_0^2 \omega^2}{Q^2}} d\omega \quad (5.14)$$

Q est la facteur de qualité et est égal à  $\frac{W_0}{g}$ . Dans la limite où  $Q \gg 1$ , l'évaluation de l'intégrale

nous donne :

$$J_F^{1/2} = \left( \frac{4}{Q\omega_0} \right)^{1/2} k \sqrt{\left\langle z^2 \right\rangle_{th}} \quad (5.15)$$

L'unité de  $J_F^{1/2}$  est le  $N/\sqrt{Hz}$ , et  $k = m\omega_0^2$  est la constante de raideur du microlevier. Si le microlevier est à l'équilibre thermique et en vertu du théorème d'équipartition prédisant que

$$\left\langle z^2 \right\rangle_{th} = \frac{k_B T}{k} \text{ nous obtenons pour } J_F^{1/2}:$$

$$J_F^{1/2} = \left( \frac{4kk_B T}{Q\omega_0} \right)^{1/2} \quad (5.16)$$

Finalement la force minimale mesurable est obtenue en multipliant  $J_F^{1/2}$  par la racine carrée de la bande passante (B) ainsi nous obtenons pour cette force la relation :

$$F_{\min} = \sqrt{\frac{4kk_B T B}{Q\omega_0}} \quad (5.17)$$

Ainsi, en augmentant le facteur de qualité ou en utilisant des microleviers de faible constante de raideur, nous diminuons la force minimale mesurable et donc nous augmentons la sensibilité en force de nos mesures. Ceci dénote un des avantages d'effectuer des mesures sous ultra-vide plutôt qu'à l'atmosphère. En effet sous ultravide, le facteur de qualité augmente d'un facteur 10 à 100 par rapport à l'air, la sensibilité en force y est donc améliorée. Pour un microlevier avec une fréquence de résonance de 10 kHz, une constante de raideur de 1N/m et un facteur de qualité de 1000, on obtient alors  $F_{\min} \approx 40 \text{ fN} / \sqrt{Hz}$ .

Dans le cas où nous considérons une bande passante  $B = \frac{\omega_0}{Q}$ , on obtient pour  $F_{\min}$  la relation :

$$F_{\min} = \frac{\sqrt{4kk_B T}}{Q} \quad (5.18)$$

En considérant un facteur de qualité de 1000 et une constante de raideur de 1N/m, à température ambiante nous obtenons  $F_{\min}=126.5\text{fN}$ . Ce qui correspond à la valeur de la force de Casimir (sphère-plan) entre des miroirs parfaits pour une sphère de rayon  $50\mu\text{m}$  et une distance de séparation de  $1.02\mu\text{m}$ .

Le calcul précédent de la résolution en force est obtenu directement en considérant uniquement les propriétés thermodynamiques d'un microlevier couplé à un bain thermique. En mode dynamique (cf. chapitre 2), le microlevier est contraint d'osciller à sa fréquence de résonance avec une amplitude de vibration constante pour le mode FM-AFM ou avec une amplitude et une fréquence d'excitation constante en mode AM-AFM.

En mode AM-AFM, le gradient de force minimale mesurable est relié aux variations d'amplitude de vibration minimales mesurables pour la fréquence d'excitation considérée. Selon Martin et al [5], la variation minimale d'amplitude mesurable est égale au déplacement du microlevier minimale mesurable donné par  $F_{\min}/k$ . En considérant une fréquence d'excitation très proche de la fréquence de résonance du microlevier, ils obtiennent une résolution en gradient de force donnée par :

$$F'_{\min} = \frac{1}{A_0} \sqrt{\frac{27kk_B T B}{Q\omega_0}} \quad (5.19)$$

Avec  $A_0$ , l'amplitude de vibration à la résonance.

En mode FM-AFM, le gradient de force minimal est relié aux variations de la fréquence de résonance minimale mesurable. La différence principale avec le mode AM-AFM est que l'amplitude de vibration est soumise à une boucle de régulation positive. Ainsi, les fluctuations thermiques du microlevier sont soumises à cette boucle de régulation. Dans la littérature, on

trouve différentes approches pour le calcul de la sensibilité en gradient de force. Notamment, G. Couturier et J.P Aimé à Bordeaux ont calculé la résolution en gradient de forces en tenant compte de la boucle de régulation en amplitude et de la démodulation du signal. Ils ont obtenu pour la résolution en gradient de force la relation [9]:

$$F'_{\min} = \sqrt{\frac{4kk_B TB}{Q\omega_0 \langle z_{osc}^2 \rangle}} \quad (5.20)$$

$\langle z_{osc}^2 \rangle$  est l'amplitude d'oscillation du microlevier. Cette relation est identique à celle déterminée notamment dans la référence [2]. Cette expression est similaire dans la formulation à celle obtenue par Martin et al. Ainsi, dans des conditions identiques la sensibilité en mode AM-AFM et FM-AFM la sensibilité est similaire. Toutefois, il faut garder en mémoire qu'en mode AM-AFM B et Q sont liés alors qu'en mode FM-AFM ils sont indépendants.

Ainsi nous venons de voir les expressions de la résolution en force et en gradients de forces en fonction notamment, des caractéristiques propres des microleviers. Les expressions (5.18) et (5.20) montrent clairement qu'une diminution de la constante de raideur des microleviers entraîne une augmentation de la sensibilité. Cette constatation a été le critère principal pour le choix des microleviers utilisés lors de nos expériences. Toutefois, ces expressions sont optimistes car elles ne tiennent pas compte des sources de bruit autre que les fluctuations thermiques du microlevier. Notamment, nous verrons que de toute évidence, la résolution en force pour des mesures en mode statique est plus faible que si elle était uniquement limitée par le bruit thermique.

Dans le paragraphe suivant nous décrirons brièvement et de façon non exhaustive d'autres sources de bruit pouvant réduire la résolution des mesures force avec un AFM.

## V.2. LES DIFFERENTES SOURCES DE BRUITS LIES A LA DETECTION

### V.2.1. LE BRUIT JOHNSON

Un microlevier en équilibre thermique avec un bain à la température T montre des fluctuations liées à sa dissipation mécanique, de façon comparable un électron dans un circuit électrique va présenter un mouvement aléatoire. Ce mouvement aléatoire des électrons crée des fluctuations dans le courant. C'est le bruit Johnson.

En considérant un oscillateur électrique soit un circuit RLC en série, nous obtenons, par analogie avec l'oscillateur mécanique précédemment étudié, notamment en reliant R à  $\gamma$  l'équation classique pour un circuit RLC [10]:

$$L \frac{dI}{dt} + RI + \frac{1}{C} \int Idt = V(t) \quad (5.21)$$

Les fluctuations dans le courant I peuvent être considérées comme étant due à une force électromotrice (V(t)) aléatoire dans la résistance

De façon analogue à l'équation 5.9 nous obtenons une relation entre la densité spectrale de l'intensité  $J_I$  et la densité spectrale de la force électromotrice  $J_U$  :

$$J_I(\omega) = \frac{J_U(\omega)}{R^2 + (\omega L - \frac{1}{\omega C})^2} \quad (5.22)$$

Enfin, de la même façon qu'il existe une relation entre la densité spectrale d'une force fluctuante et du coefficient de dissipation  $\gamma$ , il existe une relation entre la densité spectrale de la force électromotrice fluctuante et la résistance. Cette relation est connue sous le nom de théorème de Nyquist et est donnée par:

$$J_U = 4k_B TR \quad (5.23)$$

Ainsi pour chacune des résistances, comme par exemple les résistances de contre réaction des amplificateurs opérationnels convertissant le courant sortant de la photodiode, les fluctuations de courant sont données par la relation :

$$\langle i^2 \rangle = \frac{4k_B T B}{R} \quad (5.24)$$

Il est à noter que le bruit Johnson est un bruit blanc et donc indépendant de la fréquence. Sa densité spectrale est donc constante et contribue notamment au fond continu observé dans la figure (5.1).

L'équation (5.24) peut se réécrire sous la forme de fluctuations de tension selon la relation :

$$\langle v^2 \rangle = 4k_B T R B \quad (5.25)$$

Nous avons vu précédemment, que la préparation des systèmes sphère-microlevier ou du collage du microlevier sur son support induit nécessairement une résistance entre l'environnement et le système sphère-microlevier. La présence d'une telle résistance est incontournable. Pour des résistances supérieures ou de l'ordre de  $10^{12} \Omega$ , une conséquence immédiatement observable est un temps de mise en équilibre (entre la sphère et le microlevier ou entre le système sphère-microlevier et son support) de l'ordre de plusieurs millisecondes. Selon la relation (5.25), des fluctuations de tensions aux bornes de la résistance sont nécessairement présentes à températures ambiantes. De telles fluctuations entraînent une fluctuation du potentiel de la sphère et donc une force fluctuante d'origine électrostatique. Cette force sera d'autant plus grande que la différence de potentielle appliquée entre la sphère et la surface sera grande et que la distance sphère surface sera petite. La présence de cette force fluctuante doit, de toute évidence selon le théorème de fluctuation-dissipation, introduire une dissipation de l'oscillateur par un couplage électromécanique. Expérimentalement, une augmentation de la dissipation s'observe par une diminution du facteur de qualité. Dans la fin de ce chapitre nous présenterons un exemple de mesures pour lequel nous avons observé un élargissement de la courbe de résonance des systèmes sphère-microlevier avec une diminution de la distance. Comme nous le verrons, nous attribuerons cet élargissement à cette force fluctuante.

### V.2.2. LE BRUIT EN 1/F

Ce bruit est essentiellement un bruit basse fréquence. Sa principale caractéristique étant que sa densité spectrale augmente lorsque la fréquence diminue.



Dans les composants électroniques, il est associé à la capture des porteurs de charges par les défauts ou les contaminants. Une des caractéristiques de ce bruit est son universalité, on le retrouve dans une multitude de domaines : biologie, chimie, musique, astronomie, physique, économie....

La densité spectrale de puissance de bruit est donnée par :

$$S_{1/f}(\omega) = \frac{C}{\omega^\alpha} \quad (5.26)$$

$$0,8 < \alpha < 1,4$$

De par sa dépendance en fréquence, le bruit en  $1/f$  devient le bruit prédominant pour des mesures avec une bande passante incluant les basses fréquences. Notamment pour des mesures en mode statique le bruit en  $1/f$  doit être le facteur principal limitant la mesure.

### V.2.3. LE BRUIT DE GRENAILLE

Le bruit de grenaille correspond aux fluctuations statistiques du nombre de porteurs de charge qui participent à la création d'un courant. Plus généralement, ce bruit intervient lorsque le passage des particules est caractérisé par une loi de probabilité par exemple lorsque elles doivent franchir une barrière de potentiel.

Le bruit de grenaille peut être considéré comme un bruit impulsionnel et peut se mettre sous la forme :

$$i(t) = \sum_{n=-\infty}^{+\infty} e d(t - t_n) \quad (5.27)$$

Où  $e$  est la charge de l'électron ( $1,6 \times 10^{-19}$  C)

Les fluctuations sont alors données par la relation :

$$\langle i^2 \rangle = 2eI_0B \quad (5.28)$$

Où  $I_0$  est le courant moyen.

En AFM, ce type de bruit est à l'origine de fluctuations dans l'intensité du laser et dans l'intensité du courant détecté en sortie de la photodiode.

En effet, la source laser peut avoir des fluctuations dans son intensité et dans la direction du faisceau. Ces fluctuations peuvent engendrer des fluctuations dans les signaux mesurés. En

effet, le nombre de photons arrivant sur la photodiode est aléatoire, il en découle que le nombre de porteurs ainsi produit sera lui aussi aléatoire. Toutefois, pour minimiser le bruit engendré par ces fluctuations, le signal en sortie de la photodiode est divisé par l'intensité totale détectée par la photodiode.

De même le nombre de photons réfléchis par le cantilever étant aléatoire, la pression de radiation du faisceau laser sur le cantilever va aussi fluctuer entraînant des fluctuations du microlevier. Toutefois, selon Martin et al[5], pour un laser avec une puissance de 1mW, ce qui correspond à la puissance typique des lasers utilisés en AFM, la force fluctuante ainsi générée est de l'ordre  $10^{-4}$  fN. Ces effets sont donc négligeables.

Enfin, le courant mesuré dans une photodiode est un courant moyen. Or, d'une part, les porteurs sont produits de façon aléatoire en raison des fluctuations lasers, de plus le nombre d'électrons participant au photocourant est lui aussi aléatoire. En effet les électrons sont soumis à des phénomènes d'absorption et de recombinaison caractérisés par des lois probabilistes. L'avancé de nos travaux ne permettent pas de savoir si cette contribution est prépondérante ou non dans le bruit totale. Toutefois, si c'était le cas, le bruit de grenaille étant un bruit blanc, ce bruit contribuerait au fond continu observé dans la densité spectrale.

### **V.3. INFLUENCES DU BRUIT SUR NOS MESURES**

La résolution des expériences est donnée par le bruit de mesure dont nous venons de décrire des origines possibles. Généralement, la sensibilité d'un dispositif expérimental de mesure de force est donnée en tenant compte uniquement du bruit thermique. Cette approche possède l'avantage d'être quantifiable à partir de paramètres expérimentaux accessibles mais donne souvent une valeur optimiste de la résolution des expériences. Dans ce paragraphe, nous allons évaluer la résolution de nos expériences directement à partir de l'analyse de nos mesures. Ces analyses permettront de donner la résolution en force et en gradient de force des mesures qui seront présentées dans les chapitre VI et VII, sans toutefois, pouvoir déterminer l'origine exacte des contributions dominantes.

### V.3.1. SENSIBILITE EN MODE STATIQUE

L'analyse présentée dans ce paragraphe, consiste à déterminer la déviation de nos mesures par rapport aux prédictions théoriques. Pour l'analyse présentée ici, nous avons considéré les mesures de la force capacitive en fonction de la différence de potentiel entre la sphère et la surface à distance fixe. Ces courbes correspondent aux mesures présentées dans la figure 6.9. Dans cette figure les courbes expérimentales correspondent à une moyenne sur 5 mesures. Dans un premier temps, nous allons étudier les effets de ce moyennage sur la résolution en force de nos mesures.

Pour cela, nous calculons la différence entre les prédictions théoriques (eq.6.7) et la force mesurée ( $\Delta F = F_{\text{exp}} - F_{\text{thé}}$ ) pour une distance sphère surface de 278 nm. Cette différence est représentée sur la figure 5.5. Une étude similaire réalisée pour les autres distances donne des résultats identiques.

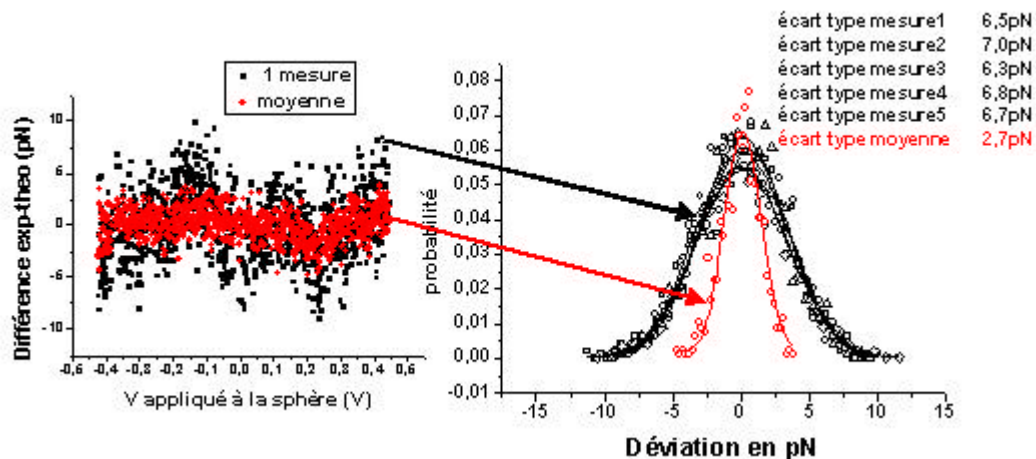


Figure 5.5. A gauche, est montrée la différence entre la force mesurée et les prédictions théoriques. La courbe noire a été obtenue à partir d'une mesure alors que la courbe rouge correspond à la moyenne sur 5 mesures. A droite, sont représentées les distributions de probabilités pour les mesures seules (noires) et pour la moyenne de ces 5 courbes (rouge)

La courbe noire correspond à une seule mesure pour laquelle le temps d'acquisition est de 5120  $\mu\text{s}$ . La courbe rouge correspond à la moyenne de 5 mesures prises consécutivement dans les mêmes conditions. Les courbes de droites correspondent aux distributions de probabilité de la différence entre les mesures et les prédictions théoriques. Chaque point de cette distribution correspond à la probabilité que la valeur mesurée se situe dans l'intervalle

$\Delta F + 0.5 \text{ pN}$ . Nous avons supposé que ces distributions sont de type gaussien et que leur valeur moyenne est nulle. Ainsi, elles doivent vérifier la relation [11] :

$$P(\Delta F) = \frac{e^{-2\Delta F^2/\sigma^2}}{\sigma\sqrt{\pi/2}} \quad (5.29)$$

Avec  $\sigma^2$ , l'écart quadratique moyen.

La résolution en force de nos mesures est alors donnée par l'écart type, autrement dit la racine carrée de l'écart quadratique moyen  $\sigma$ . A partir des ajustements des différentes courbes, nous obtenons pour les mesures individuelles une résolution en force de l'ordre de 6,6 pN. L'ajustement de la distribution de probabilité pour la moyenne des 5 courbes, nous donne une résolution en force de 2,7 pN. Cette valeur est en accord avec le théorème de la limite centrale qui donne notamment que l'écart type de la moyenne de N mesures indépendantes est égale à l'écart type d'une mesure divisé par  $\sqrt{N}$  soit pour cet exemple  $6,6/\sqrt{5} = 2,9 \text{ pN}$ . Cette résolution en force est comparable à la résolution des expériences de U.Mohideen [12][13] présentées dans le chapitre III. De plus, cela nous permet de vérifier le bon accord avec le théorème de la limite centrale qui est une condition centrale pour la discussion qui va suivre.

Ainsi nous venons de voir que la résolution en force que nous obtenons pour les mesures en mode statique présentées dans le chapitre suivant est de l'ordre de 2,7 pN. Toutefois, Cette résolution n'est valable que pour des mesures effectuées dans des conditions identiques, même constante de raideur pour le système sphère-microlevier (ici  $k=0,046 \text{ N/m}$ ), même nombre de courbes moyennés (ici 5) et pour un temps d'acquisition identique. Ce temps d'acquisition (ici  $5120 \mu\text{s}$ ), selon la même description présentée dans le chapitre IV, peut être vu comme un moyennage sur 256 courbes dont le temps d'acquisition est de  $20 \mu\text{s}$ . Compte tenu de ce que nous venons souligner, nous allons calculer quelle serait la résolution en force si le bruit thermique était la limite principale pour la sensibilité de nos mesures en mode statique. Pour cela, nous allons comparer les distributions de probabilités de la figure 5.5 avec la distribution de probabilité donnée par le facteur de Boltzmann[11]:

$$P(E_i) = \frac{e^{-E_i/k_B T}}{\sum_i e^{-E_i/k_B T}} \quad (5.30)$$

Avec E L'énergie élastique pour le microlevier qui vaut  $\frac{k\Delta x^2}{2}$  (avec  $\Delta x = \frac{\Delta F}{k}$ ). Ainsi, nous

obtenons pour  $P(\Delta F)$  :

$$P(\Delta F) = \frac{e^{-\frac{k(\frac{\Delta F}{k})^2 * 256 * 5}{2k_B T}}}{\sum_{\Delta F} e^{-\frac{k(\frac{\Delta F}{k})^2 * 256 * 5}{2k_B T}}} \quad (5.31)$$

Le numérateur permet de normaliser  $P(\Delta F)$  de sorte que  $\sum_{\Delta F} P(\Delta F) = 1$ . Dans cette expression,

les termes 256 et 5 permettent de tenir compte de la diminution de l'écart quadratique moyen de la distribution induit par le moyennage en vertu du théorème de la limite centrale. Dans la figure 5.6 sont représentées la distribution expérimentale (points noirs) obtenue pour la courbe moyennée et la distribution donnée par l'équation 5.31 (courbe rouge).

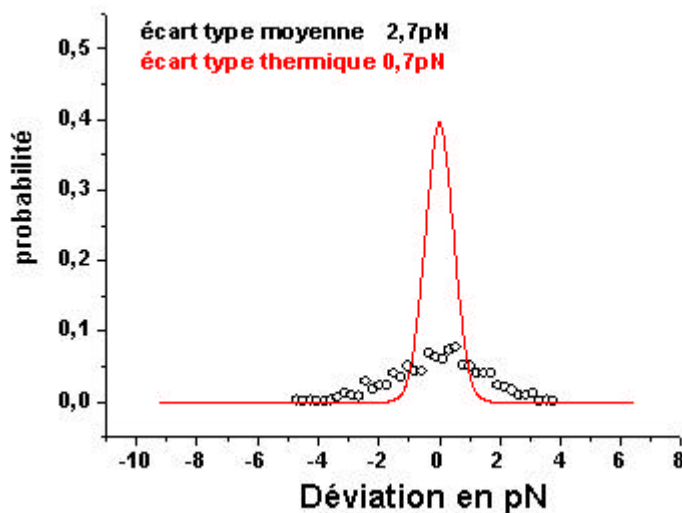


Figure 5.6. Comparaison entre la résolution de nos mesures déterminée expérimentalement (en noir) et la résolution théorique de nos mesures si nous ne considérons que le bruit thermique (en rouge).

La résolution en force théorique en considérant que le bruit thermique vaut 0,7pN, ce qui est plus faible que la résolution en force estimée à partir des mesures. Ainsi comme on pouvait s'y attendre, pour les mesures en mode statique, le facteur limitant la sensibilité n'est pas le bruit thermique. En effet, les mesures en mode statique correspondent à des mesures aux basses

fréquences pour lesquelles les contributions principales au bruit sont données par le fond continu et le bruit en  $1/f$ .

### **V.3.2. LE BRUIT EN MODE RESONANT**

Dans ce paragraphe nous allons déterminer la résolution en décalage de fréquence de nos mesures en mode dynamique qui seront présentées dans le chapitre VII. Nous, nous concentrons ici sur les mesures en mode NC-AFM (cf. chapitre II) obtenues avec l'AFM Omicron. Comme nous le verrons dans le chapitre VII, pour ces mesures nous avons utilisé deux méthodes pour le contrôle de l'approche de la sphère vers la surface: une approche dite « manuelle » et une approche dite « automatique ». Entre chaque courbe mesurée avec la méthode automatique, la distance entre la sphère et la surface est asservie par une boucle de régulation alors qu'aucun asservissement sur la distance n'est effectué entre deux mesures pour la méthode manuelle. De façon identique au précédent chapitre, nous déterminerons à partir de l'équation (5.29) la résolution pour une mesure puis pour la moyenne des mesures effectuées. Toutefois, ici, les distributions de probabilités ne sont pas obtenues en faisant la différence entre les courbes expérimentales et les courbes théoriques mais nous avons considéré les courbes lorsque aucune interaction entre la sphère et la surface n'était observée. Pour ces mesures, nous avons utilisé le même système sphère-microlevier. Les amplitudes de vibrations étaient identiques. La seule différence entre les deux mesures est le temps d'acquisition qui est deux fois plus grand pour les mesures « manuelles ». Les résultats sont représentés sur la figure 5.7.

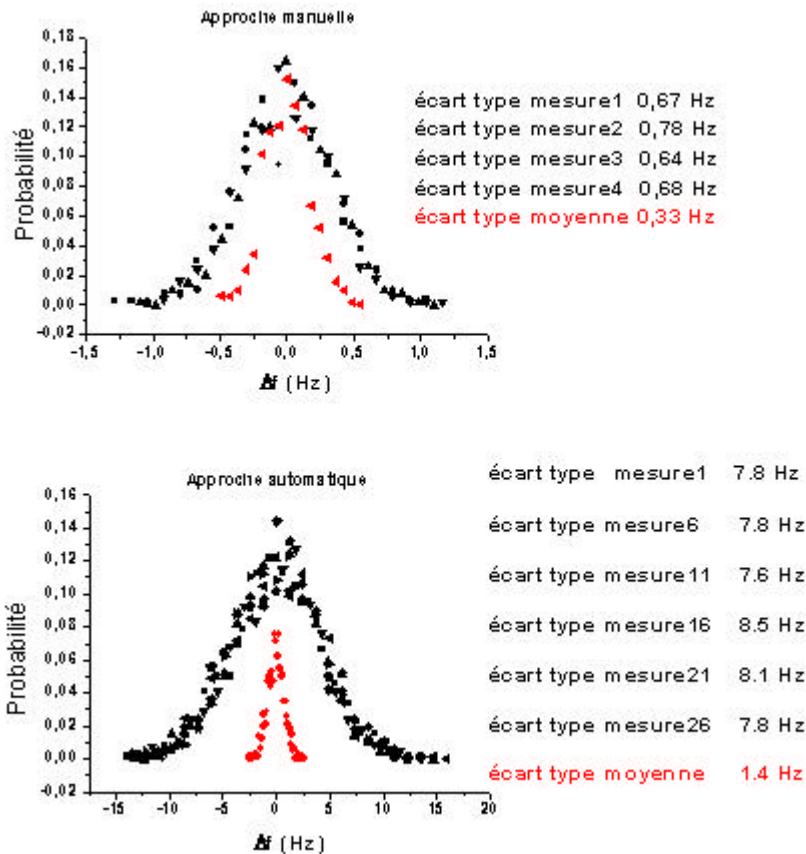


Figure 5.7. Distributions de probabilité montrant la dispersion des points expérimentaux pour des mesures en mode dynamique effectuées après une approche dite « manuelle » (en haut) et une approche dite « automatique » (en bas) (cf. chapitre VII)

La courbe en haut correspond aux mesures avec l'approche manuelle. Les points noirs correspondent à 4 mesures individuelles pour lesquelles la résolution en fréquence vaut environ 0.69 Hz. Les points rouges correspondent à la moyenne de ces 4 courbes, la résolution en fréquence vaut 0,33 Hz ce qui est en accord avec le théorème de la limite centrale.

En bas, les courbes correspondent aux mesures avec l'approche automatique. De même les points correspondent aux mesures individuelles. Pour cette mesure, 32 courbes ont été enregistrées mais seulement 6 sont représentées ici. La résolution en décalage de fréquence vaut pour chaque courbe environ 7,9 Hz. Les points rouges correspondent à la moyenne sur les 32 courbes, la résolution en fréquence devient alors 1,4 Hz ce qui est aussi en bon accord avec le théorème de la limite centrale.

Nous observons donc un ordre de grandeur entre les deux méthodes de mesure utilisées. Dans l'état actuel de notre réflexion, nous ne sommes pas en mesure d'expliquer cette

différence. En effet, la différence entre les temps d'acquisition ne permet pas d'expliquer un tel écart. Ainsi la méthode manuelle semble permettre une résolution en fréquence nettement meilleure que la méthode automatique. Toutefois comme nous le verrons, la méthode automatique permet de contrôler plus facilement les risques de contact entre la sphère et la surface, ce qui constitue pour cette méthode un atout majeur.

## V.4. BRUIT EN RETOUR INDUIT PAR LE SYSTEME DE MESURE (BACK ACTION) :

### V.4.1. INTRODUCTION :

Comme l'ensemble des mesures faites par les groupes soucieux des forces très faibles ou analysant les processus de dissipation de l'énergie mécanique dans les nanosystèmes, nos mesures montrent combien les microleviers sont sensibles aux fluctuations liées au couplage dissipatif avec l'environnement. Ce problème a une conséquence supplémentaire connue sous le nom d'action en retour (en anglais back action) de la mesure ou du contrôle ici de l'oscillateur. De nombreuses études ont été consacrées à ce problème qui culmine avec la non démolition dans l'étude des systèmes quantiques. L'article de synthèse consacré aux stratégies de détection des forces faibles de Onofrio[14] en vue de la mise en évidence des ondes gravitationnelles pose ce problème tant au plan classique que quantique. Pour une introduction simple de l'effet de l'action en retour, on peut suivre un exemple donné par Andrew Mc Clelland [15] sur la base du comportement réel d'un amplificateur.

Ainsi on part d'un amplificateur idéal de gain  $G$ :

$$V_{\text{entrée}} = G V_{\text{signal}}$$



Figure 5.8 : Schéma d'un amplificateur de gain idéal



Dans ce cas, il s'agit d'un amplificateur idéal d'impédance d'entrée  $Z_a$  infinie et attaqué par une source de tension d'impédance nulle  $Z_e$ . En pratique, ces deux impédances existent pour donner le schéma suivant en tenant compte des sources de bruit que constituent ces impédances à température ambiante.

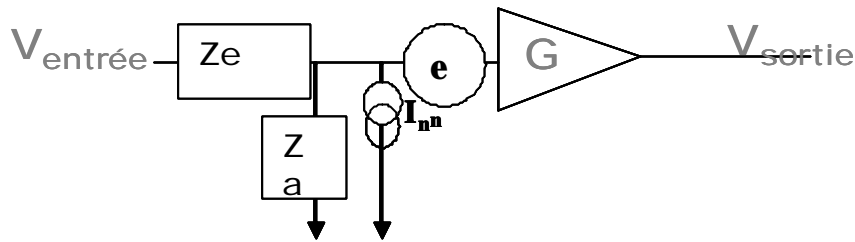


Figure 5.9 : Schéma d'un amplificateur de gain idéal

Bien sûr la source de tension aléatoire  $e_n$  et la source de courant  $I_n$  donnent simplement un bruit en sortie de l'amplificateur  $G(Z I_n + e_n)$ .

Mais il faut aussi tenir compte du fait que remonte vers le système de mesure un bruit en courant  $I_{ba}$  :

$$I_{ba} = \frac{Z_a}{Z_e + Z_a} I_n \quad (5.32)$$

C'est ce courant que l'on appelle dans cet exemple un effet d'action en retour.

A la suite des études sur l'influence du bruit sur nos mesures, nous avons observé un comportement de l'oscillateur sphère-microlevier au voisinage de la surface dont l'analyse que nous proposons est très proche de cet exemple. En fait nous pensons que le bruit électrique de Johnson produit par le système de contrôle et de mesure vient influencer la fonction réponse de notre appareil. Cela se manifeste par une modification (i.e. une dégradation) du facteur de qualité de l'oscillateur.

## V.4.2. DESCRIPTION DE L'EXPERIENCE :

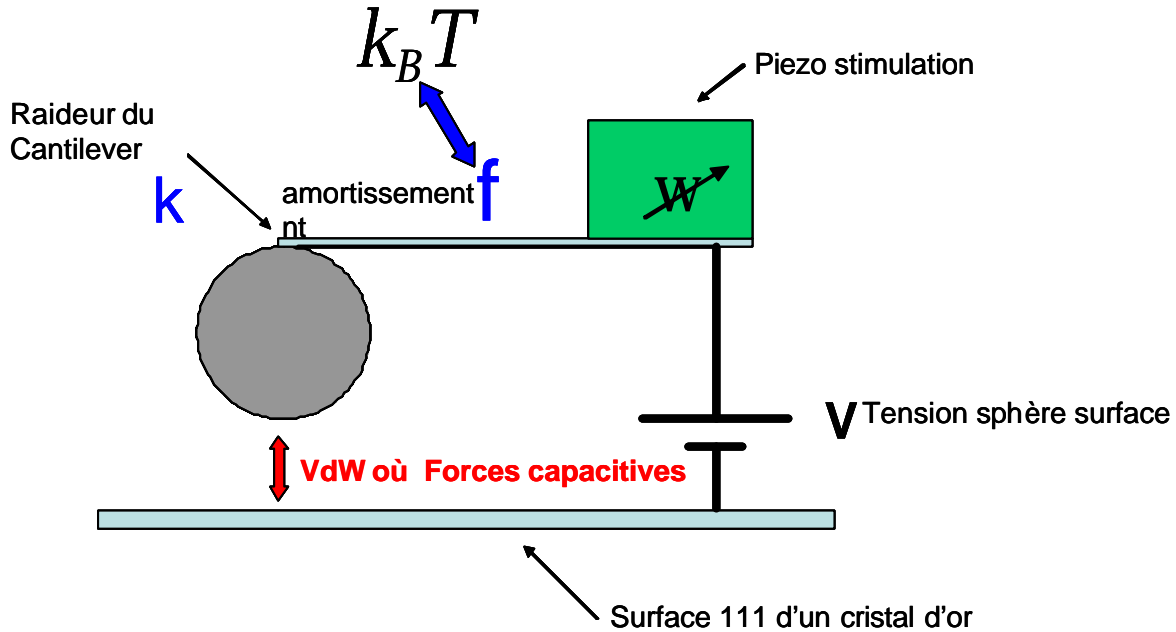


Figure 5.10. Schéma du montage expérimental que nous considérons ici.

Il s'agit donc du montage expérimental standard au centre de tout le travail présenté ici. Le but ici est d'analyser la forme de la résonance mécanique de la poutre lorsque à tension fixe la sphère se rapproche de la surface.

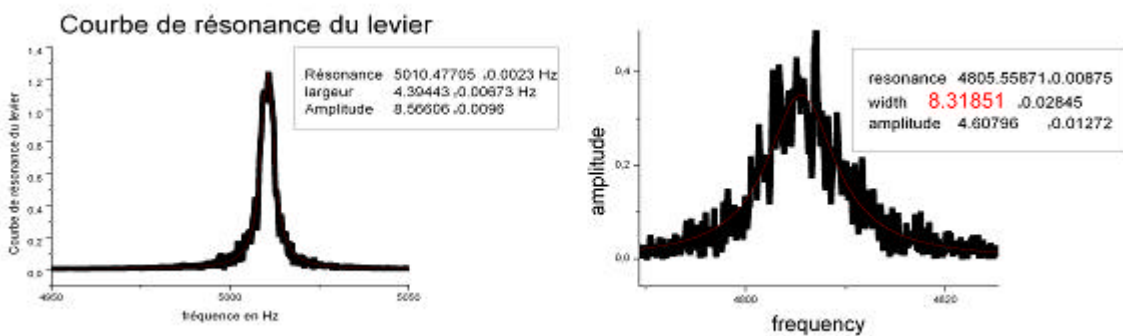


Figure 5.11 : courbe de gauche : courbe de référence de la résonance mécanique de la poutre en l'absence d'interaction sphère-surface ; courbe de droite : courbe de la résonance mécanique de la poutre en présence d'une tension sphère-surface de 0.5V et à une distance de 150nm.

L'observation essentielle que nous avons rencontrée au cours de ces mesures est clairement montrée par l'évolution de cette courbe lorsque la sphère est à une distance de 150nm de la surface en présence d'une tension de polarisation de 0,5V. On observe évidemment un décalage de la fréquence qui a fait l'objet d'une étude dans un autre chapitre. Il s'agit ici de constater l'élargissement de la courbe de réponse de l'oscillateur, c'est à dire d'une forte augmentation du couplage dissipatif et ce seulement en présence d'une tension de polarisation ici de 0.5V. A distance constante, cet élargissement important disparaît si une tension nulle est maintenue entre la sphère et la surface.

#### V.4.3. RESULTAT ESSENTIEL :

Le résultat central de cette étude est présenté dans la figure 5.12 ci dessous. L'augmentation du coefficient de dissipation lors de l'approche de la surface en présence d'une force capacitive ( $V=0.5V$ ) est claire alors que lorsque l'interaction sphère surface est dominée par la force de Casimir ( $V=0$  Volt) on observe bien un décalage de la fréquence de résonance mais pas d'élargissement clairement décelable à ces distances. C'est un effet un peu surprenant dont nous n'avons trouvé aucune trace dans la littérature sinon dans les micromontages électromécaniques. Il nous semble possible d'en proposer une interprétation robuste et cohérente.

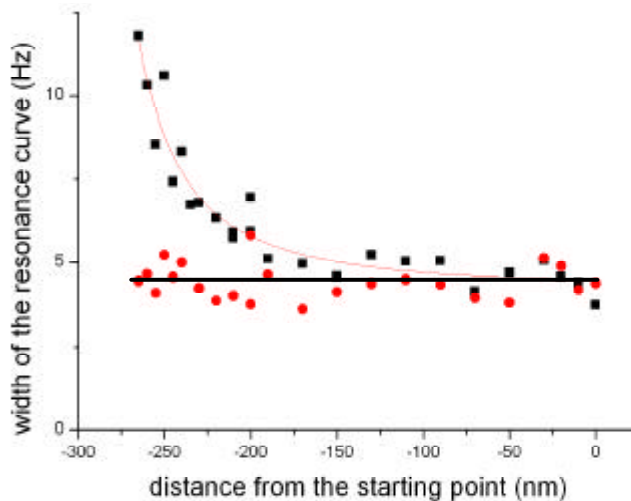


Figure 5.12 : évolution de la largeur de la courbe de résonance lorsque la sphère se rapproche de la surface. Les points rouges montrent cette évolution lorsque la tension sphère-surface est nulle :  $V=0$ . Les points noirs lorsque cette même tension vaut  $V=0.5$  Volt. La ligne rouge est issue d'une analyse de cette expérience détaillée ci dessous.

#### V.4.4. INTERPRETATION DE CE RESULTAT :

L'évolution de cette courbe montre que :

- ✓ il existe un coefficient de frottement que nous n'avons pas considéré qui dépend de la distance sphère-surface.
- ✓ en l'absence de tension électrique statique appliquée, cette dissipation disparaît, ce qui montre qu'il s'agit d'un effet dû à un couplage électromécanique.

Par ailleurs les résultats sur la mise en équilibre électrique du cantilever ont clairement montré que la métallisation de l'ensemble sphère-surface introduit une résistance  $R$  qui peut être importante pour la dynamique des charges. Le schéma de l'expérience devient alors :

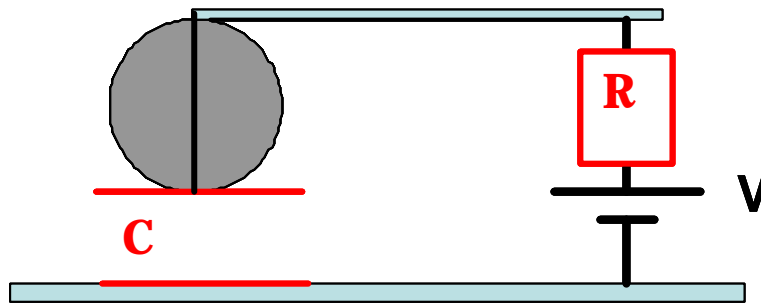


Figure 5.13 : schéma électrique équivalent du montage sphère-poutre polarisée

Ici nous n'avons pas détecté de retard dans la mise en équilibre électrostatique ce qui signifie que la résistance  $R$  est nécessairement bien plus faible que le temps de mesure. En particulier il est hors de question de trouver une résistance  $R$  de l'ordre de  $10^{12}\Omega$  comme dans le cas précédent . Il reste que ce système comporte 2 sources de bruit à température ambiante  $T=300K$  environ.

L'une traduit le couplage de l'oscillateur avec son environnement mécanique et a une densité spectrale de force constante en fréquence:

$$J_F(\omega)=4k_B T f \text{ en } N^2/Hz \quad (5.33)$$

Où  $f$  est bien sûr le coefficient de frottement fluide et  $F$  la force de Langevin à fluctuations extrêmement rapides devant  $m/f$ . C'est ce couplage dissipatif à 300K qui est la source de l'élargissement en l'absence de tension appliquée.

L'autre source de bruit est le bruit de Johnson classique aux bornes de la résistance  $R$ . Ce bruit en tension aux bornes de la résistance et donc de la capacité formée de la sphère et de la surface a lui une densité spectrale :

$$J_V = 4k_B T R \text{ en } V^2/\text{Hz} \quad (5.34)$$

En toute rigueur,  $J_V(\omega) = 4k_B T R / (1 + (\omega RC)^2)$  car le temps  $RC$  introduit un retard mais qui ici nous importe peu: on verra que ce temps introduit une coupure à une fréquence supérieure à la fréquence de résonance du système sphère-surface ( $RC\omega \ll 1$ ).

Cette fluctuation de la tension aux bornes de la résistance introduit un couplage capacitif fluctuant qui modifie la force capacitive entre la sphère et la surface. Il s'agit d'un terme de bruit introduit par le système de contrôle de l'oscillateur tout à fait comparable aux mécanismes d'introduction de bruit par l'amplificateur sur l'objet étudié dans l'exemple présenté ci dessus. C'est ce que nous appelons ici un effet d'action en retour.

Il est aisé de formaliser cet effet :

$$M \frac{d^2 x}{dt^2} + kx = F_{Langevin}(t) + \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial x} (V + v_{Johnson}(t))^2 \quad (5.35)$$

Deux forces à fluctuations rapides et « large bande » agissent sur la sphère et la poutre. L'une est la force de Langevin, couplage mécanique avec le monde extérieur, l'autre est une force électrique liée au mouvement thermique des électrons dans la résistance  $R$ .

En tenant compte du fait que  $v_{Johnson} \ll V$ , et en négligeant alors le terme  $(v_{Johnson})^2$ , on obtient alors :

$$M \frac{d^2 x}{dt^2} + kx = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial x} (V^2) + \left[ F_{Langevin}(t) + \frac{\partial C}{\partial x} V v_{Johnson}(t) \right] \quad (5.36)$$

Les deux derniers termes sont donc deux forces fluctuantes répondant aux critères de fluctuation très rapide et d'absence de corrélation dans le temps que l'on utilise dans la théorie de Langevin pour découpler l'évolution aux temps très courts avec des fluctuations très

rapides non corrélées dans le temps de l'évolution dissipative aux temps longs décrites par une force de frottement fluide.

Dans le cas du couplage mécanique, on a classiquement l'expression du coefficient de frottement fluide par application du théorème fluctuation-dissipation:

$$f = \frac{1}{2mk_B T} \int \langle F_{Langevin}(t) F_{Langevin}(0) \rangle dt \quad (5.37)$$

Le deuxième terme introduit immédiatement une nouvelle force de dissipation proportionnelle à la vitesse. La place de la force dans l'équation ci dessus nous permet d'écrire directement par stricte analogie:

$$f_{elec} = \left( \frac{\partial C}{\partial x} \right)^2 V^2 \frac{1}{2mk_B T} \int \langle v_{Johnson}(t) v_{Johnson}(0) \rangle dt \quad (5.38)$$

Soit encore :

$$f_{elec} = \frac{1}{2mk_B T} \int \left\langle \frac{\partial C}{\partial x} V v_{Johnson}(t) \frac{\partial C}{\partial x} V v_{Johnson}(0) \right\rangle dt \quad (5.39)$$

Finalement, ce coefficient de frottement électromécanique lié au bruit de Johnson dans la résistance s'écrit :

$$f_{elec} = \left( \frac{\partial C}{\partial x} \right)^2 V^2 R \quad (5.40)$$

Ce qui conduit au coefficient de frottement total effectif :

$$f_{eff} = f + \left( \frac{\partial C}{\partial x} \right)^2 V^2 R \quad (5.41)$$

Dans une géométrie sphère-plan, la variation de la capacité C s'écrit avec D diamètre de la sphère, x distance pointe surface :

$$\frac{dC}{dx} = \frac{2\pi\epsilon_0 D}{x} \quad (5.42)$$

La dépendance de la largeur de la courbe de réponse de l'oscillateur à tension constante lorsque la distance x est variée est donc déterminée par cette formule : cette largeur doit varier comme  $x^{-2}$ . L'ensemble des mesures quantitatives présentées dans les autres chapitres et leur

stabilité montre que cette dépendance doit être obtenue si cette interprétation est correcte. La variation en  $x$  ne peut pas être un paramètre ajustable. La capacité aussi est parfaitement connue par la mesure du rayon de la sphère :  $40\mu\text{m}$ .

Par ailleurs l'étude de la courbe expérimentale montre que la distance absolue doit être très proche de  $300\text{nm}$  au début de l'expérience (i.e. à la distance relative notée à zéro sur la figure 5.12). C'est un paramètre ajustable mais fortement contraint par le reste de l'expérience. Le paramètre véritablement libre ici est la résistance mais nous savons qu'elle doit être compatible avec le temps de mise en équilibre électrostatique de l'expérience.

Au final en considérant que le zéro de la figure 3 est à  $x = 315\text{nm} \pm 7\text{nm}$  et que la résistance  $R$  vaut  $R = 5\text{M}\Omega \ll 10^{12}\Omega$ , on obtient la courbe continue reportée dans la figure 5.12 pour un accord entre l'expérience et ce modèle convaincant. Par ailleurs cette valeur de la résistance conduit à un temps  $RC$  de l'ordre de  $10^{-7}$  à  $10^{-8}$  seconde qui correspond à une mise en équilibre électrostatique quasi instantanée et à une fréquence de coupure  $1/RC$  largement supérieure à la fréquence de résonance du système avec des effets de retard tout à fait négligeable et une densité spectrale du bruit électrique parfaitement blanc.

Au total la qualité de cet ajustement en imposant :

- ✓ une variation en  $x^{-2}$ ,
- ✓ l'absence de variation de la dissipation si  $V=0$ ,

nous conduit à conclure que nous avons bien observé l'introduction d'un terme de bruit et de dissipation par un couplage électromécanique. C'est une nouvelle observation qui montre combien l'actuation et la détection sur la base des microsystèmes électromécanique est sensible au bruit et à la dissipation. Dans le cas des nanosystèmes vers lesquels se dirigent ces activités, ces problèmes de couplage avec le monde extérieur sont redoutables.

#### **V.4.5. CONCLUSION :**

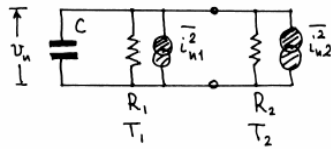
Au delà de la démonstration que nos méthodes de mesure ont un niveau de sensibilité qui permet d'observer ces effets, cette mesure ouvre des perspectives intéressantes au moins à deux titres :

L'introduction d'une résistance permet d'introduire une action en retard d'un temps RC dans la dynamique du système. Une interaction agissant avec retard est à la base fondamentale des travaux récents de Khaled Karraï concernant l'amortissement des fluctuations ou de leur amplification [16] lors d'un couplage optomécanique et non électromécanique comme dans notre cas. Cette voie pour les micro/nanosystèmes électromécanique reste à notre connaissance à explorer mais nous pensons que notre étude est un premier pas dans cette direction. Au sein du groupe picoNewton du LEPES, cette problématique est au centre d'une étude en collaboration avec le Laboratoire d'Automatique de Grenoble.

Peut être plus simple mais aussi très spectaculaire, ce couplage dissipatif repose sur 4 paramètres ajustables : la distance  $x$ , la résistance  $R$ , la tension  $V$  et la température  $T$  de la résistance  $R$ . Ici nous avons travaillé pour l'essentiel avec un système monotherme. Mettre la résistance  $R$  à  $T=4.2K$  reviendrait à changer complètement la nature des échanges de chaleur par fluctuations thermiques avec  $J_v(4.2K) \ll J_v(300K)$ . Si  $RC\omega \ll 1$  alors la résistance  $R$  aura pour effet d'amortir par dissipation toute fluctuation de courant dans le circuit induite par une variation de  $C$  dans une bande passante  $f/m$  autour de la fréquence de résonance. Pour ce système ditherme, cela revient clairement à amortir l'oscillateur en dissipant l'énergie des fluctuations thermiques issues de la source chaude (couplage incohérent de l'environnement à 300K avec l'oscillateur caractérisé par le frottement  $f$ ) dans la source froide qu'est la résistance dans un temps beaucoup plus court que  $\omega^{-1}$ . Cela résulte en une diminution de la température de l'oscillateur spécifiquement pour le degré de liberté correspondant à la fréquence de résonance de l'oscillateur (la température «atomique» de la sphère et de la poutre reste à 300K).

Au plan général, et en tous cas pour des circuits électriques cette stratégie de refroidissement n'est pas une nouveauté. Ainsi on la trouve présentée schématiquement dans un document de Veljko Radeka [17] (reproduction du schéma et de l'analyse présentée par l'auteur dans cette référence; il considère une bande passante fixée par les temps RC du système):





$$\sigma_v^2 = \frac{k_B}{C} \cdot R_1 \parallel R_2 \left( \frac{T_1}{R_1} + \frac{T_2}{R_2} \right)$$

$$1. \text{ for } T_1 = T_2 \rightarrow \sigma_v^2 = \frac{k_B T_1}{C}$$

$$2. \text{ if } T_2 = 0 \rightarrow \sigma_v^2 = \frac{k_B T_1}{C} \cdot \frac{1}{1 + R_1/R_2}$$

Pour des circuits électromécaniques, cette stratégie donne une possibilité supplémentaire de contrôler le mouvement et les fluctuations thermiques des nano/microsystèmes.

## V.5. DISSIPATION DUE AU COUPLAGE AVEC LE RAYONNEMENT THERMIQUE DANS LE CHAMP PROCHE

### V.5.1. INTRODUCTION

En partant des résultats présentés dans la figure 5.12 du paragraphe V.4.3, on peut se demander ce que devient le facteur de qualité, i.e. la largeur de la courbe de résonance lorsqu'on se rapproche très près de la surface. La figure 5.12 laisse de la marge puisque le zéro est à une distance absolue de 315nm de la surface à  $+7\text{nm}$  et que le dernier point est en échelle relative à  $-275\text{nm}$ .

Au plan simplement expérimental, faire des mesures avec une sphère de  $40\mu\text{m}$  de rayon devient délicat. Les dérives deviennent importantes et peuvent induire des déplacements significatifs pendant le temps de mesure. Une oscillation entretenue du levier peut générer des mouvements avec une amplitude non négligeable devant la largeur du gap entre la sphère et la surface avec pour conséquence une distance sphère-surface mal définie, des effets non linéaires et plus brutalement le risque de contact direct avec la surface. Les meilleures conditions de mesure sont certainement celles basées sur l'excitation du levier par le mouvement Brownien. Il est difficile d'exciter le levier avec une amplitude plus faible à température ambiante. Aussi les énergies mises en jeu, bien sûr de l'ordre de  $k_B T$ , sont très faibles et rendent sensible à des couplages faibles notamment dissipatifs.

Un enjeu important attendu à ces distances pour des mesures de facteurs de qualité est l'analyse du couplage sphère surface par le rayonnement thermique aux échelles nanométriques dans la limite opposée à celle du corps noir habituel : ici la taille de la cavité définie par la sphère et le plan est beaucoup plus petite que les longueurs d'onde impliquées à  $T=300\text{K}$ . Suivant des études plus anciennes sur les échanges inélastiques entre des molécules et des surfaces métalliques [18], l'étude de ce comportement pour des géométries d'expériences comme la nôtre a fait l'objet d'une analyse théorique qui va jusqu'à une prédiction quantitative qui laisse au pire comme paramètre ajustable une légère variation de la position du zéro pour la distance pointe surface [19].

Dans notre contexte, cette variation de la densité d'états des états du champ électromagnétique au voisinage d'une surface d'aluminium est bien décrite par les travaux de J.J. Greffet et al [20]. La figure 5.14 suivante extraite de cette référence montre effectivement des modifications considérables de cette densité d'états lorsque l'on se trouve à une distance de la surface inférieure à la longueur plasmon environ (de l'ordre de 100nm).

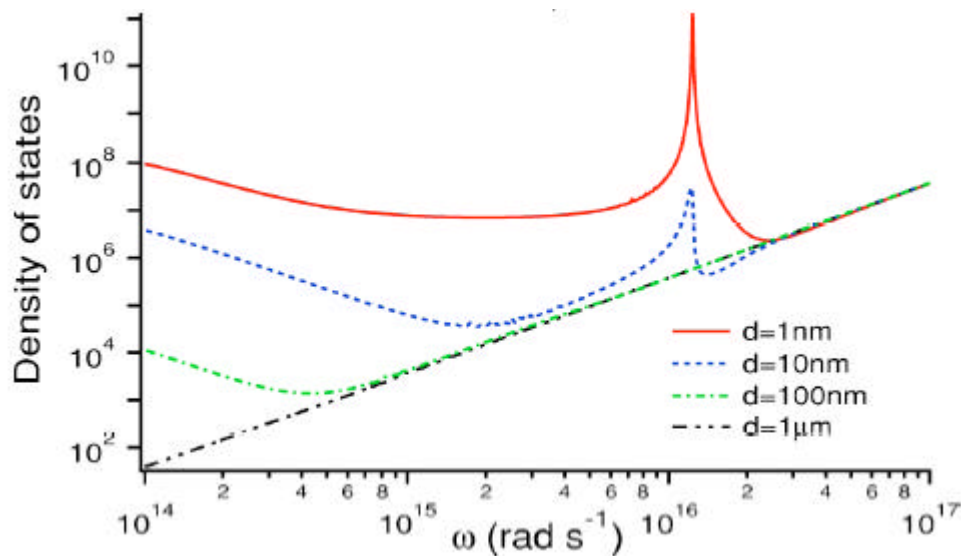


Figure 5.14: Densité d'états électromagnétiques au voisinage d'une surface d'un échantillon semi-infini d'aluminium.

La modification de la densité d'états de la surface au voisinage de la surface est considérable quand on la compare à celle prévue par le calcul à une distance de un micromètre qui est déjà celle du champ lointain. Dans notre cas l'interaction entre la sphère et la surface est donc aussi le résultat de l'excitation thermique des modes électromagnétiques de la cavité issus du

couplage des modes des 2 surfaces. C'est ce calcul et ses conséquences sur le couplage dissipatif entre les 2 surfaces qui est l'objet de la référence [19] du même groupe : un objet mobile au voisinage d'une surface métallique est soumis à une force électromagnétique fluctuante d'origine thermique.

Une façon simple de le décrire consiste à dire que les fluctuations thermiques de mouvement des électrons à la surface engendrent un champ électromagnétique à fluctuations très rapides. Le couplage de ce champ électromagnétique avec les électrons de l'autre surface crée une force sur ses charges qui bien sûr altère le mouvement de l'objet. Une force à fluctuations rapides conséquence du couplage avec un bain thermique, comme le décrit en mécanique l'équation de Langevin, conduit aux temps longs à une force visqueuse et dissipative caractérisée par un coefficient de frottement  $\gamma$  et un temps caractéristique  $\tau=m/\gamma$  où  $m$  est la masse de l'objet mobile soumis à cette force fluctuante d'origine thermique. Le lien entre la force fluctuante et le coefficient est décrit en général par le théorème fluctuation-dissipation. Dans le cas précis d'une sphère métallique au voisinage d'une surface métallique, ce lien est l'objet de la référence [19] que nous allons utiliser ici.

Au total, deux aspects de ce couplage dissipatif sont importants pour notre travail:

- ✓ il est la manifestation non pas de la force de Casimir qui trouve son origine dans les fluctuations de point zéro d'origine mais d'une force très proche de celle-ci (une espèce de composante thermique de la force de Casimir) mais dont l'origine se trouve dans l'excitation thermique des modes de la cavité.
- ✓ pour nos mesures, c'est le comportement de la densité d'état des modes électromagnétiques au voisinage de la surface à l'échelle nanométrique qui fait la spécificité de ces mesures et rend l'identification de ce mécanisme possible.

Le but de ce paragraphe est de montrer que :

- ✓ nous avons mis en évidence ce couplage dissipatif
- ✓ nous avons pu décrire nos mesures en appliquant directement le résultat de la théorie développée dans la référence [19].

## V.5.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les courbes rassemblées dans la figure 5.15 ci dessous sont issues de l'enregistrement des fluctuations en position du levier au cours du temps et de leur traitement à partir du système DAC présenté ailleurs dans ce manuscrit conduisant par une Transformée de Fourier de la fonction de corrélation à la densité spectrale. Ces courbes sont le résultat de moyennes dans le temps qui permettent d'obtenir un profil acceptable de courbe de Lorentz sans subir de manière évidente les effets de la dérive de la distance sphère-surface dans les temps.

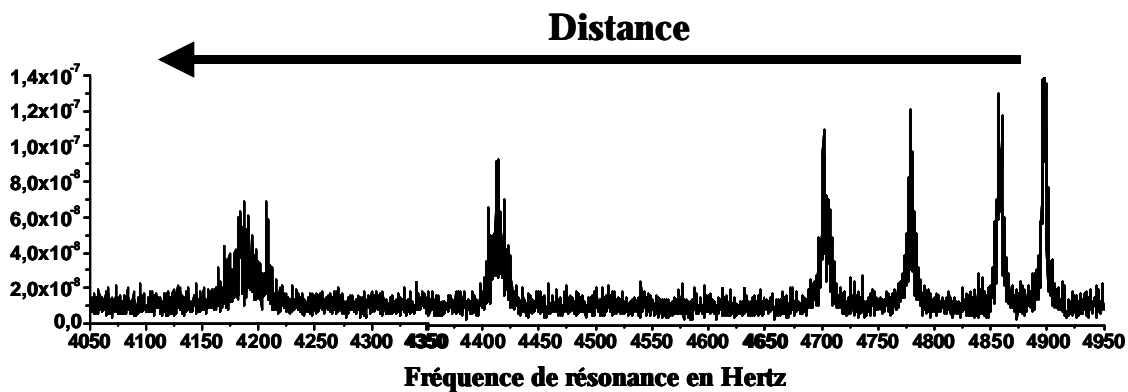


Figure 5.15 : spectres thermiques du système sphère-microlevier. Chaque courbe de Lorentz correspond à une distance sphère surface différente.

Dans ces conditions de mesure, notamment ici avec une compensation soignée de la différence de potentiel entre les deux surfaces, nous observons pour toutes les 8 distances mesurées une courbe de Lorentz bien définie. Dans la figure 5.15, seulement 6 des 8 courbes sont représentées afin de réduire l'échelle horizontale et ainsi obtenir une meilleure visibilité de l'élargissement des courbes. Il manque les deux courbes extrêmes : à grande distance ou aucune interaction n'est observée et à la distance sphère surface la plus petite.

Lorsque la sphère se rapproche de la surface deux effets sont évidents :

Le décalage du centre de la courbe vers les basses fréquences comme cela est attendu sous l'effet de la force de Casimir avec un décalage qui atteint 1280Hz pour une fréquence de résonance libre de 5009Hz. Ce décalage considérable montre que la distance sphère-surface descend ici à des valeurs de l'ordre de 20nm si on prend la courbe de la figure 7.17 du chapitre VII comme courbe étalon (ce que nous ferons pour le reste de ce paragraphe bien sûr au pris d'un décalage incontrôlée quasi-certain lié au fait que cette courbe référence est le résultat de

mesures faites lors de la même campagne d'expériences que ces 8 courbes mais certainement pas au même moment ni d'ailleurs le même jour).

Un élargissement évident de la courbe de résonance qui passe d'une largeur de 6.11Hz à une largeur de 67Hz, 10 fois plus grande donc, lorsque l'on est au plus près de la surface avec une variation spatiale extrêmement rapide.

Le premier point est important même s'il est attendu. Il montre à nouveau et même sur les fluctuations thermiques du mouvement du levier, l'influence forte de la force de Casimir sur la dynamique de la sphère dans le régime sub-micronique.

Le deuxième point est a priori plus étonnant. En fait son observation a constitué pour nous une surprise. De fait il faut approcher cette énorme sphère à des distances contrôlées bien inférieures à 100nm pour observer cet effet et ce n'est pas facile.

Les résultats des analyses quantitatives de ces courbes sont résumés dans le tableau ci dessous :

<b>df (Hz)</b>	<b><math>\Delta f</math> (Hz)</b>	<b>distance (nm)</b>
<b>1280</b>	<b>67</b>	<b>22</b>
<b>813</b>	<b>30</b>	<b>28</b>
<b>617</b>	<b>14</b>	<b>32</b>
<b>240</b>	<b>9.4</b>	<b>38</b>
<b>195</b>	<b>7.5</b>	<b>43</b>
<b>112</b>	<b>6.1</b>	<b>50</b>
<b>80</b>	<b>6.11</b>	<b>55</b>

*Tableau 1 : la colonne 1 contient le décalage en fréquence  $df$  du centre de la courbe de Lorentz ; la colonne 2 contient la largeur en Hz de la même courbe de Lorentz ; dans la colonne 3 nous reportons une estimation de la distance pointe surface pour chaque courbe (cette estimation utilise la courbe théorique de la figure 7.17 du chapitre VII).*

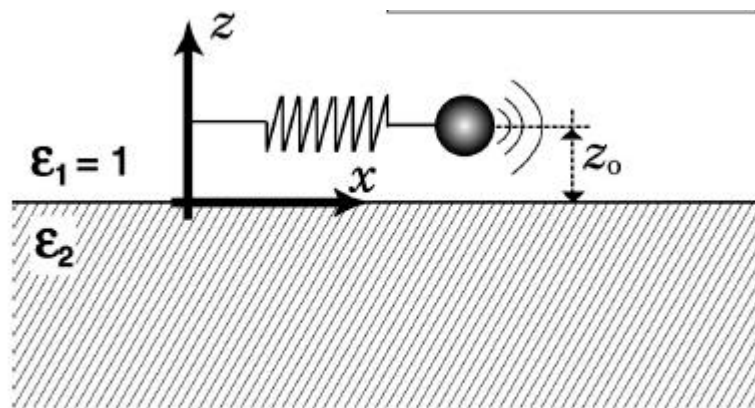
Ce tableau constitue pour ces deux premières colonnes les résultats bruts qui associés aux courbes mesurées (cf. figure 7.19) constituent la base expérimentale de ce paragraphe.

La colonne 3 est le résultat d'un choix discutable. Il n'est pas douteux au vu des décalages de fréquences mesurés que la distance est largement inférieure à 100nm. Nos résultats de la figure 7.17 à ces échelles montrent une distorsion de la courbe expérimentale qui rend son utilisation

aveugle douteuse. L'analyse théorique est au contraire appuyée sur la comparaison avec des mesures consolidées par l'étalonnage électrostatique. Raison de ce choix. Au total, ce choix n'est tout de même pas critique. Au final cette incertitude sur la mesure de la distance, sur l'importance des dérives dans le temps, sur la rugosité de la sphère, de la surface, ... fera que la comparaison directe ne pourra être au mieux que semi-quantitative. La comparaison quantitative ne pourra se faire qu'en acceptant de considérer la position du zéro comme un paramètre ajustable unique pour l'ensemble des 8 points de mesure, ce qui est une procédure courante dans ce type de mesures.

### V.5.3. PRESENTATION DE L'AJUSTEMENT ISSU DE LA REFERENCE [20]

La géométrie considérée par les auteurs de la référence [20] est la suivante qui a pour nous un avantage important : c'est bien une géométrie sphère-plan. Le mouvement horizontal au lieu de vertical ne nous paraît pas une différence de nature à changer radicalement le couplage sphère- surface pour des mouvements de très faibles amplitudes.



Nous n'entrerons pas ici plus loin dans les détails de l'analyse théorique. Nous nous bornerons surtout à montrer la robustesse de notre analyse et le fait que la comparaison théorie-expérience repose sur un unique paramètre ajustable : un décalage de la distance pointe surface. De la référence [20], nous pouvons extraire un coefficient de frottement total résultat de la prise en compte du couplage du dipôle induit avec le gradient du champ thermique externe. C'est dans notre cas une modélisation très robuste du couplage des 2 surfaces.

L'expression de ce couplage directement d'après [20] est :

$$\gamma = \frac{9}{16} \frac{\epsilon_0^2}{\sigma^2} k_B T \Delta\omega \frac{a^6}{z_0^8} \quad (5.43)$$

Il est notable que cette expression laisse peu de choix pour des paramètres ajustables et des modifications.

Le rayon de la sphère est  $a=42\mu\text{m}$ ,  $\sigma$  est la conductivité des deux surfaces identiques en or pour nous.  $\Delta\omega$  est une plage spectrale caractéristique des modes en présence. Elle est de l'ordre de  $10^{15}$  Hz. La distance  $z_0$  est bien sûr la distance sphère surface.

Les auteurs donnent une application numérique complète de cette formule qui permet d'écrire en prenant donc  $a=42\mu\text{m}$  et en exprimant  $z_0$  en nanomètre :

$$\Delta f = \frac{\gamma}{m} = 96.44 \frac{1}{z_0^8} 10^{12} \quad (5.44)$$

Quelques remarques :

- ✓ cette formule est en fait construite pour deux surfaces d'argent en regard. Nous l'avons conservée sans modification pour l'adapter à de l'or
- ✓ jusque là le seul paramètre spécifique de notre expérience est le rayon de la sphère.
- ✓ La densité du polystyrène qui constitue la sphère est prise approximative à 1 (masse volumique de  $10^3 \text{ kg/m}^3$ )

La figure 5.16 ci dessous rassemble les résultats expérimentaux du tableau 1, la courbe déduite de la formule ci dessus sans aucune modification et celle pour laquelle nous avons introduit un décalage de +10nm (augmentation systématique de la distance de 10nm).

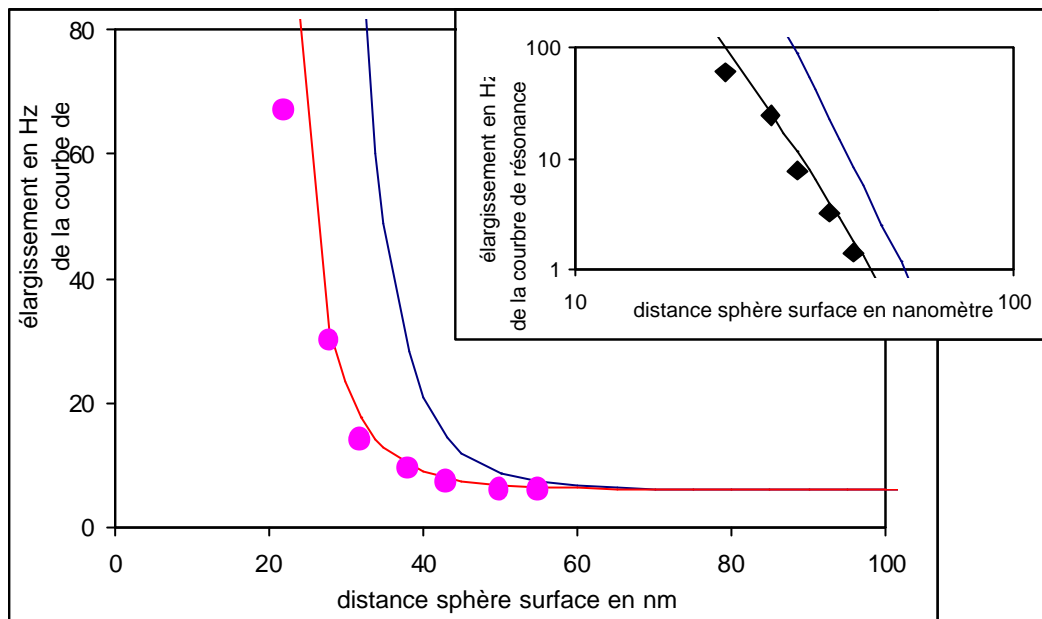


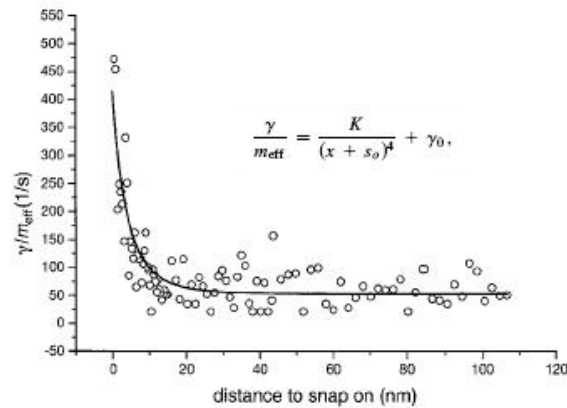
Figure 5.16 : dans cette figure, les points roses sont les données expérimentales avec la distance issue du tableau 1 pour chaque point. La courbe noire en trait épais est le résultat de la formule ci dessus sans aucune modification. La courbe rouge en trait fin est le résultat de la formule ci dessus mais avec un changement de distance systématique de +10nm ajouté à  $z_0$ . La courbe insérée en haut à droite représente les mêmes données expérimentales et les mêmes résultats de calcul à deux différences près : i) il s'agit d'échelles logarithmiques ii) la largeur de la courbe au loin de 6.11Hz a été soustraite.

La première conclusion est que même sans introduire un décalage des distances, la comparaison théorie expérience sans aucun paramètre ajustable montre que dans les 2 cas, cette dissipation supplémentaire intervient pour des échelles inférieures à 100nm avec une variation d'une extrême brutalité qui la rend d'ailleurs difficile à mesurer dans de bonnes conditions. L'introduction d'un décalage des distances montre alors que l'on peut obtenir un accord remarquable entre l'ajustement et les données expérimentales. Soulignons au passage qu'il n'est pas si étonnant que l'introduction de ce décalage soit nécessaire. Notre détermination de la distance, la prise en compte de la dérive du système dans le temps et la rugosité réelle de la surface sont autant de paramètres qui nous échappent ici et qui peuvent aisément justifier ce décalage.

Il est donc extrêmement vraisemblable que nous avons observé ici l'influence sur la dynamique de la sphère d'une friction due aux fluctuations thermiques du champ électromagnétiques entre la sphère et la surface.



Ce résultat est à rapprocher de celui du groupe de Fuchs [21] obtenu lors du couplage pointe AFM-surface pour des distances évidemment très différentes puisque ici le rayon de la pointe est de l'ordre de 10-100nm.



Trois remarques quant à la comparaison de ce résultat avec le nôtre :

- ✓ La différence des distances pour lesquelles on observe ces effets est important entre ces 2 mesures pour lesquelles on passe dans le cas de Dorofeyev et al de  $a = 100 \text{ nm}$  à  $a = 40000 \text{ nm}$  dans notre cas.
- ✓ Dans le cas des mesures AFM la détermination du rayon de la pointe est très approximative, cela conduit notamment à l'utilisation de 2 paramètres ajustables dans la comparaison théorie-expérience : le décalage de l'origine comme dans notre cas (en fait il semble avoir été fixé par la mesure du saut au contact) et le préfacteur K qui inclut toutes les caractéristiques du système
- ✓ Il est remarquable que Dorofeyev et al ont dû utilisé une loi en  $x^4$  au lieu de  $x^8$  comme dans notre cas suivant l'analyse de la référence [19]. Comme Dorofeyev et al le soulignent, dans leur cas à la différence du nôtre le système n'est pas symétrique. L'action du champ thermique émis par la pointe nanométrique est négligeable alors que ce n'est pas du tout le cas dans nos mesures.

Au total, la complémentarité de ces mesures renforce la conclusion que ce mécanisme de friction et donc de couplage au bain thermique par l'excitation thermique des modes de la cavité dus au couplage dans le champ proche des modes évanescents au voisinage des surfaces a bien été mis en évidence.

## REFERENCES CHAPITRE V:

- [1] N. Pottier. *Physique statistique hors d'équilibre : Equation de Boltzmann, réponse linéaire*. Notes de cours. DEA de physique des Solides à l'université Paris VI.
- [2] T.R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne et D.Rugar. *Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*. J. Appl. Phys **69**, 668 (1991).
- [3] D.P.E. Smith. *La Limits of force microscopy*. Rev. Sci. Instrum. **66**, 3191 (1995)
- [4] K.Karrai, I.Tiemann, S.Manus, R.D.Grober, J.Acimovic, J.Schuck, D.Hessman, P.J.Kindlemann, J.Hespanha et A.S.Morse. *Fundamental limits to force detection using quartz tuning forks*. Rev. Sci. Instrum. **71**, 2776 (2000)
- [5] Y. Martin, C.C Williams et H.K. Wickramasinghe,. *Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale*. J. Appl. Phys **61**, 4724 (1987).
- [6] M. Starck. Communication orale.
- [7] Y. Hasegawa, T. Eguchi, T. An, M. Ono, K. Akiyama et T. Sakurai. *Calculation of noise intensity in the frequency demodulation for atomic force microscopy*. Jpn. J. Appl. Phys. **43**, L303 (2003)
- [8] A Garcia-Valenzuela, J Villatoro. *Noise in optical measurements of cantilever deflection*. J. Appl. Phys **84**, 58 (1998).
- [9] R. Boisgard, G. Couturier et J.P Aimé. *Microscopie de force dynamique*. Notes de cours de l'école thématique « les microscopies à sondes locales ». Partie B. Ax les Thermes (Mars 2004)
- [10] F. Reif. *Fundamentals of Statistical and thermal physics*. Mc Graw- Hill International student edition. (1965)
- [11] E.Belorisky et W. Gorecki. *Introduction à la mécanique statistique*. Presse Universitaire de Grenoble. (1998)
- [12] B.W. Harris, F. Chen et U.Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force using gold surfaces*. Phys. Rev A, **62**, 052109(2000)
- [13] A. Roy, C.Y. Lin et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D. **60**, R111101 (1999)
- [14] M. F. Bocko et R. Onofrio. *On the Measurement of a Weak Classical Force coupled to a Harmonic Oscillator: Experimental Progress*. Rev. Mod. Phys. **68**, 755 (1996).

- [15] A. Mc Cleland. *Introduction to Nanomechanics*. lecture 11, Ecole d'été à Jyväskylä (Août 2004)
- [16] C. Höhberger Metzger et K. Karrai. *Cavity cooling of a microlever*. NATURE **432**,1002 (2004)
- [17] V.Radeka. The 'kTC Noise' – Equipartition, Fluctuation-Dissipation and Detection Sensitivity. Seminaire au BNL (Juin 2002)
- [18] M.S. Tomassone and A. Widom , Phys. Rev. B **56**, 4938, (1997)
- [19] Friction forces arising from fluctuating thermal fields, Jorge R. Zurita-Sanchez, Jean-Jacques Greffet, Lukas Novotny, Phys. Rev. A **69**, 022902-6 (2004)
- [20] Definition and measurement of the local density of electromagnetic states close to an interface, Karl Joulain, Rémi Carminati, Jean-Philippe Mulet, Jean-Jacques Greffet, Phys. Rev. B **68**, 245405 (2003)
- [21] Brownian Motion of Microscopic Solids under the Action of Fluctuating Electromagnetic Fields, I. Dorofeyev, H. Fuchs, G. Wenning, B. Gotsmann, Phys. Rev. Lett. **83**, 2402, (1999).

## **CHAPITRE VI. MESURES QUANTITATIVES DE FORCES FAIBLES EN MODE STATIQUE.**

Les mesures présentées dans ce chapitre ont été réalisées sur l'AFM Omicron. Ces mesures ont été effectuées en mode statique et avaient pour but premier de mesurer la force de Casimir aux longues distances. Le principe des mesures présentées est identique aux mesures effectuées par U. Mohideen présentées dans le chapitre III [1][2]. Comme nous le verrons, en utilisant cet appareil nous n'avons pas réussi à obtenir une mesure de la force de Casimir. Cet échec nous a conduit par la suite à considérer avec plus de succès les mesures en mode dynamique qui seront décrites dans les chapitres suivants. Toutefois, cette méthode nous a permis de mesurer la force capacitive et d'effectuer une analyse quantitative des expériences. Ainsi les résultats présentés ici nous ont permis de valider la préparation des sphères d'une part et la méthode mise en place pour mesurer quantitativement des forces faibles. En effet, comme nous le verrons, les forces mises en jeu dans ce chapitre sont inférieures au nanonewton.

### **VI.1. DETERMINATION DE LA DISTANCE ABSOLUE ET DE LA CONSTANTE DE RAIDEUR DU MICROLEVIER.**

#### **VI.1.1. DETERMINATION DE LA DISTANCE ABSOLUE**

L'étude quantitative des interactions entre une pointe et une surface à partir de mesures en AFM est d'abord limitée par la difficulté de déterminer avec précision la constante de raideur du microlevier et dans certains cas la distance absolue. Cette difficulté majeure généralement incontournable est essentiellement liée à la géométrie de la pointe qui conduit à une comparaison expérience théorie avec plusieurs paramètres ajustables. La méthode que nous avons utilisée repose sur l'utilisation de la géométrie sphère-plan parfaitement déterminée. Notamment, la description théorique du couplage capacitif entre une sphère et plan est très bien connue. De plus, l'utilisation d'une sphère micrométrique permet de mesurer les forces attractives à grande distance en mode statique.

Cette méthode est essentiellement expérimentale et est schématisée sur la figure 6.1. Elle consiste à mesurer la force capacitive entre la sphère et la surface en faisant varier leur différence de potentiel pour différentes distances. La distance relative entre chaque mesure est connue et est donnée par la tension appliquée au tube piézoélectrique.

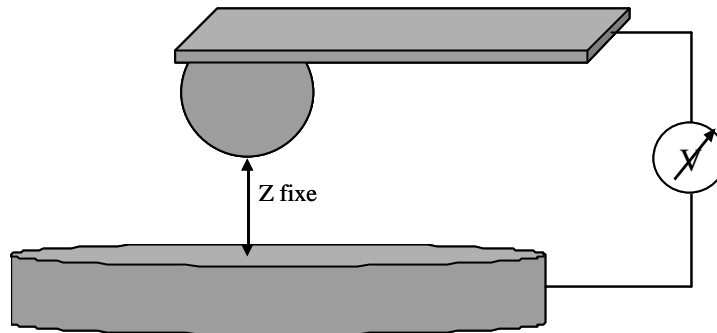


Figure 6.1 : Schéma de principe de la mesure : alors que la distance sphère-surface est constante, on mesure la déflexion du microlevier en fonction du potentiel appliqué au microlevier.

La figure 6.2 montre les mesures de la déflexion du microlevier lorsque nous faisons varier le potentiel appliqué au microlevier de  $-0,4$  à  $0,6$  Volts.

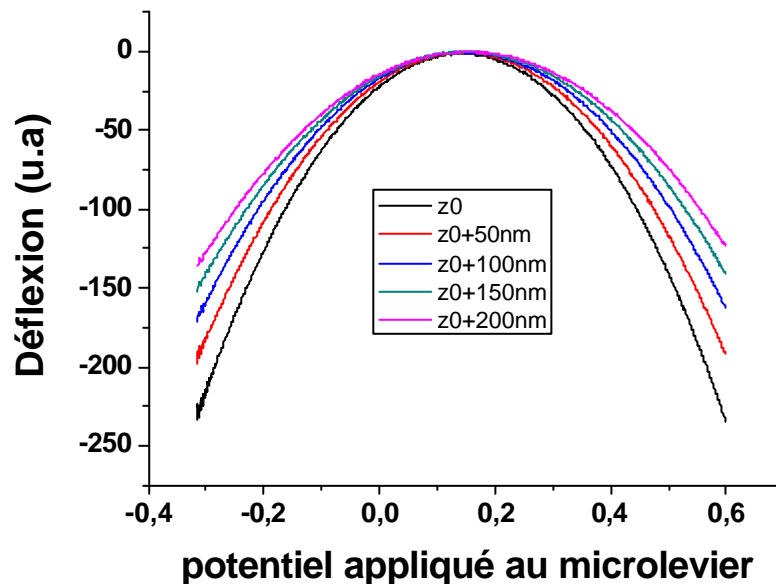


Figure 6.2 : Mesure de la déflexion du microlevier en fonction du potentiel qui lui est appliqué, pour 5 distances sphères surfaces différentes. Chaque courbe correspond à une moyenne de 5 courbes expérimentales

Elles correspondent pour chaque distance à une moyenne de 5 courbes. Aucun autre traitement sur les courbes n'a été jusqu'à présent réalisé mis à part l'alignement vertical des courbes pour que la déflexion soit nulle lorsqu'il n'y a pas de différence de potentiel entre la sphère et la surface (ce qui correspond au maxima de chaque courbes). En effet, l'alignement du faisceau laser sur la photodiode est ajusté pour que la force mesurée soit nulle en absence d'interaction. Toutefois, l'alignement en zéro est difficilement réalisable avec la précision nécessaire à nos mesures et peut évoluer après un grand nombre de mesures. Ainsi lors de l'analyse des courbes présentées tout au long de ce chapitre, un ajustement suivant l'axe des ordonnées est systématiquement effectué. Cet ajustement est le seul réalisé au cours de l'analyse des courbes, si d'autres ajustements sont effectués cela sera alors précisé.

Nous pouvons observer que sans potentiel appliqué sur le microlevier, il existe une différence de potentiel de surface entre la sphère et l'échantillon et que celle-ci varie d'une courbe à l'autre. Cette variation a été systématiquement observée lors de nos mesures. Toutefois, des mesures similaires ont été réalisées non plus en variant la distance avec le tube piézoélectrique mais en utilisant le moteur inertiel de l'approche grossière. Dans ce cas, nous n'observons pas de variations de potentiel de surface. Ceci nous suggère que ces variations ne dépendent pas de la distance entre la sphère et la surface, ce qui pourrait se produire s'il existait des charges piégées, mais de la tension appliquée au tube piézoélectrique. Une étude systématique de ces variations montre une dépendance linéaire avec la tension appliquée au tube piézoélectrique. Cette variation est représentée sur la figure 6.3.

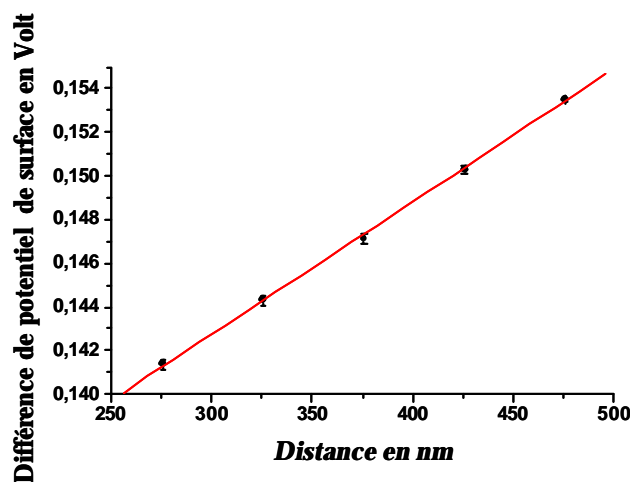


Figure 6.3 : Mesure du décalage de la différence de potentiel de surface entre la sphère et la surface en fonction de la distance de séparation.

Dans ce graphique, les valeurs données en abscisse correspondent à la distance absolue entre la sphère et la surface c'est-à-dire la distance réelle pour laquelle le zéro est parfaitement défini. Ces valeurs ont été déterminées à partir de l'analyse qui suit et ne sont vraies que pour la série d'expérience présentée dans ce chapitre. Pour chaque nouvelle série d'expérience, il faudrait recalculer la distance absolue. Ainsi, lors des mesures de la force en fonction de la distance, le potentiel de surface varie durant l'approche. De fait, nous devons tenir compte de cet effet dans l'analyse des courbes. Ceci dit, pour des mesures approche/retrait sur une gamme de distances de l'ordre de quelques centaines de nanomètres, la différence de potentiel sphère/surface prend des valeurs de l'ordre de 10mV au plus près, c'est à dire environ 150nm si on a pris soin de compenser la différence de potentiel de surface aux grandes distances de séparation. Nous avons vu dans le chapitre I que la force capacitive pour une telle différence de potentiel est négligeable. Toutefois, pour une différence de potentiel plus importante telle que 0,50 Volts, une variation de 10 mV sur les distances sondées, conduit à une différence de potentiel de 0.49 Volts au plus près. Or à 150 nm de la surface, l'écart entre la force capacitive pour une différence de potentiel de 0.49V et de 0.5V diffère de presque 100pN ce qui rend dans ce cas cet effet non négligeable. Nous y reviendrons un peu plus loin dans ce chapitre.

A partir de maintenant, pour les mesures présentées dans ce paragraphe, la déflexion mesurée sera exprimée en fonction de la différence de potentiel entre la sphère et la surface et non plus en fonction du potentiel appliqué sur le microlevier. Ceci s'effectue en soustrayant au potentiel appliqué au microlevier la différence de potentiel de surface déterminée précédemment pour chacune des courbes.

Soulignons à ce stade de l'analyse, que le signal issu de la photodiode n'est pas encore calibré. En d'autres termes, le déplacement du spot laser dans la photodiode est directement proportionnel à la flexion du microlevier or nous ne connaissons pas encore ce coefficient de proportionnalité. Mais comme nous le verrons ce n'est pas nécessaire en vue de déterminer la distance absolue. L'expression de la force capacitive pour chacune des courbes peut s'écrire pour des unités arbitraires (en fait, en unité du signal de photodiode) en considérant un facteur  $\alpha$  correspond au facteur de calibrage du signal de photodiode en unité de force:

$$\begin{aligned}
F_1 &= \mathbf{ape}_0 \frac{R}{z_1} V^2 \\
F_2 &= \mathbf{ape}_0 \frac{R}{z_2} V^2 = \mathbf{ape}_0 \frac{R}{z_1 + \Delta z_{12}} V^2 \\
&\dots\dots \\
F_i &= \mathbf{ape}_0 \frac{R}{z_i} V^2 = \mathbf{ape}_0 \frac{R}{z_{i-1} + \Delta z_{i-1}} V^2
\end{aligned} \tag{6.1}$$

Avec  $z_1$  (resp.  $z_i$ ) la distance absolue entre la sphère et la surface pour la première mesure (resp.  $i^{\text{ème}}$  mesure),  $\Delta z$  la distance relative entre chacune des mesures. Pour nos mesures qui sont présentées ici la valeur est toujours la même et elle vaut 50 nm.

D'après les équations 6.1, pour une même valeur de  $V$  le rapport entre deux courbes mesurées donne directement la valeur de la distance absolue pour la  $i^{\text{ème}}$ -1 mesure et donc pour toutes les mesures selon la relation :

$$\frac{F_i}{F_{i-1}} = \frac{z_{i-1}}{z_{i-1} + \Delta z_i} \tag{6.2}$$

L'analyse est effectuée sur chacune des courbes permettant ainsi d'améliorer la statistique mais aussi de vérifier la qualité de la mesure à travers la cohérence et la bonne correspondance des distances ainsi calculées pour chaque courbe.

En pratique, la distance relative entre chaque courbe correspond aux variations des tensions appliquées au tube piézoélectrique, de fait cette description, qui est la description usuelle, ne tient pas compte des variations de distances liées à la déflexion du levier. En général pour des mesures AFM standard, cet effet est négligeable. En effet, les mesures des interactions attractives entre une pointe et une surface s'effectuent toujours en mode oscillant pour lesquels les microleviers utilisés ont des constantes de raideur élevées[3][4][5]. Ici pour un levier avec une constante de raideur  $k$  de 0,01 N/m, une force de 1 nN entraînerait une déflexion proche de 100 nm ce qui est du même ordre de grandeur que les distances sondées lors des mesures. A ce stade de l'analyse, nous ne connaissons pas encore la valeur exacte de  $k$ . De fait, il ne nous est donc pas possible de considérer cet effet dans l'analyse de nos courbes. Toutefois, la déflexion du levier est d'autant plus importante que la différence de potentiel, et donc la force, est grande. Ainsi, l'erreur dans la détermination de la distance due à la déflexion du levier qui n'est pas prise en compte provient essentiellement des extrémités des paraboles, là où elle est la



plus importante. Dans notre méthode, la déflexion introduit une distance plus faible qu'elle ne l'est réellement. Pour pouvoir déterminer la distance, nous avons dû prendre en compte uniquement les parties des courbes pour lesquelles nous estimions la déflexion négligeable devant la distance. Pour cela nous avons reproduit l'analyse en considérant tout d'abord la totalité des courbes mesurées puis en supprimant graduellement les extrémités des courbes autant de fois qu'il a été nécessaire. Nous avons ensuite reporté sur le graphique (figure 6.4) toutes les distances calculées.

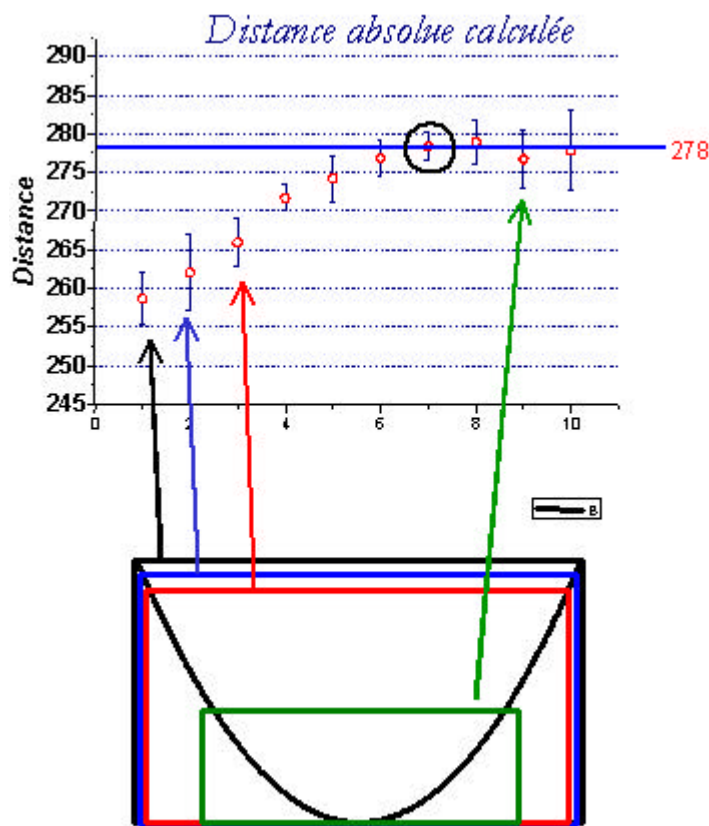


Figure 6.4 : Graphique montrant la distance absolue calculée en fonction des points de la courbe pris en compte. Une vue schématique des zones considérées est représentée en bas. Les zones considérées se trouvent à l'intérieur des rectangles.

Le premier point à gauche correspond à l'analyse faite sur les courbes mesurées dans leur intégralité et le dernier à droite correspond à l'analyse sur les courbes dont nous avons supprimé le plus de points, en partant des potentiels élevés en valeur absolue. Nos mesures permettent d'observer clairement que la distance calculée est d'autant plus grande que la partie supprimée de la courbe est importante. Puis, nous observons une convergence de la distance

vers la valeur de 278 nm, cela signifie que la déflexion devient négligeable sur toutes les régions considérées lors de l'analyse des courbes. Lorsque nous ne prenons en compte sur les courbes mesurées que les points correspondant aux plus faibles valeurs de V, en particulier aux grandes séparations sphère/surface, la déflexion mesurée devient extrêmement faible et nous sommes à la limite de la sensibilité de la détection. Ainsi, dans le cas particulier de cette distance 278nm, pour les derniers points de la courbe, on observe une augmentation sensible de l'incertitude sur la distance calculée.

Le point encerclé dans la figure 6.4 correspond à l'analyse sur une zone des courbes pour laquelle la déflexion est à la fois négligeable devant la distance entre la sphère et la surface et suffisamment grande pour être mesurée avec précision. Pour le calibrage du signal de photodiode nous utiliserons les courbes correspondant à ce point. Ces courbes sont représentées dans la figure 6.5 :

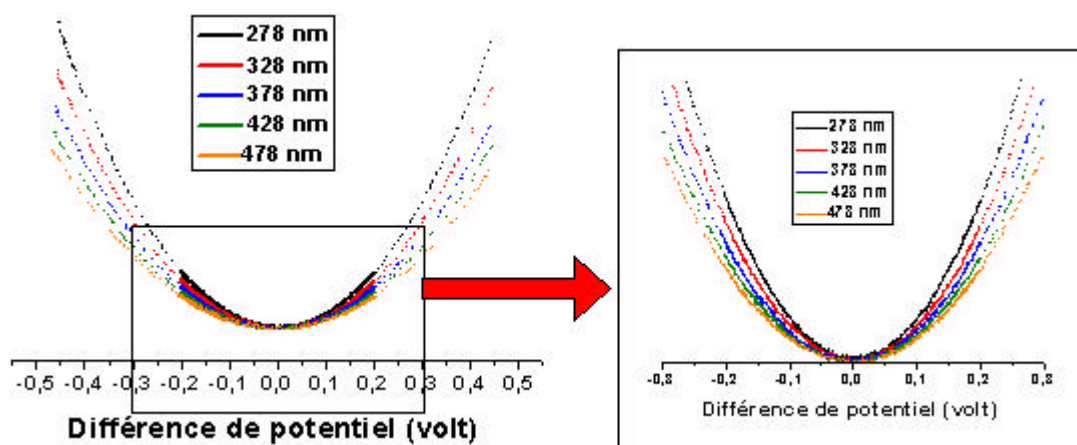


Figure 6.5 : Courbes utilisées pour calculer la distance absolue. Les courbes en pointillés correspondent à l'intégralité des courbes mesurées. Les courbes en gras correspondent aux zones considérées pour le calcul de la distance absolue. Elles correspondent aux parties pour lesquelles la déflexion est négligeable.

### VI.1.2. CALIBRAGE DE LA PHOTODIODE.

Nous savons de l'analyse précédente, que la déflexion du levier est négligeable pour les parties en gras des courbes de la figure 6.5. Ainsi elles peuvent être décrites à partir des équations 6.1 pour lesquelles seul le paramètre  $\alpha$  reste encore inconnu. Pour déterminer  $\alpha$ , et ainsi calibrer le

signal de photodiode en unité de force il nous suffit de calculer le rapport entre ces courbes et les courbes théoriques décrivant la force capacitive soit :

$$F_{cap} = \frac{\pi\epsilon_0 R}{z} V^2 \quad (6.3)$$

Le rayon de la sphère étant de 42  $\mu\text{m}$  nous trouvons pour  $\alpha$  une valeur de 247,6. Nous pouvons ainsi retracer les courbes de la figure 6.2 mais avec l'axe des ordonnées exprimé cette fois-ci en nanoNewton. Nous observons ainsi sur la figure 6.6 que les forces mesurées sont inférieures à 1nN pour des différences de potentiel variant de  $-0,5$  à  $0,5$  Volts.

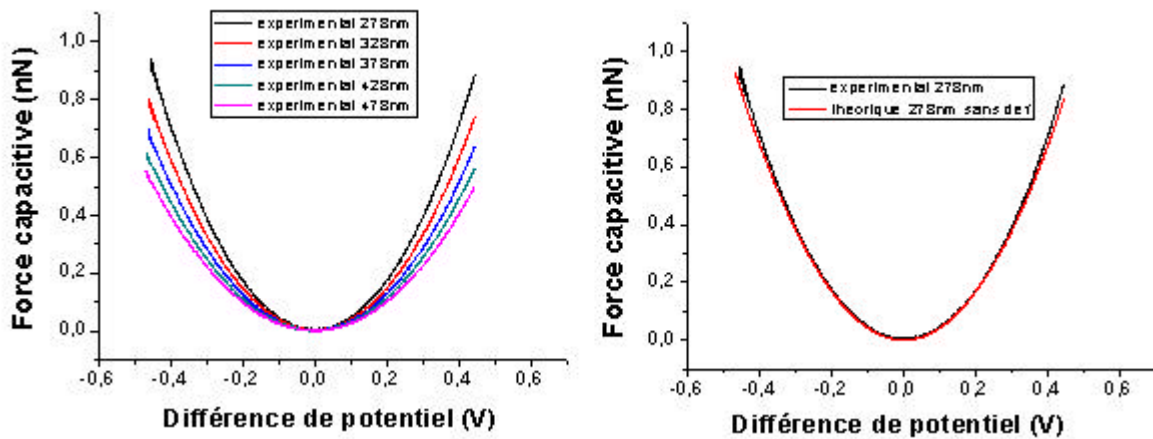


Figure 6.6 : Mesures de la déflexion en fonction de la différence de potentiel entre la sphère et la surface. A gauche, est montrée l'intégralité des courbes mesurées. Les courbes sont identiques à celles de la figure 6.2 mais sont exprimées ici en nanonewton. A droite, la courbe expérimentale pour une distance de 278 nm est comparée à la force capacitive théorique qui ne tient pas compte de la déflexion du microlevier.

La courbe pour  $z$  égale à 278 nm est directement comparée à une courbe donnée par l'équation 6.3. La différence entre ces deux courbes montre clairement que la courbe mesurée n'est pas une parabole comme on pouvait s'y attendre. Cet écart à la parabole est lié à la déflexion du microlevier. Ainsi pour effectuer une analyse quantitative de la force mesurée, il est nécessaire de considérer cet effet.

La déflexion du microlevier est proportionnelle à la constante de raideur. De fait, il est nécessaire de déterminer avec précision la constante de raideur du levier pour pouvoir déterminer la correction sur la distance sphère-surface liée au déplacement du microlevier.

### VI.1.3. DETERMINATION DE LA CONSTANTE DE RAIDEUR

De nombreuses méthodes ont été mises au point pour déterminer la constante de raideur des microleviers en AFM. Une première méthode largement utilisée consiste à mesurer la densité spectrale de bruit thermique du microlevier (c'est à dire pour mémoire la transformée de Fourier de la fonction de corrélation déplacement-déplacement) [6][7]. A partir de l'expression de la densité spectrale donnée par  $J_F(\omega) = \frac{4kk_B T}{\omega_0 Q}$ , il est possible de remonter à la valeur de

$k$  qui est alors le seul paramètre non connu. L'analyse du bruit thermique peut permettre aussi de déterminer la constante de raideur en torsion pour un microlevier triangulaire [8]. Cleveland et al. proposent de déterminer la constante de raideur en mesurant la fréquence de résonance avant et après avoir ajouter une masse au microlevier.[9]

La précision de ces méthodes est pour l'essentiel limitée par le calibrage du signal de photodiode qui est dans la très grande majorité des cas obtenus par la méthode décrite juste avant et qui repose sur les valeurs de  $k$  données par le constructeur avec une précision de 15% environ [7]. Dans le paragraphe précédent, nous avons déterminé le calibrage du signal de photodiode pour le microlevier et pour une intensité laser déterminée. Ceci nous a permis de déterminer la force capacitive en unité de force pour la déflexion mesurée. Ce calibrage reste vrai pour toutes mesures avec le même microlevier et la même intensité laser. Il semble difficile d'estimer l'erreur sur notre calibrage. Toutefois, la bonne concordance entre les mesures et la théorie, comme nous le verrons durant ce chapitre, nous assure que la précision du calibrage est satisfaisante pour nos mesures.

Sous ultra vide, le contact entre deux objets métalliques conduit souvent à une forte adhésion. Lors de la rupture du pont par arrachement une rugosification des surfaces en regard se crée. De fait, lors des mesures de force en fonction de la distance nous avons voulu éviter au maximum le contact entre la sphère et la surface tout en essayant de diminuer au maximum la

distance de séparation. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe suivant. Un tel contrôle de la distance est très délicat étant donné le grand nombre de mesures réalisées. Malgré toutes les précautions prises, un contact peut se produire de façon involontaire. La courbe présentée dans la figure 6.7 montre un exemple d'une courbe d'approche avec un contact franc entre la sphère et la surface. Nous avons utilisé cette courbe pour déterminer la constante de raideur du levier en considérant que le levier est beaucoup plus souple que la surface et que la sphère. La photodiode étant pour ce microlevier calibrée en force, la pente de la droite donne donc directement la valeur de  $k$ . On a trouvé pour  $k$  une valeur de  $0.046 \text{ N/m}$ . Cette valeur est dans la gamme des valeurs données par le constructeur pour ce microlevier. Ainsi, la présence de la colle et de la sphère n'a pas ou très peu modifié la valeur de  $k$ .

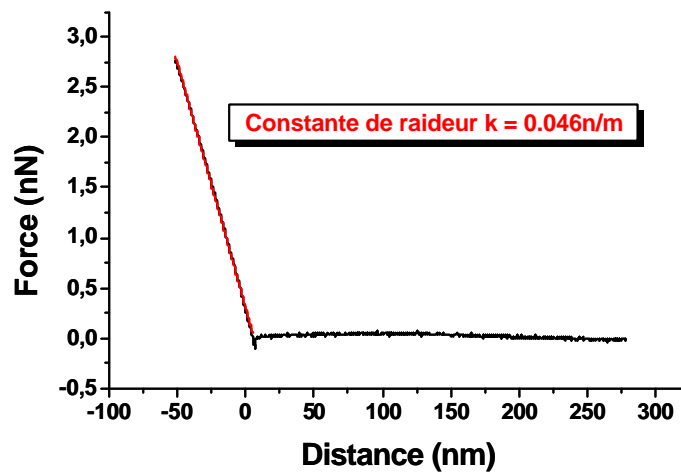


Figure 6.7 : Courbe d'approche avec un contact franc. La photodiode est calibrée en nanonewton pour ce microlevier. La pente après contact nous donne ainsi directement la constante de raideur du microlevier.

Connaissant maintenant la valeur de  $k$ , nous pouvons analyser quantitativement les courbes précédentes pour toutes les valeurs de  $V$  en prenant en compte la déflexion du levier :

Dans ce cas la force capacitive peut s'écrire :

$$F_{cap}^{def} = \frac{\pi \epsilon_0 R}{(z + \Delta z_{def})} V^2 \quad (6.4)$$

Avec  $z$  la distance absolue telle que nous l'avons calculée précédemment et à laquelle il faut ajouter la déflexion  $\Delta z_{def}$ .

Pour déterminer  $\Delta z_{def}$  nous considérons la position d'équilibre du microlevier donnée par :

$$k\Delta z_{def} = \frac{\pi\epsilon_0 R}{(z + \Delta z_{def})} V^2 \quad (6.5)$$

La résolution de l'équation nous donne :

$$\Delta z_{def} = \frac{1}{2} \left( z - \sqrt{z^2 + \frac{2\pi\epsilon_0 R V^2}{k}} \right) \quad (6.6)$$

En introduisant ce résultat dans l'équation (6.4) on obtient pour l'expression de la force capacitive la nouvelle expression :

$$F_{cap}^{def} = \frac{\pi\epsilon_0 R}{\frac{z}{2} + \frac{1}{2} \left( z - \sqrt{z^2 + \frac{2\pi\epsilon_0 R V^2}{k}} \right)} V^2 \quad (6.7)$$

Soit en développant au premier ordre on obtient :

$$F_{cap}^{def} = F_{cap} \left( 1 + \frac{\pi\epsilon_0 R}{kz^2} V^2 \right) = \frac{\pi\epsilon_0 R}{z} V^2 + \frac{(\pi\epsilon_0 R)^2}{kz^3} V^4 \quad (6.8)$$

Ainsi l'écart à la parabole observé dans nos mesures peut être décrit en ajoutant un terme d'ordre supérieur en  $V^4$ . Ainsi nous obtenons :

$$F_{cap}^{def} - F_{cap} = \frac{(\pi\epsilon_0 R)^2}{kz^3} V^4 \quad (6.9)$$

Dans la figure 6.8 nous avons tracé la différence entre les courbes expérimentales et  $F_{cap}$  pour deux distances. Ces courbes sont directement comparées au résultat donné par l'équation (6.9). Par souci de clarté, les courbes ont été décalées artificiellement dans la direction verticale. Pour  $V = 0$ , aucune force n'étant appliquée, l'écart à la parabole est nul pour les deux courbes. De plus, plus la force est grande plus la déflexion sera grande et donc plus cet effet sera important. C'est ce que nous observons, la correction est d'autant plus forte que les valeurs de  $V$  sont grandes et se manifestent grandement pour les plus courtes distances.

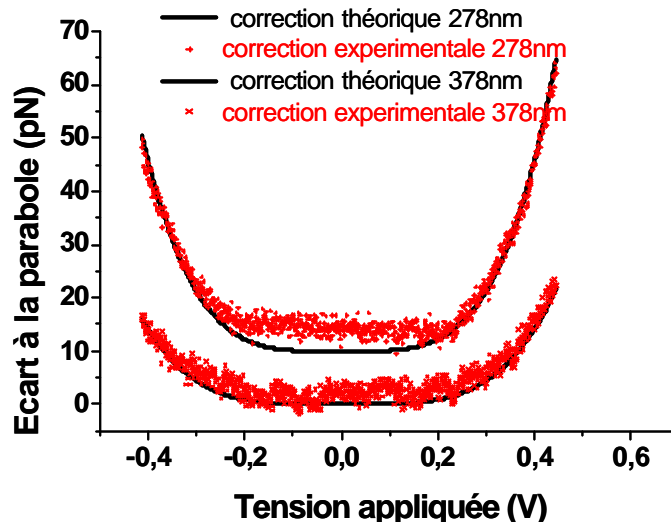


Figure 6.8. Déviation par rapport à la parabole lors des mesures de forces capacitives en fonction de la différence de potentiel entre la sphère et la surface. Cette déviation apparaît lorsque la déflexion du microlevier n'est plus négligeable par rapport à la distance sphère surface.

Sur la figure 6.9 nous avons reporté les mesures expérimentales de la force en fonction de la différence de potentiel entre la sphère et la surface. Ces courbes sont directement comparées avec la force capacitive donnée par l'équation (6.7).

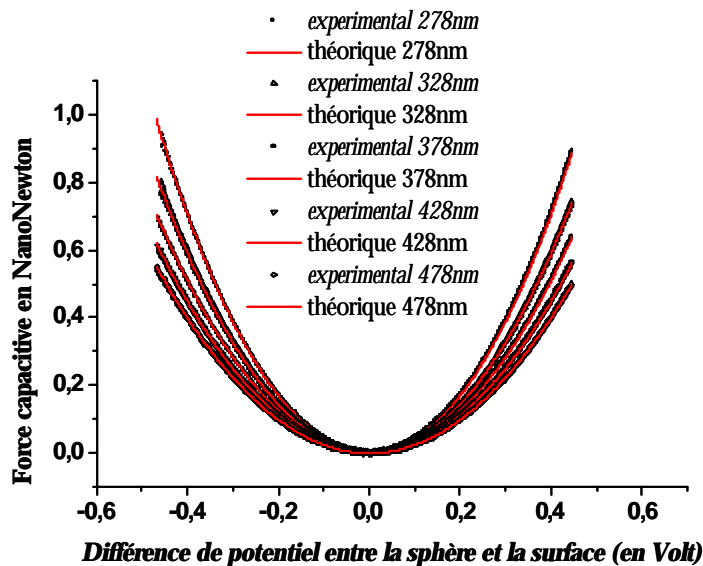


Figure 6.9 : Comparaison entre les courbes expérimentales de la mesure de la force capacitive en fonction de la différence de potentiel entre la sphère et la surface et les courbes théoriques tenant compte de la déflexion du microlevier.

La bonne concordance entre les courbes expérimentales et le traitement théorique permet donc de valider la préparation des sphères et la méthode mise en place pour la mesure quantitative de forces faibles. La dépendance en  $V^4$  est responsable de la courbe très plate au centre, ce qui permet d'obtenir bien souvent des mesures de forces capacitives très bien décrites par des paraboles. Notamment notre méthode permet la détermination de façon indépendante de  $z$ ,  $k$  et  $R$ . Ces paramètres ainsi déterminés, l'étape suivante consiste à mesurer les interactions entre la sphère et la surface en fonction de la distance. C'est l'objet du paragraphe suivant.

## **VI.2. MESURE DE LA FORCE CAPACITIVE EN FONCTION DE LA DISTANCE**

Les mesures de la force capacitive en fonction du potentiel appliqué sur le microlevier nous ont permis de déterminer la distance absolue entre la sphère et la surface, de calibrer le signal en sortie de la photodiode et enfin de déterminer la constante de raideur du microlevier. La détermination de ces paramètres a pour but l'analyse quantitative de courbes de force en fonction de la distance présentée dans ce paragraphe. Ces courbes expérimentales seront comparées aux courbes théoriques incluant les paramètres déterminés précédemment et ainsi sans paramètre ajustable. Pour cela, les mesures doivent être effectuées dans la continuité des mesures présentées précédemment. Notamment, sous réserve d'une dérive du tube piézoélectrique, la distance absolue calculée précédemment reste la distance de référence pour ces mesures. Nous reviendrons sur les effets des dérives du piézoélectrique à la fin de ce paragraphe.

Le principe de la mesure est schématisé sur la figure 6.9. Ce mode de mesure est largement répandu en AFM et est communément appelé courbe d'approche retrait. Toutefois, comme nous l'avons décrit dans le chapitre II, ces courbes d'approches en mode statique ont généralement pour but d'étudier l'interaction après le contact entre la pointe et levier. Ici, nous nous intéressons uniquement à l'interaction attractive avant contact. Cette interaction attractive est en général très difficile à mesurer avec une pointe nanométrique. On rencontre rapidement



le régime pour lequel le gradient de la force devient supérieur à  $k$  avec alors un saut irréversible de la pointe sur la surface.

Cette fois, le potentiel appliqué au microlevier, et donc à la sphère, est maintenu constant et la déflexion est mesurée en fonction de la distance entre la sphère et la surface. Le potentiel est ajusté pour effectuer des mesures de forces capacitives ou bien pour compenser la différence de potentiel entre la surface et la sphère afin de mesurer la force de van der Waals/Casimir.

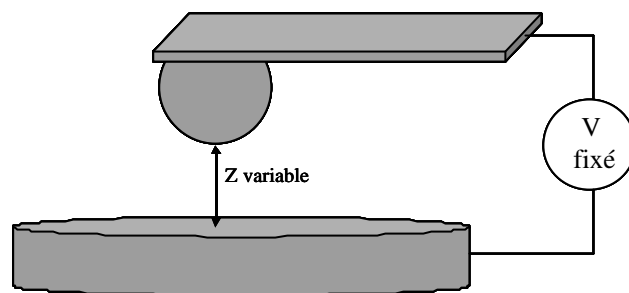


Figure 6.10 : Schéma de principe de la mesure de force en fonction de la distance.

Les mesures présentées dans ce paragraphe ont été effectuées pour des distances sphère surface allant de 475 nm à 220 nm. Cette échelle de distance est directement issue de la distance calculée dans le paragraphe précédent. Les potentiels appliqués à la sphère sont de 0,5 V, 0,3V, -0,3V, -0,25 V et 0,15V. Ce dernier correspond au potentiel à appliquer pour compenser la différence de potentiel entre la sphère et la surface à la distance initiale de 475 nm. La figure 6.11 montre les courbes mesurées pour chacun de ces potentiels. Chaque courbe est une moyenne directe de 5 courbes expérimentales. L'échelle est directement donnée en nanonewton en bénéficiant du calibrage effectué précédemment.

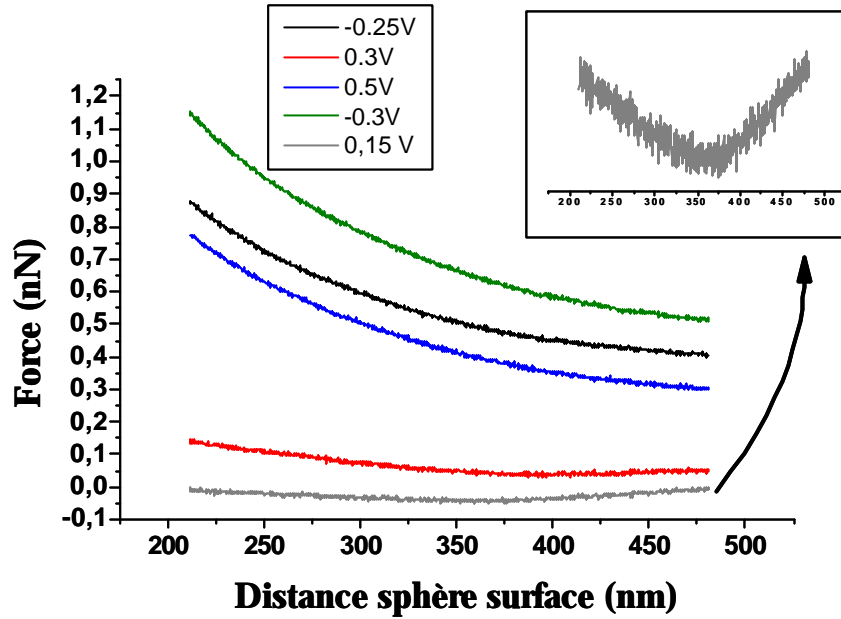


Figure 6.11 : Mesure de la force entre la sphère et la surface pour différents potentiels appliqués à la sphère. La courbe grise correspond à une mesure pour une différence de potentiel sphère surface compensée.

La courbe pour laquelle nous avons compensé la différence de potentiel entre la sphère et la surface montre une variation du signal que nous attribuons majoritairement à une interférence laser. L'amplitude de cette variation du signal dépend en parti du positionnement du faisceau laser incident sur le microlevier. Une optimisation de la position permet de diminuer cette amplitude sans toutefois, selon notre expérience, l'annuler, ce qui est une difficulté majeure en vue de mesurer la force de Van der Waals/Casimir. Nous reviendrons plus en détails sur ce point plus loin. De fait, cet effet apporte une contribution au signal pour chacune des courbes mesurées. Afin d'effectuer une analyse quantitative des mesures de forces capacitives nous avons soustrait la courbe pour laquelle la différence de potentiel est compensée aux autres courbes, éliminant ainsi la contribution liée aux interférences laser. Les courbes ainsi obtenues sont reportées sur la figure 6.12. Ces courbes sont directement comparées aux courbes théoriques obtenues par l'équation 6.8 qui pour mémoire est :

$$F_{cap}^{def} = F_{cap} \left( 1 + \frac{\pi \epsilon_0 R}{kz^2} V^2 \right) = \frac{\pi \epsilon_0 R}{z} V^2 + \frac{(\pi \epsilon_0 R)^2}{kz^3} V^4$$

Dans cette expression, tous les paramètres ont été déterminés précédemment. Notamment,  $V$  correspond à la différence de potentiel entre la sphère et la surface. Sa valeur est donc donnée par la différence entre le potentiel appliqué à la sphère et le potentiel de compensation, lequel, comme nous l'avons vu au début de ce chapitre, varie linéairement avec la tension appliquée au piézoélectrique et donc avec la distance.

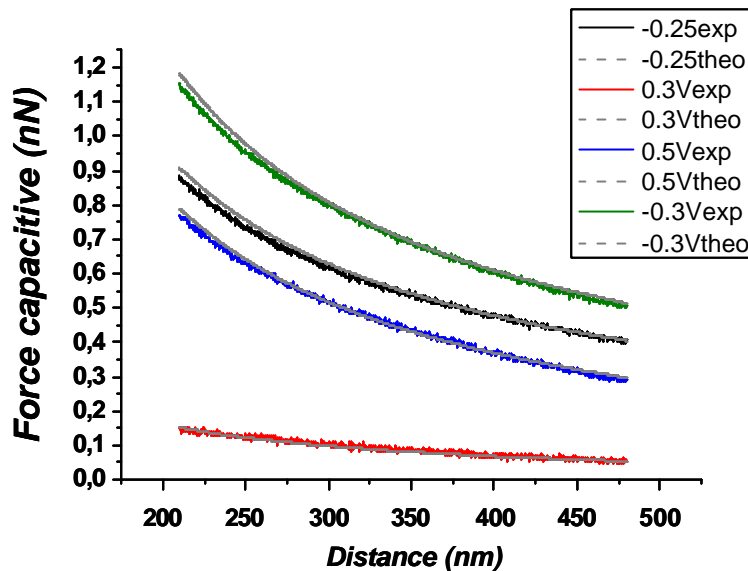


Figure 6.12 : Mesures de la force capacitive en fonction de la distance pour différents potentiels appliqués au microlevier. Ces mesures sont directement comparées aux courbes données par l'équation 6.8. Les paramètres utilisés dans cette formule correspondent à ceux déterminés précédemment. On observe un désaccord entre la mesure et la théorie.

La comparaison entre les courbes expérimentales et les courbes théoriques fait apparaître une différence aux courtes distances. Parmi les paramètres déterminés à partir des mesures de la déflexion en fonction du potentiel appliqué au microlevier (cf. paragraphe précédent), seule la distance absolue  $z$  est susceptible d'évoluer au cours du temps notamment sous l'effet des dérives du tube piézoélectrique. En tenant compte de cet effet, nous avons décalé la distance calculée précédemment de 5 nm. En introduisant cette nouvelle distance absolue sphère-surface, la concordance entre les courbes expérimentales et les courbes théoriques en est largement améliorée comme le montre la figure 6.13 :

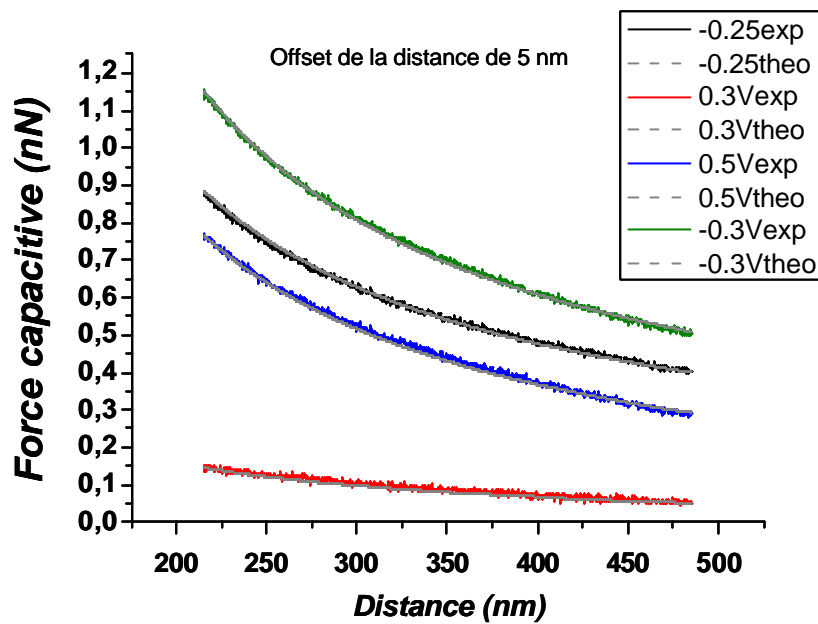


Figure 6.13 : Mesures de la force capacitive en fonction de la distance. Seul un décalage de 5 nm de la distance a été considéré par rapport à la figure précédente. Ce décalage introduit dans l'équation 6.8 donne un bon accord entre les mesures et la théorie.

Pour éviter les risques de contact entre la surface et la sphère, les potentiels appliqués au microlevier et les distances sondées sont très proches de ceux utilisés pour les mesures présentées dans le paragraphe VI.1. En vue de mesurer la force De van der Waals/Casimir, il est ensuite nécessaire de diminuer au maximum la distance la plus proche entre la sphère et la surface. Pour limiter les risques de contact, les courbes mesurées par la suite l'ont été pour des potentiels appliqués au microlevier les plus faibles possibles. Dans les séries de mesures suivantes un contact accidentel a été observé et correspond à la courbe présentée figure 6.8 utilisée pour déterminer  $k$ . Bien souvent lors d'un tel contact, la liaison métallique est trop forte pour permettre une rupture de cette liaison en retirant le levier sur des distances limitées par la course du piézoélectrique. Il est alors nécessaire de se retirer avec le moteur de l'approche grossière perdant, de fait, le bénéfice de la distance absolue déterminée précédemment. Au contraire, lors de ces mesures la course du piézoélectrique nous a permis la rupture du contact. Toutefois, comme le montre la figure 6.14, après contact le signal parasite lié en partie aux interférences laser a évolué. La Figure 6.14 correspond aux données brutes de la mesure de force en fonction de la distance tracées en piconewton à partir du calibrage

précédent pour un potentiel appliqué au microlevier de 0,05 Volt, 0,2 Volt et 0,15 Volt. Cette dernière tension correspond à une mesure pour une différence de potentiel entre la sphère et la surface nulle.

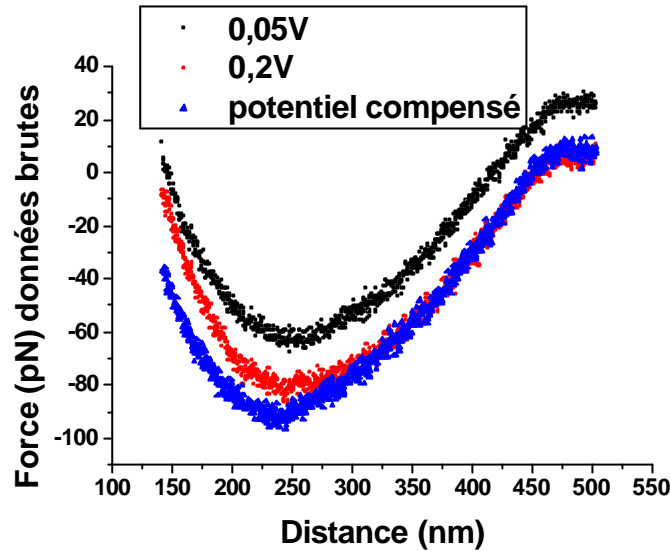


Figure 6.14 : Données brutes de la mesure de courbes d'approche après le contact franc.

Dans la figure 6.15, sont représentées en noir les courbes expérimentales ( $V=0,05$  Volt et  $V=0,2$  Volt) auxquelles on a retranché la courbe en potentiel compensé.

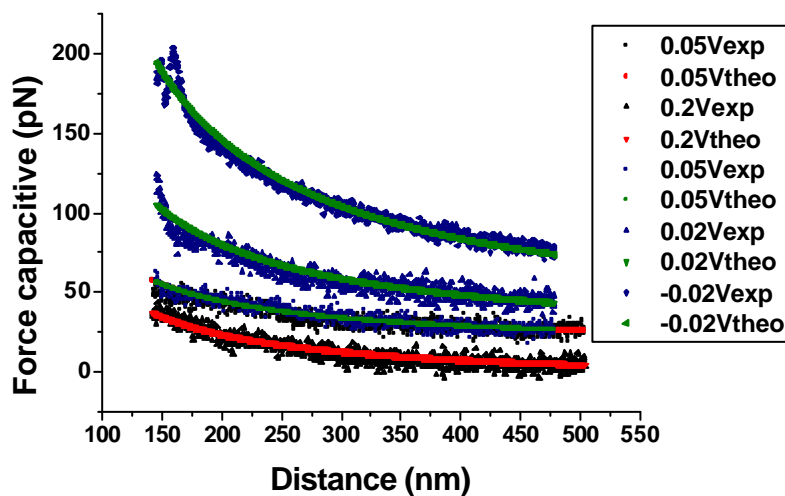


Figure 6.15 : Mesures de la force capacitive en fonction de la distance. Pour chaque courbe, la courbe en potentiel compensé a été retranchée. Ces mesures ont été effectuées après le contact entre la sphère et la surface.

Ces courbes sont comparées aux courbes théoriques décrites précédemment (en rouge sur la figure). Seule la distance absolue a été réajustée, alors que les autres paramètres ( $k$ ,  $R$ ...) déterminés auparavant ont été conservés. Nous avons effectué la même opération pour une autre mesure, toujours obtenue dans la continuité des précédentes. Cette fois-ci les potentiels appliqués au microlevier sont de 0,05 Volt, 0,02 Volt et -0,02 Volt. Les courbes expérimentales sont représentées en bleu et les courbes théoriques en vert. Comme nous l'attendions, les mesures à 0,05 Volt sont toutes les deux superposées. Ces courbes montrent notre capacité à mesurer des forces inférieures à 200 pN sur des distances allant de 500 nm à 150 nm. Notamment, pour un potentiel appliqué au microlevier de 0,2 Volt, ce qui correspond à une différence de potentiel entre la sphère et la surface de l'ordre de 50 millivolt, la force mesurée pour une distance de 150 nm vaut environ 36 pN. A titre de comparaison, pour une même distance et une sphère de rayon égale à 42 micromètres et dans les limites des miroirs parfaits, la force de Casimir est de l'ordre de 33 pN. Ceci signifie notamment que pour les microleviers que nous avons choisi d'utiliser, nous ne sommes pas limités par la sensibilité de notre appareillage. Il nous semble que pour nos expériences en mode statique, la limitation centrale (sans être la seule) de nos mesures repose sur les interférences laser liées au système de détection optique décrites dans le paragraphe suivant.

### **VI.3. DIFFICULTES ET LIMITES DES MESURES EN MODE STATIQUE**

Dans ce paragraphe nous explicitons deux difficultés majeures des mesures de forces faibles en mode statique auxquelles nous avons été confrontés :

- ✓ Les instabilités et les variations du signal en sortie de la photodiode qui affecte principalement les mesures en mode statique.
- ✓ La non connaissance de la distance absolue entre la sphère et la surface au cours d'une expérience. Cette difficulté bien que décrite dans ce paragraphe, n'est pas spécifique au mode statique et reste incontournable aussi pour des mesures en mode dynamique.

### VI.3.1. VARIATIONS DU SIGNAL DE DEFLEXION

Comme nous l'avons vu, les mesures en mode statique consistent à mesurer la déflexion du microlevier, dans notre cas à partir des déplacements d'un faisceau laser dans une photodiode. Il se pose alors deux questions essentielles :

- ✓ La sensibilité de ce système de détection est-elle suffisante pour mesurer des forces faibles ? Nous ne reviendrons pas sur ce point qui est traité dans le chapitre V. De plus, nous venons également de voir expérimentalement, que la sensibilité de notre appareillage n'est pas un facteur limitant pour les mesures en mode statique.
- ✓ Les variations observées dans le signal de déflexion au cours d'une courbe d'approche sont-elles uniquement liées aux variations de la déflexion et donc de la force ou existe-t-il d'autres contributions non négligeables? Nous avons observé de telles variations comme nous l'avons déjà évoqué au cours de ce chapitre. Nous pouvons identifier deux origines possibles voir certaines dans le cas des interférences laser. Toutefois, il est tout à fait envisageable que d'autres sources d'erreurs puissent s'ajouter aux contributions du signal mesuré.

Tout d'abord, comme nous l'avons évoqué dans le chapitre IV, nous avons observé des variations de la position absolue verticale entre deux courbes d'approche-retrait. Ces variations ont aussi été observées lors des approches grossières effectuées avec le moteur inertiel. Il nous semble que ces effets, qui ont été largement observés lors de déplacements importants (supérieurs à plusieurs centaines de nanomètres), sont liés au système de détection et notamment au fait que dans ce système c'est le microlevier qui se déplace. Le fait que ces variations significatives aient été observées lors de forts déplacements rapides, nous laisse supposer la possibilité d'une variation continue du signal de déflexion lors des courbes d'approche.

Ensuite, une contribution au signal de déflexion, grandement observée lors de nos mesures de force, correspond à un signal d'interférence entre le faisceau réfléchi par le microlevier et le faisceau réfléchi par la surface. Ce signal se caractérise par sa modulation dont la période est égale à la moitié de la longueur d'onde du faisceau laser. De plus, nous avons vérifié que la période d'oscillation ne dépendait pas du temps de mesure. Un ajustement de la position du faisceau laser incident sur le microlevier permet de diminuer ou au contraire d'augmenter

l'intensité du signal d'interférence. Un exemple typique d'oscillation laser est représenté sur la figure 6.16, pour cette mesure nous avons ajusté la position du faisceau laser pour maximiser l'intensité du signal d'interférence.

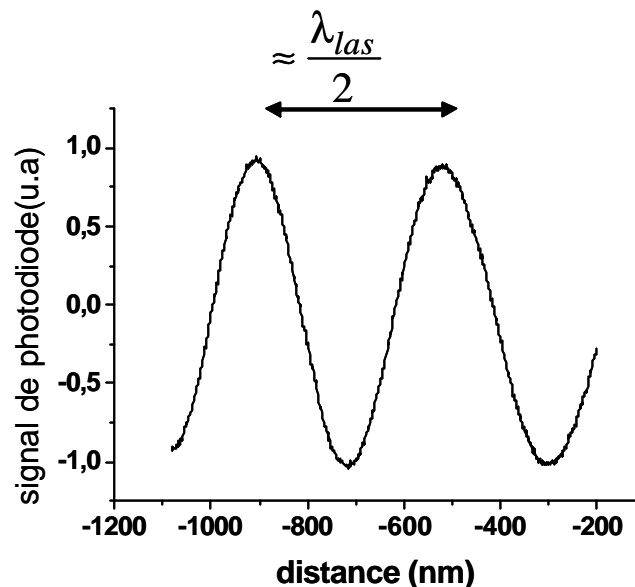


Figure 6.16 : Signal d'interférence laser observé lors d'une courbe d'approche.

Lors de nos mesures de force, nous nous sommes efforcés de diminuer au maximum cette contribution sans toutefois parvenir à la rendre négligeable devant l'intensité des forces que nous désirons mesurer. Malgré la mise en évidence claire de la contribution des interférences laser, une détermination analytique de cette contribution nous semble très délicate. De fait, comme nous l'avons vu précédemment, pour s'affranchir de cet effet dans l'analyse des courbes nous avons dû soustraire les courbes expérimentales pour lesquelles la différence de potentiel de surface a été compensée, aux courbes expérimentales pour lesquelles la différence de potentiel n'est pas nulle. Ceci nous a permis une étude quantitative précise du couplage capacitif entre la sphère et la surface mais constitue une des limitations principales pour l'analyse des mesures de la force de Van der Waals. Toutefois, ce traitement des courbes est réalisable uniquement si l'amplitude du signal d'interférence, et du signal parasite en général, est stable au cours de toutes les mesures considérées. Le bon accord entre les courbes expérimentales et théoriques présentées dans ce chapitre certifie la stabilité du signal parasite au cours de ces mesures. Toutefois, il a été observé que cela n'était pas toujours le cas, comme le montre les courbes du signal de photodiode en fonction de la distance représentées sur la figure 6.17. Bien que ces courbes aient été mesurées dans la continuité, on observe en effet



une variation importante de l'amplitude du signal de déflexion (pour la courbe rouge) par rapport aux courbes noires alors que la distance sphère surface est strictement identique.

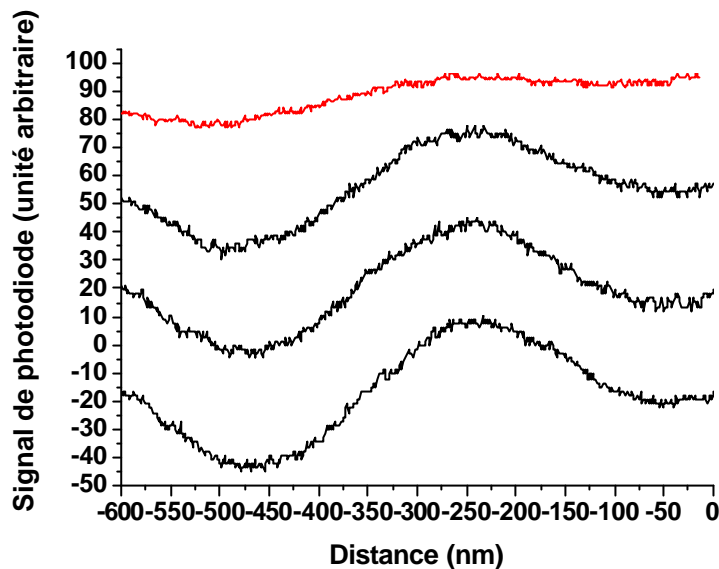


Figure 6.17 : Variation du signal de photodiode pour quatre mesures enregistrées dans la continuité.

La contribution des interférences laser constitue une difficulté majeure pour la mesure de force faible en mode statique et notamment dans l'analyse des courbes. Les interférences laser affectent principalement les mesures qui découlent de la position absolue du faisceau laser dans la photodiode (soit principalement les mesures de déflexion). Pour s'affranchir de cette difficulté, nous nous sommes orientés vers des mesures en mode dynamique dont les résultats seront exposés dans les chapitres VII et VIII.

### VI.3.2. CONTROLE DE LA DISTANCE

Une autre difficulté principale lors de la mesure repose sur la non connaissance de la distance absolue entre la sphère et la surface alors que, comme nous le verrons, il est nécessaire d'éviter au maximum tout contact entre la sphère et la surface tout en diminuant au maximum cette distance. La stratégie de mesure que nous avons mise en place se devait de limiter au maximum les risques de contact. Je vais succinctement rappeler la procédure de la mesure afin de bien préciser les difficultés de la mesure :

- ✓ Mesure de la force capacitive entre la sphère et la surface pour différentes distances.

- ✓ Mesure de la force capacitive en fonction de la distance pour des potentiels appliqués compris dans la gamme de la mesure précédente et en potentiel compensé et pour les mêmes distances. Dans cette première mesure en fonction de la distance nous sommes assurés de ne pas rentrer en contact.
- ✓ Ensuite, nous avons effectué des mesures avec une distance minimale entre la sphère et la sphère de plus en plus faible. Pour limiter au maximum les risques de contact, nous avons choisis des potentiels appliqués au microlevier de plus en plus faibles lorsque la distance de séparation diminuait limitant au maximum les risques d'instabilité mécanique.

Ainsi, un grand soin est apporté pour minimiser les risques de contacts métalliques or-or sous l'ultravide (UHV). Le contact métallique sous UHV se caractérise par une forte adhésion. Pour des microleviers souples comme ceux utilisés pour nos mesures en mode statique, la course du tube piézoélectrique n'est pas toujours suffisante pour permettre la rupture du contact. Il faut alors utiliser le moteur inertiel pour se retirer, perdant ainsi la distance de référence donnée par l'élongation du tube piézoélectrique et utilisée lors de l'analyse pour déterminer la distance absolue. De plus cette forte adhésion peut entraîner, lors du retrait, une très forte rugosification de la sphère et/ou de la surface perdant ainsi la géométrie bien définie que nous recherchons. De plus, une très forte rugosité rend délicates à la fois la mesure et l'analyse de la force de van der Waals/Casimir. Dans un cas extrême, comme nous le verrons dans le chapitre VIII, une très forte rugosification de la sphère empêche la mesure de cette force. En effet, nous montrerons un exemple de mesures de gradients de forces en fonction de la distance pour lesquelles nous n'avons observé aucune contribution de la force de van der Waals/Casimir alors que le contact entre la sphère et la surface a été atteint et sans être limité par la sensibilité de la mesure. A titre d'exemple, nous observons sur la figure 6.18 des images AFM montrant :

- ✓ En bas, la rugosité typique après le dépôt d'or. Comme nous pouvons le voir sur le profil à droite, la rugosité est de l'ordre de 20 nm pic à pic sur une distance de 1 micromètre. Cette image est identique à celle présentée dans le chapitre IV.
- ✓ En haut, la rugosité de la sphère après une expérience au cours de laquelle un contact entre la sphère et la surface s'est produit. Dans cet exemple, la rugosité est de l'ordre de 120 nm pic à pic sur une distance de 5 micromètres. La rugosité RMS vaut 32.6 nm au lieu de 4.5 nm juste après métallisation.

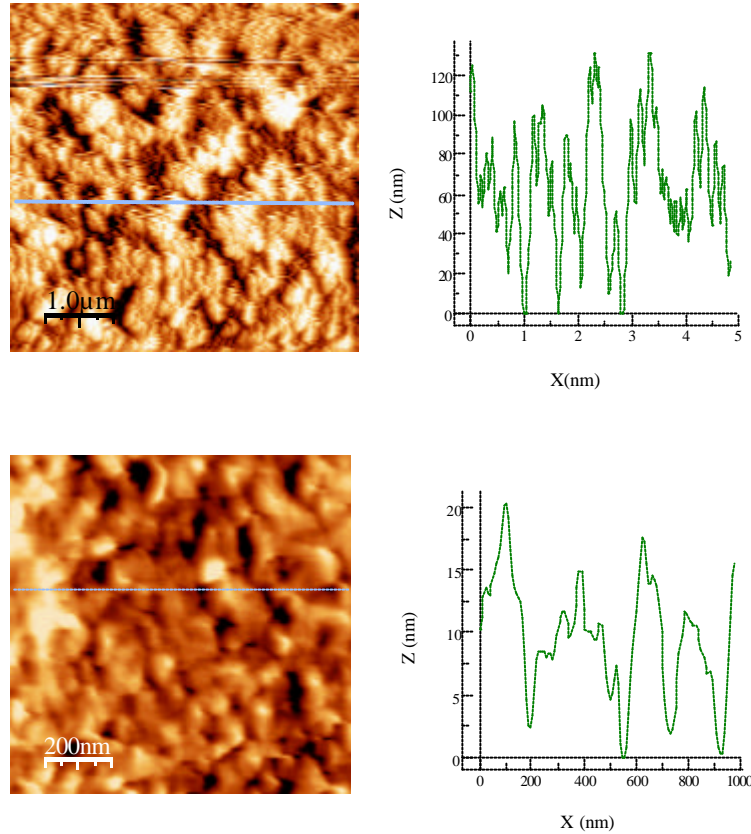


Figure 6.18 : Images AFM de la sphère après métallisation (en bas) et après une série d'expérience au cours de laquelle des contacts entre la sphère et la surface se sont produits.

Le contrôle de la rugosité des surfaces en regard est un enjeu majeur pour toutes les mesures présentées dans cette thèse. D'une part, il est nécessaire d'éviter au maximum la rugosification importante observée après un contact franc et d'autre part, pour des mesures à courte distance, la rugosité des sphères après métallisation peut s'avérer trop grande. Il sera alors nécessaire d'envisager une étude pour réduire la rugosité des sphères.

## RÉFÉRENCES CHAPITRE VI:

- [1] B.W. Harris, F. Chen et U.Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force using gold surfaces*. Phys. Rev A, **62**, 052109(2000)
- [2] A. Roy, C.Y. Lin et U. Mohideen. *Improved precision measurement of the Casimir force*. Phys. Rev. D. **60**, R111101 (1999)
- [3] R.Dianoux, F.Martins, F.Marchi, C.Alandi, F.Comin et J.Chevrier. *Detection of electrostatic forces with an AFM: analytical and experimental dynamic force curves in non-linear regime*. Phys. Rev. B **68** 045403 (2003)
- [4] M. Guggisberg, M. Bammerlin, Ch. Loppacher, O. Pfeiffer, A. Abdurixit, V. Barwich, R. Bennewitz, A. Baratoff, E. Meyer, et H.-J. Güntherodt. *Separation of interactions by non contact force microscopy*. Phys. Rev. B. **61**, 11151–11155 (2000)
- [5] L. Nony. *Analyse de la microscopie de force dynamique : application à l'étude de l'ADN*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I. (Décembre 2000)
- [6] J. L. Hutter et J.Bechhoefer. *Calibration of atomic-force microscope tips*. Rev. Sci. Instrum. **64**, 1868 (1993)
- [7] R. Lévy et M.Maaloum. *Measuring the spring constant of atomic force microscope cantilevers: thermal fluctuation and other methods*. Nanotechnology, **13**, 33 (2002)
- [8] T. Drobek, R. W. Stark et W. M. Heckl. Nanotech. *Determination of shear stiffness based on thermal noise analysis in atomic force microscopy: Passive overtone microscopy*. Phys. Rev. B **64**, 045401 (2001).
- [9] J.P Cleveland ,S. Manne, D. Bocek et P.K. Hansma. *A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy*. Rev. Sci. Instrum. **64**, 403 (1993).



## CHAPITRE VII. MESURE DE FORCE EN MODE DYNAMIQUE AVEC UN MICROLEVIER

Le but de ce chapitre est de décrire les résultats obtenus en mode dynamique avec l'AFM Omicron. Le principe est de mesurer les perturbations d'un oscillateur (ici le microlevier) en présence d'une force extérieure. En général, ceci revient à mesurer des grandeurs physiques telles que la fréquence de résonance, l'amplitude de vibration ou encore le déphasage entre la vibration du microlevier et l'excitation. Dans ce travail, nous nous sommes limités aux mesures de l'évolution de la fréquence de résonance du microlevier soit par des mesures en mode FM-AFM (décrit dans le chapitre II) soit par des mesures de la réponse d'un oscillateur soumis à une perturbation d'énergie constante mais de fréquence variable. Cette méthode conduit à des mesures de courbes d'amplitudes  $A(\omega)$  et de décalage de phase  $\phi(\omega)$ .

Tout d'abord, nous décrivons le comportement dynamique des microleviers. Pour cela nous utiliserons une approche simplifiée du mouvement de la sphère qui consiste à considérer le microlevier comme un oscillateur harmonique en régime forcé placé dans un champ de force extérieur dans l'approximation linéaire. Nous verrons que même si la force de Casimir permet d'induire des effets non linéaires de l'oscillateur, l'utilisation de cette méthode de mesure se fait en contrôlant l'interaction pour rester dans le régime linéaire. A partir de ce modèle, nous pourrions aisément décrire le comportement fréquentiel d'un microlevier. Notamment, nous décrivons le décalage de la fréquence de résonance par un gradient de force.

Ensuite, à partir d'observations expérimentales, nous exposerons les difficultés des mesures en mode dynamique.

Enfin, à partir du modèle de l'oscillateur linéaire, nous présenterons les résultats obtenus au cours de cette thèse.

## VII.1. COMPORTEMENT DYNAMIQUE D'UN OSCILLATEUR

### VII.1.1. MODES DE VIBRATION D'UN MICROLEVIER

Le système utilisé pour nos expériences est un microlevier encastré à une extrémité et dont l'autre extrémité, sur laquelle une sphère micrométrique est collée, est libre. Comme le montre la figure 7.1, un tel système possède plusieurs fréquences de résonance (le mode fondamental à 2.3 kHz, et deux autres modes à 19,3 kHz et 94,7 kHz).

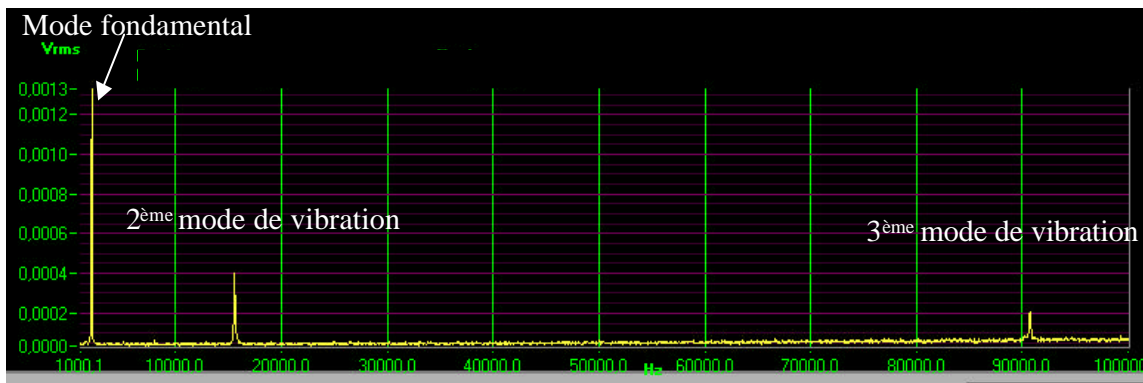


Figure 7.1 : Spectre de bruit d'un système sphère-microlevier : on observe clairement la présence de 3 modes de vibration dont le mode fondamental.

Cette figure correspond à une mesure du spectre de bruit d'un système sphère-microlevier excité par le bruit thermique. Le bruit thermique étant un bruit blanc, le microlevier est excité avec la même énergie pour toutes les fréquences. L'amplitude de vibration du microlevier est alors amplifiée pour les fréquences correspondant aux modes propres du microlevier. En toute rigueur pour décrire le comportement dynamique du microlevier, il est nécessaire de considérer tous les modes de vibration, notamment, lorsque l'interaction entre la pointe et la surface est non linéaire [1][2]. Pour nos mesures, la présence de la sphère à l'extrémité du microlevier entraîne la présence de nouveau mode par rapport au microlevier seul. L'étude du comportement dynamique du système sphère-microlevier en présence d'une surface est encore plus délicate que pour un microlevier seul. C'est pourquoi, nous ne considérerons que les propriétés dynamiques du microlevier. Si la prise en compte de la sphère est nécessaire pour la compréhension de nos mesures, nous nous limiterons à une description qualitative de son influence. Notamment, pour le mode fondamental, la présence de la sphère peut être vu

comme une augmentation de la masse du microlevier qui conduit à une diminution de la fréquence de résonance.

Pour mettre en évidence l'existence de plusieurs modes de vibrations, seule la prise en compte du microlevier sera considérée. Pour cela, nous négligerons la torsion du microlevier, la rotation autour de l'axe longitudinal  $x$  et la rotation autour de l'axe  $y$ . Ceci revient à faire l'hypothèse que les déplacements de l'extrémité libre du microlevier sont petits devant la longueur du microlevier.

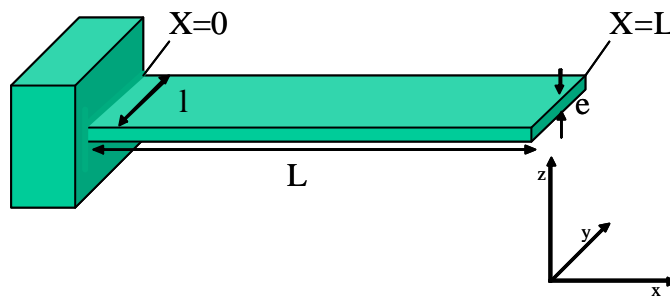


Figure 7.2 : Schéma d'une poutre encadrée à une extrémité et libre de l'autre.

En général, les différents modes de vibration d'un microlevier sont décrits à partir de l'équation d'Euler-Bernoulli. Dans ce cas, le microlevier est assimilé à une poutre (longueur  $L$ , largeur  $l$  et épaisseur  $e$ ) homogène de section uniforme simplement encadrée. Pour cette poutre montrée, sur la figure 7.2, l'équation d'Euler Bernoulli nous donne [3]:

$$EI \frac{\partial^4 z}{\partial x^4} + \rho A \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = 0 \quad (7.1)$$

où  $E$  est le module d'Young,  $I$  le moment d'inertie ( $I = le^3/12$ ),  $\rho$  est la densité massique et  $A$  l'air de la section ( $A=le$ ).

En considérant les solutions de la forme :

$$z(x, t) = (a_1 e^{kx} + a_2 e^{-kx} + a_3 e^{ikx} + a_4 e^{-ikx}) e^{i\omega t} \quad (7.2)$$

nous obtenons la relation de dispersion :

$$Elk^4 + \rho A \omega^2 = 0 \quad (7.3)$$

On rajoute ensuite les conditions aux limites pour une poutre encadrée en  $x=0$  et libre en  $x=L$  données par :



$$z = 0 \text{ et } \frac{\partial z}{\partial x} = 0 \text{ pour } x = 0 \quad (7.4)$$

$$\frac{\partial^2 z}{\partial x^2} = 0 \text{ et } \frac{\partial^3 z}{\partial x^3} = 0 \text{ pour } x = L \quad (7.5)$$

Ce système ne trouve de solutions que pour des valeurs de  $k_n$ : discrètes (avec  $n=1,2,\dots$ ) vérifiant la condition :

$$\cos(k_n L) \cosh(k_n L) + 1 = 0 \quad (7.6)$$

A partir de la relation de dispersion (éq.7.3), on remonte aux fréquences de vibration pour les différents modes du microlevier. Chacun de ces modes correspond à des géométries de flexion différentes avec un nombre de nœud et ventre croissant. Dans ce modèle, le rapport entre les fréquences des 2 premiers modes de vibration d'un microlevier vaut 6.27. Dans la figure 7.1, le rapport entre les deux premiers modes observés est de 8.27. Cette différence par rapport à la valeur théorique est, il nous semble, due en grande partie à la présence de la sphère à l'extrémité libre du microlevier.

Généralement en AFM, l'excitation se fait pour une seule fréquence (bien souvent la fréquence fondamentale) avec une énergie fournie à l'oscillateur souvent largement supérieure à celle du bruit thermique. Ainsi en l'absence de couplage entre les modes, ce que l'on vérifie expérimentalement, les déplacements du microlevier pour les modes de vibrations excités par le bruit thermiques peuvent être négligés devant les déplacements à la fréquence d'excitation.

Dans ce qui suit, nous traiterons le comportement dynamique du microlevier et de la perturbation en présence d'une surface à partir du cas le simple : l'oscillateur harmonique linéaire amorti en régime forcé et à un degré de liberté. L'approximation du régime linéaire suppose les deux points suivants :

- ✓ La fréquence de résonance du microlevier ne dépend pas de son amplitude de vibration. Notamment, un couplage non linéaire se traduirait par une déformation de la courbe de résonance qui perdrait alors son allure lorentzienne.[4]
- ✓ L'énergie est conservée à la fréquence d'excitation du microlevier. Autrement dit, l'énergie ne se redistribue pas sur toutes les harmoniques de la fréquence d'excitation. Dans le cas contraire, différents modes propres de vibrations pourraient être excités s'ils coïncident avec une des harmoniques de la fréquence d'excitation.[2]

Ces conditions sont vérifiées si l'amplitude de vibration du microlevier est faible devant les variations de la force et du gradient de force pour les distances sondées et si l'énergie fournie par l'excitation est faible.

### VII.1.2. DECALAGE DE LA FREQUENCE DE RESONANCE PAR UN GRADIENT DE FORCE.

Dans cette approche simplifiée dite souvent de la masse ponctuelle, le microlevier est assimilé à un ressort de constante de raideur  $k$ , la masse du microlevier est alors remplacée par une masse effective  $m^*$  placée à l'extrémité du ressort. L'oscillateur (constitué du ressort et de  $m^*$ ) est placé dans un champ de force extérieure  $F$  avec une variation spatiale en  $z$ . La géométrie du modèle est montrée sur la figure 7.3.

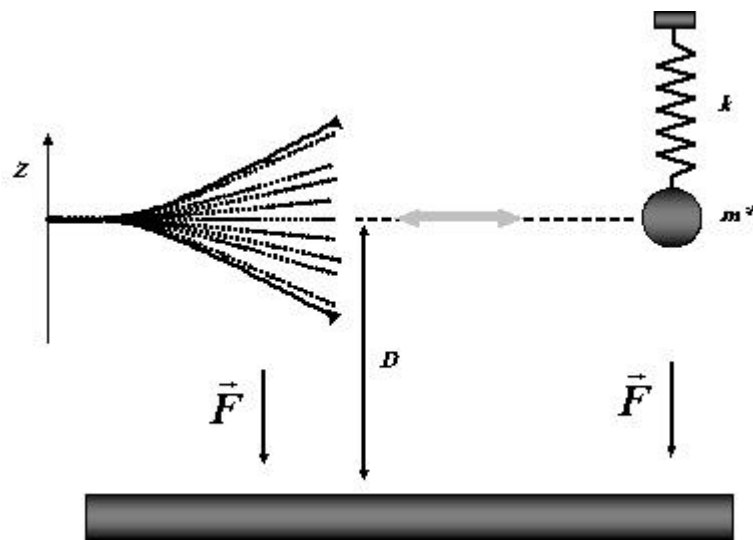


Figure 7.3. Schéma décrivant le modèle utilisé pour étudier les perturbations du système sphère-microlevier en présence d'une surface. Dans ce modèle, le microlevier est assimilé à une masse ponctuelle ( $m^*$ ) suspendue à un ressort de raideur  $k$ .

En mode oscillant, le champ de force extérieure est la somme de la force  $F$  d'interaction entre la pointe et la surface et une force oscillante correspondant à l'oscillation forcée imposée par l'excitation. Dans ces conditions le mouvement du microlevier est décrit par l'équation :

$$\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \omega_{0,libre}^2 z = \frac{A_{exc}}{m^*} \cos(\omega t) + \frac{F(D+z)}{m^*} \quad (7.7)$$

où :

$A_{exc}$  est l'amplitude d'excitation,  $\omega$  la fréquence d'excitation,  $F(D+z)$  est l'amplitude d'interaction entre la sphère et la surface avec  $D$  la distance moyenne sphère-surface.

$\omega_{0,libre} = \sqrt{k/m^*}$  est la fréquence de résonance libre du microlevier, nous verrons que la fréquence de vibration à la résonance du microlevier  $\omega_0$  varie avec la distance  $D$ . Enfin,  $\gamma$  est le coefficient d'amortissement et peut dépendre lui aussi de la distance  $D$ .

Dans l'approximation du régime linéaire ( $z \ll D$ ), nous pouvons développer la force entre la sphère et la surface en série de Taylor et réécrire l'équation du mouvement du microlevier sous la forme :

$$\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \left[ \omega_{0,libre}^2 - \frac{1}{m^*} \frac{\partial F(D)}{\partial z} \right] z = \frac{A_{exc}}{m^*} \cos(\omega t) + \frac{F(D)}{m^*} \quad (7.8)$$

où  $\frac{\partial F(D)}{\partial z}$  est le gradient de la force dans la position centrale de l'oscillation.

En posant :

$$\omega_0 = \sqrt{\left( \omega_{0,libre}^2 - \frac{1}{m^*} \frac{\partial F(D)}{\partial z} \right)} = \omega_{0,libre} \sqrt{1 - \frac{1}{k} \frac{\partial F(D)}{\partial z}} \quad (7.9)$$

On peut réécrire l'équation précédente :

$$\ddot{z} + 2\gamma\dot{z} + \omega_0^2 z = \frac{A_{exc}}{m^*} \cos(\omega t) + \frac{F(D)}{m^*} \quad (7.10)$$

Le terme  $\frac{F(D)}{m^*}$  ne dépend pas du temps et correspond à une déflexion statique du

microlevier. En effectuant le changement de variable  $z' = z + z_0$  avec  $z_0 \approx \frac{F(D)}{k}$  l'équation

VII. se réécrit :

$$\ddot{z}' + 2\gamma\dot{z}' + \omega_0^2 z' = \frac{A_{exc}}{m^*} \cos(\omega t) \quad (7.11)$$

En général, le terme de déflexion statique  $z_0$  est négligeable devant la distance  $z$ . Toutefois, pour des microleviers très souples l'amplitude des forces statiques peut devenir importante.

L'équation 7.9 montre que la fréquence de résonance est décalée par le gradient de force. Dans un champ de force attractif, décroissant avec la distance sphère surface, la fréquence diminue lorsque la distance diminue. Au contraire, si le champ de force est répulsif, alors la fréquence de résonance augmente quand la distance diminue. Pour des gradients de forces faibles devant la constante de raideur du microlevier, à partir de l'équation 7.9, nous obtenons, pour le décalage de la fréquence de résonance du microlevier, l'expression :

$$\Delta\omega = \omega_{0,libre} - \omega_0 = \frac{\omega_{0,libre}}{2k} \frac{\partial F(D)}{\partial z} \quad (7.12)$$

Ainsi, à partir de la mesure du décalage de la fréquence de résonance du microlevier les mesures en mode dynamique permettent de mesurer le gradient de force. Toutefois, comme pour l'analyse quantitative précise de la force en mode statique, il est nécessaire pour déterminer quantitativement le gradient de force de connaître avec précision la constante de raideur du microlevier ainsi que la distance absolue sphère surface.

Nous utiliserons principalement cette dernière équation pour l'analyse de nos mesures. Notamment, les mesures dites en mode FM-AFM est une mesure directe du décalage de la fréquence de résonance.

Nous avons aussi effectué des mesures de courbes de résonances qui permettent aussi de déterminer la variation de la fréquence de résonance. C'est pourquoi, dans le paragraphe suivant nous allons décrire les principaux aspects des courbes de résonances nécessaires à l'analyse de nos résultats.

### VII.1.3. COURBES DE RESONANCES

Les courbes de résonances correspondent aux variations de l'amplitude de vibration du microlevier et du déphasage (par rapport à l'excitation) en fonction de la fréquence d'excitation. Pour déterminer les expressions de l'amplitude et de la phase, il faut résoudre

différentielle l'équation 7.11. Ceci signifie que nous restons dans l'approximation d'un oscillateur linéaire. De plus, nous considérerons uniquement le mode fondamental.

Aux temps longs,  $t \gg 1/\gamma$ , l'oscillateur est dans son état stationnaire. Les solutions de l'équation 7.11 peuvent s'écrire sous la forme :  $z(t) = A(\omega) \cos(\omega t + \phi(\omega))$

Où  $A(\omega)$  est l'amplitude de vibration et  $\phi(\omega)$  le retard de phase de l'oscillation du cantilever par rapport à l'excitation. Leurs expressions sont données par les relations [5] :

$$A(\omega) = \frac{A_{exc}}{m^*} \frac{1}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 - \gamma^2 \omega^2}} \quad (7.13)$$

$$\phi(\omega) = \text{Arc tan}\left(\frac{\gamma\omega}{\omega^2 - \omega_0^2}\right) \quad (7.14)$$

L'expression de l'amplitude correspond à celle d'une lorentzienne centrée autour de la fréquence de résonance du microlevier. Une mesure expérimentale d'une courbe de résonance est montrée sur la figure 7.4.

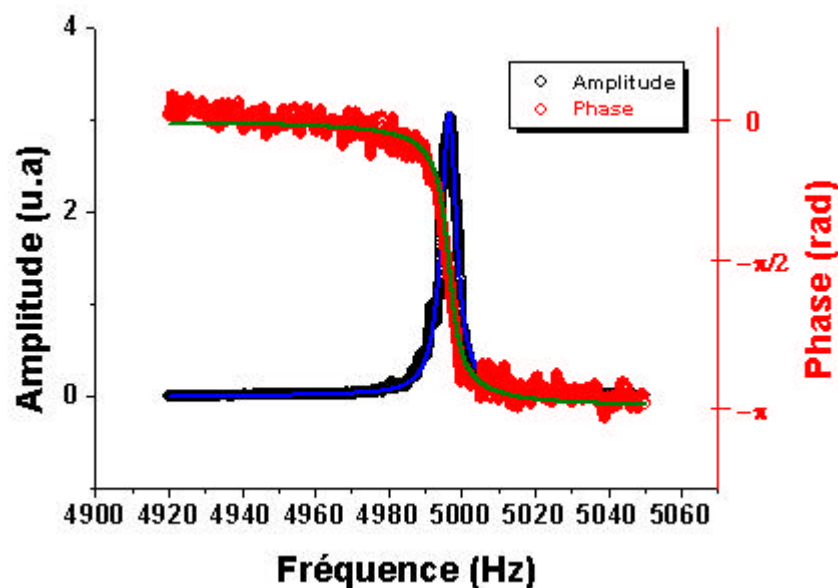


Figure 7.4. Spectre d'amplitude et de phase d'oscillation d'un système sphère-microlevier

La mesure de la courbe de résonance a été réalisée sous ultra vide avec un système sphère-microlevier. Une différence de potentiel de 0,5 V est appliquée entre la sphère et la surface. La fréquence de résonance du microlevier sans interaction est de 5009,9 Hz. L'interaction entre la sphère et la surface, entraîne un décalage de la fréquence de résonance qui vaut ici 4996,6 Hz.

Les courbes sont ajustées à partir des équations 7.13 et 7.14, ce qui justifie, dans ce cas, le modèle de l'oscillateur linéaire. Nous verrons dans la suite, que l'approximation linéaire est justifiée pour la majeure partie de nos expériences. Toutefois, nous verrons que ce n'est pas toujours le cas et qu'une analyse plus approfondie de nos mesures nécessitera, dans le futur, la prise en compte d'un couplage non linéaire.

Pour  $A = A_m/\sqrt{2}$ , avec  $A_m$  l'amplitude maximale de vibration, la largeur de la courbe de résonance vaut  $\Delta\omega = 2\gamma$ . En général, pour caractériser l'oscillateur on utilise la notion de facteur de qualité,  $Q$ .  $Q$  est défini comme  $2\pi$  fois l'énergie moyenne stockée par l'oscillateur divisée par l'énergie dissipée sur une oscillation. Pour les grands facteurs de qualité et pour des fréquences proche de la résonance, on obtient l'expression suivante [6] :

$$Q = \frac{\omega^2 + \omega_0^2}{4\gamma\omega} \approx \frac{\omega_0}{2\gamma} = \frac{\omega_0}{\Delta\omega} \quad (7.15)$$

$\Delta\omega$  se détermine graphiquement par la largeur du pic de résonance à  $A_m/\sqrt{2}$ , ce qui permet une estimation rapide du facteur de qualité. Une détermination plus précise consiste à ajuster la courbe de résonance à partir de l'équation 7.13. Dans l'exemple de la figure 7.4, on trouve un facteur de qualité de 1000. Dans les mêmes conditions, un microlevier standard d'AFM (avec une pointe) possède un facteur de qualité au moins 10 fois plus grand.  $Q$  est relié au temps de mise à l'équilibre  $\tau$  selon la relation :

$$\tau = \frac{2Q}{\omega_0} \quad (7.16)$$

Ainsi plus le facteur de qualité est grand plus le temps de mise à l'équilibre du microlevier est long. Nous verrons, dans le paragraphe suivant, l'influence d'une durée trop courte de la mesure de l'amplitude de vibration avec un lock-in devant le temps de mise en équilibre. Au contraire, comme nous l'avons précisé dans le chapitre II, en mode FM-AFM, le temps de mesure ne dépend pas de  $Q$ . C'est pourquoi, ce mode est largement utilisé pour des expériences sous ultra vide où le facteur de qualité des microleviers est très grand.

La phase varie de 0 à  $-\pi$  au voisinage de la résonance et vaut  $-\pi/2$  à la résonance. Le signe négatif de la phase provient du signe positif dans l'expression de  $z(t)$ . Elle serait positive en prenant la convention :  $z(t) = A(\omega)\cos((\omega t - \phi(\omega)))$ .

Ainsi, nous venons de décrire les notions de base nécessaires pour l'analyse des expériences en mode dynamique. Pour ce faire, nous utiliserons principalement l'équation 7.12 qui exprime l'évolution de la fréquence de résonance en fonction du gradient de force et l'équation 7.13 qui exprime les variations de l'amplitude d'oscillation en fonction de la fréquence d'excitation.

Dans le paragraphe suivant nous décrirons les difficultés que nous avons rencontrées lors des mesures en mode dynamique (temps de mise en équilibre long, dérives des tubes piézoélectriques ou encore couplages non linéaires...)

## **VII.2. DIFFICULTES DE LA MESURE EN MODE DYNAMIQUE**

Ainsi qu'il a été précisé précédemment, les mesures de force en mode dynamique avec le système sphère –levier ont été réalisées selon deux méthodes :

- ✓ En utilisant l'électronique Omicron qui utilise le mode FM-AFM.
- ✓ En utilisant un amplificateur lock-in qui permet d'exciter le microlevier soit pour une fréquence d'excitation donnée soit en balayant la fréquence autour de la fréquence de résonance. Il permet aussi de détecter le signal en sortie de la photodiode pour déterminer l'amplitude et la phase de l'oscillation du microlevier en fonction de la fréquence d'excitation. Le signal d'excitation est alors utilisé comme signal de référence pour la détection synchrone.

Dans ce qui suit, nous allons décrire les difficultés et les problèmes observés lors de nos mesures. Ces descriptions vont nous permettre la mise en évidence des contraintes expérimentales que nous devons prendre compte lors de l'analyse des courbes.

## **VII.2.1. DIFFICULTES EN MODE FM-AFM DE L'ELECTRONIQUE OMICRON.**

### VII.2.1.1. AMPLITUDE D'EXCITATION

Une première difficulté rencontrée lors des mesures effectuées avec l'électronique Omicron concerne l'amplitude d'excitation et donc l'amplitude d'oscillation des microleviers. L'amplitude de vibration des microleviers en mode FM-AFM est imposée par l'expérimentateur. En effet, comme nous l'avons déjà vu, une boucle de régulation ajuste l'amplitude de vibration à la valeur de consigne en modifiant si nécessaire l'amplitude de l'excitation. Ainsi, l'amplitude minimale de vibration d'un microlevier sera en partie fixée par l'amplitude minimale d'excitation que peut délivrer l'électronique Omicron.

Aucun calibrage de la photodiode n'a été réalisé jusqu'à présent. C'est pourquoi, dans ce paragraphe, toutes les amplitudes de vibrations seront exprimées en Volt. Comme référence, nous utiliserons les amplitudes de vibrations suggérées par le constructeur, soit autour de 0,2 V. Cette valeur nous est donnée pour effectuer des mesures standard en AFM. En comparant avec les amplitudes de vibrations observées dans la littérature, nous supposons que des valeurs entre 0,1 et 0,3 Volts correspondent à des amplitudes de vibration comprise entre 5 et 25 nm environ. [7] [8]

Dans le but de s'approcher au plus près de la surface et de rester au maximum dans des conditions de couplage linéaire, il peut être intéressant de travailler avec les amplitudes d'oscillation très faibles. Or, nous avons observé pour les systèmes sphère-microlevier, une amplitude de vibration toujours supérieure à 0,5 V dès lors que l'excitation contrôlée par l'électronique Omicron était enclenchée. Alors qu'avec des microleviers sans sphère nous observons les conditions standard décrites par le constructeur. Nous pensons que ces très fortes amplitudes de vibration sont liées à la présence de la sphère qui impose une masse importante et localisée à l'extrémité libre du microlevier.

Pour travailler avec des amplitudes plus faibles, nous avons dû exciter le microlevier sans utiliser le mode FM-AFM de l'électronique Omicron. Ceci a été réalisé en utilisant la détection synchrone.



Ainsi, le mode FM-AFM, nous a contraint à utiliser de grandes amplitudes de vibration. Avec cette méthode, nous n'avons observé aucune évidence expérimentale du couplage non linéaire. Toutefois, de nombreux travaux théoriques et expérimentaux en mode AM-AFM (pour mémoire ce mode de fonctionnement est décrit dans le chapitre II), montrent clairement l'influence d'une interaction non linéaire entre une pointe et une surface. Par exemple, des mesures des variations de l'amplitude et de la phase en fonction de la distance montrent une hystérésis entre l'approche et le retrait. [6][9] Cette hystérésis est liée à un phénomène de bistabilité d'une pointe oscillante au voisinage d'une surface caractéristique du couplage non linéaire. Le comportement fortement non linéaire introduit en fait, une distorsion très forte de la courbe de résonance. Expérimentalement, cette distorsion se caractérise par une hystérésis dans la courbe d'amplitude et de phase entre l'aller et le retour. L'aller (réciproquement le retour) correspond à un balayage de la fréquences d'excitation des basses vers les hautes fréquences (réciproquement des hautes vers les basses fréquences). Des mesures de courbes de résonance, avec une pointe standard d'AFM, effectuées sous ultra vide par exemple par le groupe de S. Gauthier, mettent en évidences le fort couplage non linéaire lié à l'interaction de van der Waals dès que les amplitudes de vibrations du microlevier sont grandes et que la distance pointe surface devient très faible. [10][11] Dans la référence [10], leurs mesures ont été obtenues pour une amplitude libre à la résonance de 36,2 nm et une distance pointe surface au plus près de 6 nm. Ces résultats sont en très bon accord avec les prédictions théoriques données par exemple dans les références [4][6] qui soulignent, notamment, l'importance du facteur de qualité qui amplifie l'influence de la force de l'interaction. Dans la référence [10], le facteur de qualité est de 46180 pour une fréquence de résonance de 264610 Hz.

Pour un système sphère microlevier, les distances sphères surfaces sont bien souvent supérieures aux distances sondées en AFM. De plus, le facteur de qualité est largement inférieur à celui d'un système pointe microlevier (de l'ordre de 1000 au lieu de 10000 et plus). Toutefois, en excitant le microlevier avec de fortes amplitudes de vibrations nous avons pu observer un comportement non linéaire de l'oscillateur. Le principe de la mesure est basé sur une détection synchrone avec un lock-in, comme cela est représenté sur la figure 7.5.

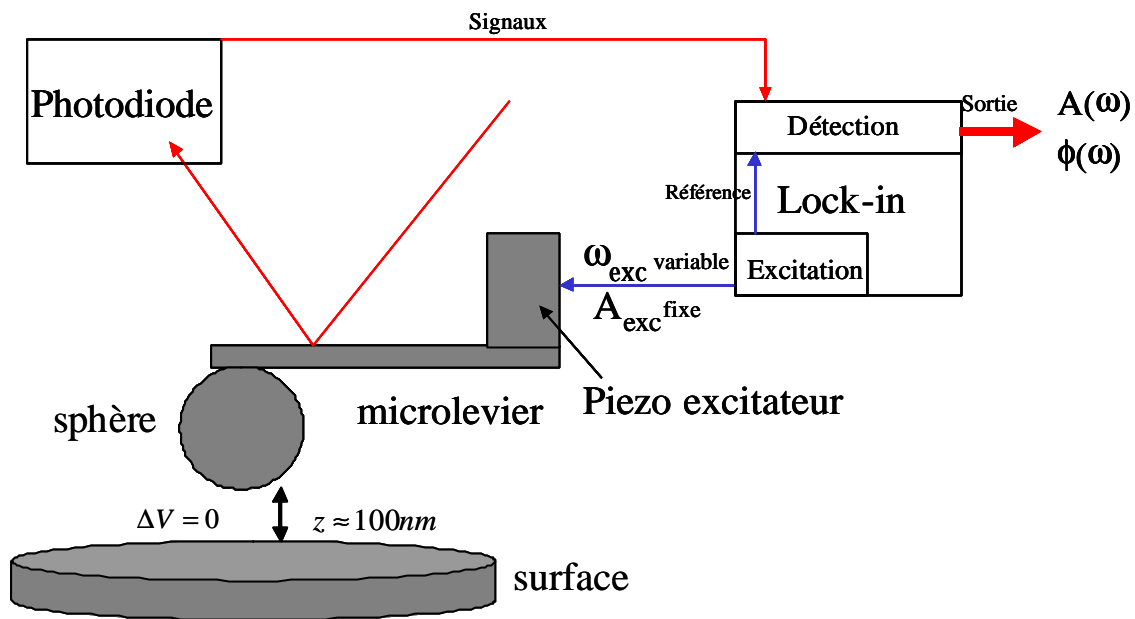


Figure 7.5 : Schéma de principe de la mesure de courbes de résonance.

La mesure consiste à exciter le microlevier en balayant la fréquence d'excitation  $\omega$  avec une amplitude d'excitation  $A$  constante. Le signal de sortie de la photodiode, correspondant au déplacement du microlevier, est envoyé en entrée d'un lock-in. Le lock-in effectue une détection synchrone avec le signal d'excitation comme référence. En sortie du lock-in nous obtenons l'amplitude de vibration et la phase du système sphère-microlevier en fonction de la fréquence d'excitation. Le balayage de la fréquence d'excitation se fait dans le sens croissant puis dans le sens décroissant que nous appellerons aller et retour. Les mesures ont été effectuées sous ultra vide et à température ambiante. La distance entre la sphère et la surface est proche de 100 nm. Le potentiel appliqué au microlevier a précisément été ajusté pour compenser le potentiel de contact dans le but de mesurer la perturbation de l'oscillateur sous l'effet de la force de Casimir.

Les résultats expérimentaux sont montrés sur la figure 7.6.

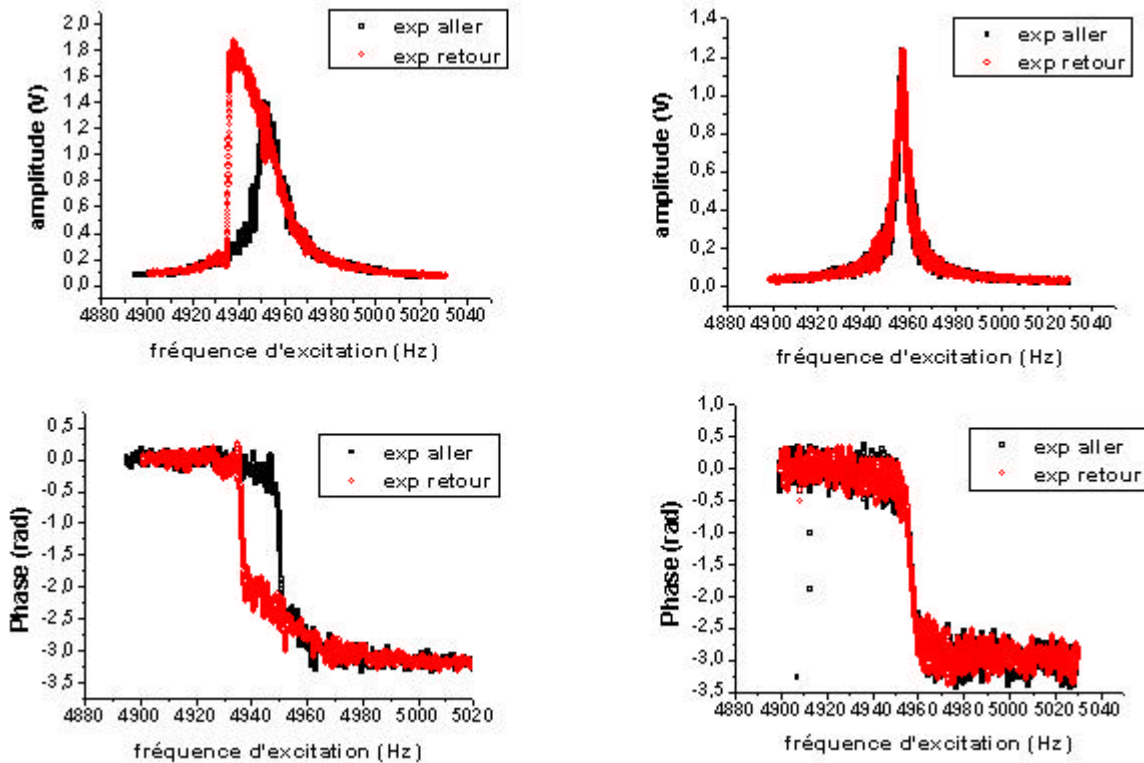


Figure 7.6. Courbes de résonance (amplitude en haut et phase en bas) d'un système sphère-microlevier en interaction avec la surface pour une distance voisine de 100nm. Pour les courbes de gauche, la tension d'alimentation du piezo exciteur a une amplitude d'excitation 2 fois plus grande que pour celles de droites.

Les courbes noires correspondent à l'aller et les courbes rouges au retour. Le microlevier a une fréquence de résonance libre à 5009.8 Hz, un facteur de qualité de 1000 et une constante de raideur autour de 0,3 N/m. Pour les courbes de gauches, la tension d'alimentation du piezo exciteur a une amplitude d'excitation 2 fois plus grande que pour celles de droites. Les courbes ont été obtenues pour la mêmes distance moyenne sphère-surface qui vaut environ 100nm.

Les courbes de gauche montrent clairement la présence d'un hystérésis dans les courbes d'amplitude et de phase et donc d'un couplage non linéaire. Ces mesures étant effectuées en potentiel compensé, elles constituent pour nous une première évidence expérimentale, avec nos systèmes sphère-microlevier, d'un effet non linéaire sous l'influence de la force de Casimir. Ce résultat est en bon accord avec les travaux du groupe de Capasso au Bell Labs qui ont mesuré à partir d'une structure MEMS et une détection capacitive, le comportement non linéaire d'un microsystème mécanique oscillant sous l'action de la force de Casimir. [12]

Inversement, à droite les courbes mesurées à l'aller et au retour sont superposées ce qui traduit un très faible couplage non linéaire et nous retrouvons un comportement linéaire. Ce microlevier avec une sphère de rayon  $38 \mu\text{m}$  est celui que nous avons utilisé pour les mesures qui seront présentées dans le paragraphe VII.3.2.1. Pour ces mesures, les amplitudes d'excitation sont voisines de celles pour lesquelles aucune hystérésis n'est observée. Toutefois, les distances les plus proches que nous avons sondé, lors de cette expérience, sont plus faibles que pour la mesure présentée ci-dessus. De fait, la possibilité d'un couplage non linéaire n'est pas impossible. Malgré cela, les analyses seront effectuées en considérant un régime linéaire mais une analyse plus approfondie nécessitera peut être la prise en compte des effets non linéaires.

Ici nous rapportons un résultat identique à la référence [12] obtenu cette fois dans le cas d'un AFM sous UHV et sur la base d'une détection optique de l'évolution de l'oscillateur. Obtenir ce résultat était pour nous un objectif pour quatre raisons :

- ✓ Situer la mesure avec des sphères par rapport aux mesures avec des pointes AFM.
- ✓ Situer l'utilisation d'un AFM par rapport aux MEMS dans la détection de la force de Casimir.
- ✓ Montrer dans le contexte de la détection optique l'influence importante de la force de Casimir sur le comportement d'un oscillateur avec des surfaces en regard micrométriques pour un gap nanométrique.
- ✓ Montrer que nous pouvons nous situer du choix en régime linéaire ou non linéaire établi ce qui est important pour l'ensemble des mesures (même si cela ne règle pas la question de la part des effets non linéaires dans nos mesures).

#### VII.2.1.2. CHOIX DE LA FREQUENCE D'EXCITATION.

La seconde difficulté est aussi une conséquence du mode FM-AFM et concerne le choix de la fréquence d'excitation. En effet, comme nous l'avons vu précédemment, les systèmes sphères-microleviers possèdent différents modes de vibration. Pour des microleviers très souples, (avec une constante de raideur de l'ordre de  $0,1 \text{ N/m}$ ), la fréquence de résonance de leur mode fondamental, après le collage de la sphère, est comprise entre 2 et 5 kHz environs. Or, malgré de longs efforts, ces fréquences de résonances très faibles n'ont pas pu être excitées en mode

FM-AFM l'électronique Omicron. En fait, pour le microlevier dont le spectre de bruit est représenté sur la figure 7.1 seule le 3<sup>ème</sup> mode de vibration a pu être excité en mode FM-AFM. Or, le comportement dynamique des systèmes sphère-microlevier est délicat. Pour une étude approfondie du comportement dynamique des microleviers, nous avons démarré une collaboration avec Lin Zhang à l'ESRF. Toutefois, dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes restreints à modéliser le microlevier comme une masse ponctuelle à l'extrémité d'un ressort. De fait, pour rester dans les conditions de validité de ce modèle, il est nécessaire de considérer et donc d'exciter le mode fondamental. C'est pourquoi, le mode FM-AFM constitue pour nous une limite pour des mesures avec des leviers de faibles constantes de raideur.

### **VII.2.2. DIFFICULTES DES MESURES DE COURBES DE RESONANCE AVEC UNE DETECTION SYNCHRONE.**

Nous avons vu précédemment les difficultés que nous avons rencontrées pour des mesures en mode FM-AFM. Pour s'affranchir de ces difficultés, nous avons effectué des mesures pour lesquelles l'excitation est faite indépendamment de l'électronique Omicron, pour ces mesures en utilisant un lock-in amplificateur pour l'excitation et la détection.

Le but des mesures était de déterminer le décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance à partir des mesures de courbes de résonance. La méthode utilisée est identique à celle décrite dans le chapitre VI :

- ✓ Tout d'abord, des mesures, avec une différence de potentiel appliquée entre la sphère et la surface, afin de déterminer la constante de raideur du microlevier et la distance absolue entre la sphère et la surface.
- ✓ Des mesures du décalage de la fréquence de résonance induit par le gradient de la force de Casimir.

Pour chaque mesure, le balayage de la fréquence d'excitation a été effectué dans les deux sens. Ainsi, pour chaque distance, au moins quatre courbes de résonances sont mesurées. En conséquence, pour pouvoir étudier la variation du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance, telle que nous le présenterons dans le paragraphe VII.3.2.1, cela nécessite la réalisation d'un très grand nombre de courbes. De plus, dans ce mode d'excitation,

on mesure les variations de l'amplitude. Or, le temps nécessaire à la mise en équilibre de l'amplitude n'est pas instantanée et se produit au bout d'un temps proportionnel au facteur de qualité  $\tau_{AM} \approx \frac{2Q}{f_0}$  [8], où  $f_0$  est la fréquence de résonance du microlevier. Les variations de l'amplitude peuvent être liées à une variation de l'excitation (amplitude ou fréquence) ou à une variation de l'interaction. Au contraire en mode FM-AFM, on mesure les changements de la fréquence de vibration. Dans ce cas, le temps nécessaire pour mesurer les variations vaut  $\tau_{FM} \approx \frac{1}{f_0}$ . [8] C'est pourquoi, le mode FM-AFM est le mode le plus souvent utilisé pour des mesures sous ultra vide, où le facteur de qualité devient très grand.

Ainsi, pour des mesures de courbes de résonance, le temps de mesure de chaque point doit être supérieur à  $\tau_{AM}$ . Une vitesse de balayage de la fréquence de résonance trop grande peut entraîner une erreur dans la détermination de la fréquence de résonance du microlevier. La figure 7.7 représente l'influence de la vitesse de balayage sur la détermination de la fréquence de résonance :

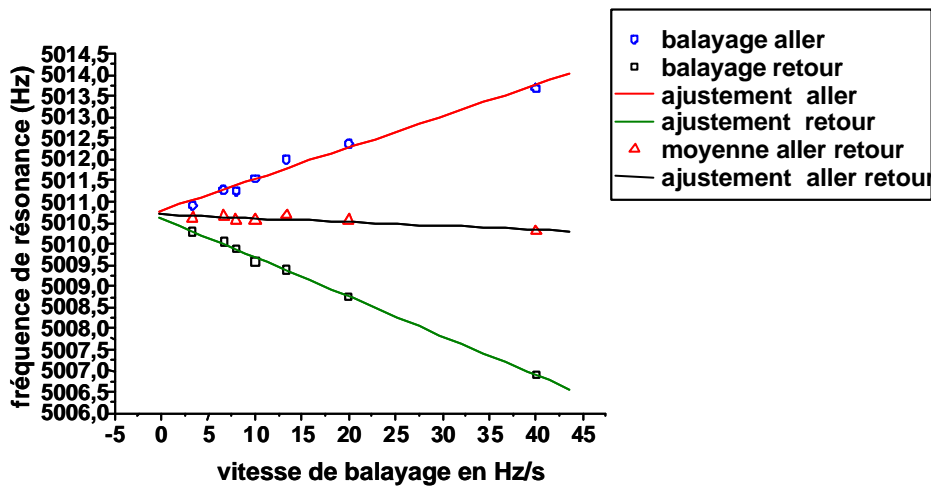


Figure 7.7. Influence de la vitesse de balayage de la fréquence d'excitation sur la détermination de la fréquence de résonance.

Les cercles bleus (réciproquement les carrés noirs) correspondent aux valeurs de la fréquence de résonance déterminées à partir des courbes de résonances lorsque le balayage s'effectue dans le sens croissant (réciproquement décroissant). Les courbes ont été enregistrées pour une distance sphère-surface suffisamment grande pour qu'il n'y ait aucune interaction. Ceci permet de s'affranchir de l'influence des dérives thermiques, qui comme nous le verrons, peuvent être importantes. Les vitesses de balayage varient de 3,3 à 40 Hz/s. Nous observons que l'erreur sur

la fréquence de résonance augmente avec la vitesse de balayage. Au cours d'un balayage dans le sens croissant la fréquence mesurée est plus grande que la fréquence de résonance réelle. Au contraire, un balayage dans le sens décroissant diminue la fréquence de résonance mesurée. La fréquence réelle est déterminée en extrapolant les valeurs mesurées, à partir d'un ajustement linéaire, pour une vitesse de balayage nulle. Nous pouvons, voir aussi, que la moyenne entre l'aller et le retour (triangle rouge) donne une valeur très proche de la fréquence de résonance, quelle que soit la vitesse de balayage. Pour nos mesures, la vitesse de balayage était comprise entre 3 et 10 Hz/s pour des durées totales de mesure de 30 s. Nous avons donc observé, un décalage entre les fréquences déterminées à partir des courbes prises à l'aller et au retour. Lors de l'analyse de ces courbes, nous avons utilisé les données de la figure 7.7 pour ajuster les fréquences de résonance.

Pour ces mesures, nous avons donc mesuré au minimum 4 courbes de résonances pendant une durée de 30 s chacune et pour chaque distance. Ainsi, la durée totale d'une expérience est de plusieurs heures. Pour des expériences aussi longues et sans régulation sur la distance, comme c'est le cas ici, la dérive thermique des systèmes de déplacement est très grande. En effet, sur la figure 7.8, nous avons tracé la variation de la fréquence de résonance en fonction de la distance lorsqu'une différence de potentiel de 0,5 V est imposée entre la sphère et la surface. Chaque point du graphique est déterminé à partir de la mesure d'une courbe de résonance. Les distances données en abscisse correspondent au déplacement relatif imposé au tube piézoélectrique. Les valeurs des décalages de la fréquence de résonance correspondent à la valeur absolue, la force étant attractive les décalages sont en réalité négatifs. Une interruption de 30 minutes s'est déroulée entre l'acquisition du dernier point noir et du premier point rouge qui est indiquée par une flèche bleue. Ces deux points ont été mesurés sans faire varier la tension appliquée au tube piézoélectrique. Nous observons une différence de 30 Hz dans la mesure du décalage de la fréquence de résonance. Cette différence est liée à une dérive du système de déplacement. Ensuite nous avons rétracté le tube piézoélectrique de 5 nm. La mesure correspond au point rouge indiqué par une flèche verte. Le nouveau décalage de la fréquence de résonance alors mesuré reste supérieur à celui déterminé pour le dernier point noir. De fait, la dérive pendant l'interruption de 30 minutes est supérieure à 5nm. Ainsi si on considère que la dérive est constante pendant toute l'expérience, la distance entre la sphère et

la surface a varié de plus de 40 nm en 4 heures environ par rapport au déplacement imposé au tube piézoélectrique.

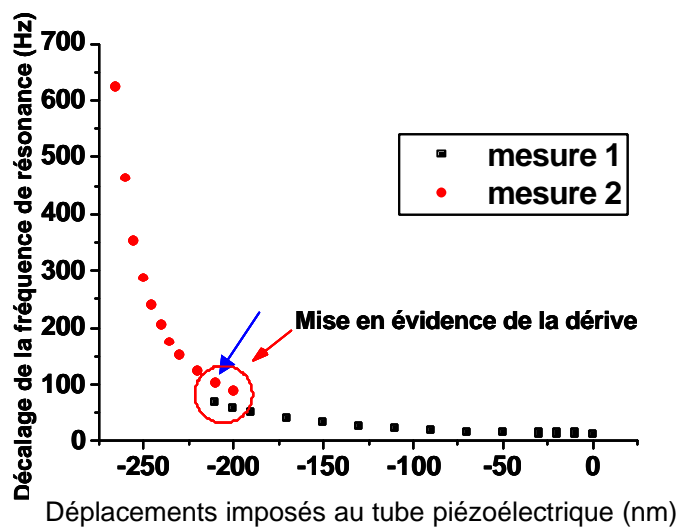


Figure 7.8. Décalage de la fréquence de résonance déterminé à partir de courbe de résonances. La différence de potentiel entre la sphère et la surface est maintenue à 0,5 V. Le saut observé entre les points rouges et les points met en évidence l'influence de la dérive du système de déplacements. La distance correspond aux déplacements relatifs que nous imposons au piézoélectrique.

La durée de la mesure du décalage de la fréquence en fonction de la distance, mesurée en mode FM-AFM, (ou bien de la déflexion en fonction de la distance en mode statique) est typiquement de l'ordre de quelques dizaines de secondes. C'est pourquoi, les effets de la dérive entre le premier point mesuré et le dernier pour une même courbe sont négligeables. Dans ces modes de fonctionnement, les effets de la dérive peuvent être uniquement visibles si un grand nombre de mesures est effectué. Toutefois, dans ce cas, la correction consiste alors à décaler la globalité de la courbe. En effet, comme nous l'avons vu dans le chapitre VI, nous avons dû décaler les courbes de la mesure de la déflexion en fonction de la distance de 5 nm par rapport à la distance absolue. Cette distance absolue avait été alors déterminée à partir de courbes obtenues plusieurs minutes auparavant.

Pour des mesures du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance à partir de courbes de résonance, les dérives induisent une incertitude sur la distance pour chaque point de la courbe et non pas sur la totalité de la courbe. Il faudrait alors effectuer une correction point par point. Une estimation de la dérive pourrait permettre d'effectuer cette



correction, à condition que la dérive soit constante dans le temps, ce qui n'est pas forcément le cas. Notamment, nous avons observé expérimentalement que la dérive peut changer de direction au cours du temps. Pour améliorer nos mesures, il faudrait s'affranchir notamment des dérives du système de déplacement. Dans ce but, le groupe Piconewton vient de démarrer en collaboration avec Fabio Comin à l'ESRF, le développement d'un AFM basé sur une détection interférométrique dont la compacité permettra des mesures à basse température et ainsi diminuer les dérives. Ce développement vient à la suite de la machine de force que nous avons développée dans le cadre du projet de fin d'études (1 an) de Mario Rodrigues, qui est décrite dans le chapitre IV.

### **VII.2.3. SYNTHÈSE**

Finalement, dans l'état actuel des mesures faites dans cette thèse, établissons dans un tableau (figure 7.10), une comparaison entre les deux méthodes utilisées pour les mesures en mode dynamique. Cette comparaison reprend les difficultés que nous avons observées lors de nos expériences et nous permet de récapituler les points essentiels décrits dans ce paragraphe :

- ✓ Le temps de mise en équilibre du système sphère microlevier.
- ✓ Les dérives thermiques.
- ✓ Le contrôle de l'amplitude de vibration et d'excitation.
- ✓ Le contrôle de la fréquence d'excitation.

	FM-AFM Omicron	Lock-in
Temps de mise en équilibre de l'oscillateur.	+	-
	Indépendant du facteur de qualité, il est souvent court devant les temps caractéristiques des mesures.	Dépend du facteur de qualité, beaucoup plus long que pour le mode FM-AFM impose des durées de mesures beaucoup plus longues.
Dérives thermiques	+	-
	Durée de la mesure suffisamment rapide pour ne pas être influencée par les dérives.	Durée de la mesure d'une courbe très longue, les dérives thermiques ou autres entraînent une forte incertitude sur la détermination des distances.
Amplitudes de vibrations	-	+
	Sur la base de l'électronique Omicron, Il ne parait pas possible de travailler avec de faibles amplitudes de vibration.	Permet de travailler avec de plus faibles amplitudes de vibrations par rapport au mode FM-AFM.
Fréquences de vibrations	-	+
	Il n'est pas possible de choisir la fréquence d'excitation. Ne permet pas d'exciter le mode fondamentale pour des microleviers très souples que nous avons utilisé avec une sphère.	Permet d'exciter différents modes de vibration et notamment le mode fondamentale des microleviers les plus souples que nous avons utilisé.

Figure 7.10. Tableau récapitulatif montrant une comparaison entre les deux modes utilisés en mode dynamique, pour les caractéristiques indiquées dans la colonne de gauche.

## VII.3. RESULTATS

### VII.3.1. COUPLAGE CAPACITIF

Pour les premières mesures réalisées en mode dynamique, nous avons utilisé un système sphère-microlevier avec une faible constante de raideur. Ce système est celui que nous avons utilisé pour les mesures en mode statique présentées dans le chapitre VI. Son spectre de bruit est représenté sur la figure 7.1 (au début de ce chapitre). Pour mémoire, il faisait apparaître

clairement la présence de 3 modes de vibrations (le mode fondamental à 2,3 kHz, et deux autres modes à 19,3 kHz et 94,7 kHz).

Nous n'avons pas pu exciter le mode fondamental identifié par l'étude du mouvement brownien, ni avec l'électronique Omicron, ni avec une excitation extérieure. C'est pourquoi, les résultats, présentés dans ce paragraphe, concernent uniquement la perturbation des 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> modes de vibration. Nous nous sommes intéressés à la perturbation induite par un couplage capacitif entre la sphère et la surface.

La mesure consiste à balayer la fréquence d'excitation au voisinage des fréquences de résonances avec un générateur de fonction et de mesurer l'amplitude de vibration avec une détection synchrone. A partir des courbes de résonance, on détermine le décalage de la fréquence de résonance lorsqu'on fait varier la différence de potentiel ou la distance entre la sphère et la surface.

Les résultats expérimentaux sont représentés sur la figure 7.11 :

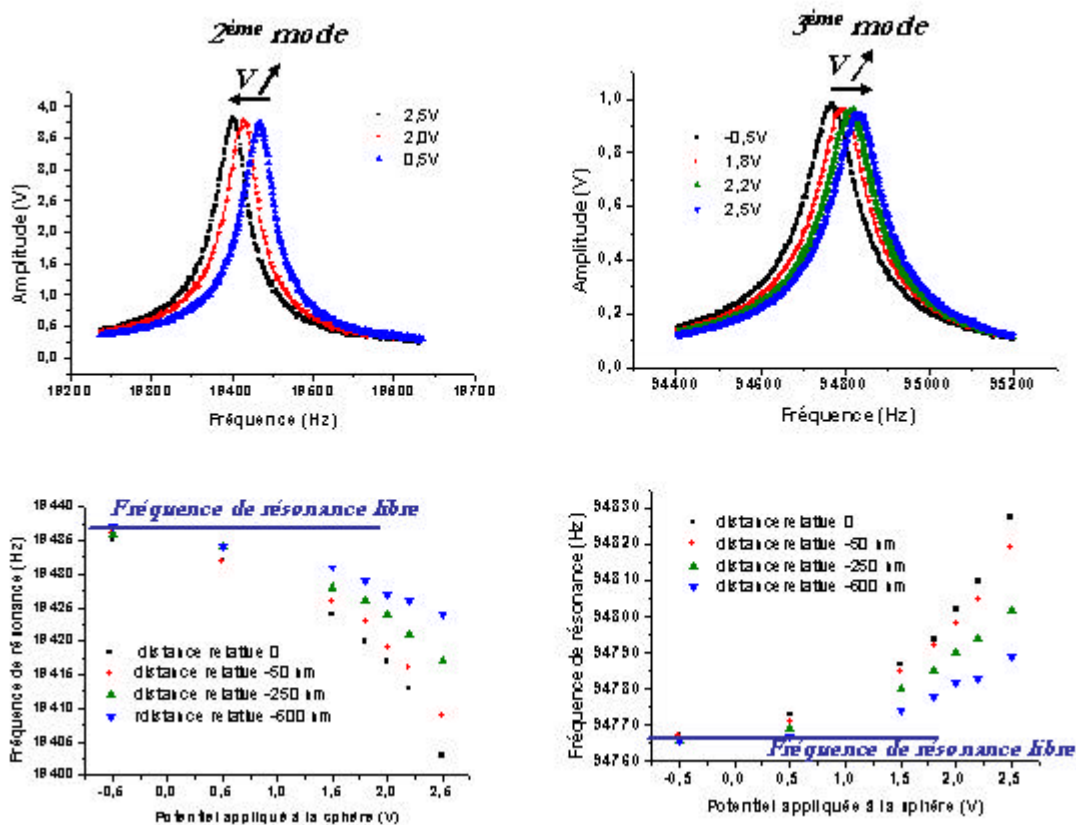


Figure 7.11 : Mesure du décalage de la fréquence de résonance pour le 2<sup>ème</sup> mode (à gauche) et 3<sup>ème</sup> mode (à droite) de vibration en couplage électrostatique avec la surface. En haut, sont représentés des exemples de courbes

*d'amplitudes pour différents potentiels appliqués sur le microlevier. La distance entre la sphère et la surface est constante. En bas, sont reportées les fréquences de résonances pour différents potentiels et différentes distances.*

Les courbes de gauche correspondent au 2<sup>ème</sup> mode et les courbes de droite au 3<sup>ème</sup> mode. Les figures, en haut, correspondent à des courbes d'amplitudes. La distance entre la sphère et la surface est constante, seul le potentiel appliqué à la sphère varie d'une courbe à l'autre. Le potentiel de contact entre la sphère et la surface est compensé en appliquant un potentiel de -0,5 V à la sphère. Les variations dans le sens croissant du potentiel appliqué à la sphère sont indiquées par les flèches noires. Les courbes, en bas, montrent les variations du décalage de la fréquence de résonance (déterminé à partir des courbes d'amplitudes) en fonction du potentiel appliquée à la sphère (de -0,5 V à 2,5 V) et pour différentes distances données en valeurs relatives (de 0 à -600nm).

Pour le 2<sup>ème</sup> mode, pour une distance donnée, on observe que la courbe d'amplitude et donc la fréquence de résonance se décale vers les basses fréquences lorsque le potentiel appliqué à la sphère augmente. De façon identique, pour un même potentiel appliqué, la fréquence de résonance diminue lorsque la distance diminue. Ce comportement de la fréquence de résonance est identique au comportement du mode fondamental, pour lequel la fréquence de résonance diminue lorsque l'intensité de l'interaction augmente, si la force est attractive.

Inversement pour le 3<sup>ème</sup> mode, la fréquence de résonance augmente lorsque le potentiel appliqué à la sphère augmente et lorsque la distance diminue. Ce comportement de ce mode de vibration n'est pas classique dans le domaine de l'AFM. En effet, ce comportement est opposé à celui du mode fondamental, qui est le mode habituellement considéré par les utilisateurs des AFM.

Pour expliquer le comportement du 3<sup>ème</sup> mode, il faudrait en toute rigueur traiter le comportement dynamique du microlevier à partir par exemple d'un calcul d'éléments finis. C'est d'ailleurs ce résultat qui a motivé la collaboration avec L. Zhang à l'ESRF. Toutefois à partir de considération simple, décrite dans la figure 7.12, nous allons émettre une hypothèse sur le comportement de ce microlevier :

De toute évidence, à partir du modèle de l'oscillateur harmonique (une masse ponctuelle et un ressort), si les mouvements de l'oscillateur sont parallèles à la force appliquée alors pour une force attractive, la fréquence de résonance ne peut que diminuer lorsque l'intensité de

l'interaction augmente. Inversement, si on considère un pendule oscillant (par exemple une masse au bout d'une tige rigide) dans un champs de pesanteur, la fréquence de résonance vaut alors  $\sqrt{g/L}$  avec  $g$  l'accélération de pesanteur et  $L$  la longueur de la tige. Augmenter l'intensité de l'interaction, revient à augmenter la valeur de  $g$ . Dans ce cas, la fréquence de résonance est augmentée alors que la force est attractive mais l'oscillation est perpendiculaire à la direction de la force.

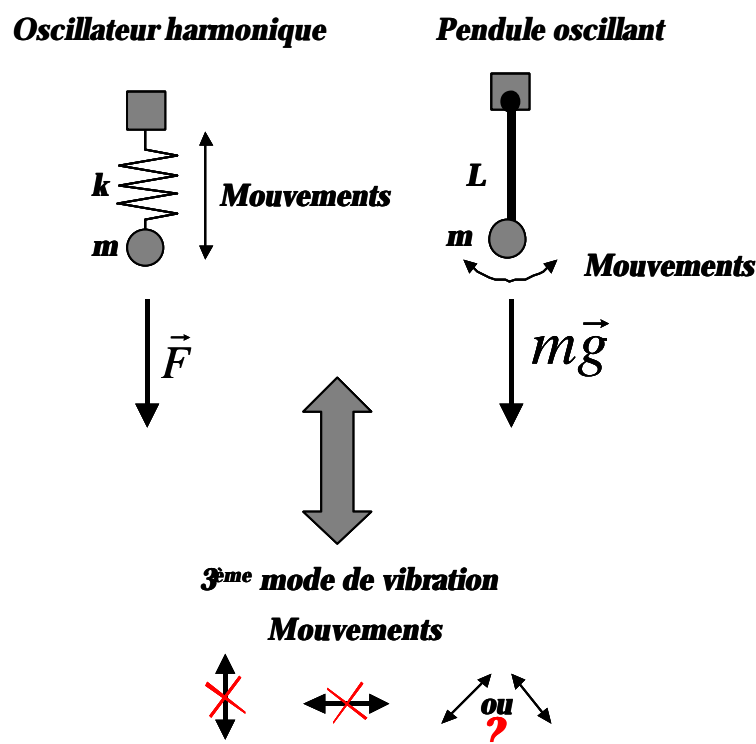


Figure 7.12. Schéma décrivant les modèles de l'oscillateur harmonique et du pendule oscillant. A partir de ces modèles simples, nous effectuons une hypothèse sur le mouvement du  $3^{\text{me}}$  mode de vibration.

Ainsi, à partir de ces modèles simples, seul un mouvement perpendiculaire au champ de force pourrait permettre d'obtenir un comportement identique à celui du  $3^{\text{me}}$  mode. Toutefois, un mouvement perpendiculaire au champ de force correspond à la géométrie mise en place pour les mesures de «shear force» avec un diapason piézoélectrique. Dans cette géométrie, des observations expérimentales suggèrent que la force capacitive entre autre, n'a aucune influence sur la fréquence de résonance du diapason même proche de la surface. Ceci nous laisse supposer, que le mouvement du  $3^{\text{me}}$  mode ne peut être ni purement vertical ni purement horizontal mais peut-être un mouvement intermédiaire entre les deux.

## VII.3.2. VAN DER WAALS/CASIMIR.

### VII.3.2.1. MESURES DE LA FORCE DE VAN DER WAALS/CASIMIR EN MODE FM-AFM.

Les résultats décrits dans ce paragraphe, ont été obtenus en mode FM-AFM avec l'électronique Omicron. Les mesures consistent donc à mesurer directement le décalage de la fréquence de résonance en fonction soit du potentiel appliqué au microlevier soit en fonction de la distance. Les mesures ont été effectuées sous ultra vide et à température ambiante. Le microlevier avec la sphère a une fréquence de résonance libre de 52670 kHz, une constante de raideur de 60,5 N/m et le rayon de la sphère de 36  $\mu\text{m}$ . Enfin, l'amplitude de vibration a été fixée à 0,5 V.

Pour ces expériences, deux stratégies de mesures ont été employées, la différence majeure entre les deux méthodes concerne le contrôle de l'approche qui dans un cas est manuelle et dans l'autre cas l'approche est automatique.

#### **Mesures avec une approche manuelle.**

La première méthode est identique à celle employée pour les mesures en mode statique. On effectue une approche manuelle avec le moteur inertiel piézoélectrique en appliquant une différence de potentiel (de l'ordre de quelques volts) entre la sphère et la surface. On arrête l'approche, dès qu'une interaction est détectée, autrement dit, dès qu'on observe un décalage de la fréquence de résonance. Dès lors que la sphère est en interaction avec la surface, on mesure le décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance. Les déplacements sont alors assurés par le tube piézoélectrique. Les mesures sont effectuées pour différents potentiels appliqués au microlevier. Avec cette méthode, pour les mesures en potentiel compensé nous n'avons pas réussi à éviter le contact entre la sphère et la surface. Comme nous le verrons, l'utilisation de l'approche automatique nous a permis de mesurer qualitativement l'interaction de Casimir. C'est pourquoi, les résultats présentés ici montrent des mesures de décalage de la fréquence de résonance uniquement lorsqu'une différence de potentiel est appliquée entre la sphère et la surface.

Un exemple de mesure est présenté sur la figure 7.13 :

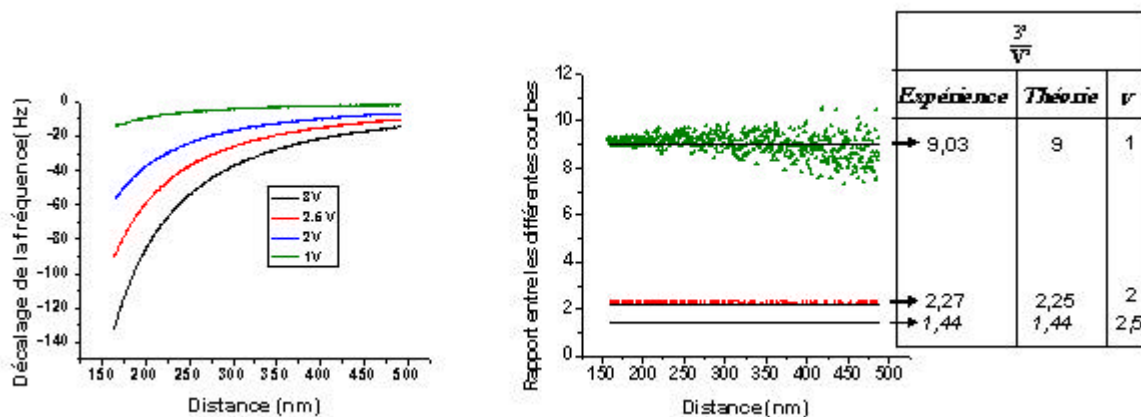


Figure 7.13. A gauche mesure du décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance pour plusieurs différences de potentiel appliquées entre la sphère et la surface. A droite est reporté le rapport entre la courbe noire et les 3 autres courbes.

A gauche, sont représentés 4 mesures du décalage de la fréquence de résonance pour plusieurs différences de potentiel entre la sphère et la surface (3 V, 2,5 V, 2 V et 1 V). Ces valeurs correspondent au potentiel appliqué au microlevier auquel on a soustrait le potentiel de contact qui vaut ici 0,5 V. Les variations ont été mesurées pour des distances allant de 160 nm à 500 nm. Pour ces mesures, nous n'avons pas pu déterminer de façon indépendante la constante de raideur du microlevier et la distance absolue. Les distances données ici et la constante de raideur dont la valeur a été estimée à 60,5 N/m correspondent au meilleur ajustement que nous ayons obtenu. Pour les mesures, que nous présenterons ci-dessous, obtenues avec le même système sphère-microlevier, nous avons conservé cette valeur de k.

Ces courbes nous ont servi à déterminer la constante de raideur du microlevier que nous utiliserons pour l'analyse suivante. C'est pourquoi, nous avons voulu vérifier le bon comportement du décalage de la fréquence de résonance de ces mesures. Pour cela, nous avons effectué le rapport entre la courbe pour laquelle la différence de potentiel est égale à 3 Volt avec les autres courbes. Si le comportement est correct et que l'estimation du potentiel de contact est bonne alors le rapport des courbes doit être égal au rapport des carrés des différences de potentiel. Ce qui est vérifié, comme le montre la figure de droite.

### **Mesures avec une approche automatique.**

La deuxième méthode consiste à utiliser la boucle d'asservissement pour effectuer une approche automatique. Un décalage de la fréquence de résonance est choisi comme valeur de consigne. Les déplacements du moteur inertiel piézoélectrique s'arrêtent dès que le décalage de la fréquence de résonance a atteint la valeur de consigne. Pour la première approche une différence de potentiel entre la sphère et la surface de 3 V a été appliquée pour une valeur de consigne de -120 Hz. Ensuite, comme précédemment nous effectuons des mesures du décalage de la fréquence de résonance en fonction du déplacement du tube piézoélectrique. Pour chaque différence de potentiel appliquée entre la sphère et la surface, il est nécessaire de changer la valeur de consigne. Par exemple, pour les courbes en potentiel compensé nous avons choisi une valeur de consigne de -5 Hz. Cette méthode nous a permis d'éviter tout contact entre la sphère et la surface. Toutefois, dans ce cas, nous ne connaissons pas la distance relative entre les différentes courbes. En effet, pour les mesures précédentes, la distance de référence autrement distance de départ de la mesure était la même pour toutes les courbes. Ici, la distance de référence est différente, il faudra alors déterminer la distance absolue pour chaque courbe de façon indépendante.

Sur la figure 7.14 sont représentés les décalages de la fréquence de résonance pour une différence de potentiel de 0,5 V (points verts), de -0,5 V (points bleus) et de 0 V (points noirs). La courbe en noir correspond donc à une mesure de l'interaction de Van der Waals. Chaque courbe est une moyenne sur 30 mesures. Le décalage de la fréquence de résonance est donné en valeur absolue. C'est pourquoi, les valeurs sont positives.



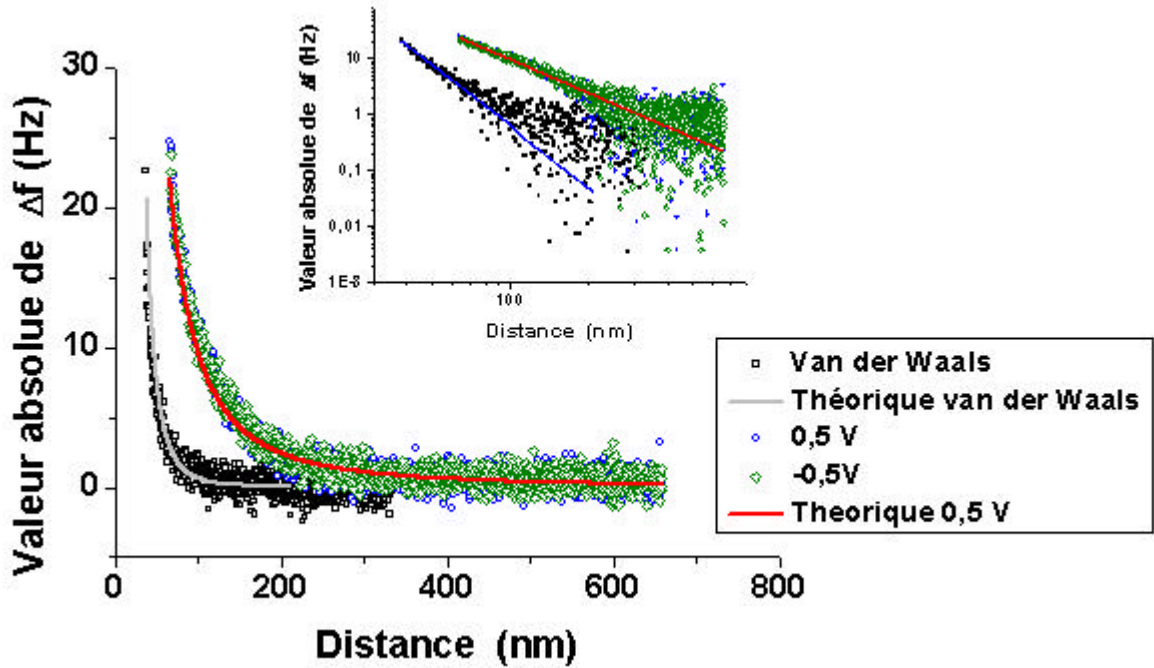


Figure 7.14 : Mesure du décalage de la fréquence de résonance pour une interaction électrostatique ( $V = \pm 0,5V$ ) (points bleus et verts) et pour une interaction de Van der Waals (points noirs). Les courbes sont tracées en échelle linéaire et logarithmique (dans le cadre). Ces courbes sont comparées avec les prédictions théoriques.

Les mesures électrostatiques montrent une variation du décalage de la fréquence de résonance de 0 à 25 Hz sur une distance variant de 650 nm à 70 nm. Toutefois, le tracé en échelle logarithmique montre qu'au-delà de 300 nm, le signal est dominé par le bruit de la mesure.

La mesure de la force de van der Waals montre une variation de la fréquence de résonance de 0 à 20 Hz pour une distance variant de 40 à 300 nm. De même, au-delà de 150 nm, le signal est dominé par le bruit.

La courbe théorique du décalage de la fréquence de résonance pour une différence de potentiel de + ou - 0,5 V (en rouge) est donnée par la relation :

$$\Delta f = f_{0,libre} - f_0 = \frac{f_{0,libre}}{2k} \frac{\partial F(D)}{\partial z} = -\frac{f_{0,libre}}{4k} C''(z)V^2 \quad (7.17)$$

avec  $f_{0,libre}$  la fréquence de résonance libre du microlevier avec la sphère et vaut ici 52670 Hz,  $k$  la constante de raideur du microlevier ( $k=60,5$  N/m),  $C''(z)$  la dérivée seconde de la capacité et  $V$  la différence de potentiel entre la sphère et la surface (soit ici  $V = \pm 0,5V$ ). La

capacité considérée est prise dans la géométrie sphère-plan dans l'approximation où le rayon de la sphère  $R$  est grand devant la distance  $z$ , la dérivée seconde s'écrit alors :

$$C''(z) = \frac{2\pi\epsilon_0 R}{z^2} \quad (7.18)$$

Avec  $\epsilon_0$  la permittivité du vide.

Nous observons, que les courbes expérimentales (points bleus et verts) sont en bon accord avec la courbe théorique (en rouge). Pour cette comparaison, seule la distance absolue était un paramètre ajustable.

La courbe théorique du décalage de la fréquence de résonance pour l'interaction de van der Waals (en gris) est donnée par la relation:

$$\Delta f = f_{0,libre} - f_0 = \frac{f_{0,libre}}{2k} \frac{\partial F(D)}{\partial z} = -\frac{f_{0,libre}}{2k} F'_{vdw} \quad (7.19)$$

avec  $F'_{vdw}$  le gradient de la force de van der Waals. Nous avons vu dans le chapitre I, que la force de van der Waals dans la géométrie sphère peut s'écrire :

$$F_{VDW} = -\frac{HR}{6z^2} \quad (7.20)$$

Or les distances sondées pour cette mesure varient de 40 à 300 nm, régime où la constante de Hamaker non retardée est calculée par la théorie de Lifshitz/Casimir [13] Dans ce cas, la constante de Hamaker varie avec la distance. A partir de ces considérations, A. Lambrecht (LKB Paris) a calculé la constante de Hamaker or-or pour la géométrie sphère-plan. L'évolution de la constante de Hamaker en fonction de la distance est montrée dans la figure 7.15.

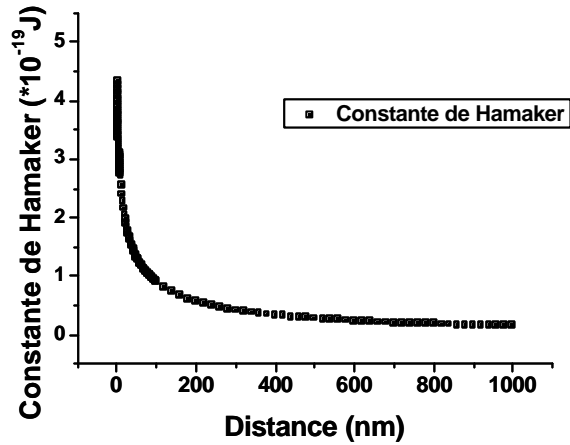


Figure 7.15 : Evolution de la constante de Hamaker or-or calculée par A. Lambrecht en géométrie sphère-plan.

Le gradient de la force de van der Waals s'écrit alors :

$$F'_{VDW} = \frac{R}{6z^3} (zH'(z) - 2H(z)) \quad (7.21)$$

Le comportement de la courbe expérimentale de la force de van der Waals semble en bon accord avec la courbe théorique. Une fois encore, la distance est le seul paramètre ajustable.

Cette courbe correspond à la meilleure comparaison obtenue au cours de cette thèse entre les mesures de la force de Van der Waals/Casimir et les prédictions théoriques. Cette courbe est aussi en bon accord avec les mesures expérimentales du groupe de F.Capasso issues de la référence [12] et montrée dans la figure 7.16 :

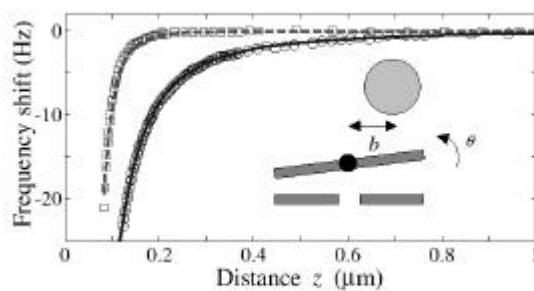


Figure 7.16 : Mesures, par Capasso et al [12], du décalage de la fréquence de résonance d'un pendule de torsion micrométrique en interaction avec une sphère. Les carrés correspondent à une interaction de Casimir et les ronds à une interaction capacitive avec  $V=0,438V$ . Le comportement de ces courbes est très proche de celui de nos mesures ( figure 7.14)

### VII.3.2.2. MESURES DE COURBES D'AMPLITUDE SOUS L'EFFET DE LA FORCE DE VAN DER WAALS/CASIMIR.

Dans ce paragraphe, nous présentons les mesures du décalage de la fréquence de résonance déterminé à partir des courbes d'amplitude. Le principe de la mesure est identique à celui décrit dans la figure 7.5. Elle consiste à mesurer les courbes d'amplitudes en balayant la fréquence d'excitation avec une amplitude d'excitation fixée. L'amplitude de la tension appliquée au piezo exciteur vaut 350 mV. Le système sphère-microlevier a une fréquence de résonance de 5009,8 Hz et une constante de raideur de 0,28 N/m. Les mesures ont été réalisées sous ultra vide et à température ambiante.

Les distances sondées varient de 200 à 25 nm pour l'interaction de van der Waals et de 200 à 70 nm pour l'interaction électrostatique.

Sur la figure 7.17, sont représentées les variations de la fréquence de résonance pour une différence de potentiel entre la sphère et la surface de 0,5 V (points rouges) et de 0 V (points noirs). Les courbes sont tracées en échelle logarithmique afin de mettre en évidence que les valeurs du décalage de la fréquence de résonance varient sur 3 ordres de grandeurs.

Chaque point correspond à une mesure d'une courbe d'amplitude. Ici, seule la détermination de la fréquence de résonance à partir des courbes enregistrées pour un balayage de la fréquence d'excitation croissant est représentée. La durée totale de l'expérience est de 4h30. Par conséquent, l'influence des dérives n'est pas négligeable. Pour corriger cet effet, nous avons supposé une dérive constante pendant toute l'expérience et nous l'avons estimée à 3 Å/min. L'estimation de la distance absolue ( $z$ ) et de la constante de raideur  $k$  du microlevier correspond au meilleur ajustement que nous avons obtenu pour la courbe électrostatique à partir des équations 7.17 et 7.18. Toutefois, ces valeurs sont dépendantes de l'estimation de la dérive. En effet, pour une valeur de dérives différente les courbes seraient contractées ou dilatées et donneraient des valeurs de  $k$  et de  $z$  différentes. De plus, nous avons corrigé la fréquence de résonance à partir de l'ajustement linéaire, en fonction de la vitesse de balayage de la fréquence d'excitation, décrit précédemment.

La courbe de Van der Waals est comparée avec la courbe théorique donnée par les équations 7.19 et 7.21, en considérant les valeurs de  $k$  et de  $z$  déterminées à partir de la mesure électrostatique ainsi que la constante de Hamaker calculée par A. Lambrecht. Pour les

distances intermédiaires on observe un bon accord entre les courbes théoriques et expérimentales. A courtes distances, on observe une très grande différence entre la courbe expérimentale et théorique. Dans l'état actuel, nous n'avons pas identifié l'origine ou les origines de cet écart. (Présence d'une poussière entre la sphère et la surface, effets non linéaires, variation de la vitesse de la dérive, très grande rugosité de la sphère et/ou de la surface qui pourrait entraîner des contacts localisés entre la sphère et la surface introduisant une contribution répulsive...). L'écart à grande distance est attribué à la limite de la résolution de la mesure.

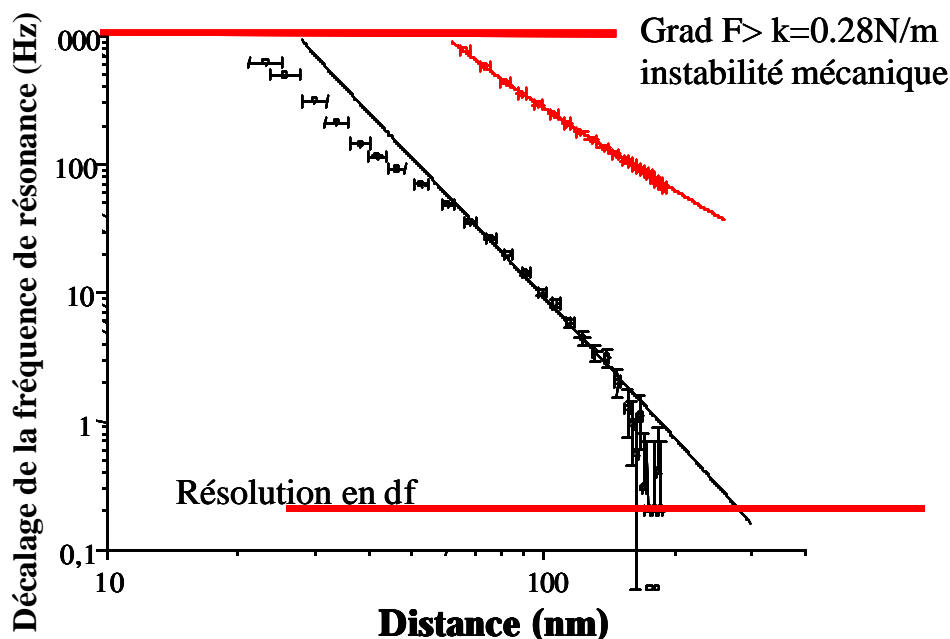


Figure 7.17 : Décalage de la fréquence de résonance déterminée à partir des courbes d'amplitudes en fonction de la distance. Les points rouges correspondent à une interaction électrostatique ( $V=0,5V$ ) et les points noirs à une mesure en potentiel compensé.

L'incertitude sur la distance caractérisée par les barres horizontales de longueur ( $\pm 2$  nm) sont données par le logiciel Origin utilisé pour ajuster la courbe électrostatique et ne tiennent pas compte de l'incertitude sur la dérive estimée. L'incertitude sur la fréquence (barres verticales) vaut  $\pm 0,3\text{Hz}$ , et correspond à la dispersion obtenue sur la détermination de la fréquence de résonance sur 10 courbes d'amplitude enregistrées à grande distance (i.e. sans interaction entre la sphère et la surface).

A courte distance, la mesure est limitée par l'instabilité mécanique. A grande distance, la limite est donnée par la résolution en décalage de fréquence. Ces deux limites sont représentées par

des traits rouges sur la figure. Elles soulignent le fait que pour ces mesures, nous avons parcouru pratiquement toute la gamme qu'il était possible de sonder avec cet appareillage et ce microlevier. Pour des mesures identiques avec le même système sphère-microlevier, il faudrait augmenter la résolution en décalage de fréquence pour augmenter cette gamme et effectuer des mesures à plus grande distance. Les mesures avec un microlevier ont montré une résolution toujours égale ou supérieure à quelques dixièmes de Hz, que ce soit pour des mesures avec l'électronique Omicron ou avec le lock-in. Comme nous le verrons dans le chapitre suivant, les mesures effectuées avec un diapason, l'électronique Nanosurf et un filtre passe bas pour diminuer la bande passante, ont montré une résolution dans la gamme du mHz. Actuellement, les électroniques les plus performantes affichent une résolution pouvant atteindre le  $\mu\text{Hz}$ . [14] On constate sur la courbe de la figure 7.17 que cette augmentation de la résolution en fréquence jusqu'à une valeur de l'ordre de mHz est un objectif en vue de mesure à des distances de l'ordre du micromètre voir plus.

#### VII.3.2.3. MESURES DE LA FORCE DE VAN DER WAALS/CASIMIR PAR LA MESURE DU BRUIT THERMIQUE.

Dans ce paragraphe, nous présentons des mesures du décalage de la fréquence de résonance d'un système sphère-microlevier sous l'effet de la force de Casimir à partir de mesures de spectre de bruit thermique. Un intérêt majeur de cette méthode est qu'elle permet de diminuer au maximum l'amplitude de vibration du microlevier et de s'affranchir ainsi au maximum des effets non linéaires. Toutefois, la contribution du bruit thermique, même à la fréquence de résonance du microlevier, peut être comparable voire inférieure aux autres sources de bruit qui contribuent au bruit de fond. C'est pourquoi, pour mettre en évidence le bruit thermique, il est souvent nécessaire d'effectuer une moyenne sur un grand nombre de mesure. De plus, pour augmenter la résolution en fréquence, il est nécessaire de diminuer au maximum la fréquence d'échantillonnage tout en gardant le nombre de points mesuré (ou d'échantillon) le plus élevé possible ce qui augmente la durée de l'acquisition. La fréquence d'échantillonnage minimale est donnée par le critère de Shannon. Les courbes présentées ici correspondent à un moyennage de 100 courbes, une fréquence d'échantillonnage de 12 kHz et un nombre de points mesurés de 32768. De fait la durée totale d'une acquisition vaut environ 5 minutes.

Cette durée de mesure est la limite majeure de cette méthode, notamment, en raison des dérives comme nous l'avons vu dans le paragraphe VII.2.2.

Le principe de la mesure est décrit dans la figure 7.18

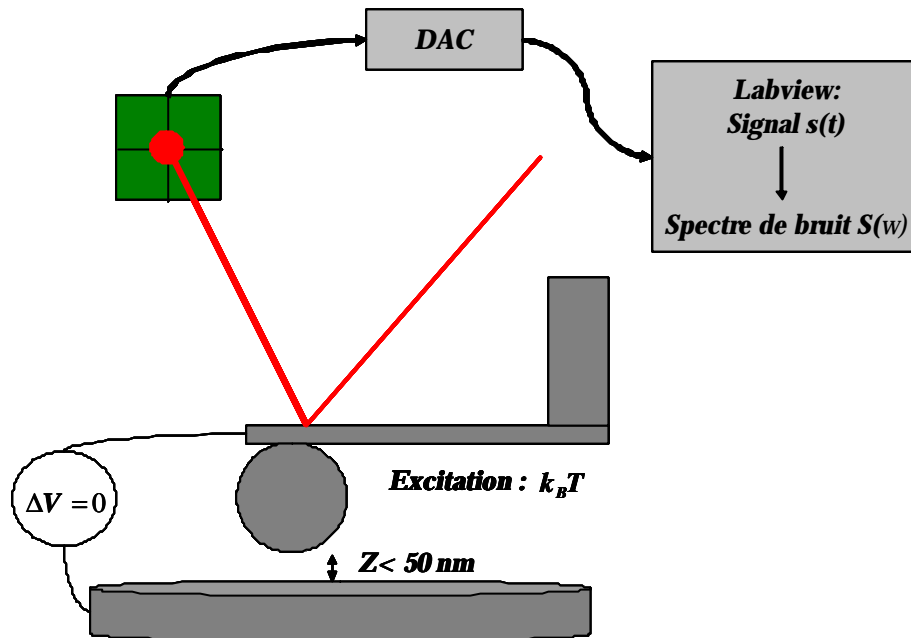


Figure 7.18. Principe de la mesure du décalage de la fréquence de résonance du système sphère-microlevier sous l'effet de la force de Van der Waals/Casimir, lorsqu'il est excité par le bruit thermique. (Cf. Chapitre V)

La mesure du spectre de bruit est identique à celle décrite dans le chapitre V. La seule différence est la présence de la surface au voisinage de la sphère. La distance entre la sphère et la surface est typiquement inférieure à 50 nm. Le potentiel appliqué à la sphère permet de compenser le potentiel de contact. Les mesures ont été réalisées sous ultra vide et à température ambiante. Le microlevier, avec la sphère, est le même que celui utilisée pour l'expérience décrite dans le paragraphe précédent. Pour mémoire, il a une fréquence de résonance de 5009.8 Hz et une constante de raideur de 0,28 N/m.

Les spectres du microlevier avec la sphère, présentés ci-dessus, ont été enregistrés pour différentes distances sphère-surface. Pour déterminer la fréquence de résonance, les spectres ont été ajustés avec des lorentziennes.

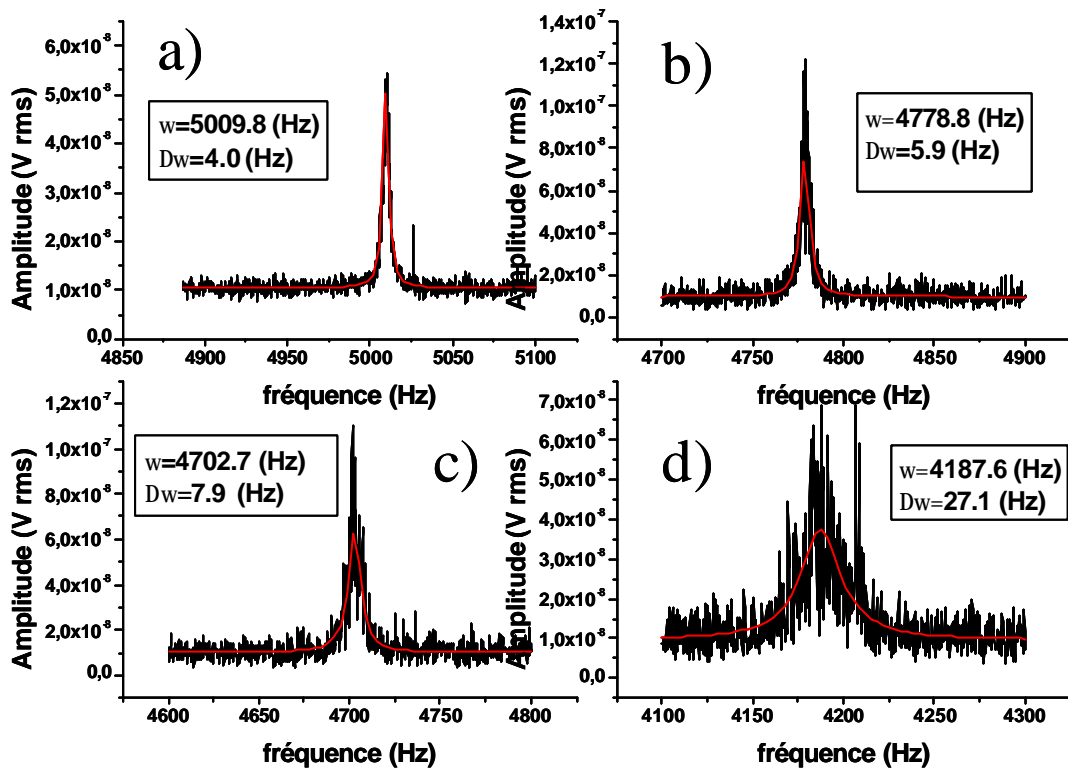


Figure 7.19 : Spectres de bruit thermique du système sphère-microlevier pour différentes distances.

Le spectre a) a été enregistré à grande distance et correspond donc au spectre de bruit du système sphère-microlevier sans interaction avec la surface. On retrouve la fréquence de résonance libre qui vaut 5009.8 Hz.

Les spectres b, c, d ont été enregistrés à très courtes distances (<50 nm). Entre les spectres b) et c) nous nous sommes rapprochés de 2 nm puis de 4 nm entre les spectre c) et d). Sous l'effet de la force de Casimir, la fréquence de résonance du système sphère-microlevier s'est décalée vers les basses fréquences lorsque la distance diminue.

De plus on observe un élargissement de la courbe de résonance avec une largeur à mi hauteur de 5,9 Hz pour la courbe et b) jusqu'à 27,1 Hz pour la courbe d). Une interprétation possible de cet élargissement est traitée dans le chapitre V.

Ces mesures nous ont permis de vérifier la faisabilité de mesurer les effets de la force de Casimir à partir de la mesure des spectres de bruit thermique. Cette méthode met en jeu de très faibles amplitudes de vibration. De fait, elle nous permet de rester dans un régime linéaire même pour de courtes distances et permet aussi, pour une constante de raideur donnée, de diminuer au maximum la plus courte distance sphère surface que nous pouvons sonder.



Toutefois, chaque acquisition dure plusieurs minutes ceci signifie que des mesures quantitatives précises nécessitent que nous puissions nous affranchir au maximum des dérives du système de déplacement.

Ainsi, dans ce chapitre, nous venons de décrire les résultats expérimentaux obtenus en mode dynamique avec des systèmes sphère-microlevier. Contrairement aux mesures statiques présentées dans le chapitre VI, nous avons pu mesurer, au moins qualitativement, les effets de la force de Casimir :

- ✓ Un décalage de la fréquence de résonance d'un oscillateur sous l'effet de la force de Casimir en compensant le potentiel de contact. En tenant compte de la variation de la constante de Hamaker avec la distance, le comportement du décalage de la fréquence de résonance est en bon accord avec les descriptions théoriques dans le régime linéaire.
- ✓ Le couplage non linéaire sous l'action de la force de Casimir pour des grandes amplitudes de vibration.
- ✓ Nous avons pu exploiter la plage de distance maximale sondable. Cette gamme de distance est délimitée à grande distance, par la résolution en décalage de fréquence et aux courtes distances, par l'instabilité mécanique.
- ✓ La possibilité de mesurer la force de Casimir à partir des mesures de spectres de bruits thermiques.

Dans le chapitre suivant, nous présenterons les premières mesures obtenues en mode FM-AFM avec un système sphère-diapason.

## RÉFÉRENCES CHAPITRE VII:

- [1] R. Hillenbrand, M. Stark, et R. Guckenberger. *Higher-harmonics generation in tapping-mode atomic-force microscopy: Insights into the tip-sample interaction*. Appl. Phys. Lett. **76**, 3478 (2000).
- [2] M. Stark, R. Stark, W.M. Heckl et R. Guckenberger. *Spectroscopy of the anharmonic cantilever oscillations in tapping-mode atomic-force microscopy*. Appl. Phys. Lett. **77**, 3293 (2000).
- [3] L.Landau et E.Lifschitz. *Théorie de l'élasticité* Tome 7. Librairie du globe. p147-150.
- [4] J.P. Aimé, R. Boisgard, L. Nony et G. Couturier. Phys. Rev. Lett. **82**, 3388 (1999).
- [5] F. Bertin. *AFM :mode oscillant linéaire*. Rapport Tech, CEA Grenoble- LETI (2003)
- [6] L. Nony. *Analyse de la microscopie de force dynamique : application à l'étude de l'ADN*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I. (Décembre 2000)
- [7] Omicron, manuel de fonctionnement.
- [8] F. J. Giessibl.. *Advances in atomic force microscopy*. Rev. Mod. Phys. **75**, n°3 (2003)
- [9] R.Dianoux, F.Martins, F.Marchi, C.Alandi, F.Comin et J.Chevrier. *Detection of electrostatic forces with an AFM: analytical and experimental dynamic force curves in non-linear regime*. Phys. Rev. B **68**, 045403 (2003)
- [10] J. Polesel Maris, A. Piednoir, T. Zambelli, X. Bouju et S. Gauthier. Nanotech. *An experimental investigation of resonance curves on metallic surfaces in dynamic force microscopy: the influence of frozen versus mobile charges* **15**, S24 (2004).
- [11] J Polesel-Maris, A Piednoir, T Zambelli, X Bouju et S. Gauthier. *Experimental investigation of resonance curves in dynamic force microscopy*. Nanotechnology **14**, 1036 (2003)
- [12] H.B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop et F. Capasso et al, *Nonlinear Micromechanical Casimir Oscillator*. Phys. Rev. Lett, **87**, 211801 (2001)
- [13] A. Lambrecht communication orale.
- [14] On peut citer comme exemple, l'électronique Nanonis : <http://www.lot-oriel.com>



## CHAPITRE VIII. MESURE DE FORCE EN MODE DYNAMIQUE AVEC UN DIAPASON

Les mesures de force présentées jusqu'à présent ont été effectuées sur l'AFM Omicron en utilisant une sphère métallisée collée à l'extrémité d'un microlevier. Nous avons vu dans les chapitres précédents, les difficultés auxquelles nous avons été confrontés en mode dynamique notamment :

- ✓ Les instabilités mécaniques à courte distance pour des microleviers avec de faibles constantes de raideur.
- ✓ Les fortes amplitudes de vibration observées en utilisant le mode FM-AFM de l'électronique Omicron.
- ✓ La grande influence de la présence de la sphère sur les propriétés dynamiques des microleviers. Avec notamment une forte diminution de la fréquence de résonance fondamentale et une baisse du facteur de qualité.

Dans le but de s'affranchir de ces difficultés nous avons mis au point un dispositif expérimental basé sur l'utilisation d'un diapason piézoélectrique. Le montage expérimental a été décrit dans le chapitre IV, ainsi que les caractéristiques principales des diapasons dont nous rappelons quelques points essentiels qui ont motivé le développement du dispositif expérimental :

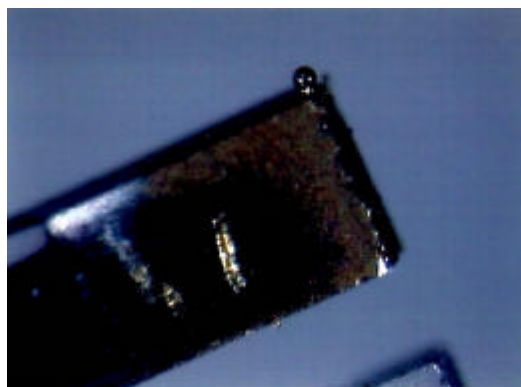
- ✓ Les constantes de raideur très élevées des diapasons ( $>1\text{kN/m}$ ) qui permettent de s'affranchir totalement des instabilités mécaniques.
- ✓ Les grands facteurs de qualité qui permettent d'obtenir une grande sensibilité en détection de forces malgré les constantes de raideurs élevées. [1]
- ✓ Les dimensions et la masse des bras des diapasons sont largement supérieures à ceux des sphères utilisées. De fait, les propriétés dynamiques des diapasons ne devraient pas être trop influencées par la présence de la sphère, ce qui a été observé expérimentalement.
- ✓ Enfin, un avantage majeur des diapasons est la possibilité de contrôler l'excitation des diapasons pour rester dans le régime linéaire. Il est envisageable d'obtenir des amplitudes de vibration inférieures au dixième d'angstroem [2].

De même que la mise au point du montage, les résultats présentés dans ce chapitre ont été obtenus au cours du stage de Mario Rodrigues qui débute actuellement une thèse dans notre groupe et qui m'a été demandé de co-encadrer.

Les mesures présentées dans ce chapitre ont suivi la même stratégie que les mesures montrées précédemment soient :

- ✓ L'utilisation d'une géométrie bien définie, obtenue en collant une sphère de polystyrène à l'un des bras du diapason comme le montre la figure 8.1. La sphère est ensuite métallisée par un dépôt d'or.
- ✓ Mesure du gradient de la force capacitive en fonction du potentiel appliqué. Dans ce montage, le potentiel est appliqué à la surface et la sphère est à la masse. Le but de cette mesure est notamment de déterminer la distance absolue entre la sphère et la surface ainsi que la différence de potentiel de contact entre la sphère et la surface.
- ✓ Pour finir par des mesures de gradients de forces en fonction de la distance, avec ou sans différence de potentiel entre la surface et la sphère.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre IV toutes les mesures ont été réalisées en mode FM-AFM avec une électronique « easy PLL » de Nanosurf. Ce travail nous a donc permis aussi de tester les performances d'une électronique autre que l'électronique Omicron.



*Figure 8.1 : Sphère collée à l'extrémité d'un bras du diapason. La sphère a un diamètre de 80 nm.*

Les dimensions et la masse de la sphère sont bien inférieures à celles d'un des bras du diapason. L'influence de la sphère sur les propriétés dynamiques du diapason est beaucoup

plus faible que pour les microleviers. La figure 8.2 montre une courbe de résonance obtenue à l'air après le collage de la sphère.

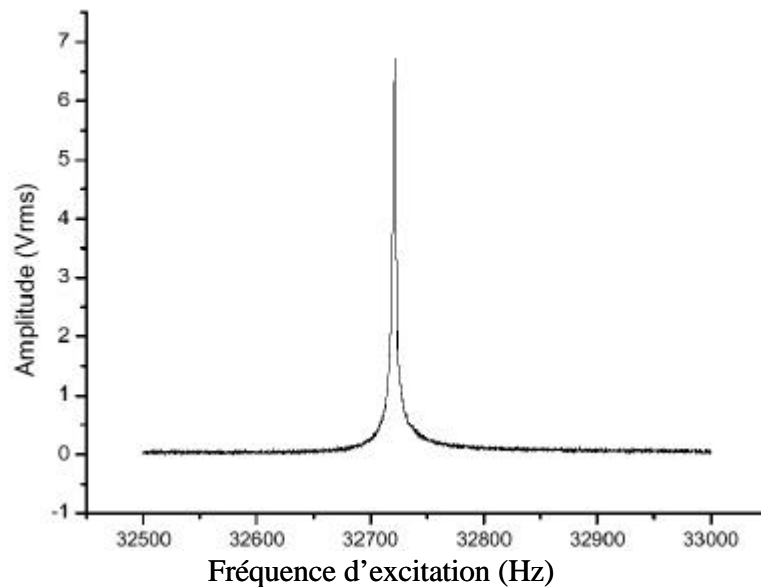


Figure 8.2 : Courbe de résonance typique d'un diapason avec une sphère collée à l'extrémité d'un des bras.

Le facteur de qualité se situe autour de 8000 et la fréquence de résonance vaut 32721 Hz. Dans les mêmes conditions, avant le collage de la sphère, la fréquence de résonance du diapason était de 32768 Hz et le facteur de qualité valait 9000. En plaçant sous vide le diapason avec la sphère, nous avons de nouveau mesuré un facteur de qualité de 9000. Toutes les mesures présentées dans ce chapitre ont été réalisées sous vide. La pression de la chambre était de l'ordre de  $10^{-7}$  mbar. Enfin, toutes les mesures présentées ici ont été réalisées avec des amplitudes de vibration de 3 nm

## VIII.1. MESURES DE FORCES CAPACITIVES A DISTANCE FIXE.

Le principe des premières mesures est de déterminer le décalage de la fréquence de résonance du diapason en fonction du potentiel appliqué à la surface.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, le décalage de la fréquence de résonance  $\Delta\omega$  induit par un couplage capacitif s'écrit, dans le régime linéaire, en fonction du potentiel appliqué à la surface  $V$ , selon la relation :

$$\Delta\omega = \frac{\omega_0}{2k} C''(z)(V - V_0)^2 \quad (8.1)$$

Où  $\omega_0$  représente la fréquence de résonance libre de l'oscillateur,  $k$  est la constante de raideur du diapason et vaut pour les mesures présentées ici 26,9kN/m,  $C''(z)$  la dérivée seconde de la capacité et  $V_0$  est la différence de potentiel de contact entre la sphère et la surface.

Les mesures sont représentées sur la figure 8.3. Les distances indiquées sur le graphique seront déterminées à la fin de ce paragraphe. Il est à noter, que les décalages de la fréquence de résonance mesurés valent au maximum 300 mHz. Ainsi, les variations complètes de ces courbes sont inscrites dans les barres d'erreurs de nos mesures avec un microlevier, présentées dans le chapitre précédent, pour lesquelles la résolution en décalage de fréquence était au mieux de quelques dixièmes de Hertz. Nous reviendrons sur ce point à la fin de ce chapitre.

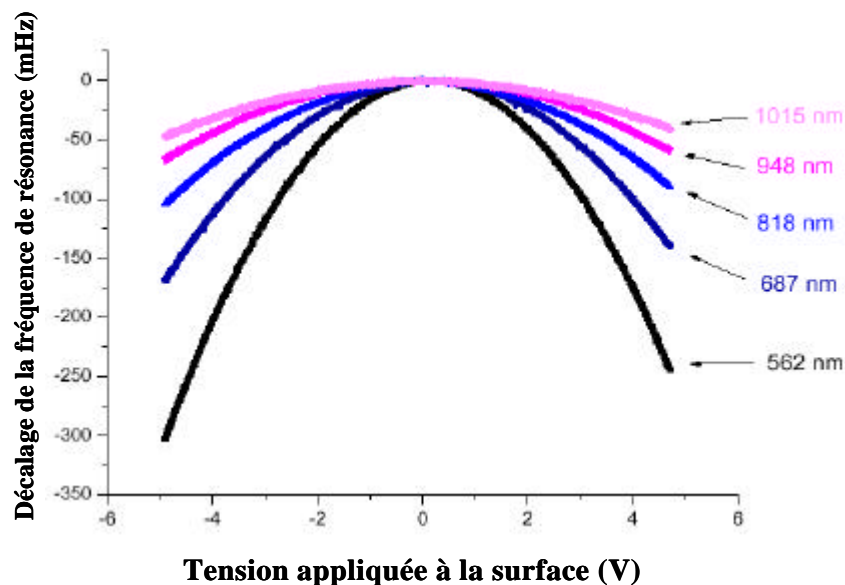


Figure 8.3 : Décalage de la fréquence de résonance en fonction du potentiel appliqué à la surface.

Afin de déterminer les distances pour chacune des courbes et le potentiel de contact entre la sphère et surface, nous réécrivons l'équation 8.1 selon la relation (pour la  $n^{\text{ème}}$  courbe) :

$$\Delta f_n = a_n V^2 + b_n V + c_n \quad (8.2)$$

Cette formule est celle qui a été utilisée pour ajuster les courbes à partir du logiciel Excel. Les relations entre les paramètres de cette formule et ceux de l'équation (8.1) sont :

$$a_n = \frac{\omega_0}{2k} C''(z_n) \quad (8.3)$$

$$b_n = 2a_n V_0 \quad (8.4)$$

$$c_n = a_n V_0^2 \quad (8.5)$$

Ainsi, le potentiel de contact  $V_0$  peut facilement se déduire des paramètres d'ajustement selon la relation :

$$V_0 = \frac{b_n}{2a_n} \quad (8.6)$$

Dans cet exemple, le potentiel de contact trouvé vaut 150 mV.

Pour déterminer la distance à partir des paramètres d'ajustement, il faut exprimer la dérivée seconde de la capacité en fonction de la distance. Nous avons vu précédemment, que nous travaillons dans la géométrie sphère-plan. Toutefois pour tous les résultats présentés ici, les meilleurs accords avec les prédictions théoriques ont été obtenus en considérant une géométrie plan-plan. Le passage de la configuration sphère-plan à plan-plan a été provoqué par la déformation de la sphère au cours des expériences. En effet, les diapasons possèdent des constantes de raideur élevées. Ainsi, dans le cas d'un contact franc entre la sphère et la surface, le diapason contrairement au microlevier ne se défléchi pas ce qui entraîne une déformation irréversible de la sphère. La figure 8.4 présente des images MEB de la sphère après la série d'expérience présentée dans ce chapitre.

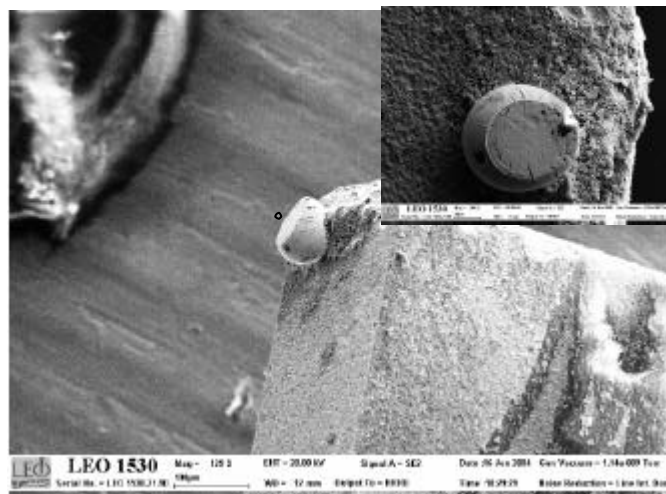


Figure 8.4 Images MEB de l'extrémité du diapason et de la sphère. La sphère s'est aplanie après les multiples contacts produits au cours des expériences.



Ces images montrent clairement l'écrasement de la sphère. Le rayon du plan ainsi formé est de  $35\mu\text{m}$ . L'extrémité plate de la sphère fait un angle de  $15^\circ$  par rapport au bras du diapason. Comme on peut s'y attendre, cet angle correspond à l'angle imposé par le montage entre la surface et les bras du diapason. Ceci nous suggère que les deux plans, l'échantillon et la sphère tronquée sont bien parallèles. Dans l'encadré de la figure 8.4, on observe une vue de face de la sphère. On observe la présence d'une très forte rugosité de la surface. Cette rugosité nécessitera la prise en compte d'une aire effective pour le plan considéré dans les analyses des courbes présentées dans la suite. En effet, alors que le rayon de la partie plane est de  $35\mu\text{m}$ , les meilleurs ajustements ont été obtenus pour des rayons effectifs inférieurs à  $10\mu\text{m}$ .

Ainsi en considérant un condensateur plan-plan, le paramètre  $a_n$  s'écrit :

$$a_n = -\frac{\epsilon_0 S \omega_0}{2kz_n^3} \quad (8.7)$$

avec  $-\frac{\epsilon_0 S}{z_n^3}$  qui correspond à la dérivée seconde de la capacité plan-plan.

Ainsi, la dérivée seconde de la capacité et donc le paramètre  $a_n$  sont proportionnels à l'inverse de la distance à la puissance 3. Ainsi, en traçant  $y = \frac{1}{\sqrt[3]{a}}$  en fonction de la distance, le paramètre  $a$  étant déterminé à partir des mesures, nous pouvons vérifier que  $y$  est bien proportionnel à la distance. Le comportement linéaire de  $y$  en fonction de la distance est montré sur la figure 8.5.

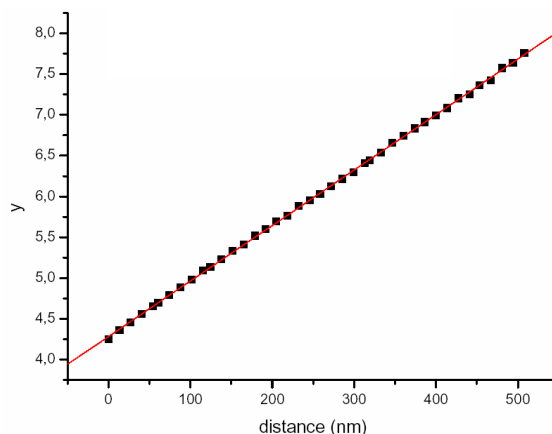


Figure 8.5 : Paramètre « y » en fonction de la distance. La distance de référence correspond à la séparation entre les deux plans la plus petite.

La distance de référence ( $z_0$ ) correspond à la distance de mesure pour laquelle la séparation était la plus petite. La distance  $z$  peut alors s'écrire :  $z = z_0 + \Delta z$ .  $\Delta z$  correspond à la distance relative entre chaque mesure qui elle est connue. Dans la figure 8.5,  $y$  est tracé en fonction de cette distance relative selon la relation :

$$y = \alpha + \beta \Delta z \quad (8.8)$$

$$\text{avec } \alpha = \left( \frac{2k}{\varepsilon_0 S \omega_0} \right)^{1/3} z_0 \quad (8.9)$$

$$\text{et } \beta = \left( \frac{2k}{\varepsilon_0 S \omega_0} \right)^{1/3} \quad (8.10)$$

Le rapport  $\alpha/\beta$  directement accessible à partir de l'ajustement de la courbe précédente donne la valeur de  $z_0$ . Ainsi, pour les courbes montrées sur la figure 8.3, la distance absolue entre les deux surfaces pour la courbe la plus proche vaut 562 nm. Ainsi, malgré la perte de la géométrie parfaitement définie que nous désirons, il nous a été possible de déterminer la distance absolue entre les deux surfaces à partir de la mesure du décalage de la fréquence de résonance en fonction du potentiel appliqué à la surface et à distance fixe. La dépendance du décalage de la fréquence de résonance en  $z^{-3}$  nous permet malgré la géométrie « très accidentée » de considérer un condensateur plan-plan. Toutefois, la distance absolue déterminée ne correspond pas à la distance la plus proche entre les deux plans mais entre la surface de l'échantillon et un plan moyen « électrostatique ». De plus comme nous l'avons déjà dit, cette forte rugosité associée à l'approximation plan-plan nécessitera la prise en compte d'une surface effective plus petite que la surface observée par MEB. La surface effective ( $S$ ) peut se calculer à partir par exemple du paramètre  $\beta$ . En posant  $S = \pi R_{\text{eff}}^2$ , on calcule un rayon effectif

$$R_{\text{eff}} = 9 \pm 1 \mu\text{m}$$

## VIII.2. COURBES D'APPROCHE RETRAIT.

Le principe des mesures consiste à détecter le décalage de la fréquence de résonance du système sphère-diapason en fonction de la distance de séparation.

Dans le cadre de cette de thèse, le but principal de ces expériences étaient d'étudier une alternative au microlevier pour les mesures de forces faibles selon les critères présentés en introduction de ce chapitre. Ainsi, à partir d'exemples de nos mesures, nous nous concentrerons uniquement sur les points que nous considérons essentiels afin de décrire les perspectives de développement de systèmes de mesures de force. C'est pourquoi, dans la suite, nous ne décrivons pas le traitement des données.

Dans la figure 8.6 est montré un exemple typique d'une courbe d'approche retrait pour un système sphère-diapason.

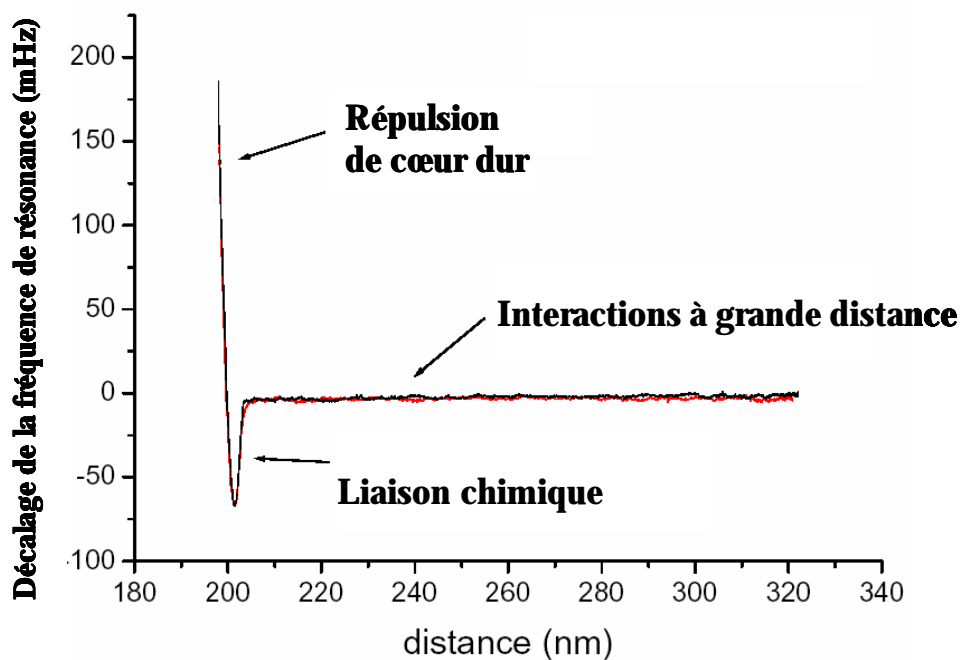


Figure 8.6. Décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance. La courbe noire correspond à l'approche et la courbe rouge au retrait.

La courbe noire (respectivement la courbe rouge) montre les variations du décalage de la fréquence de résonance de l'oscillateur lors de l'approche (respectivement lors du retrait). Lors de la mesure aucune tension n'était appliquée sur la surface. Ainsi, la différence de potentiel

entre les deux surfaces (l'échantillon et la sphère tronquée) correspond au potentiel de contact déterminé précédemment et qui vaut 150mV. Comme on pouvait s'y attendre, on n'observe pas d'instabilité mécanique au voisinage du contact entre les surfaces. L'absence d'instabilités mécanique se traduit par l'absence d'hystérésis entre l'approche et le retrait.

Les courbes font clairement apparaître 3 régimes selon les distances:

- ✓ Un régime répulsif au plus courte distance qui se caractérise par une augmentation de la fréquence de résonance du diapason et une variation rapide avec la distance.
- ✓ Un régime attractif avec des variations très rapides en fonction de la distance. Ces très fortes variations sont liées à l'interaction chimique entre les deux surfaces.
- ✓ Enfin un régime à plus longue distance qui correspond à une interaction attractive à longue portée. Deux contributions différentes peuvent participer au régime à grande distance : L'interaction de Van der Waals et le couplage capacitif.

Pour le régime à longue distance, les variations sont très faibles et ne sont pas visibles aux échelles de la figure (8.6). Dans la figure suivante (8.7), est représentée uniquement la courbe d'approche et un agrandissement du régime à grande distance est montré dans l'encadré.

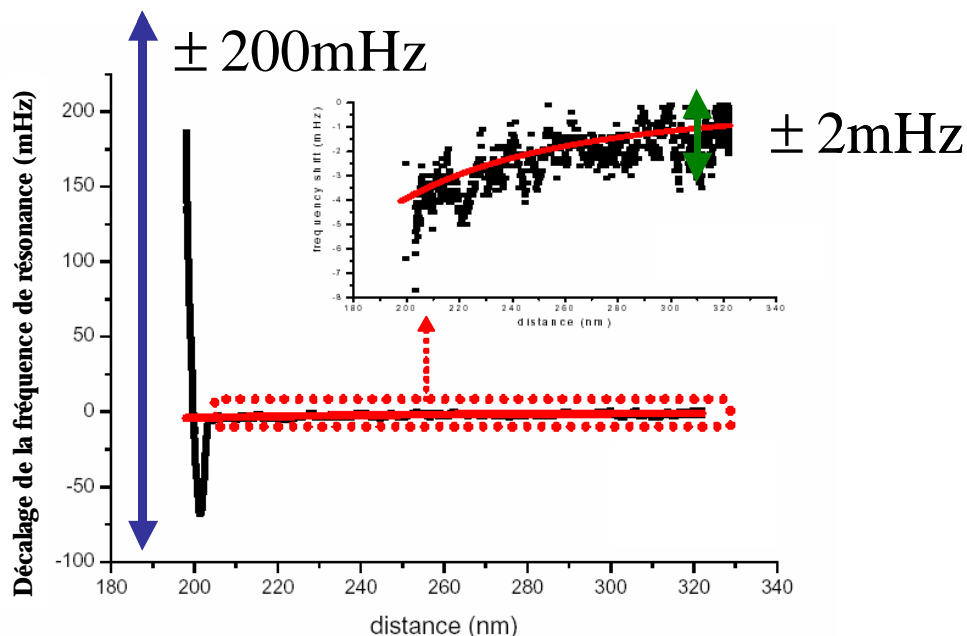


Figure 8.7. Décalage de la fréquence de résonance en fonction de la distance. Dans l'encadré, on observe un agrandissement de la courbe autour de l'interaction à grande distance. L'interaction à grande distance correspond à une interaction électrostatique liée au potentiel de contact qui vaut 150 mV.

Ainsi, en zoomant la partie attractive longue distance on observe une variation de la fréquence de résonance d'environ 3 mHz. Pour vérifier l'origine de ces variations (Van der Waals ou électrostatique), nous avons considéré un couplage capacitif plan-plan avec un rayon effectif égale à  $9\mu\text{m}$  et une différence de potentiel donnée par le potentiel de contact soit  $V = 150\text{mV}$ . Ces valeurs correspondent à celles qui ont été déterminées précédemment. La distance était donc le seul paramètre ajustable pour cette courbe. Cette distance correspond à la distance entre la surface électrostatique moyenne de la sphère tronquée et la surface de l'échantillon. La distance de 200 nm pour laquelle une contribution répulsive apparaît donne une estimation de la rugosité de la surface. Le résultat est représenté par la courbe rouge. Le bon accord entre les variations de la courbe théorique et de la courbe expérimentale, nous indique que la seule contribution significative est l'interaction électrostatique. Il n'y a pas de contribution de la force de Van der Waals.

La flèche bleue sur le graphique correspond à la meilleure résolution en décalage de fréquence que nous ayons obtenue lors des mesures avec un système sphère-microlevier soit  $\pm 0,2\text{Hz}$ . Ceci signifie que la totalité de la courbe présentée ici est inscrite dans la barre d'erreur de nos mesures précédentes. La flèche verte correspond à la résolution pour le système sphère-diapason soit  $\pm 2\text{mHz}$ . Nous avons vu dans le chapitre IV, que le signal de sortie de la PLL était filtré par un filtre passe-bas avec, en général une fréquence de coupure de 1Hz. C'est ce filtrage qui nous permet d'obtenir cette résolution. Cette résolution en fréquence est comparable à la résolution des mesures à partir d'un microsysteme de la force de Casimir par Fischbach et al. [3]. Il existe donc un rapport de 100 entre les résolutions en décalages de fréquence obtenues dans les deux cas. De plus, la comparaison entre les rapports  $\frac{2k}{\omega_0}$  pour les deux systèmes nous donne une résolution indiquée en gradient de force. Ceci signifie que pour une résolution identique à celle obtenue en décalage de fréquence de résonance avec les diapasons, nous pourrions détecter des gradients de force 100 fois plus faibles avec les systèmes sphère-microlevier.

Ainsi, l'obtention d'une résolution dans la gamme du mHz est un objectif central en vue d'effectuer des mesures à grande distance avec un système sphère-microlevier. Dans ce but, le groupe Piconewton va développer un dispositif de mesure de force. La détection des déplacements du microlevier sera effectuée par une méthode interférométrique. Ceci

permettra d'obtenir un dispositif expérimental compact ce qui permet d'envisager des mesures à basse température selon les motivations suivantes :

- ✓ Diminuer les dérives des systèmes de déplacements, ce qui permet d'une part pouvoir diminuer la bande passante de la mesure et ainsi gagner en résolution et avoir un meilleur contrôle de la distance sphère-microlevier pour diminuer les risques de contact.
- ✓ Diminuer le bruit thermique de la mesure et augmenter ainsi la résolution des mesures.

Enfin, nous espérons aussi augmenter la résolution en utilisant l'électronique Nanosurf et un filtre passe bas.



## REFERENCES CHAPITRE VIII:

- [1] K.Karrai, I.Tiemann, S.Manus, R.D.Grober, J.Acimovic, J.Schuck, D.Hessman, P.J.Kindlemann, J.Hespanha et A.S.Morse. *Fundamental limits to force detection using quartz tuning forks*. Rev. Sci. Instrum. **71**, 2776 (2000)
- [2] G.Rubio-Bollinger, P. Joyez et N. Agraït. *Metallic Adhesion in Atomic-Size Junctions*. Phys. Rev. Lett. **93**, 116803 (2004)
- [3] R.S. Decca, D. Lopez, E. Fischbach et D.E. Krause. *Measurement of the Casimir force between dissimilar metals*. Phys. Rev. Lett, 91, 050402-1 (2003)





## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail de thèse a eu pour centre d'intérêt la mesure quantitative de forces attractives à grandes distances entre une sphère de dimension micrométrique métallisée et une surface métallique. Dans ce qui suit, nous allons rappeler les points essentiels des travaux effectués au cours de cette thèse dont le but premier était de mesurer avec précision la force de Casimir. De plus, nous ferons ressortir les perspectives envisagées à la suite de cette étude.

Afin de mesurer des forces à grande distance, nous avons opté pour l'utilisation d'un microscope à force atomique. En général, les mesures de forces avec un AFM sont limitées à des gammes de distance de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. Pour effectuer des mesures à grande distance, il nous a été nécessaire de remplacer la pointe standard d'AFM par des microsphères de polystyrène. En plus de permettre des mesures à grande distance, l'utilisation des sphères possède l'énorme avantage de travailler dans une géométrie bien définie. Les analyses quantitatives des résultats présentées dans cette thèse reposent essentiellement sur le bénéfice de la géométrie sphère-plan. Bien sûr, malgré la difficulté de mise en œuvre, dans le futur, il serait intéressant de considérer la géométrie plan-plan notamment pour les mesures de la force de Casimir en se rapprochant ainsi de la configuration initiale utilisée par H.B.G Casimir.

Ainsi, la première étape importante de cette thèse a été de préparer et de caractériser les systèmes sphère-microlevier. La réussite des expériences nécessite le contrôle de la préparation des sondes pour les 3 étapes essentielles : le choix du microlevier selon les expériences envisagées, la micromanipulation pour le collage et la métallisation du système.

Nous avons effectué ensuite une analyse du bruit pour l'AFM Omicron.

Afin d'effectuer des mesures de forces faibles, il était nécessaire de vérifier que notre système de mesure est suffisamment sensible. Pour ce faire nous nous sommes basés sur la détection du bruit thermique du système sphère-microlevier. Cette étude nous a permis aussi de déterminer la résolution de nos mesures.

Les premières mesures de forces que nous avons réalisées ont été des mesures en mode statique. Ces mesures nous ont permis de valider la préparation des systèmes sphère-

microlevier. Nous avons pu aussi effectuer des mesures quantitatives précises de forces capacitives avec des intensités de l'ordre de quelques dizaines de picoNewton et pour des distances supérieures à 100 nm jusqu'à 500 nm. La précision des mesures nous a permis aussi de mettre en évidence des effets non négligeables de la déflexion du microlevier sur la détermination de la distance sphère surface.

Nous nous sommes intéressés ensuite aux mesures en mode dynamique. Nous avons pu mettre en évidence qualitativement le couplage entre l'oscillateur (sphère-microlevier) et une surface sous l'effet de la force de Casimir :

- ✓ Un décalage de la fréquence de résonance d'un oscillateur sous l'effet de la force de Casimir en compensant le potentiel de contact. En tenant compte de la variation de la constante de Hamaker avec la distance, le comportement du décalage de la fréquence de résonance est en bon accord avec les descriptions théoriques dans le régime linéaire.
- ✓ Le couplage non linéaire sous l'action de la force de Casimir pour des grandes amplitudes de vibration.
- ✓ Pour quelques expériences, nous avons pu exploiter la plage de distance maximale mesurable. Cette gamme de distance est délimitée à grande distance, par la résolution en décalage de fréquence et aux courtes distances, par l'instabilité mécanique.
- ✓ La possibilité de mesurer la force de Casimir à partir des mesures de spectres de bruits thermiques.

En fin de thèse, le contrôle croissant des mesures de forces conservatives notamment en enregistrant les courbes complètes de résonance des microleviers excités mécaniquement ou thermiquement et soumis à l'interaction avec la surface nous a permis d'aborder l'étude des mécanismes de dissipation associés aux interactions à longue distance. Nous avons ainsi observé la dissipation par couplage électromécanique ou par couplage avec le rayonnement thermique dans le régime de champ proche. Là encore, la géométrie sphère-plan ouvre la voie à l'étude quantitative des deux canaux de dissipation. Les possibilités sont ici nombreuses et intéressantes tant pour l'investigation des mécanismes de contrôle des microsystèmes qu'au plan plus fondamental : forces fluctuantes d'origine thermique dans le régime classique voire quantique ou d'origine différente comme le bruit blanc dû au bruit de grenaille (dans les mesures de pression de radiation), effet du retard souligné par les travaux récents de Khaled

Karrai, contrôle de la température, variation de la conductivité du substrat et de la sphère pour le couplage électromagnétique en allant jusqu'à l'effet des transitions supraconductrices. Cette thèse dans le cadre en particulier des MEMS et des NEMS s'inscrit dans une thématique en ouverture avec des perspectives très riches.

Enfin, ce travail de thèse a contribué à la mise au point d'une machine de force basée sur la détection avec un diapason piézoélectrique. Ce dispositif a été développé au cours du stage de fin d'étude de Mario Rodrigues dans le cadre de la collaboration du LEPES avec Fabio Comin à l'ESRF. Motivé par les résultats obtenus au cours de cette thèse et tirant bénéfice de l'expérience acquise lors du développement de la machine de force. Le groupe PicoNewton va développer un nouveau dispositif de mesure de force basé sur la détection des déplacements d'un microlevier par une méthode interférométrique. Un enjeu majeur de ce projet est de pouvoir augmenter la résolution en force et en gradient de force pour effectuer des mesures pour des distances de séparation au-delà du micromètre. La collaboration avec Astrid Lambrecht nous a conduit à envisager des mesures de la force de Casimir avec au moins une des deux surfaces micro ou nano structuré.



## Résumé

Les MEMS et NEMS (Micro et Nano ElectroMechanical Systems) connaissent un développement important notamment dans le cadre de la Nanomécanique. Le bon fonctionnement de ces MEMS/NEMS est soumis au contrôle des interactions de surfaces séparées par des distances de l'ordre de 100 nm à 1  $\mu$ m. A cette échelle, les forces dominantes peuvent être de nature variée (Van der Waals, Casimir, électrostatique, magnétique,...). Ce travail de thèse est consacré à l'étude expérimentale par AFM des interactions électrostatiques et de Van der Waals/Casimir entre une microsphère et une surface d'or. Une attention particulière a été apportée à la préparation et à la caractérisation des sondes (microsphère collée sur un microlevier). Ensuite, à partir de l'analyse du bruit et de la sensibilité du système de mesure, nous avons pu montrer notre capacité à mesurer des forces faibles avec une résolution inférieure au piconewton. Par une détection statique, nous avons mesuré précisément des forces capacitives de l'ordre de quelques dizaines de piconewton et pour des distances comprises entre 100 et 500 nm. Nous avons mesuré et quantifié les effets de la déflexion du microlevier sur la détermination de la distance sphère-surface. Par des mesures dynamiques, nous avons étudié le couplage entre un oscillateur (sphère-microlevier) excité mécaniquement ou thermiquement et une surface sous l'effet de la force de Casimir. Enfin, les mesures en mode dynamique, nous ont permis d'aborder l'étude des mécanismes de dissipation associés aux interactions à longue distance. Nous avons ainsi observé la dissipation par couplage électromécanique.

## Abstract

MEMS and NEMS (Micro and Nano Electro-Mechanical Systems) know a wide development within the framework of the Nanomechanics. The good functioning of these MEMS / NEMS is subjected to the control of interactions of surfaces separated by distances of the order of 100 nm to 1 micron. At this scale, dominant forces can have different origins (van der Waals, Casimir effect, electrostatic, magnetic...). This thesis presents an experimental study by AFM of the electrostatic and Van der Waals/Casimir interactions between a microsphere and a metallic surface. In first, we prepare and characterize the sensors (microsphere glued onto a cantilever beam). Our sensitivity measurements determined by noise analysis reaches a resolution better than the piconewton range. In static mode, we measured precisely capacitive forces of the order of few dozens of piconewton in the 100 to 500 nanometer range. We also measured and quantified the cantilever deflection effects on the determination of the sphere-surface distance. By dynamic measurements, we studied the coupling between the oscillator mechanically or thermally excited and a surface under the influence of Casimir effect. Finally, dynamic mode measurements allowed us to study dissipation mechanisms associated to long range interactions. As example, we observed the damping induced by electromechanical coupling.