HAL
open science

Vers un microscope de force de Casimir : mesure quantitative de forces faibles et nanopositionnement absolu

Guillaume Emmanuel Jourdan

To cite this version:

Guillaume Emmanuel Jourdan. Vers un microscope de force de Casimir : mesure quantitative de forces faibles et nanopositionnement absolu. Physique [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007. Français. NNT : . tel-00273933

HAL Id: tel-00273933

https://theses.hal.science/tel-00273933v1

Submitted on 16 Apr 2008

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.

Thèse

présentée par

Guillaume Jourdan

pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Joseph Fourier

Grenoble I en physique

Vers un microscope de force de Casimir

mesure quantitative de forces faibles
et
nanopositionnement absolu

soutenue publiquement le 29 Novembre 2007

Directeurs de thèse :
Joël Chevrier
Astrid Lambrecht

Membres du Jury :

Serge Reynaud	Président du jury
Elisabeth Charlaix	Rapporteur
Antoine Heidmann	Rapporteur
Roberto Onofrio	Rapporteur (Absent)
Fabio Pistolesi	Examinateur
Valéry Nesvizhevsky	Examinateur
Joël Chevrier	Directeur de thèse

Institut Néel - ESRF
Laboratoire Kastler Brossel

Remerciement

L'étude expérimentale de la force de Casimir a constitué le sujet de ma thèse, qui a débuté en septembre 2004. Durant les trois années qui ont suivi, mes activités de recherche ont eu lieu dans différents laboratoires à Grenoble et à Paris. J'ai ainsi été attaché administrativement au LEPES[1], qui fut par la suite intégré à l'Institut Néel en janvier 2007. Je voudrais remercier les directeurs successifs Didier Mayou et Alain Fontaine pour leur accueil au sein de leur laboratoire. Je suis également reconnaissant envers Fabio Comin, directeur du SSL[2], une unité de recherche de l'ESRF[3], dans laquelle le montage expérimental pour réaliser les mesures de force de Casimir fut mis en place. Enfin de nombreux aspects théoriques de ce phénomène quantique ont été abordés avec l'équipe « Fluctuations quantiques et relativité » au LKB[4] à Paris.

Je voudrais remercier Serge Reynaud d'avoir accepté d'être président de mon jury de thèse. Je remercie également mes trois rapporteurs Elisabeth Charlaix, Antoine Heidmann et Roberto Onofrio pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce manuscrit de thèse : j'espère que la lecture de l'intégralité du rapport ne fut pas trop laborieuse par sa longueur. Je remercie enfin Fabio Pistolesi et Valéry Nesvizhevsky pour leur participation à l'évaluation de ce travail.

Trois années de recherche ont été nécessaires pour pénétrer dans la thématique des mesures de force aux échelles nanométriques. La construction d'un montage expérimental, la compréhension de son fonctionnement, l'identification, l'analyse des paramètres pertinents et des difficultés expérimentales correspondent aux principales tâches auxquelles je me suis confronté tout au long de ma thèse. La progression s'est essentiellement faite par pallier de difficulté variable, que l'on juge souvent trop long lorsque l'on débute dans ce domaine professionnel ! Le rythme d'apprentissage est en effet différent de celui d'un cours. Il s'agit certainement de la principale difficulté à laquelle je m'étais le moins préparé. Cette première expérience professionnelle dans le milieu de la recherche me permet ainsi d'aborder aujourd'hui la suite de ma carrière sous des perspectives plus réalistes. Je tiens à remercier chaleureusement mon directeur de thèse Joël Chevrier de m'avoir encadré et de m'avoir initié à cette activité. Les relations que nous avons entretenues ont parfois été ponctuées de quelques points de désaccord : avec du recul, je réalise que ce genre de situation était difficilement évitable, tant les positions de doctorant et de directeur de thèse sont soumises chacune de leur coté à des contraintes différentes. Par dessus tout, ce qui apparaît le plus important à mes yeux, est son soutien « sans faille » durant toute la progression de la thèse : il s'est toujours montré très intéressé et très enthousiaste par les résultats issus de mes travaux. Ses nombreux encouragements ont été un ingrédient essentiel pour atteindre le niveau de mesure de force de Casimir présenté

[1]Laboratoire d'Étude des Propriétés Électroniques des Solides
[2]Surface Science Laboratory
[3]European Synchrotron Radiation Facilities
[4]Laboratoire Kastler Brossel

dans ce rapport. Sa façon d'aborder la recherche - tirer au mieux et mettre en avant les points positifs - constitue ainsi un exemple qui devrait m'inspirer dans le futur.

Le projet de thèse s'était initialement constitué autour d'une composante expérimentale forte et d'une composante théorique plus modeste visant à comprendre les effets de la nanostructuration de surface sur la force de Casimir. Dans les faits, la première s'est montrée complètement dominante et a pour conséquent laissé peu de place à la seconde. Cependant la cotutelle mise en place avec Astrid Lambrecht au LKB m'a offert un cadre privilégié pour avancer dans mon sujet en abordant de nombreux points fondamentaux. Je tiens à remercier Astrid pour l'aide apportée, à travers les questions que je lui posais et pour la mise en place d'un programme de calcul de la force de Casimir : les connaissances qui résultent de ces échanges sont un atout pour communiquer avec les membres de la communauté « Casimir ».

L'activité de mesure de forces aux échelles nanométriques a été initiée par Gauthier Torricelli dès 2002 dans l'équipe Piconewton. Nous avons eu l'occasion sur la fin de sa thèse de discuter et de mener ensemble quelques expériences : ses travaux ont constitué un socle appréciable pour les miens qui ont suivi depuis. Je souhaite qu'il en soit de même pour Justine Étienne qui nous succède pour former la troisième génération de chercheurs « en force de Casimir » ! Les tâches à mener pour les projets en perspectives ne seront pas simples à régler : mais c'est ce qui fait l'intérêt et peut être même le charme du métier... ;) J'aimerais également encourager l'ensemble des membres de l'équipe engagés de près ou de loin dans le projet « Casimir » : Hermann Sellier, Alexis Mosset, Wilfrid Schwartz, Jean François Motte, Thierry Ouisse et Serge Huant.

Le montage expérimental au centre de cette thèse fut conçu par Monique Navizet à l'ESRF, déjà impliquée dans de nombreux projet au sein du SSL. Gauthier et moi même l'avons ensuite mis en place durant l'été et l'automne 2005. Le succès des résultats expérimentaux présentés dans ce manuscrit n'aurait jamais vu le jour sans la patience et l'impressionnante dextérité de Simon Ledenmat, pour qui l'assemblage de microsphère et de microlevier relève désormais de la routine. Il a ainsi suivi l'ensemble des étapes de préparation des échantillons et des sondes : la métallisation a eu lieu en compagnie de Khaled à Nanofab sous la direction de Thierry Fournier. Il a ensuite mené leur caractérisation au MEB[5] avec l'aide d'Irina et enfin à l'AFM[6]. Je voudrais remercier l'ensemble des acteurs cités précédemment : leurs différentes contributions à ce travail furent toutes essentielles chacune à leur niveau !

Durant ces trois années passées sur Grenoble, j'ai côtoyé de nombreuses personnes dans les salles de manips, au labo, et plus simplement dans la vie extra professionnelle. Au SSL, j'ai entretenu de nombreux échanges scientifiques avec Mario, Florence, Olivier, Miguel, Sönke, Michal, Emilie et Raphaëlle : nous partagions un certain nombre de préoccupations expérimentales (problèmes d'instrumentation, bruit de mesure *etc.*). Du coté du laboratoire de spectroscopie physique, je pense également à Frédérico, Yannick et Aurélien confrontés à des problèmes expérimentaux similaires : malheureusement, les échanges furent beaucoup moins nombreux en raison de l'éloignement géographique de nos montages ! Le rapprochement récent du groupe de Serge Huant et de Joël Chevrier au sein de l'institut Néel devrait permettre d'intensifier les transferts de savoir-faire entre les différents membres des deux équipes.

Le LEPES m'a offert un cadre agréable pour mener l'exploitation de mes résultats expérimentaux. J'aimerais remercier une grande partie de ses membres pour avoir contribuer à cette atmosphère, malheureusement je ne pourrais pas tous les citer tant ils sont nombreux :

[5] Microscope électronique à balayage
[6] Atomic Force Microscope

je me limiterais aux personnes avec qui les échanges furent peut être plus importants. Le bureau de la D402 fut un point de rencontre plutôt animé : je suis extrêmement reconnaissante envers Céline Baron pour m'avoir fait découvrir l'univers « délirant » de Bob l'éponge... Eva a de son coté fait preuve de beaucoup de patience à mon égard : certain jour, ce devait être un festival pour elle ! Jérôme était impressionnant pour sa capacité d'abstraction aux différentes animations qui l'entouraient :p Le bureau a ensuite connu l'arrivée de nouveaux doctorants ou stagiaires : Raoul, Davide, puis Fanny (je ne serai pas toujours là pour te sortir de l'obscurité...). En dehors de ce microcosme, je mentionnerai également la communauté des doctorants : elle connu une période de vache maigre en 2004 l'année de mon arrivée[7], puis a repris vie depuis, grâce notamment à Pierre Darancet aux anecdotes stupéfiantes mais non moins croustillantes (j'espère que tu apprécieras la dédicace, sachant l'importance que tu accordes à l'exercice des remerciements ;) Je tiens ensuite à remercier Martine et Marielle pour leur aide lors de la mise en place de commandes ou de missions. Thomas Lopez Rio s'est toujours trouvé disponible pour aborder de nombreux problèmes pratiques ou théoriques en optique.

Les séjours effectués à Paris m'ont permis de rencontrer de nombreuses personnes au LKB : je voudrais remercier en particulier les membres de l'équipe « Fluctuations quantiques et relativité » Brahim, François-Xavier, Rémy, Irina et Serge Reynaud pour leur accueil. Je garde un excellent souvenir des discussions avec Franscesco Intravaïa : j'ai beaucoup apprécié les efforts qu'il déployait pour rendre accessible les explications sur l'effet Casimir. J'ai également eu l'occasion de discuter de physique (d'autres sujets aussi) avec des doctorants et des chercheurs du laboratoire. De son coté, Pascalo n'a jamais hésité une seule seconde pour me fournir une place dans son canapé : je suis néanmoins content d'avoir échappé à sa période « chambre de bonne » sous les toits du cinquième.

Durant ma thèse, j'ai également eu la chance et le plaisir d'exercer les fonctions de moniteur : je garde un excellent souvenir des travaux pratiques et dirigés menés en compagnie des élèves de Licence et de Master de l'UJF[8] ou de l'INPG[9]. Cette expérience professionnelle a notamment confirmé mon désir de poursuivre plus tard cette activité. Le monitorat m'a en particulier offert une ouverture appréciable pour sortir la tête hors de la thèse... J'ai une pensée pour Irina et Antonio : nous avons participé activement à la naissance du Master NANOTECH mis en place par Laurent Montes et Youla Morfouli, les discussions que nous avons entretenues pour concevoir une série de TP champ proche furent très intéressants. Je voudrais mentionner aussi l'aide de Sophie, Manuel, Nicolas et Claudio. Dans le cadre du projet troisième année du CIES[10], la mise en place et l'animation d'une exposition « Art et Science » au musée de Grenoble a constitué une expérience enrichissante : je voudrais mentionner la collaboration de Pierre-Jean, l'aide de Julien Delahaye et Sylvie Zanier, qui était responsable du projet, pour ne citer qu'eux...

J'aimerais remercier l'ensemble de mes amis pour le soutien qu'ils m'ont apporté durant ces trois années. J'ai parfois eu du mal à être pris au sérieux par certains, pour qui le nom « Casimir » n'évoque qu'un monstre gentil jaune orange ! La physique sait parfois se montrer ludique... si on adopte une vision franco française ! Alexandra et Sylvain, Christelle que je connais depuis le Lycée Parc Chabrière à Oullins. Les amis du Lycée du Parc et les relations connexes : Damien, Benoît, Isabelle, Camille et Pierre, Maud et Damien, Christophe et Andrée,

[7] 2004 : un seul nouveau doctorant au LEPES...

[8] Université Joseph Fourier

[9] Institut National Polytechnique de Grenoble

[10] Centre d'Initiation à l'Enseignement Supérieur

Sabine et Matthieu, Grégoire, Clémence, Juliette... Les amis de Cachan : Je pense en particulier à Mélanie, puis à Marc (à nos longues conférences par téléphone ;), Florian, *etc.* En 2003-2004, il se passait des réunions d'un autre type en B122 pour pallier notre désoeuvrement naissant (?) : Pascalo (Nicolas... mais de toute façon tout le monde dans la promo a oublié ton prénom), Julien (Rogers pour les intimes), Antoine parfois (Tonio). Autour d'une tisane (et rien d'autre...), il s'agissait simplement de débattre sur des sujets qui n'ont pas lieu d'être ! Le mail nous a ensuite permis de poursuivre ces activités lorsque nous nous trouvions aux quatre coins de la France (et du monde aujourd'hui).

Ernesto, à Mexico, ne fut pas épargné par mes ennuis professionnels... Son soutien et ses conseils dans les périodes difficiles furent très importants : ils m'ont exhorté à persévérer et à ne pas me décourager ! Son expérience dans le milieu de la recherche m'a offert une autre vision et une autre approche de ce métier.

Grenoble n'est pas, de mon point de vue, une place comme les autres : la ville offre à la fois un environnement scientifique exceptionnel et un cadre naturel doté d'un fort potentiel... La proximité de la Chartreuse, du Vercors, de Belledonne et des Ecrins est une chance pour pratiquer régulièrement la randonnée, le snowboard et l'escalade. Urlu (Sylvain, mais tout comme Pascalo, sa véritable identité est sur le point de disparaître, si ce n'est déjà fait) m'a permis de développer mon potentiel de patience : il semblerait que la notion de filtre passe bas puisse s'appliquer au genre humain, reste à déterminer sa constante de temps... Thomas et Morgan que je retrouvais souvent, que ce soit à Espace vertical, à l'extérieur sur de la couenne, bref partout où nous pouvions grimpouiller : vous m'avez beaucoup épaulé durant la thèse et en particulier durant la rédaction. Je garde un souvenir impérissable de nos sorties en grande voie autour de Grenoble, dans le Verdon, dans les Calanques, le Gard, l'Ardèche, en Corse... Les nombreux moments passés sur la paroi témoignent de la confiance réciproque que nous nous accordons. Le cercle de relation à Grenoble s'est élargi au fur et à mesure que le temps passait, depuis le stage jusqu'aux dernières lignes de ma thèse : je pense à Yohann, Ambre, Alessandro et Giulia, Simon, Maxime, Pascale, Lise (L. et B.) , Elise, Samuel et Françoise, Hélène.

Enfin pour terminer, je voudrais souligner un soutien essentiel à mes yeux, celui des membres de ma famille : il m'a accompagné tout au long de mes études, et même bien avant... ma mère, mon père, ma soeur Isabelle, mon frère Christophe ainsi que leur conjoint Laurent et Tatiana, puis mes nièces Camille, Marie et Agatha que j'aime bien taquiner... Je pense également à mon cousin Didier et à sa femme Anne qui ont fait le déplacement pour assister à ma soutenance, puis à ma tante Mado.

Ces remerciements ne se veulent en aucun cas exhaustifs : je suis également reconnaissant envers l'ensemble des personnes non citées dans ces quelques lignes - par oubli ou tout simplement parce qu'ils étaient trop nombreux - qui ont participé positivement de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

Table des matières

I Introduction **11**

1 Le contexte expérimental . . . 13

2 Description de l'expérience de mesure de force de Casimir . . . 14

2.1 Les miroirs de Casimir . . . 15

2.2 Sensibilité du microscope à un gradient de force . . . 17

2.3 Calibration des courbes de force . . . 19

II Effets mécaniques des fluctuations du vide **21**

1 Un effet macroscopique de l'énergie de point zéro du champ EM . . . 23

1.1 Pression de radiation des fluctuations du vide dans une cavité . . . 23

1.2 De la configuration idéale (1948) à la modélisation de situations réelles . . . 25

2 Prise en compte des réalités expérimentales . . . 26

2.1 Des éléments de comparaison . . . 27

2.2 Réflectivité des miroirs diélectriques . . . 27

2.3 La force de Casimir entre un miroir sphérique et un miroir plan . . . 28

2.4 Rugosité des surfaces . . . 30

2.5 Fluctuations thermiques du champ électromagnétique . . . 31

3 Effets de couche mince . . . 32

III Construction d'une machine de force **35**

1 Le microscope de force . . . 38

1.1 Présentation du cœur de l'appareil . . . 38

1.2 L'environnement du microscope . . . 38

1.3 Passages air vide . . . 40

1.4 Stabilité mécanique . . . 41

2 Contrôle du positionnement et des déplacements . . . 45

2.1 le nanopositionneur . . . 45

2.2 Positionnement fin de l'échantillon . . . 48

3 Le dispositif de mesure de déplacement . . . 56

3.1 L'interféromètre à fibre optique . . . 57

3.2 Mise en œuvre expérimentale . . . 62

3.3 Performance du système de détection . . . 64

3.4 Réduction du bruit de l'intensité Laser . . . 72

IV Mesure de force à travers un oscillateur mécanique 1D **79**
1 La sonde de force : le microlevier . . . 82
1.1 Modélisation 1D du système test . . . 82
1.2 Analyse des composantes de bruit du microscope . . . 89
1.3 Résolution en force du microscope . . . 95
2 La sensibilité de l'oscillateur au service de la mesure d'un gradient de force . . . 98
2.1 Modification de la raideur de l'oscillateur . . . 98
2.2 Limite de résolution du gradient de force . . . 100
3 Contraintes expérimentales sur la mesure d'un gradient de force . . . 105
3.1 Un compromis dans le choix des paramètres expérimentaux . . . 105
3.2 Temps de réponse . . . 106
4 Contrôle du mouvement brownien de la sonde . . . 108
4.1 Mouvement brownien et bruit de force . . . 109
4.2 Amortissement froid de l'oscillateur . . . 110
4.3 Action sur le mouvement brownien . . . 112
4.4 Température limite T_{Lim} du refroidissement . . . 115

V La sonde de force : le microlevier **123**
1 Les modes propres transversaux du microlevier . . . 126
1.1 Description de la déformation . . . 126
1.2 Les modes propres de vibration . . . 127
2 Le microlevier : une sonde de force . . . 132
2.1 Déformation du microlevier par une force . . . 132
2.2 Perturbation d'un gradient de force sur les modes propres . . . 136
3 Couplage avec le bain thermique . . . 138
3.1 Profil du mouvement brownien . . . 138
3.2 Le théorème d'équirépartition de l'énergie . . . 141
3.3 Le facteur de dissipation Γ_n . . . 143
3.4 Résolution en force de la sonde de mesure . . . 146
4 Perturbation de la réponse mécanique du microlevier par l'environnement . . . 148
4.1 Stabilité de la fréquence de résonance . . . 149
4.2 Action en retour du système de détection . . . 151

VI Étude expérimentale d'un gradient de force **165**
1 La force électrostatique en géométrie sphère-plan . . . 168
1.1 Une référence pour l'étalonnage de la sonde de force . . . 168
1.2 Description de la force électrostatique . . . 169
1.3 Limites du contrôle de la force capacitive . . . 170
1.4 Le potentiel de contact V_{c} . . . 173
1.5 Le facteur de calibration α . . . 176
2 La calibration de la sonde de force . . . 177
2.1 Les composantes du signal de mesure . . . 178
2.2 Balayage de la surface de gradient de force électrostatique . . . 179
2.3 Méthode A : détermination de la surface de gradient de force . . . 181
2.4 Méthode B : Courbes de niveau isogradients . . . 182
2.5 La boucle de mesure de fréquence . . . 191
2.6 Stabilité du facteur de calibration . . . 197

3 Mesure du gradient de force de Casimir 198
3.1 Mesure de la phase de l'oscillateur 199
3.2 Calibration de la sonde de force 200
3.3 L'effet Casimir entre 100 nm et 550 nm 201
3.4 Effets non linéaires de l'oscillateur à courte distance 206

VII L'effet Casimir sur des couches minces métalliques 209
1 Test de la sonde de mesure dans la configuration « classique » : mesure A 211
1.1 La séquence de mesure 211
1.2 Evaluation des dérives 213
1.3 Détermination de la distance de séparation sonde-échantillon 215
1.4 Mise à l'échelle du gradient de force 216
2 L'effet Casimir pour des couches minces métalliques 218
2.1 Effet de couche mince : mesure B 219
2.2 Une contre mesure ? (mesure C) 221
3 Comparaison et analyse des résultats expérimentaux 222
3.1 Validité des résultats expérimentaux 222
3.2 Contrôle de l'échantillon 226

VIII Conclusion 229

Bibliographie 232

Liste des figures 239

Liste des tableaux 245

A Corrélation de signaux de photodétection 247
1 Observation d'un bruit de photon 247
2 Cas de la lame séparatrice 247
2.1 Diffusion par une lame séparatrice 50/50 248
2.2 Signal de photodétection 248
2.3 Description d'un état quasiclassique 249
2.4 Bruit quantique des signaux de photodétection 249
2.5 Bruit d'intensité pour un mélange statistique d'états quasiclassiques 251

B Quantitative non contact dynamic Casimir force measurements 253

C Optical cavity back action on an AFM microlever 263

Chapitre I

Introduction

Sommaire

1 Le contexte expérimental 13

2 Description de l'expérience de mesure de force de Casimir 14

2.1 Les miroirs de Casimir 15

a La sonde de mesure 15

b L'échantillon 16

2.2 Sensibilité du microscope à un gradient de force 17

2.3 Calibration des courbes de force 19

Les fluctuations de point zéro du champ électromagnétique produisent un effet mécanique remarquable entre deux objets macroscopiques : la force de Casimir, du nom du physicien néerlandais qui a mis en évidence ce phénomène quantique de manière théorique dès 1948. Elles jouent de fait un rôle essentiel dans les processus d'interaction de la matière à travers le champ électromagnétique : la force de Van der Waals entre deux atomes, d'une importance fondamentale en chimie et en biologie, partage la même origine physique.

L'étude de ce phénomène quantique rassemblent des communautés scientifiques d'horizons très différents : celui-ci intéresse aussi bien les spécialistes de la théorie quantique des champs que les concepteurs de nanosystèmes électromécaniques (NEMS) pour qui la force de Casimir constitue une réalité quotidienne en modifiant le comportement mécanique de ces composants [1, 2]. La divergence de l'énergie du vide dans le modèle actuel de l'électrodynamique quantique forme l'une des principales énigmes de la physique contemporaine [3]. Elle soulève de nombreuses interrogations à l'interface de la physique de la gravitation : cette énergie, qui ne produit pas les effets gravitationnels escomptés, ne trouve pas actuellement de cadre théorique satisfaisant. Dans ce contexte, il parait intéressant d'étudier tout phénomène physique qui la met en jeu afin de réajuster nos connaissances sur elle. De même, de nombreuses théories d'unification des forces [4, 5, 6] prédisent une déviation de la loi de gravitation de Newton. En dessous du micromètre, cette dernière n'a en particulier pas été testée, car la force de Casimir est dominante. La recherche expérimentale d'une déviation avec le modèle gravitationnel classique [7] nécessite ainsi une modélisation précise de l'effet Casimir sur le système test.

L'étude de ce phénomène mécanique quantique participe plus largement au développement d'un nouveau domaine scientifique en émergence : les nanosciences. Ce champ d'investigation ne constitue pas en soi une révolution conceptuelle comme l'ont été en leur temps la mécanique quantique ou la théorie de la relativité. Il s'agit simplement de revisiter les propriétés physiques des systèmes matériels lorsque leurs dimensions sont considérablement réduites. A l'échelle du nanomètre, nous découvrons une nouvelle aire de physique très riche à l'interface de l'optique, de l'électronique, de la thermique et de la mécanique : le couplage de l'ensemble de ces champs disciplinaires devrait favoriser l'essor de nombreux transducteurs MEMS NEMS [8, 9] (capteur physique, chimique, actionneur) ou plus largement de nouveaux composants fonctionnels de taille nanométrique (mémoire, traitement de données, applications en biologie). La perspective de combiner des effets purement quantiques dans ces systèmes physiques constitue également une source de motivations non négligeable [10] : des applications pour le calcul quantique ou la cryptographie quantique pourraient émerger de ce nouveau domaine scientifique.

Dans l'approche classique[1] de miniaturisation de systèmes électromécaniques existants, la force de Casimir constitue le plus souvent une gène car elle ne connaît pas d'équivalent pour les échelles de longueur supérieures : plus généralement l'importance des propriétés physiques de volume décroît en faveur de celle des propriétés de surface lorsqu'un objet voit ses dimensions se réduire. L'effet Casimir modifie ainsi fortement le comportement dynamique d'un oscillateur mécanique : elle peut induire un déplacement de la fréquence de résonance, des phénomènes non linéaires tels que la bistabilité et mener au collage irréversible d'éléments mobiles mécaniques sur le substrat [11]. Cette force fournit ainsi un défi technologique important pour l'élaboration de NEMS comme des accéléromètres dont la plage de fonctionnement peut sévèrement être affectée.

Le contrôle de la force de Casimir est dans ce contexte d'une importance fondamentale

[1] Il s'agit de la méthode « top down »

pour le développement de ces nouveaux composants. Cette problématique peut s'aborder de différentes façons : cette force pourrait d'abord être exploitée avantageusement en permettant par exemple la transmission d'efforts sans aucun contact physique entre les éléments mobiles, réduisant de cette manière leur usure. La nanostructuration des surfaces devrait par ailleurs affecter directement le couplage électron-photon et par conséquent la force de Casimir. Une approche alternative en lien avec la plasmonique pourrait fournir des pistes intéressantes pour parvenir à cette fin : Franscesco Intravaia démontre dans sa thèse que l'interaction des plasmons de surface que l'on savait dominants à courte distance ($d << \lambda_p$) ont en réalité une importance quel que soit l'éloignement [12, 13, 14, 15]. La construction de structures complexes telles les métamatériaux [16] présentant des résonances plasmons inhabituelles pourraient permettre de contrôler la force qui s'exerce entre elles. De manière plus générale, la compréhension du rôle joué par les conditions aux limites (formes et matériaux) qui s'exercent sur le champ électromagnétique est le point clé des recherches futures sur ce phénomène quantique.

L'observation de l'effet de couche mince diélectrique ou métallique sur la force de Casimir constitue l'un des objectif de ce travail de thèse. Des premières mesures menées dans le groupe de Capasso [17] ont montré son existence. A terme, il s'agit de fournir une étude expérimentale quantitative en lien avec les modèles théoriques : la compréhension de cet effet pourrait permettre en particulier le contrôle des forces qui agissent sur les éléments mobiles de micro-nanosystèmes mécaniques.

1 Le contexte expérimental

La démonstration expérimentale de la force de Casimir connaît en 1997 un tournant décisif. Cette date marque en effet le début d'une série de mesures à travers le monde dont la précision approche le pour-cent. Les effets mécaniques des fluctuations du vide ont néanmoins été observés dès 1958 par Overbeek et Sparnay [18]. Les moyens expérimentaux disponibles à cette époque étaient de fait insuffisants pour réaliser une étude quantitative de ce phénomène. Cette première expérience et celles qui ont suivi [19, 20, 21, 22] ont permis de souligner les principales difficultés auxquelles devait faire face un expérimentateur pour mener à bien un tel projet :

- Contrôle du parallélisme des plaques. L'adoption de la configuration géométrique sphère plan permet de pallier ce problème au prix de l'utilisation de l'approximation de Derjaguin, dont la validité n'est pas clairement définie.
- Contrôle des forces parasites. Dans le cas d'échantillons métalliques, l'égalisation des potentiels des deux surfaces permet de supprimer assez facilement les forces de nature électrostatique qui agissent entre elles.
- Contrôle de la distance de séparation au nanomètre. Le développement récent de la microscopie champ proche a redynamisé le secteur des techniques de nanopositionnement. L'intégration de capteur de position dans les dispositifs piézoélectriques, ces cinq dernières années, témoigne des difficultés pour réaliser cette tâche.

Cette liste n'est en aucun cas exhaustive : l'objet principal de ce manuscrit est de décrire point par point les difficultés expérimentales rencontrées durant l'ensemble de la thèse, depuis la conception de l'appareil jusqu'à la mesure. Un certain nombre de ces difficultés sont communes aux différentes expériences qui ont été menées auparavant, d'autres sont propres à la technique employée ou aux contraintes de mesures imposées. Nous reviendrons en particulier sur ce dernier point lors de la présentation générale de l'expérience (section I.2).

Le tableau I.1 rassemble les principaux groupes qui ont entrepris une étude quantitative et précise de l'effet Casimir [23, 24, 25, 1, 26, 27]. Steve Lamoreaux de l'université de Washington inaugure en ce sens la nouvelle génération d'expériences. Son montage se distingue néanmoins des suivants par sa taille : un pendule de torsion mesure la force entre un plan métallique et une sphère de rayon $R_s = 4$ cm. Umar Mohideen est le premier à effectuer cette étude avec l'appui d'un microscope de force atomique dont la sensibilité et la résolution en force sont de fait bien adaptées. Capasso démontre quant à lui l'importance de ce phénomène dans le fonctionnement de nanosystèmes électromécaniques (NEMS).

La présentation succincte de ces expériences a pour objectif de donner un état des lieux des efforts expérimentaux consentis ces dix dernières années pour développer des techniques de mesures de force fiables et précises. L'accord théorie-expérience annoncé, de l'ordre de quelques pour-cent, permet de valider les modèles de force de Casimir qui intègrent les effets de conductivité finie des surfaces métalliques.

Il se met actuellement en place une troisième phase expérimentale ciblée sur le contrôle de ce phénomène entre des éléments mécaniques de taille nanométrique. C'est précisément dans ce contexte que se situe ce travail de thèse. Il s'agit de mettre au point un appareil capable de réaliser des mesures de forces sous vide en différents lieux d'un même échantillon : la comparaison de courbes de force pour différentes configurations géométriques est une opération délicate qui exige la préservation d'un maximum de paramètres expérimentaux pour être significative. L'appareil que nous avons mis au point se distingue également des premiers montages par sa sensibilité au gradient de force de Casimir : nos expériences se rapprochent de celles de Decca, d'Onofrio, et en partie de Capasso[2].

Une étude systématique des sources de bruit et de diverses perturbations a été menée tout au long de la construction de la machine, afin de définir son niveau de performance : en terme de résolution de gradient de force par exemple, la mesure est limitée par le mouvement brownien de la sonde. L'identification de ces différentes contraintes expérimentales constitue un point de départ pour la construction de nouvelles machines encore plus performantes (basse température, contrôle en temps réel des dérives, *etc.*)

2 Description de l'expérience de mesure de force de Casimir

La réalisation durant cette thèse d'une expérience de mesure de force de Casimir se décrit principalement selon trois phases :

1. Construction d'un microscope de Casimir : il s'agit de développer un appareil capable de fournir une mesure calibrée d'une force entre une microsphère et la surface d'un échantillon. Le montage a pour ambition d'adapter les degrés de liberté aux besoins spécifiques de l'expérience : contrôle de la distance sonde-échantillon, positionnement des surfaces en regard, *etc.* Il doit en outre répondre à un cahier des charges précis détaillé dans la section I.2.1.

2. Caractérisation de l'ensemble du montage expérimental : en terme de temps, il s'agit de l'étape expérimentale la plus longue. La compréhension et le contrôle du comportement mécanique de la sonde de mesure constituaient les principales motivations des expériences d'amplification paramétrique, d'amortissement froid et d'action en retour du système optique de détection. Plus généralement, la détermination des performances

[2]Ses mesures en mode dynamique ne se veulent cependant pas quantitatives.

Expérience	Géométrie	Méthode	Distance	Accord	Observations
Spaarnay 1958	Plan plan	Balance électromécanique à ressort			
Lamoreaux 1997	Sphère plan $R_s = 4$ cm	Pendule de torsion	$[0.6; 6]$ μm	5 %	Effets thermiques non observés
Mohideen 1998	Sphère plan $R_s = 100$ μm	AFM mode statique	$[60; 500]$ nm	2 %	
Ederth 2000	Cylindres croisés $R_c = 1$ cm	AFM mode statique	$[20; 100]$ nm	1 %	contrôle de la rugosité
Capasso 2001	Sphère plan $R_s = 100$ μm	MEMS mode statique	$[100; 500]$ nm	2 %	perturbations fonctionnement NEMS/MEMS
Onofrio 2002	Plan plan	AFM mode dynamique	$[0.5; 3]$ μm	15 %	
Decca 2003	Sphère plan $R_s = 300$ μm	MEMS mode dynamique	$[200; 1200]$ nm	1 %	métaux différents

Tab. I.1 – Etudes expérimentales de l'effet Casimir

de l'appareil a pour objectif d'affiner l'analyse des résultats expérimentaux ultérieurs : limite de résolution, contrôle du positionnement des surfaces, dérives, *etc.*

3. Mesure de la force de Casimir : Cette phase nécessite la mise en place d'une procédure de calibration de la sonde et d'une stratégie de mesure adaptée pour pallier les artefacts liés au montage, puis apporter un traitement post expérimental efficace des données.

Ces trois étapes expérimentales s'entrecroisent car elles sont indissociables : les progrès de l'une dépendent directement des progrès des autres.

2.1 Les miroirs de Casimir

Le phénomène physique étudié dans cette thèse se produit entre la surface d'un échantillon et une microsphère de quelques dizaines de micromètres collée à l'extrémité d'un cantilever de microscope de force atomique (Fig. I.2). Les dimensions micrométriques de ce système permettent une approche des surfaces en regard à quelques dizaines de nanomètres tout en conservant une configuration géométrique sphère plan satisfaisante. L'étude de l'effet Casimir n'est pas par ailleurs contrainte aux problèmes de parallélisme des plaques, ce qui explique l'utilisation de cette géométrie dans la majorité des expériences réalisées jusqu'ici. La section II.2.3 discute les limites de ce choix.

Une description de l'ensemble du montage expérimental à l'exception du microlevier et des surfaces est fournie dans le chapitre III. Les miroirs de Casimir de notre microscope forment quant à eux deux systèmes indépendants facilement échangeables d'une expérience à l'autre.

a La sonde de mesure

La microsphère et le microlevier constituent la sonde de mesure de l'appareil sur laquelle s'exerce la force de Casimir : ce système joue le rôle de transducteur mécanique en conver-

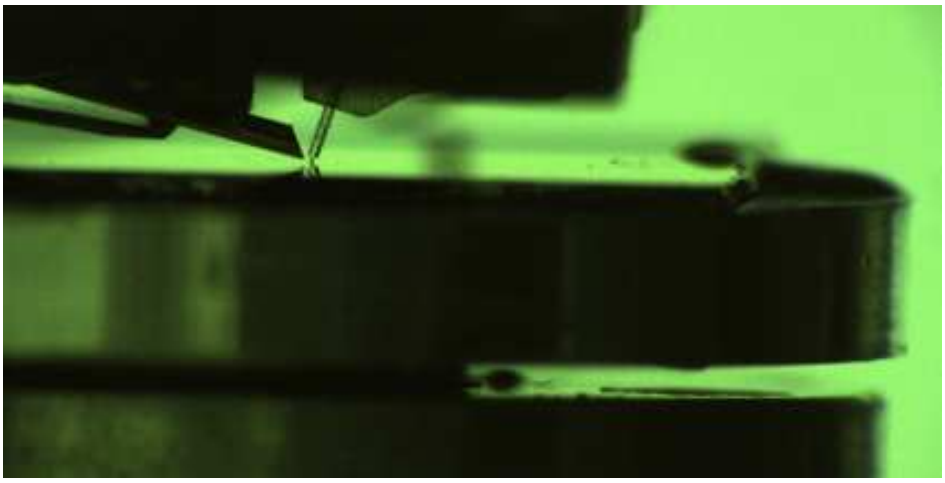


FIG. I.1 – Le microscope de force de Casimir
La microsphère collée à l'extrémité du microlevier est en configuration de mesure : la surface plane qui lui fait face se situe à quelques micromètres de distance. La fibre optique positionnée juste au-dessus de la sphère fait partie intégrante du système de détection optique du mouvement de la sonde de force (Chap. III).

tissant le signal de force en un signal de déplacement. Sa préparation représente une étape expérimentale essentielle pour assurer le succès du projet de thèse. Le détail de son élaboration et les premières étapes de sa caractérisation sont décrits dans le rapport de Simon Ledenmat [28] et la thèse de Gauthier Torricelli [29] :

- Collage de la microsphère : cette opération est menée avec l'aide d'une binoculaire et d'un micromanipulateur.
- Métallisation : les microleviers sont placés dans un bâti d'évaporation. Un dépôt préalable de quelques nanomètres de Titane permet d'assurer l'adhésion d'une couche d'or de plusieurs centaines de nanomètres. Dans ces conditions, les propriétés physiques du premier miroir sont identiques à ceux d'un miroir en or massif du point de vue de l'effet Casimir. La continuité du revêtement métallique depuis la microsphère jusqu'au support du microlevier permet quant à elle de contrôler la polarisation des surfaces. Elle augmente cependant la raideur du cantilever de manière significative, en particulier pour les sondes d'AFM ultra souples : $k < 0.1\ N/m$.
- Caractérisation : la microscopie électronique à balayage MEB fournit une vue d'ensemble de la sonde (Fig. I.3). Elle permet de contrôler la continuité et la qualité du revêtement métallique : ceux-ci forment des critères pour l'élimination des échantillons qui présentent un aspect non satisfaisant. L'image AFM d'une portion de la microsphère rend compte quant à elle de la rugosité RMS et de la régularité du rayon de courbure. Elles peuvent atteindre toutes les deux des niveaux corrects : $\delta z_{rms} < 5\ nm$ et $\delta R_s < 10\ nm$ sur une calotte de 25 μm^2.

b L'échantillon

L'échantillon forme le second miroir de Casimir : jusqu'à présent, il s'agissait d'une couche d'or d'épaisseur variable déposée sur un substrat de silicium présentant une faible rugosité

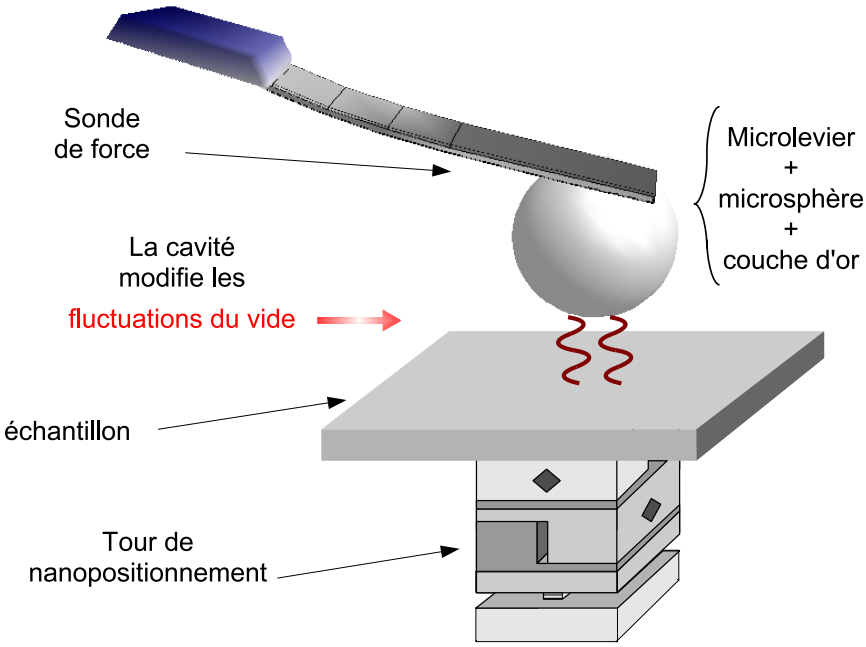


FIG. I.2 – La force de Casimir entre une microsphère et un miroir plan
L'effet Casimir se produit entre une microsphère collée à l'extrémité d'un microlevier d'AFM et la surface d'un échantillon. En raison d'une décroissance rapide de la force avec la distance, la contribution apportée par le reste de la sonde (le microlevier) est complètement négligeable. La configuration géométrique du système est dans ces conditions parfaitement définie.

($\delta z_{rms} < 1\ nm$). A terme, l'appareil devrait accueillir des échantillons nanostructurés afin de tester l'effet Casimir pour différentes configurations géométriques. Dans ce contexte, il doit être capable de positionner une même sonde de force au-dessus de différentes zones de la surface sur plusieurs millimètres, le tout sous vide, afin de fournir des mesures comparatives. Cette tâche est réalisée par une tour de nanopositionnement XYZ constituée de moteurs piézoélectriques inertiels qui assurent le déplacement grossier et fin de l'échantillon par rapport à la sonde de mesure. Cette dernière reste fixe pour éviter un réajustement du système de détection optique du mouvement du microlevier.

Le contact entre les surfaces est par ailleurs proscrit, ce qui permet de préserver avec certitude leur état et leur rugosité. La sonde de mesure peut ainsi effectuer en différents points de l'échantillon de nombreuses courbes de force directement comparables.

2.2 Sensibilité du microscope à un gradient de force

Le microlevier forme de son coté un dispositif qui convertit le signal de force en un signal de déplacement. Le chapitre V propose une description simplifiée de sa réponse mécanique en partant de la décomposition de son mouvement sur sa base de modes propres de vibration. Il peut néanmoins en première approximation être identifié à un oscillateur harmo-

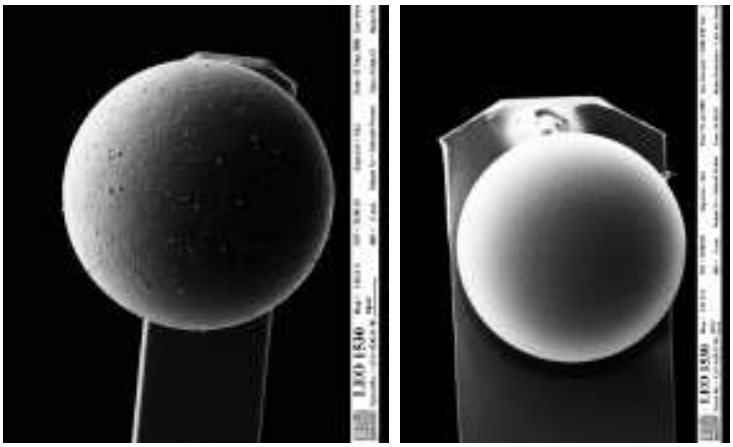


FIG. I.3 – Images MEB de microsphères

Les deux microsphères ci-dessus présentent des revêtements métalliques de qualité différente. La première possède un rayon de 80 μm, la seconde 40 μm. La rugosité visible à l'échelle du micromètre invite à éliminer la première sonde pour la suite des opérations.

nique $1D$ (Chap. IV).

$$m\ddot{x} + \Gamma\dot{x} + kx = F(x) = F_0 + Gx + \circ(x^2) \tag{I.1}$$

Il ressort de cette analyse deux modes de mesures de force distincts :

1. Le mode statique : la force produit une déformation de l'extrémité du microlevier qui lui est proportionnelle.

$$F = kx \tag{I.2}$$

   Cette technique exige, en plus d'une excellente résolution dans la lecture de la position, une bonne stabilité du signal de déplacement de la sonde.

2. Le mode dynamique : il s'agit de la technique utilisée durant ce travail de thèse. La présence d'un gradient de force G qui s'exerce uniquement sur l'extrémité du cantilever par le biais de la microsphère modifie localement la raideur et par suite la fréquence de résonance de l'oscillateur (Chap. IV) :

$$\Delta f_{res} = f_{res} - f_0 = \beta G \tag{I.3}$$

   Une boucle à verrouillage de phase (PLL) excite en permanence le système à sa fréquence de résonance et fournit par conséquent un signal proportionnel au gradient de force étudié.

Le chapitre IV explique l'intérêt de l'oscillateur harmonique pour mener notre étude : une grande sensibilité à un gradient de force. De fait, il apparaît que la limite de résolution est fixée par le mouvement brownien du microlevier[3] et par son amplitude d'oscillation. La mise en place d'un système performant de détection du mouvement de la sonde est par ailleurs essentielle pour atteindre cet objectif : la description et la caractérisation de l'interféromètre à fibre optique occupent pour cette raison une partie importante du chapitre III.

[3]Pour des caractéristiques standard de cantilever d'AFM ($k < 100\ N/m$).

2.3 Calibration des courbes de force

La comparaison d'une courbe expérimentale de force avec un modèle théorique nécessite une calibration absolue des points de mesure. L'estimation de la distance microsphère-échantillon repose en premier lieu sur l'étalonnage des translateurs piézoélectriques (Chap. III). Le contact entre les surfaces étant par précaution interdit, l'origine de l'axe des abscisses est déterminée ensuite en s'appuyant sur un modèle de force électrostatique en géométrie sphère plan (Chap. VI). Le contrôle de la position de la sonde est cependant perturbé par l'hystérésis des céramiques piézoélectriques et par la dérive des différents éléments mécaniques du montage : la mise en place de cycles de balayage (Chap. III et Chap. VII) permet de pallier en partie ces difficultés.

Le signal de gradient de force s'identifie de son coté à un déplacement de la fréquence de résonance du microlevier. Dans le chapitre IV, l'identification du système à un oscillateur harmonique laisse en suspens la valeur que l'on doit attribuer à sa raideur k : ce paramètre est indispensable pour déterminer la sensibilité absolue de l'appareil de mesure. L'analyse du comportement mécanique de l'ensemble de la sonde présentée au chapitre V souligne quant à elle la difficulté pour déterminer ce facteur : elle dépend étroitement des conditions expérimentales. Seule l'utilisation d'une force de référence d'intensité connue et dont le mode d'application est identique à celui de la force de Casimir devrait offrir un facteur de calibration compatible avec une précision de quelques pour-cent. L'emploi de la force électrostatique est pour cette raison discutée au chapitre VI.

Chapitre II

Effets mécaniques des fluctuations du vide

Sommaire

1 Un effet macroscopique de l'énergie de point zéro du champ EM . 23

1.1 Pression de radiation des fluctuations du vide dans une cavité 23

1.2 De la configuration idéale (1948) à la modélisation de situations réelles . 25

2 Prise en compte des réalités expérimentales 26

2.1 Des éléments de comparaison 27

a Les modes EM prépondérants 27

b Le facteur correctif η_F 27

2.2 Réflectivité des miroirs diélectriques 27

a Deux régimes asymptotiques distincts 27

b Évaluation du facteur de correction η_F 28

2.3 La force de Casimir entre un miroir sphérique et un miroir plan 28

a Approximation de Derjaguin 29

b Le modèle de force en géométrie plan plan 30

2.4 Rugosité des surfaces 30

2.5 Fluctuations thermiques du champ électromagnétique 31

3 Effets de couche mince 32

La mécanique quantique a dès le début du XXième siècle profondément bouleversé notre conception des phénomènes physiques à l'échelle atomique et subatomique. Au niveau microscopique, la matière ne peut plus se concevoir comme une composition de corpuscules ponctuels : elle est en réalité décrite par un objet abstrait appelé fonction d'onde qui ne peut occuper en particulier que des états d'énergie quantifiée. Cette nouvelle théorie nous oblige dans ce contexte à revisiter la notion de vide perçu dans le cadre de la physique classique comme un espace dépourvu de matière et de champ électromagnétique. Le vide au sens de la mécanique quantique peut être défini comme l'état physique pour lequel tous les champs quelle que soit leur nature sont dans leur état d'énergie minimale. Il se distingue ainsi du vide « classique »par l'existence de fluctuations irréductibles de champs qui suggèrent que celui-ci n'est en fait plus synonyme de « rien ».

Le champ électromagnétique se décompose selon ses modes propres qui s'apparentent tous à des oscillateurs harmoniques d'énergie :

$$E_n = \left(\frac{1}{2} + n\right) \hbar\omega \tag{II.1}$$

n correspond au nombre de quantum du mode appelé également photon, ω à la pulsation de l'onde. Le vide quantique électromagnétique correspond dans cette approche à un état de champ à zéro photon. Les composantes en quadrature du champ électrique $\vec{\varepsilon}$ ne peuvent être simultanément parfaitement définies.

$$\varepsilon = \varepsilon_1 \ \cos\omega t + \varepsilon_2 \ sin\omega t \tag{II.2}$$

De valeurs moyennes nulles, elles présentent en effet des fluctuations de point zéro dont les variances vérifient l'inégalité :

$$\Delta\varepsilon_1 \Delta\varepsilon_2 \geq \varepsilon_0^2 \tag{II.3}$$

ε_0 est une constante qui caractérise leur niveau. Ces fluctuations sont responsables de nom-

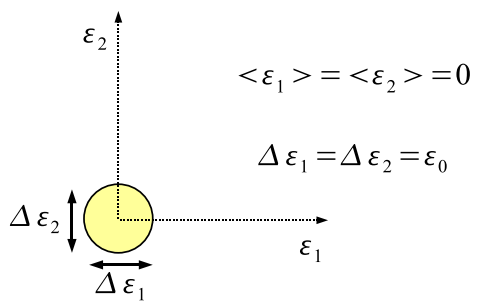


Fig. II.1 – Fluctuations du champ électrique dans l'état du vide

Les composantes en quadrature du champ électrique occupent un espace d'extension ε_0 autour de leur valeur moyenne : dans le cas du vide, $\overline{\varepsilon} = 0$. Expérimentalement ε_1 et ε_2 sont accessibles pour des mesures du champ ε séparées dans le temps d'un quart de période.

breux phénomènes physiques fondamentaux. Elles constituent par exemple une source de l'instabilité des niveaux excités de l'atome : l'émission spontanée résulte du couplage de ce dernier avec le champ EM dans son niveau d'énergie le plus bas. Elles exercent également une pression

de radiation sur les parois d'un objet qui est à l'origine du phénomène mécanique macroscopique étudié dans cette thèse : l'effet Casimir du nom du physicien néerlandais qui l'a mis en évidence en 1948.

1 La force de Casimir : un effet macroscopique de l'énergie de point zéro du champ EM

1.1 Pression de radiation des fluctuations du vide dans une cavité

Le vide quantique enfermé dans une enceinte de dimension L présente des propriétés remarquables. Dans cette configuration, seuls certains modes définis par les conditions aux limites peuvent exister. Il en résulte une modification profonde du couplage avec les systèmes physiques environnants : des expériences d'électrodynamique quantique en cavité ont notamment démontré un allongement de la durée de vie des niveaux atomiques dont les transitions ne sont pas accordées avec celles des modes EM. La longueur de la boite L constitue ainsi un paramètre expérimental qui permet de contrôler les propriétés intrinsèques du vide EM quantique.

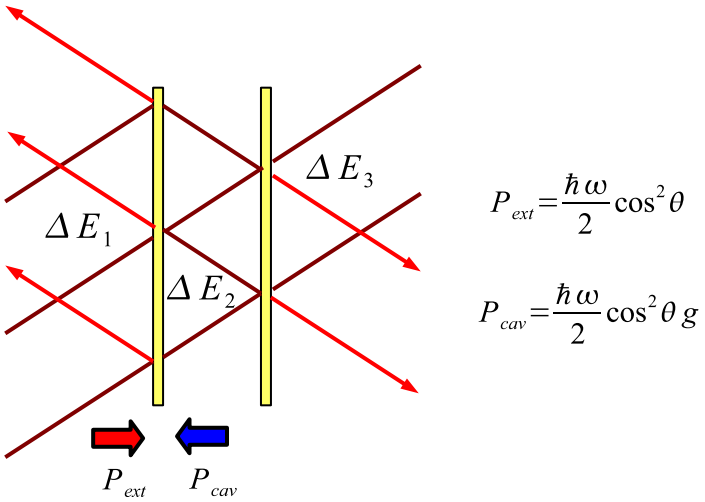


FIG. II.2 – Pression de radiation des fluctuations du vide

Les fluctuations de point zéro exercent sur les parois d'un objet une pression de radiation. A l'intérieur de la cavité, seules certaines ondes planes peuvent exister : la fonction g décrit la contribution de chacune d'elles (Fig. II.3).

La figure II.2 propose une interprétation intuitive de l'effet Casimir en terme de pression de radiation sur les parois internes et externes de deux miroirs parallèles [30]. La contribution moyenne du mode de vecteur d'onde $\vec{k}$ orienté selon un angle θ par rapport à la surface est en effet donnée par :

$$P = \frac{\hbar\omega}{2}\cos^2\theta \tag{II.4}$$

La pression exercée sur un miroir unique isolé est identique de chaque coté : la force totale qui agit sur lui est par conséquent nulle. En revanche lorsque deux plaques sont placées l'une en face de l'autre, il se produit un déséquilibre entre les pressions de radiation associées aux

vides intercavité et externe. Entre les deux miroirs l'action mécanique est en effet décrite par :

$$P = \frac{\hbar\omega}{2}\cos^2\theta\, g \tag{II.5}$$

où g est la fonction d'Airy de la cavité.
La force surfacique exercée par l'onde de vecteur $\vec{k}$ de part et d'autre d'un miroir s'élève ainsi à :

$$P = \frac{\hbar\omega}{2}\cos^2\theta\,(1-g) \tag{II.6}$$

La figure II.3 représente la pondération des modes internes et externes. La force de Casimir apparaît comme la somme sur tous les modes du champ de la force II.6 :

$$F = A\sum_p \int \frac{dk^2}{4\pi^2}\int_{-\infty}^{+\infty}\frac{dk_z}{2\pi}\hbar\omega\cos^2\theta\,(1-g) \tag{II.7}$$

A est la surface des miroirs.
Les pics de la fonction d'Airy fournissent une contribution répulsive à la force. Ils sont cependant contrebalancés par l'absence des ondes désaccordées avec la cavité. La force de Casimir est au final attractive entre deux miroirs plans parallèles.

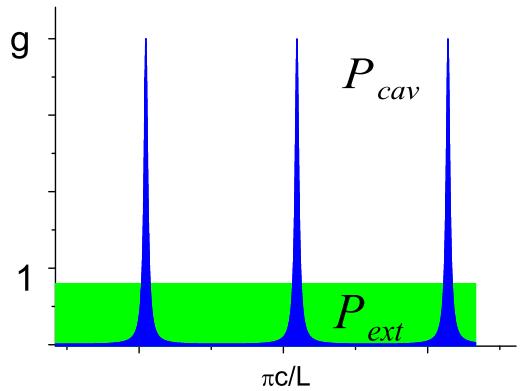


FIG. II.3 – Pondération de la pression de radiation

La figure ci-dessus détaille la contribution des différentes ondes planes qui se propagent à l'intérieur et à l'extérieur de la cavité. Les deux miroirs en regard n'autorisent que les ondes dont le vecteur d'onde se situe au voisinage d'un nombre entier d'intervalle spectral libre de la cavité (miroirs partiellement transparents ou légèrement dissipatifs). Les modes de la cavité exercent une force répulsive qui est néanmoins contrebalancée par les modes extérieurs. Pour des miroirs plans parallèles et réels, ie qui vérifient les principes de causalité, de stabilité et de transparence à haute fréquence, la force totale est toujours attractive et plus petite que celle obtenue dans le cas de réflecteurs parfaits. Pour cette dernière situation, les modes de la cavité possèdent en particulier des vecteurs d'onde bien définis : la fonction g décrit un peigne.

1.2 De la configuration idéale (1948) à la modélisation de situations réelles

En 1948, Casimir a démontré l'existence d'une force attractive résultant des fluctuations de point zéro du champ EM dans le cas d'un métal parfait [31]. Les surfaces étaient de plus supposées parfaitement planes et parallèles. A température nulle[1], ces hypothèses lui ont permis d'extraire une expression exacte de la force :

$$F_{Cas} = \frac{\hbar c \pi^2}{240 L^4} A \tag{II.8}$$

Il a cependant utilisé une démarche différente de celle décrite juste avant. Dans son calcul il s'est intéressé à la modification de l'énergie[2] du niveau fondamental des modes du champ en fonction de la distance entre les deux miroirs. celle-ci diminue rapidement avec la distance en $1/L^3$:

$$E = -\frac{\hbar c \pi^2}{720 L^3} A \tag{II.9}$$

Le système dans sa globalité recherche sa configuration la plus stable en minimisant son énergie. La force (II.8) dérive ainsi de l'équation (II.9).

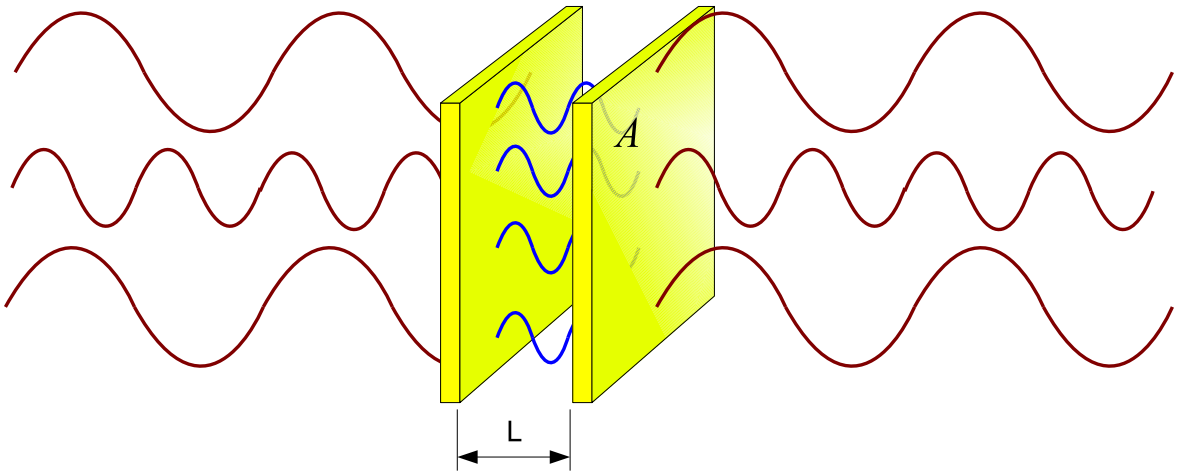


Fig. II.4 – Configuration des miroirs parfaits

La force de Casimir par unité de surface croît très rapidement lorsque la distance entre les miroirs diminue : à 1 μm elle est de 10^{-3} Pa, à 100 nm elle s'établit à 10 Pa.

L'intérêt de ce modèle « idéal »est d'abord de démontrer cet effet quantique puis d'en fournir une expression explicite. Ce phénomène se généralise de fait à l'ensemble des matériaux quelles que soient leur conductivité et leur géométrie. Le comportement de la force diffère néanmoins selon ces derniers paramètres : il nécessite le développement de modèle capable de

[1] Pour une température du rayonnement T, des fluctuations thermiques se superposent aux fluctuations de point zéro : elles produisent également une pression de radiation.

[2] L'énergie totale associée à l'état du vide sommée sur tous les modes du champ est dans l'état actuel de nos connaissances théoriques infinie : il s'agit de l'un des problèmes de physique fondamental les plus importants. Des techniques de régularisation sont utilisées lors des calculs pour s'affranchir des divergences. Ces solutions sont dans l'absolu peu satisfaisantes, l'étude de l'effet Casimir a ainsi en partie pour objectif d'approfondir notre compréhension de l'énergie de point zéro.

prendre en compte les réalités expérimentales. Pour pallier ce décalage, Lifshitz [32] fournit une description qui intègre la réponse optique à travers la constante diélectrique $\epsilon(\omega)$ des plaques. Serge Reynaud et Astrid Lambrecht [33, 34, 30] proposent un modèle plus général basé sur la théorie quantique des réseaux optiques, qui permet de calculer les propriétés des fluctuations du vide dans chaque région du problème suite à leur diffusion par les miroirs. Cette démarche, également valable pour des matériaux dissipatifs[3], aboutit à la détermination de la fonction d'Airy de la cavité, qui permet selon l'expression (II.7) une évaluation réaliste de la force entre deux miroirs réels parallèles. L'épaisseur finie des plaques constitue un paramètre libre du modèle dont le test expérimental constitue l'un des objectifs de cette thèse. Des considérations basées sur des propriétés générales des miroirs « physiques »(causalité, transparence à haute fréquence, stabilité...) montrent que la force est maximale lorsque leur réponse est saturée [Eq. (II.8)].

Historiquement il est intéressant de noter que la démarche de Casimir qui a permis de converger vers la célèbre formule (Eq. (II.8)) s'est faite en sens inverse. Overbeek avait observé un comportement des particules colloïdales[4] incompatible à longue distance avec la loi de Van der Waals prédite par London [35]. Ce n'est que suite à l'intégration des effets de propagations à vitesse finie des interactions électromagnétiques entre atomes dans le modèle (Régime de Van der Waals retardé [36] : Casimir-Polder), que Casimir a pris conscience que ces phénomènes pouvaient également s'interpréter en terme de fluctuations du vide. Les forces de Van der Waals et de Casimir ont ainsi une origine commune : l'altération des fluctuations de point zéro du champ EM suite au couplage avec l'environnement (atomes, molécules, objets massifs...).

2 Prise en compte des réalités expérimentales

La description quantitative de la force de Casimir entre deux objets quelconques constitue un problème complexe. Elle dépend en effet du couplage champ électromagnétique-matière et de la géométrie de l'ensemble du problème. ceux-ci définissent un jeu de contraintes qui impose les propriétés des modes de champ à l'intérieur de la cavité. Il n'existe pour le moment aucun modèle capable de prendre en compte l'ensemble de ces paramètres. Les expérimentateurs et les théoriciens doivent dans ces conditions converger vers une même configuration d'expérience pour réaliser un test quantitatif des effets des fluctuations du vide. En plus des contraintes expérimentales discutées ci-dessous, la mise en place d'un tel test nécessite la suppression ou le contrôle des effets physiques (forces de nature différente, artefacts liés à la mesure, *etc.*) qui perturbent l'ensemble de cette étude : ce point constitue de fait la problématique centrale de ce travail de thèse. Une description plus complète et plus détaillée des conditions évoquées ci-dessous pour réaliser une comparaison théorie-expérience est fournie par ailleurs dans la thèse de Cyriaque Genest [37].

Les corrections liées à la géométrie et à la conductivité finie des miroirs sont importantes dans le cadre de ce travail expérimental. Les nombreux succès qu'elles rencontrent permettent de valider les méthodes développées pour modéliser les forces de Casimir.

[3]Ce dernier point étend le couplage entre les modes électromagnétiques de même pulsation ω (conservation de l'énergie pendant le processus de diffusion). L'utilisation de théorèmes optiques généraux permet néanmoins de lever cette difficulté.

[4]Un colloïde est une substance sous forme de liquide ou de gel qui contient en suspension des particules suffisamment petites pour que le mélange soit homogène.

2.1 Des éléments de comparaison

a Les modes EM prépondérants

La force de Casimir résulte de l'ensemble des fluctuations de point zéro du rayonnement EM. Pour une configuration expérimentale donnée, elle est cependant dominée par une gamme spectrale particulière. La distance entre les deux miroirs apparaît comme une longueur caractéristique du problème : elle fixe entre autres la longueur d'onde du champ électromagnétique qui fournit la contribution principale au phénomène quantique.

$$\lambda \approx d \tag{II.10}$$

Cette échelle de longueur permet de discuter le comportement de la force pour différentes gammes de distance et le bien-fondé des approximations réalisées pour la modéliser.

b Le facteur correctif η_F

La force de Casimir calculée dans le cas idéal des miroirs parfaits fait figure de référence. L'écart avec la force réelle peut être décrit par le facteur correctif η_F :

$$\eta_F = \frac{F}{F_{Cas}} \tag{II.11}$$

F correspond à la force réelle et F_{Cas} est donnée par l'expression (II.8).
Cette définition peut également s'étendre à l'énergie de Casimir :

$$\eta_E = \frac{E}{E_{Cas}} \tag{II.12}$$

2.2 Réflectivité des miroirs diélectriques

Le champ électromagnétique à l'intérieur de la cavité est déterminé par les coefficients de réflexion des deux miroirs : ceux-ci dépendent de la constante diélectrique $\epsilon(\omega)$ des matériaux qui les composent. La description quantitative de ce couplage champ EM-matière [30] constitue le principal succès du modèle de calcul de la force de Casimir entre deux miroirs diélectriques parallèles : la correction (Fig. II.5) qu'elle apporte par rapport à la configuration initiale des miroirs parfaits est importante en particulier à courte distance. Pour l'or, à 100 nm, la force réelle est deux fois plus petite que la force donnée par la formule (II.8).

a Deux régimes asymptotiques distincts

Les métaux sont en première approximation de bon réflecteur à basse fréquence et transparents au rayonnement au-delà de la gamme de l'ultraviolet. La transition entre ces deux comportements antagonistes est fixée par la fréquence plasma des électrons libres de conduction. Dans le cas de l'or, la longueur d'onde plasma est de l'ordre de $\lambda_p \approx 130\ nm$. La figure II.5 présente le facteur correctif η_F qui résulte de la prise en compte de la conductivité finie de ce matériau. Deux régimes asymptotiques peuvent être extraits :

- A longue distance : $d >> \lambda_p$
  Les miroirs peuvent être considérés comme parfaits. La configuration expérimentale est très proche de celle considérée par Casimir. La force tend donc vers l'expression (II.8) et η_F vers 1.

– A courte distance : $d << \lambda_p$
  L'interaction peut être décrite dans un régime non retardé : la force tend peu à peu vers une loi de puissance en $1/L^3$ au lieu de $1/L^4$. η_F est ainsi proportionnel à L/λ_p.

Les mesures réalisées dans le cadre de nos expériences se situent dans la région intermédiaire. Le développement d'un modèle, capable d'intégrer la réponse optique précise des miroirs, est ainsi absolument nécessaire en vue d'une comparaison théorie-expérience quantitative.

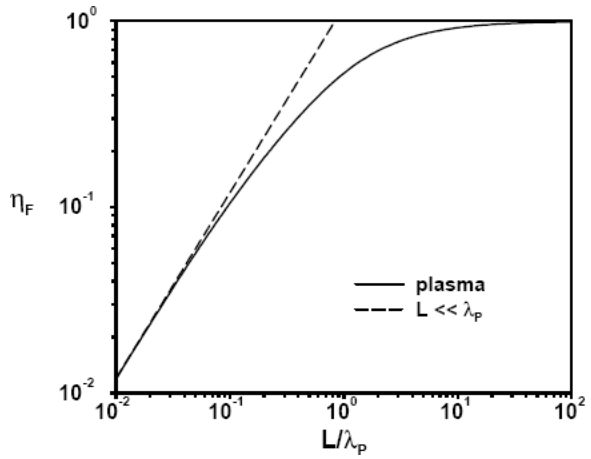


FIG. II.5 – Facteur correctif η_F pour deux miroirs en or

La figure ci-dessus présente le facteur correctif η_F de la force de Casimir entre deux miroirs en or, dont la constante diélectrique est modélisée par un modèle plasma ($\lambda_p = 126nm$). L'écart avec la force idéale est important dans la gamme de distance sondée dans nos expériences : $L/\lambda_p < 4$. η_F décrit de fait la transition entre deux régimes asymptotiques : en $1/L^3$ à courte distance, puis en $1/L^4$ à longue distance.

b Évaluation du facteur de correction η_F

Le modèle de force de Casimir entre deux miroirs massifs plans et parallèles ne dépend que de la constante diélectrique des matériaux utilisés. Le calcul s'appuie le plus souvent sur des valeurs tabulées, mais requiert également l'utilisation du modèle de Drude pour extrapoler les données à basse fréquence, difficiles à obtenir expérimentalement. Les paramètres du modèle de Drude utilisés par l'équipe « Fluctuations quantiques et relativité » pour évaluer la force de Casimir sont $\omega_p = 9$ eV pour la fréquence plasma et $\gamma = 0.036$ eV pour le taux de relaxation. La réponse optique peut varier d'un échantillon à l'autre suite à des conditions de préparation différentes (impuretés, orientation cristallographique, *etc.*) : il en résulte une dispersion de la courbe théorique de la force de Casimir qui peut atteindre 5 %. [38] suggère qu'une caractérisation *in situ* des miroirs de Casimir doit être réalisée pour conclure un accord théorie-expérience inférieur à 5 % : il s'agit d'une limite importante de l'ensemble des mesures qui ont été effectuées jusqu'à ce jour.

2.3 La force de Casimir entre un miroir sphérique et un miroir plan

La plupart des expériences ont été réalisées dans une configuration différente de celle considérée par Casimir en 1948 : les surfaces en regard présentent le plus souvent une géométrie

sphère-plan afin de diminuer le nombre de contraintes expérimentales sur leur positionnement. La distance entre la sphère et l'échantillon apparaît dans ces conditions comme le seul paramètre géométrique du problème. Le parallélisme des miroirs constitue une difficulté expérimentale à part entière : les expériences produites dans cette configuration ne descendent pas en dessous de 15 % de précision.

a Approximation de Derjaguin

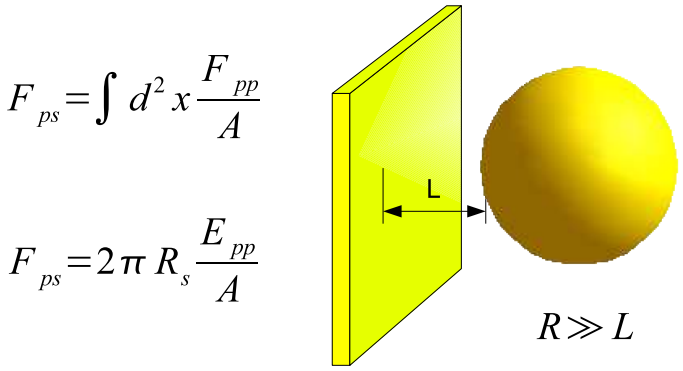


Fig. II.6 – La force de Casimir en géométrie plan sphère

Il n'existe pas pour le moment de modèles qui prennent en compte cette géométrie de manière rigoureuse. L'estimation de la force de Casimir repose sur l'approximation de Derjaguin [39], qui consiste à additionner de proche en proche les contributions de morceaux de surfaces de la sphère situés à différentes distances du miroir plan.

$$F_{sp}(d) = \int \frac{dS}{A} F_{pp}(L(S)) = \frac{2\pi R_s}{A} E_{pp}(d) \tag{II.13}$$

$E_{pp}(d)$ correspond à l'énergie de Casimir en géométrie plan-plan.
Cette hypothèse d'additivité de la force est rigoureusement fausse, car le champ électromagnétique n'est pas défini de manière locale mais intègre l'ensemble des conditions aux limites du problème. Cette approximation est néanmoins acceptable lorsque les longueurs d'onde d'intérêts sont négligeables devant le rayon de la sphère :

$$d << R_s$$

La gamme de distance sondée dans notre expérience se situe en dessous de 500 nm pour un rayon de sphère voisin de 20 μm. L'erreur introduite par cette approximation n'est pas connue précisément : d'après les mesures précédentes réalisées dans cette configuration, il semblerait qu'elle soit au plus de l'ordre de quelques pour-cent lorsque $d/R_s < 1$ %.

La configuration géométrique des miroirs de Casimir constitue une problématique plus large centrée sur les conditions aux limites du champ électromagnétique. De nombreuses études théoriques sont actuellement en cours pour déceler des propriétés remarquables : elles sont notamment motivées par la possibilité de rendre cette force répulsive par ce biais.

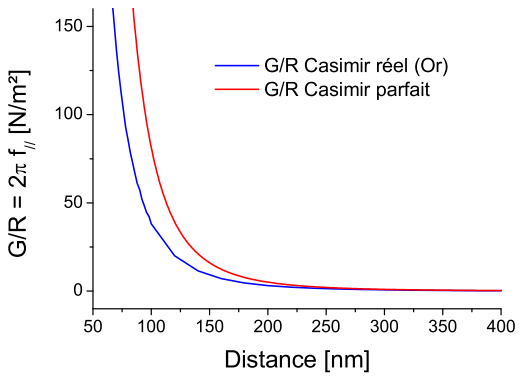


FIG. II.7 – Gradient de force de Casimir en géométrie sphère-plan
Le graphe présente le comportement du gradient de force de Casimir normalisé par le rayon de la sphère dans le cas de miroirs réels en or. L'évaluation de ce modèle de force est réalisée à partir de données tabulées de la constante diélectrique de l'or dans la gamme supérieure à l'infrarouge, puis d'une extrapolation par un modèle de Drude pour les basses fréquences.

b Le modèle de force en géométrie plan plan

Notre montage expérimental est sensible au gradient de force de Casimir, dont l'expression est donnée par :

$$\frac{\partial F}{\partial z}(d) = \frac{2\pi R_s}{A} F_{pp}(d) \tag{II.14}$$

La présentation des résultats expérimentaux sous la forme de :

$$\frac{1}{R_s}\frac{\partial F}{\partial z}(d) = \frac{G}{R_s} \tag{II.15}$$

permet de tester directement le modèle de force :

$$2\pi f_{pp}(d) = 2\pi \frac{F_{pp}}{A} \tag{II.16}$$

Les courbes de gradient de force que nous obtenons sont ainsi proportionnelles aux courbes de force de Casimir associées à la géométrie plan-plan. Cette fonction ne dépend que de la réponse optique des matériaux qui composent les miroirs : celle-ci est déterminée de manière indépendante à partir de données tabulées ou éventuellement à partir d'une mesure *in situ*. Elle ne comporte pas d'autres paramètres ajustables.

2.4 Rugosité des surfaces

La rugosité des miroirs affecte directement le couplage d'une onde incidente avec son champ réfléchi. Lorsque celle-ci est petite devant la longueur d'onde, le processus de diffusion conserve le vecteur d'onde transverse (parallèle à la surface) suite à l'invariance du problème par translation. Étant également stationnaire, il ne modifie pas la fréquence. Dans ces conditions la réflexion peut être considérée comme spéculaire et est bien prise en compte dans le modèle de force de Casimir.

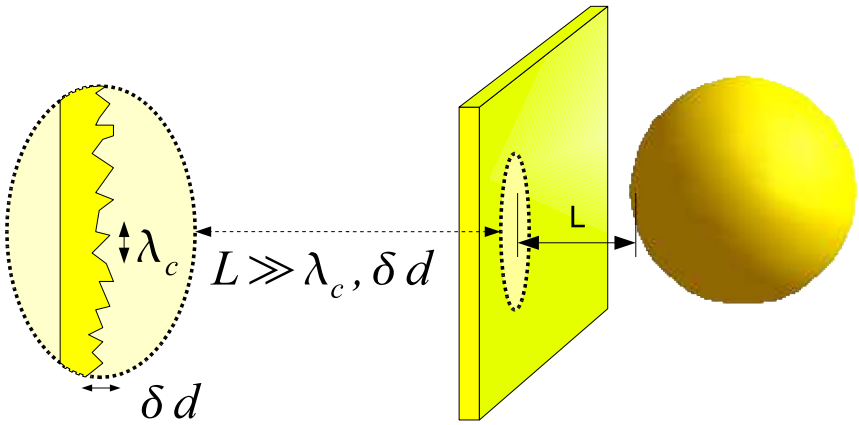


FIG. II.8 – La rugosité des surfaces

La rugosité de la surface est caractérisée par une longueur de corrélation transverse λ_c et une dispersion RMS δd. Lorsque la distance L entre les deux miroirs est grande devant ces deux paramètres, les effets de rugosité sont négligeables : les ondes EM prépondérantes, de longueur d'onde proche de L, subissent une réflexion spéculaire.

Les surfaces utilisées durant nos expériences présentent une rugosité RMS de quelques nanomètres. On s'attend ainsi à une déviation importante à très courte distance en dessous de quelques dizaines de nanomètres : en raison de problèmes de non linéarité de la mesure et de positionnement, cette région a été pour le moment peu visitée.

Enfin l'utilisation de l'approximation de Derjaguin constitue une approche peu satisfaisante de ce problème car elle ignore complètement le couplage de l'onde incidente avec les ondes issues de la diffusion non spéculaire. Une prise en compte des caractéristiques spectrales de la rugosité est réalisée pour des modèles de force plus récents [40, 41, 42, 43, 44].

2.5 Fluctuations thermiques du champ électromagnétique

Le champ électromagnétique est en équilibre thermodynamique avec l'environnement à la température T. Des fluctuations statistiques se superposent aux fluctuations de point zéro, suite aux nombreux échanges d'énergie avec le bain thermique, et génèrent également une pression de radiation qui dépend des dimensions de la cavité. Le nombre de photons présents dans un mode de fréquence ω est donné par :

$$\overline{n} = \frac{1}{e^{\frac{\hbar\omega}{k_B T}} - 1} \tag{II.17}$$

lorsque,

$$\hbar\omega >> k_B T \tag{II.18}$$

le mode ne comporte aucun photon et peut être considéré par conséquent dans l'état « vide ». Ceci a lieu en particulier pour des longueurs d'onde qui vérifient :

$$\lambda << \frac{\hbar c}{k_B T} \tag{II.19}$$

Pour une distance

$$d << \lambda_T = \frac{\hbar c}{k_B T} \tag{II.20}$$

les effets de température sont négligeables, puisque les modes qui dominent la force de Casimir occupent tous leur niveau fondamental : la température peut être considérée comme nulle. En pratique cette limite se situe autour de quelques micromètres pour des températures usuelles de laboratoire ($T \approx 300\ K$). Au-delà de 1 μm, la prise en compte des fluctuations thermiques est essentielle pour obtenir une description correcte du phénomène [45].

3 Effets de couche mince

La configuration expérimentale présentée dans la partie précédente avait pour ambition de se rapprocher le plus possible de la configuration idéale proposée par Casimir en 1948. Partant de celle-ci, il peut être intéressant de la complexifier par étape, afin de comprendre l'influence de nouveaux paramètres expérimentaux. L'épaisseur des miroirs de Casimir constitue un degré de liberté expérimental que nous nous proposons d'explorer. Jusqu'à présent les dépôts métalliques de l'ordre de quelques centaines de nanomètres pouvaient être considérés comme infinis dans les modèles théoriques : ils correspondent à des miroirs massifs. Les échantillons pour lesquelles des écarts de comportement notables sont attendus possèdent quant à eux des épaisseurs d'or de l'ordre de la dizaine de nanomètres : il s'agit d'une méthode simple de nanostructuration des surfaces.

L'objectif est de modifier le couplage électron-photon qui agit directement sur le niveau des fluctuations de point zéro du champ électromagnétique. Le modèle de force développé par Astrid Lambrecht et Serge Reynaud basé sur la théorie des réseaux optiques intègre très simplement les paramètres d'épaisseur des différentes couches diélectriques composant les miroirs de Casimir. Une étude expérimentale devrait permettre de tester à nouveau ce modèle de force qui fournit par ailleurs une description satisfaisante de la conductivité finie des matériaux. La pression de radiation dépend en effet étroitement de la fonction d'Airy de la cavité, qui est elle même déterminée par les coefficients de réflexion des miroirs r_p ainsi que par leur distance L. r_p peut être décrit par la constante diélectrique locale $\epsilon(\omega)$ et le paramètre d'épaisseur d. En notant ρ_p le coefficient de réflexion du miroir massif pour le même matériau, nous obtenons :

$$r_p = \rho_p \frac{1 - e^{-2\delta}}{1 - {\rho_p}^2 e^{-2\delta}} \tag{II.21}$$

$$\delta = \frac{d}{c}\sqrt{\omega^2(\epsilon(\jmath\omega) - 1) + c^2\kappa^2}$$

La formule précédente est écrite pour des fréquences imaginaires afin de fournir une forme pratique de l'expression de la force [30].

Un effet de couche mince peut ainsi se manifester si le paramètre δ est proche de la valeur 0. Une approche qualitative du problème consiste à remarquer que dans la gamme de distance explorée ($L \in [50; 500]\ nm$) les modes électromagnétiques qui dominent la force de Casimir ont une longueur de pénétration[5] dans le métal proche de la longueur plasmon λ_p. Il en résulte :

$$\delta \approx \frac{2\pi d}{\lambda_p}$$

[5]En dehors de la résonance plasma.

$\lambda_p/2\pi$ apparaît ainsi comme l'échelle de grandeur caractéristique en dessous de laquelle un écart avec la configuration des miroirs massifs peut être observé. Dans le cas de l'or, cette limite se situe à 20 nm. Des simulations pour des couches de 30 nm montrent que le comportement attendu s'identifie au cas de milieux semi-infinis, alors que pour des épaisseurs de l'ordre de la dizaine de nanomètres, une atténuation notable de la force devrait être observée. Dans cette situation, le film métallique devient peu à peu transparent à mesure que son épaisseur diminue.

Un effet de couche mince est également espéré à longue distance mais il fait intervenir différentes longueurs caractéristiques : [46, 47] décrivent le phénomène pour des miroirs métalliques et semiconducteurs. Leurs réponses optique étant distinctes deux comportements devraient être observés. c/γ, où γ correspond au taux de relaxation des électrons de conduction, constitue pour le métal la limite de distance au-delà de laquelle la force s'atténue plus rapidement, alors que pour un semiconducteur la limite s'établit autour de l'épaisseur du miroir. Dans le cas de l'or, qui est un bon conducteur, $\gamma \approx 10^{13}\ rad.s^{-1}$: l'échelle caractéristique est supérieure au micromètre et se situe dans une gamme de distance non accessible dans le cadre des systèmes étudiés dans notre montage expérimental.

Chapitre III

Construction d'une machine de force

Sommaire

1 Le microscope de force 38

1.1 Présentation du cœur de l'appareil 38

1.2 L'environnement du microscope 38

1.3 Passages air vide 40

a Les connections électriques 40

b Passage de la fibre optique dans la chambre à vide 40

1.4 Stabilité mécanique 41

a Les perturbations extérieures 41

b La dérive thermique 42

2 Contrôle du positionnement et des déplacements 45

2.1 le nanopositionneur 45

a Principe de fonctionnement 45

b Performances et caractéristiques du nanopositionneur 46

c Utilisation en mode balayage 48

2.2 Positionnement fin de l'échantillon 48

a Propriétés des actuateurs piézoélectriques 48

b Cadre de la procédure de calibration 50

c Perspectives d'amélioration du positionnement 50

d Limites du contrôle du positionnement 51

e Procédure de calibration 52

f Conclusion 56

3 Le dispositif de mesure de déplacement 56
3.1 L'interféromètre à fibre optique 57
a Composition 57
b Sensibilité et contraste des franges 58
c Temps de réponse du détecteur 62
3.2 Mise en œuvre expérimentale 62
a Calibration du détecteur 62
b Stabilité du détecteur. 64
3.3 Performance du système de détection 64
a Localisation des sources de bruit 65
b Distinction de S_{VV} et S_{XX} 66
c Bruit intrinsèque de l'intensité laser S_{VV} 66
d Bruit de position en fonction de la puissance laser 68
e Bruit de position en fonction de la longueur de la cavité d 70
f Minimisation des réflexions internes du faisceau laser dans le circuit fibré. 71
g Conclusion 72
3.4 Réduction du bruit de l'intensité Laser 72
a Suppression du bruit d'intensité optique dans le signal de mesure V . 73
b Amélioration de la résolution en déplacement du détecteur 75
c Perspectives 76

La réalisation d'un montage expérimental permettant de mesurer le gradient de force entre deux surfaces constitue le cœur de l'activité instrumentale de la thèse. Il s'agissait de mettre au point un appareil spécifique à la mesure de force offrant des performances de détection comparables voire supérieures à celles des meilleurs AFM commerciaux, tout en intégrant les libertés expérimentales d'un montage « fait maison ». Le nanopositionnement des surfaces en regard et la résolution en force de la sonde couplée à la chaîne de détection représentent les points clés pour le succès du projet entrepris. Le test de modèles de gradient de force de Casimir exige en effet un positionnement absolu au nanomètre de la donnée expérimentale P sur le graphe III.1 :

$$P\left(z_0\ ,\ \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)\right)$$

Le caractère absolu de la mesure est essentiel pour réaliser toutes comparaisons avec des modèles théoriques : les résultats ne doivent pas dépendre de l'appareil utilisé pour les obtenir. Il se montre très exigeant sur les protocoles de calibration des éléments de la chaîne de détection (céramiques piézoélectriques, détection de position, détection de force. Enfin il ne peut ignorer les problèmes de stabilité du montage tel que la dérive thermique qui constitue un autre aspect des difficultés expérimentales associées à ce type de projet.

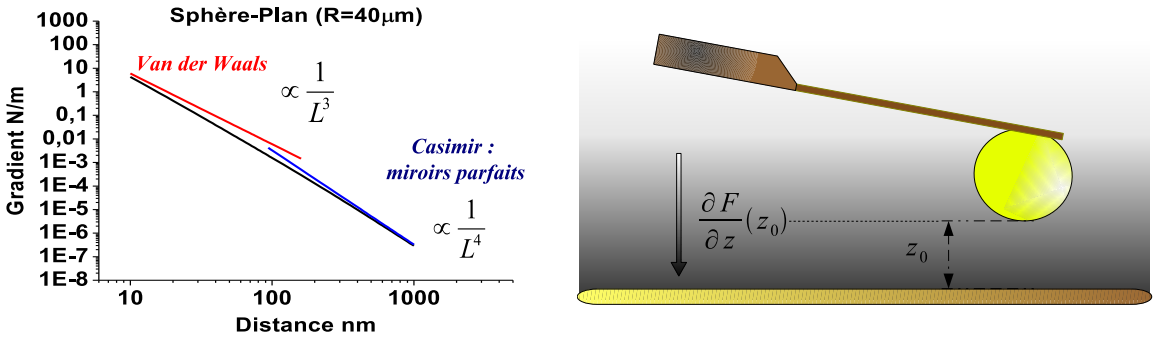


Fig. III.1 – Modèles de gradient de force de Casimir

La précision de l'appareil constitue quant à elle une qualité complémentaire qui assure le caractère relatif de la mesure : elle autorise notamment la comparaison de comportements de gradients de force issus de différents échantillons. Le gradient de force de Casimir décroît par ailleurs rapidement lorsque les deux surfaces s'éloignent l'une de l'autre : l'amélioration du pouvoir de résolution de l'appareil permet non seulement un meilleur positionnement des points expérimentaux P, mais aussi un élargissement de la zone de distance explorée. Précision et mesure absolu sont ainsi les leitmotivs du projet de mesure de gradient de force.

L'objet de ce chapitre est l'étude des éléments extérieurs à la zone où se tient le processus physique étudié, *ie* de l'ensemble du montage sans l'échantillon ni le microlevier au bout duquel est collée la sphère (Fig. III.2), qui feront l'objet des deux prochaines parties du manuscrit. Après la présentation générale du microscope de force, nous focaliserons plus particulièrement la discussion autour du contrôle du positionnement et sur la détection du mouvement du microlevier. Il s'agit de répertorier les difficultés expérimentales, de proposer des solutions pour les pallier et enfin d'établir les limites imposées par les choix technologiques réalisés.

1 Le microscope de force

1.1 Présentation du cœur de l'appareil

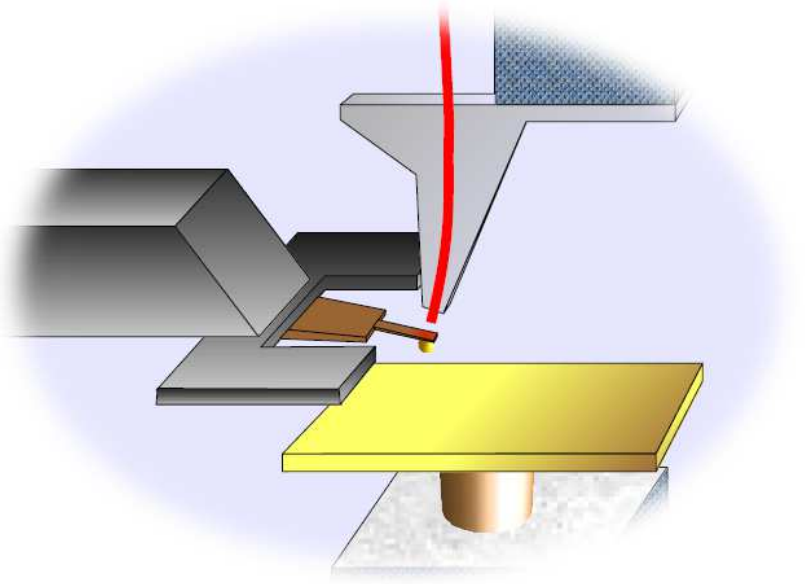


Fig. III.2 – Le cœur du microscope

La figure III.3 donne une vue d'ensemble de l'appareil à la base de ce travail. Le cœur du microscope est constitué d'un cadre (A) usiné en aluminium monobloc afin d'obtenir un support rigide. La sonde de mesure est montée sur un porte pointe VEECO (A1) qui intègre un circuit de polarisation et un bimorphe[1] d'excitation : le tout est fixé par deux broches métalliques au bras (A2) situé à mi hauteur sur le cadre. Deux tours de nanodéplacement (A3) et (A4) assurent respectivement les positionnements XYZ de la surface de l'échantillon par rapport à la sphère et de l'extrémité clivée d'une fibre optique (A5) au-dessus du microlevier. Les éléments (A3) (A4) et le système de détection optique auquel appartient la fibre optique précédente constituent l'objet des deux prochaines sections III.2 et III.3.

1.2 L'environnement du microscope

Le cadre (A) est relié à une bride par un tube (B) qui permet son insertion dans une chambre à vide (C). La mesure de force dans cet environnement présente en effet les avantages suivants :

- Un assèchement des couches moléculaires sur les surfaces d'études : il s'agit notamment d'éliminer l'influence de l'hygrométrie de l'atmosphère du laboratoire. Les fines couches d'eau présentes sur les surfaces peuvent établir des liaisons capillaires pour les plus faibles distances sphère-échantillon. De plus la variation de masse de cette même couche pourrait modifier la fréquence de résonance du microlevier et ainsi perturber l'ensemble

[1] Un actuateur de flexion : il s'agit d'une bande de céramique piézoélectrique collée sur un substrat métallique passif qui produit un mouvement de flexion lorsque celui-ci est soumis à une tension.

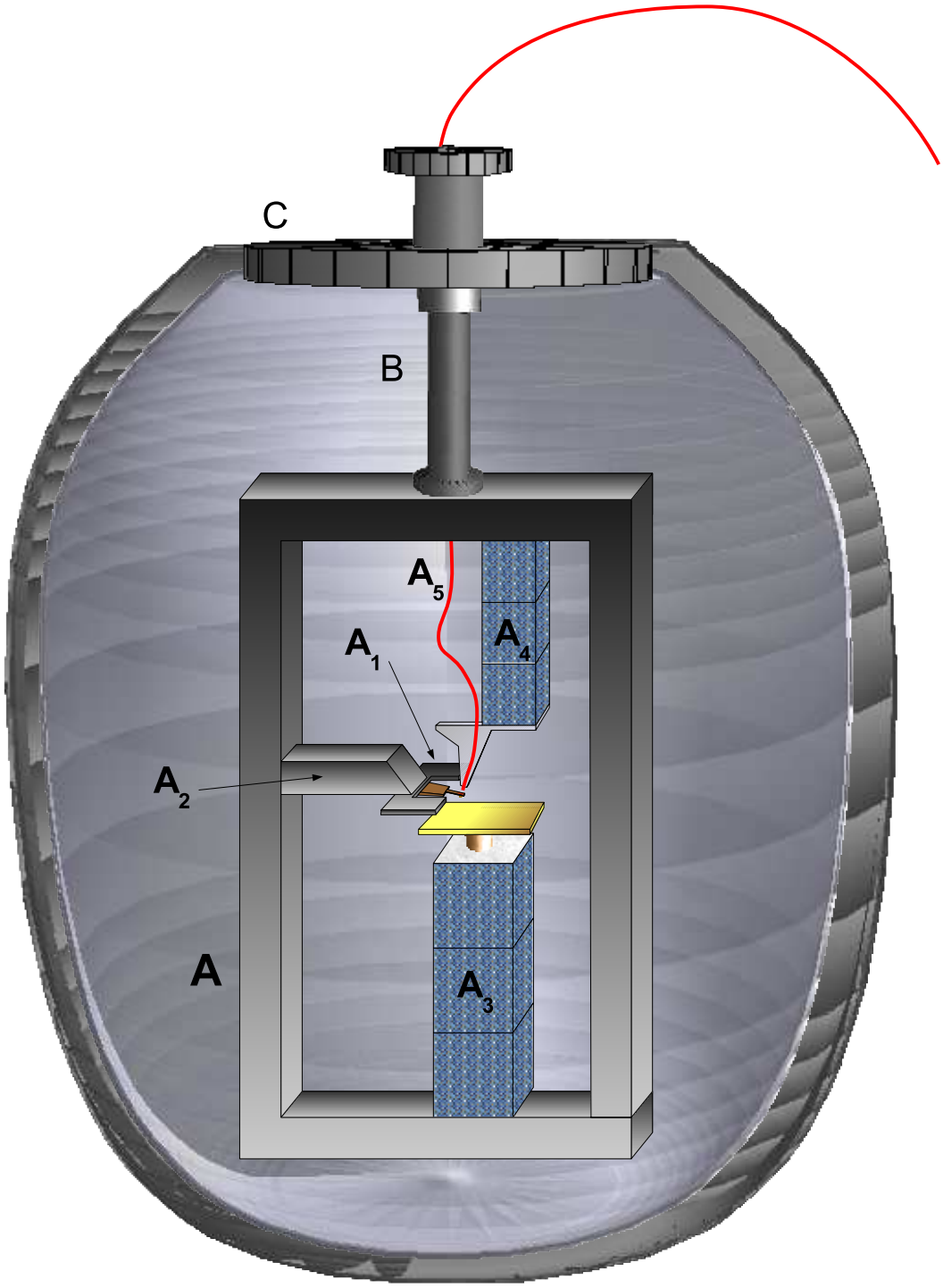


Fig. III.3 – Le montage expérimental

de la mesure. Nous observons d'ailleurs systématiquement une variation de celle-ci lors du passage sous vide compatible avec une épaisseur d'eau nanométrique.
- Une réduction de la pression différentielle de part et d'autre de la sphère lorsque celle-ci est placée à une distance de la surface inférieure au libre parcours moyen des molécules de l'air.
- Le facteur de dissipation γ_0 du microlevier se trouve considérablement réduit, ce qui permet d'accroître de manière significative la précision en force de l'appareil. Nous verrons dans le chapitre suivant, à travers le théorème fluctuation dissipation, que ce paramètre fixe en effet la résolution du dispositif de mesure quelle que soit la température.

Nous retiendrons que ces conditions expérimentales permettent d'améliorer la mesure et le contrôle du phénomène physique que l'on désire observer : la force de Casimir. Elles imposent en revanche des contraintes techniques pour la construction de l'appareil. Ce dernier doit s'insérer dans une chambre à vide, équipée de différents étages de pompage : pompes primaire, turbomoléculaire et enfin ionique. Si l'introduction des cables électriques dans la chambre constitue une opération « classique » pour ce type d'expérience, l'insertion de la fibre a quant à elle posé plus de problèmes. De fait, il n'existe pas beaucoup d'AFM fonctionnant sous vide et intégrant un passage de fibre optique : ceci constitue pour chaque groupe impliqué dans la construction d'un AFM vide un des nombreux détails instrumentaux à résoudre proprement.

1.3 Passages air vide

a Les connections électriques

La réalisation du circuit électrique constitue une étape délicate de la construction de l'appareil. Il permet de piloter les différents actuateurs (tour de nanopositionnement , scanner, bimorphe) et de polariser les surfaces de l'échantillon et de la sonde. Ce dernier point a fait l'objet d'une attention particulière : le signal de polarisation exige un contrôle au millivolt près. Une tension résiduelle de 10 mV peut produire en effet une force capacitive supérieure à la résolution de l'appareil et pourrait alors être à l'origine d'une erreur systématique dans la mesure finale. Il est en particulier essentiel d'assurer l'absence dans le circuit de polarisation de boucles de masse sensibles à la pollution électromagnétique de l'environnement.

b Passage de la fibre optique dans la chambre à vide

L'introduction de la fibre optique dans l'enceinte du montage constitue une opération plus difficile : les catalogues spécialisés proposent peu ou pas de solutions concernant ce problème. Le connecteur air-vide doit assurer le passage de la fibre en minimisant les risques de fuite d'air pour préserver le vide de la chambre. Nous avons adopté la technique décrite dans le journal Applied Optics [48] : celle-ci est selon les auteurs compatible ultra vide, ce que confirment les tests réalisés au service vide de l'ESRF. Elle s'appuie sur l'utilisation d'un passage air-vide de conduite de gaz (Fig. III.4) : la virole métallique est remplacée par une virole en téflon. Cette dernière est percée en son sein d'un trou de diamètre légèrement supérieur à celui de la fibre optique (250 μm) sur plusieurs millimètres, ce qui rend l'opération délicate. L'écrou du raccord exerce une pression sur la virole entourant la fibre, qui assure ainsi le rôle de joint d'étanchéité air-vide du système. En pratique nous sommes parvenus sans problème à maintenir une pression de 10^{-7} Torr dans la chambre en présence de ce passage : ce niveau de vide est tout à fait satisfaisant pour les expériences que l'on souhaite mener.

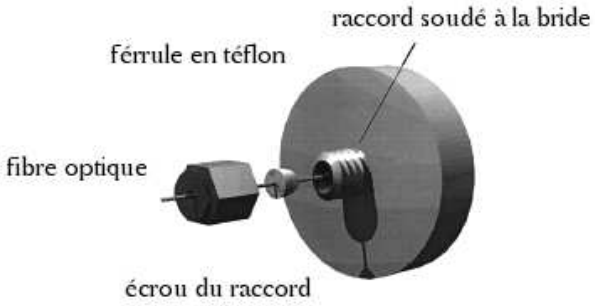


FIG. III.4 – Introduction de la fibre optique dans la chambre à vide

1.4 Stabilité mécanique

a Les perturbations extérieures

Les vibrations extérieures constituent une source de perturbations de la distance sonde-échantillon. Elles sont produites par le bâtiment et les différentes activités qui ont lieu dans le laboratoire[2] (pompes, personnes en mouvement, discussions...). Elles interviennent essentiellement dans la gamme spectrale située entre 1 et 100 Hz. Ces vibrations génèrent également un bruit de force qui peut être préjudiciable pour notre étude expérimentale. Cette force, qui s'exerce sur le microlevier, est reliée à la densité spectrale des vibrations extérieures $S_{X_{\text{ext}}}$:

$$S_F(\omega) = m_{\text{eff}}^2 \omega^4 S_{X_{\text{ext}}}(\omega) \tag{III.1}$$

m_{eff} correspond à la masse effective de l'oscillateur 1D associé au microlevier[3].
L'isolation mécanique du montage peut réduire de manière appréciable leur influence. La mise en œuvre d'un système d'amortissement est indispensable pour une étude de force en mode statique, confortable pour les mesures en mode dynamique dans lequel nous travaillons. Nous avons opté pour un dispositif d'isolation mécanique passif. Les systèmes actifs présentent de meilleures performances à basses fréquences, mais sont plus lourds en terme de coût et de difficulté de mise en place. D'un point de vue pratique, l'étude du bruit de position de l'extrémité de la fibre optique par rapport au microlevier montre une faible influence des vibrations extérieures sur la position de la sonde : La stabilité[4] est assurée à moins de 0.5 nm pour une bande passante de quelques Hertz. A plus haute fréquence, autour du pic de résonance du microlevier, l'intensité du bruit de force correspond à celle attendue pour le mouvement brownien, si on prend soin de couper les sources manifestes de vibrations (les moteurs inertiels sous tension produisent des pics observables dans le spectre de bruit en position : Fig. III.10). Nous nous attendons au même comportement mécanique pour la distance sonde échantillon,

[2]Des mesures sont présentées dans la thèse de Michal Hrouzek [].
[3]La description de la décomposition du mouvement du microlevier sur ses modes propres est réalisée au chapitre IV.
[4]Elle est moins exigeante que pour un STM.

car la constitution de la boucle mécanique est équivalente.
Enfin la rigidité de l'ensemble du cadre est essentielle pour pallier les effets de ces vibrations sur la position relative des deux surfaces d'étude. Outre l'atténuation de l'intensité de cette perturbation, la réponse mécanique du cadre peut être minimisée par une augmentation de sa rigidité, voire de sa compacité. Notre approche dans le traitement des vibrations se rapprochent de celle mise en œuvre par le groupe d'Antoine Heidman au LKB qui se focalise sur des mesures de vibrations au MégaHertz. Elle diffère radicalement de celle développée par le groupe de Ludovic Bellon à l'ENS Lyon qui étudie des phénomènes physiques sur des temps longs, à basse fréquence.

b La dérive thermique

La dérive thermique du dispositif expérimental constitue l'un des principaux problèmes rencontrés durant notre étude. Dans le chapitre V, nous verrons en particulier qu'elle perturbe le processus de mesure de la sonde de force, imposant une limite de résolution en compétition avec celle fixée par le mouvement brownien. Elle modifie également la position relative de la sonde par rapport à la surface de l'échantillon : elle se montre alors problématique lorsque le gradient de force évolue fortement avec la distance. Il devient alors très difficile d'attribuer une distance au point de mesure P, ce qui rend la comparaison théorie-expérience plus délicate.

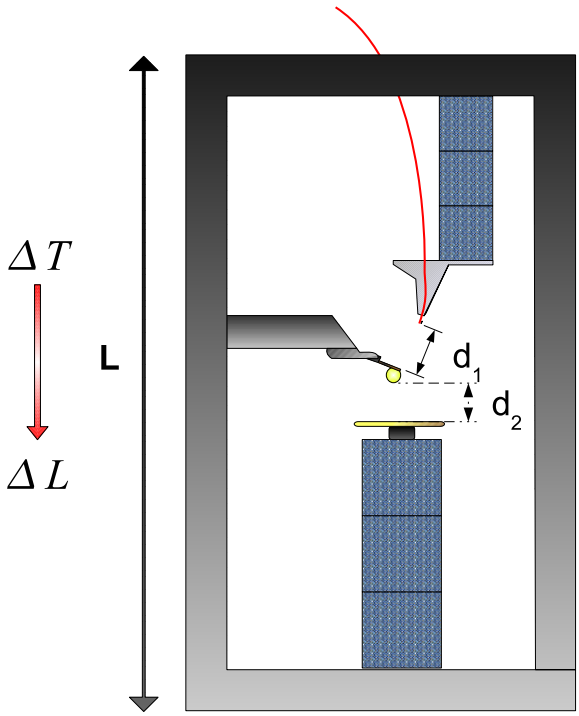


Fig. III.5 – Dilatation du cadre.

Les distances d1 et d2 sont soumises aux variations de température du montage à travers la dilatation thermique de l'ensemble du support.

Origine de la dérive : La dérive est produite par la dilatation thermique des différents éléments du cadre du microscope, qui voient leur température varier de ΔT [49]. Nous pouvons essayer d'évaluer l'intensité de ce phénomène, sachant que le support a été réalisé en aluminium. Le coefficient de dilatation linéaire α_{Al} vaut 23.8 10^{-6} K^{-1} à température ambiante. La dimension caractéristique du cadre L est quant à elle de l'ordre de 10 cm. Si on adopte un point de vue plutôt pessimiste, la distance échantillon-sonde sera affectée de la manière suivante :

$$\Delta Z_d = \alpha_{Al} L \Delta T \tag{III.2}$$

$$\frac{\Delta Z_d}{\Delta T} \approx 2\ \mu m.K^{-1} \tag{III.3}$$

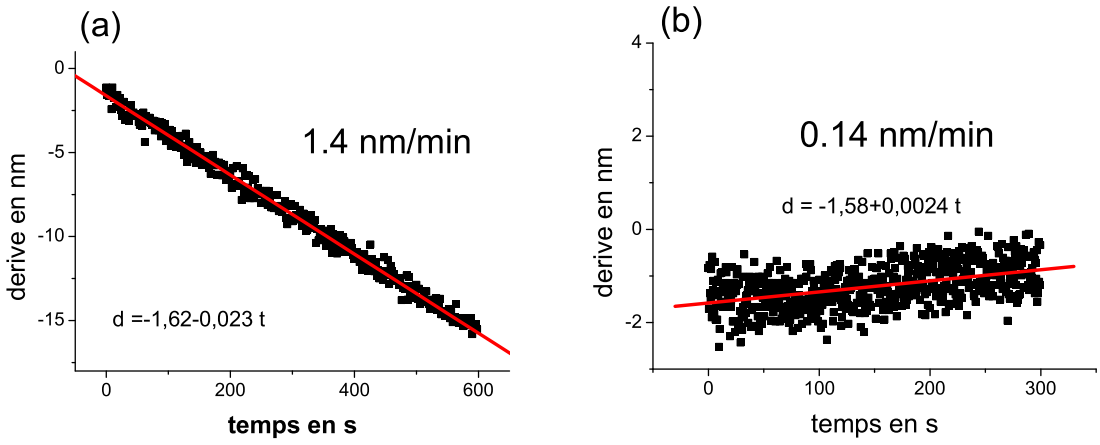
Une tolérance de 1 nm sur le positionnement exige donc une stabilisation de la température à 0.5 mK. L'isolation et le contrôle actif de la température sont deux solutions qui peuvent être mises en œuvre. Si la température reste homogène sur l'ensemble du support, la dilatation thermique peut être compensée ou au moins minimisée grâce à une association judicieuse de différents matériaux. Ce n'est plus vrai si la distribution de température est hétérogène. Dans les deux cas, l'utilisation de l'invar pour la construction du cadre pourrait apporter une amélioration notable, puisque le coefficient de dilatation linéaire n'est que de 1.5 10^{-6} K, soit 15 fois moins environ que pour l'aluminium. De même une réduction de la taille du montage devrait en théorie réduire le phénomène : cette recommandation n'est pas pour le moment compatible avec les contraintes imposées par les instruments de positionnement notamment.

Au final la dérive thermique constitue une difficulté majeure dans l'utilisation de cet appareil. A la suite de ce travail, nous avons défini un nouveau montage doté d'un contôle interférométrique de la distance sphère-échantillon à température ambiante et transféré les protocoles de mesure mis au point sur un appareil fonctionnant à 4.2 K.

Description : Nous nous sommes intéressés à l'intensité, à la forme et au comportement dynamique de la dérive. Ces informations nous permettront par la suite d'apporter des solutions partielles pour atténuer ses effets. En l'absence de perturbations extérieures majeures (mise en route de sources de chaleur comme une lampe, mise en équilibre thermique du support dans la chambre...), nous avons constaté les propriétés suivantes :

- Elle évolue lentement sur des temps largement supérieurs à la minute. Cette constante de temps est à mettre en relation avec l'inertie thermique du support et avec les coefficients de conductivité thermique.
- Nous pouvons ainsi souvent la considérer constante durant un cycle de mesure. Cette hypothèse doit néanmoins être vérifiée systématiquement.
- Dans des conditions « standard », elle atteint la valeur de quelques nm/min. Elle peut perdre un ordre de grandeur dans des circonstances plus favorables (salle vide, tard en soirée...) : malheureusement nous n'avons pas été en mesure de les maîtriser jusqu'à présent.

Atténuation de la dérive : L'isolation de l'ensemble du montage pourrait apporter des progrès significatifs si les sources internes d'échauffement sont stables. De même le contrôle des sources de chaleur fait l'objet d'une attention particulière. La caméra utilisée pour l'observation de l'expérience fonctionne sans l'assistance d'une lampe dont les mises en route et les arrêts



(a) Dérive de la distance fibre microlevier en début d'éxpérience.

(b) Dérive quelques heures après.

FIG. III.6 – Dérive en position.

Le ralentissement de la dérive est vraisemblablement dû à la stabilisation thermique du montage. Ce comportement n'est pas systématique : les sources d'échauffement sont difficiles à contrôler.

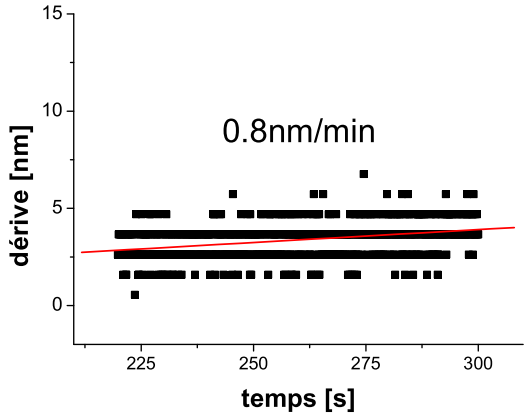


FIG. III.7 – Dérive entre la sonde et l'échantillon.

successifs constitueraient une source de perturbations thermiques. Pour le moment, nous nous contentons de stabiliser autant que possible la température de la pièce en maintenant l'activité des appareils électriques constante : Les lampes du laboratoire provoquent une élévation de température de $3^{\circ}C$ environ. Une étude plus complète de ce phénomène établissant par exemple un lien entre la dérive et la température du montage ou de son environnement pourrait apporter des solutions plus adaptées.

Pour finir nous pouvons signaler un avantage technique des microscopes fonctionnant à basse température : la dérive y est moins importante, en raison d'une meilleure isolation

produite par le cryostat, et à l'effondrement du coefficient de dilatation thermique. Une autre voie consisterait à réaliser un contrôle actif de la distance sonde échantillon, mais la mise en place d'un capteur de position offrant une résolution inférieure au nanomètre constitue un défi instrumental difficile. Cette solution est en cours d'exploration.

2 Contrôle du positionnement et des déplacements

Fig. III.8 – Tour de nanopositionnement XYZ Atto**cube**.

Le montage comprend deux tours de positionnement XYZ (Fig. III.8). La première permet de déplacer l'échantillon par rapport à la microsphère, la seconde met en place l'extrémité clivée de la fibre optique associée au système de détection au-dessus du cantilevier. L'appareil doit être capable de réaliser l'approche grossière des deux surfaces sur plusieurs millimètres d'une part et avec une résolution de quelques dizaines de nanomètres d'autre part. Les moteurs de marque Atto**cube** possèdent cette faculté, peuvent fonctionner sous vide et éventuellement à très basse température bien que cette dernière possibilité n'ait pas été exploitée durant les mesures. La fibre optique quant à elle est moins exigeante en terme de précision de positionnement : le contrôle de son déplacement doit cependant être au moins de l'ordre du micromètre. Enfin le montage doit intégrer un actuateur qui permet une translation fine de l'échantillon en direction du microlevier lors de la mesure de gradient de force

2.1 le nanopositionneur

a Principe de fonctionnement

La platine de positionnement Atto**cube** repose sur le principe du moteur inertiel. Elle se compose d'un bloc mobile relié à un cadre fixe par une céramique piézoélectrique et un barreau avec qui il forme une liaison glissière (Fig. III.9). Le nanopositionneur est capable de réaliser des pas d'extension ajustable : il s'agit de jouer sur les propriétés de contact entre le barreau et la platine. Le fonctionnement simplifié se décompose principalement selon deux phases :

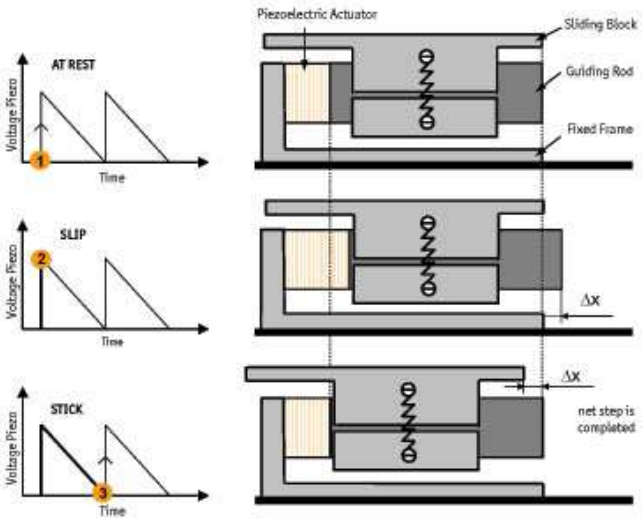


FIG. III.9 – Phases de fonctionnement du moteur inertiel.

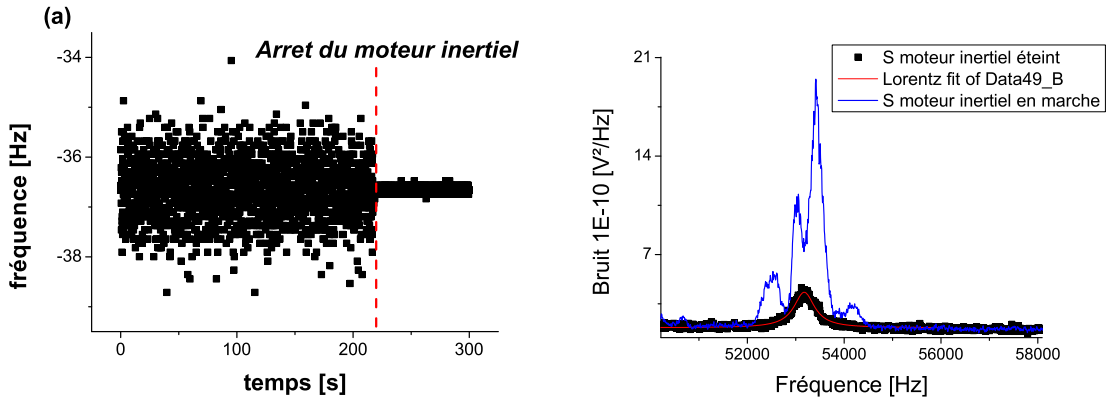
*(1) à (2) : glissement du barreau sur le plateau mobile. (2) à (3) : l'adhésion des deux pièces précédentes permet leur déplacement en bloc. (image catalogue Atto**cube**)*

- Phase de déplacement : le frottement solide entre le plateau mobile et le barreau assure leur adhésion. Le bloc accompagne l'extension de la céramique piézoélectrique qui a lieu sous une accélération modérée. Dans le référentiel du barreau, la force inertielle ($-m_{platine}\ddot{x}$) imposée se situe en effet sous le seuil de la force de frottement solide F_{seuil} ce qui garantit le maintien mécanique entre le guide et le plateau.
- Phase de glissement : la céramique piézoélectrique se rétracte brusquement. Cette fois ci la force inertielle qui s'exerce sur la platine dans le référentiel du barreau $-m_{platine}\ddot{x}$ se situe au-dessus du seuil de la force de frottement solide qui ne peut plus alors compenser la première. Il en résulte le glissement du bloc mobile sur le guide : la position du plateau est alors quasiment inchangée durant cette étape.

La répétition de ce cycle permet ainsi de réaliser des déplacements pas à pas sur plusieurs millimètres. Le contrôle de la tension appliquée au moteur piézoélectrique permet quant à lui de moduler l'amplitude du pas de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres.

b Performances et caractéristiques du nanopositionneur

La platine de déplacement a la capacité de travailler sous vide, voire à basse température. Ces contraintes environnementales mettent souvent hors état de marche des positionneurs classiques (tension de claquage, isolation des faces des céramiques piézo, dégazage...). Le principal avantage offert par cette solution technologique est la possibilité de garder la même position une fois le dispositif mis hors tension. Nous avons d'ailleurs constaté qu'il était préférable lors d'une mesure de mettre à la masse l'appareil : il génère en effet un bruit mécanique observable dans le spectre de bruit en position du microlevier et dans la mesure de fréquence de l'oscillateur microlevier (Fig. III.10).



(a) Bruit de fréquence : la mesure de la fréquence de résonance à travers la boucle à verrouillage de phase (PLL) est perturbée lorsque les moteurs inertiels sont sous tension.

(b) Bruit de position généré par les moteurs inertiels. Un accroissement de l'agitation mécanique se manifeste dans la densité spectrale de bruit de position. La mise à la masse des céramiques piézoélectriques élimine ces problèmes.

FIG. III.10 – Perturbations mécaniques des moteurs inertiels

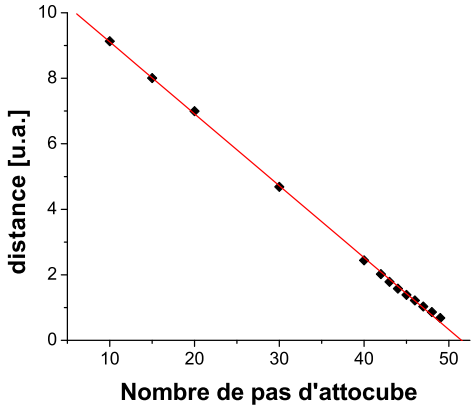


FIG. III.11 – Déplacement du moteur inertiel en fonction du nombre de pas réalisés.

1 u.a. équivaut approximativement à 1.2 μm. La tension crête à crête appliquée à la céramique piézoélectrique est de 12 V. L'interprétation de la mesure a été réalisée dans le cadre d'une interaction électrostatique en géométrie sphère plan.

La version des moteurs utilisés ne dispose pas de codeur de position permettant le contrôle du déplacement avec une résolution de 100nm. Néanmoins nous avons montré expérimentalement que l'extension d'un pas réalisé sous une même tension était reproductible (Fig. III.11). Cette propriété peut se montrer utile lors d'études spécifiques, nécessitant la connaissance de la position de la sonde sur plusieurs centaines de micromètre[5].

[5]Elle nous a permis de suivre le profil de déformation des modes 0 et 1 du microlevier présenté dans le chapitre V.

c Utilisation en mode balayage

Dans la première version du montage, le déplacement fin de l'échantillon en direction de la sonde de mesure a été réalisé avec l'aide de la céramique piézoélectrique du nanopositionneur Atto**cube** Z. La maîtrise du mouvement de la plateforme constitue le point clé du projet de mesure de force : en effet c'est sur cet élément que repose en grande partie la procédure de calibration de l'appareil[6]. Il affecte directement la présentation des résultats des mesures de gradient de force que nous présenterons en dernière partie de l'exposé. Nous insistons une nouvelle fois que ce dernier point est essentiel pour effectuer une comparaison théorie-expérience. Dans la seconde version du montage en cours de réalisation, cette fonction sera réalisée par un scanner Z piézoélectrique asservi en position. L'avantage d'un tel dispositif par rapport au précédent est la possibilité de contrôler en temps réel le mouvement de la surface de l'échantillon. Il devrait en résulter au final une procédure de calibration du microscope plus fiable.

2.2 Positionnement fin de l'échantillon

Les céramiques piézoélectriques ont la capacité de se déformer lorsque leurs faces sont soumises à une différence de potentiel [50, 51]. Le rôle joué par ce phénomène physique découvert en 1880 par Jacques et Pierre Curie a été déterminante pour le développement de la microscopie champ proche ces vingt dernières années, puisqu'il autorise un positionnement subatomique nécessaire pour ce champ d'investigation. Les déplacements induits dépendent de la taille du système, du matériau utilisé et de ses directions cristallographiques. La description complète du phénomène met notamment en relation la déformation, la contrainte et le champ électrique, reliés par des matrices de module piézoélectrique et de module d'Young.

D'un point de vue pratique, il s'agit de déterminer le plus précisément possible la valeur du déplacement D produit par l'application d'une tension[7] V_p :

$$D = f(V_p) \tag{III.4}$$

La suite de l'exposé propose une description d'une procédure de calibration qui intègre le système de détection interférométrique utilisé en temps normal pour le microlevier. Afin de bien comprendre les difficultés pour établir une relation du type (III.4), qui est nécessaire pour atteindre le niveau requis dans la mesure et le contrôle du positionnement, nous commencerons par détailler les principales propriétés des céramiques piézoélectriques.

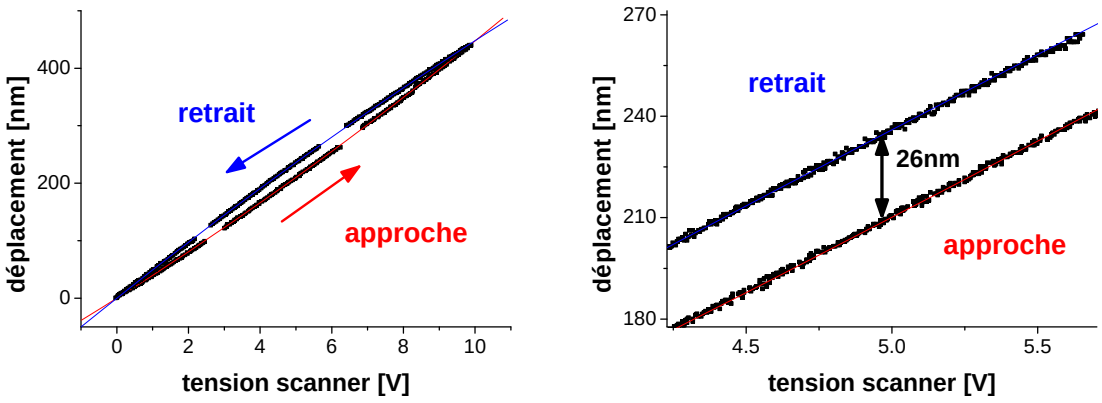
a Propriétés des actuateurs piézoélectriques

La première étape consiste à identifier l'ensemble des problèmes intrinsèques mis en jeu lors de la mise en marche du scanner. L'examen de la reproductibilité de la commande a été effectué en parallèle. On dénombre ainsi les propriétés suivantes :

1. La céramique piézoélectrique présente une hystérésis lors d'un cycle approche-retrait. Ce comportement tire son origine de la nature ferroélectrique du matériau, il est équivalent à celui observé dans les matériaux ferromagnétiques : sa compréhension fait appel à

[6] La calibration du signal de force s'appuie sur le modèle de force électrostatique en géométrie sphère plan dont le seul paramètre ajustable utile se déduit du déplacement.

[7] Seul paramètre utile pour des contraintes sur la céramique identique.



(a) Cycle complet de balayage

(b) Amplitude de l'hystérésis

FIG. III.12 – Cycle d'hystérésis d'une céramique piézoélectrique

Le désaccord maximal entre les phases aller et retour est de 26 nm pour une course totale de 446 nm : l'écart au modèle linéaire s'établit ici à 5.8 %. La tension de commande est triangulaire, d'amplitude 10 V et sa fréquence est de 50 mHz.

des effets de polarisation de domaines dipolaires électriques et à des effets moléculaires. La loi qui relie le déplacement en fonction de la tension appliquée est par conséquent non linéaire, différente selon la phase considérée (approche ou retrait) et dépend des caractéristiques du cycle imposé (amplitude, forme, fréquence). Elle est d'autant plus importante que l'extension demandée est grande : l'écart s'établit de 2 % à 15 % de l'élongation totale réalisée (Fig. III.12).

2. Un second phénomène induit par les effets de polarisation évoqués précédemment est le fluage[8] [50]. Une variation lente de la position peut être observée à la suite d'une nouvelle commande de déplacement ΔL_0. Une description approchée, 0.1 s après l'arrêt de la consigne, peut être donnée par :

$$\Delta L = \Delta L_0 \left(1 + \gamma \log\left(\frac{t}{0.1}\right)\right) \tag{III.5}$$

où $\gamma = 0.01$ à 0.02. L'évolution de la position s'établit alors à quelques pour-cent par décade de temps de la consigne de déplacement initiale.

3. Les variations de température affectent la caractéristique tension-déplacement du système : l'effet semble négligeable *a priori* par rapport à la dérive du cadre : $\approx 0.1\ nm/K$.
4. Les contraintes mécaniques imposées sur l'actuateur modifient également la réponse de ce dernier. Dans le cas d'une simple modification de la charge appliquée (masse de l'échantillon), seul le comportement dynamique du système devrait être perturbé. Le déplacement quasistatique devrait quant à lui rester inchangé.
5. Enfin la polarisation des domaines du matériau ferroélectrique se modifie avec le temps. La réponse globale du système suit cette évolution.

[8]Désigné par *creep* par les anglosaxons.

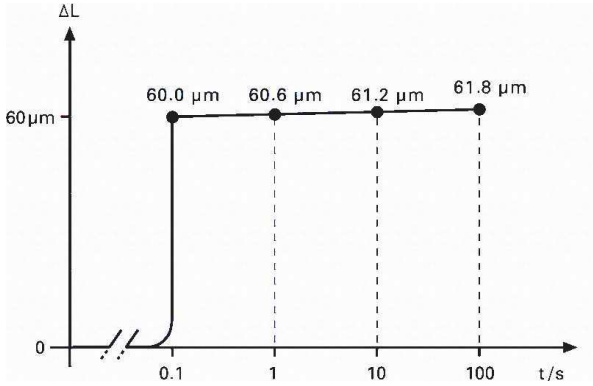


FIG. III.13 – Fluage.

Le plateau mobile suit un mouvement lent après la commande d'une nouvelle position.

b Cadre de la procédure de calibration

Il est possible de pallier les problèmes 1 et 2 si l'on s'impose, durant les mesures et les phases de calibration de gradient de force, des déplacements intégrés dans des cycles d'approche-retrait de caractéristiques précises :

- Forme du signal : triangulaire, sinusoïdale
- Amplitude : de 0 à 10 V
- Fréquence : de 2 mHz à 50 mHz

Expérimentalement nous avons constaté que ces cycles de balayage étaient stables dans le temps : leur reproductivité est à la base de la procédure d'étalonnage du scanner piézoélectrique Z. Dans ces conditions une précision de l'ordre du nanomètre peut être atteinte sur un cycle complet. Ce niveau de précision rend possible une mesure de force de Casimir à quelques pour-cent autour d'une distance sphère-échantillon de l'ordre de 100 nm. Nous n'avons pas pour le moment intégré la dépendance en température de l'effet piézoélectrique dans cette étude qui constitue, en théorie au moins, un paramètre supplémentaire du problème.

Cette méthode de contrôle du déplacement reste néanmoins assez contraignante : elle n'offre pas une totale liberté pour le positionnement de l'échantillon. Elle s'attaque aux mêmes difficultés rencontrées par les groupes qui ont dans le monde produit des mesures de force de Casimir quantitative.

c Perspectives d'amélioration du positionnement

L'ensemble des problèmes décrits précédemment peut être éliminé si la platine de déplacement intègre un capteur de position permettant son asservissement. Les performances du système dans cette situation repose essentiellement sur celles du détecteur pour un bon réglage des paramètres de régulation : les limites du dispositif dépendent de la précision et de la stabilité de la jauge (temps, température). La mise en place d'un scanner asservi en position dans la nouvelle version de l'appareil devrait ainsi apporter des progrès significatifs. Enfin il peut être avantageux de considérer un fonctionnement en boucle ouverte si le signal de commande est abandonné au profit de celui fourni par le transducteur : une des difficultés majeures rencontrées durant la thèse repose sur l'affectation d'une distance sonde-échantillon à une mesure de gradient de force. Dans ce mode, seules subsistent les limites imposées par le

capteur de position ; les paramètres de régulation ne posent quant à eux plus de problèmes.

d Limites du contrôle du positionnement

Jusqu'à présent nous nous sommes intéressés au déplacement du plateau mobile du moteur piézoélectrique par rapport à sa base fixe : ceci ne résout pas totalement l'un des problèmes essentiels du projet expérimental qui est le contrôle du positionnement relatif de l'échantillon par rapport à la sonde de mesure.

La dérive en position La dérive des éléments mécaniques du support de l'appareil constitue la principale difficulté pour la réalisation de cette tâche. D'un point de vue pratique, l'intensité de ce phénomène étant de l'ordre de 1 nm/min, l'incertitude sur le positionnement d'une courbe de gradient de force réalisée sur une durée de 2 minutes environ ne devrait pas être supérieure à 1 ou 2 nanomètres. Cette approche permet donc après évaluation de la dérive de fixer le degré de précision. Elle constitue par la même occasion une limite pratique dans la perspective d'une réduction de la bande passante de la mesure puisque le signal de gradient de force est directement affecté par ce phénomène. Nous verrons néanmoins que moyennant l'hypothèse raisonnable d'une dérive constante durant le cycle de mesure, il est parfois possible de l'intégrer dans l'analyse des données.

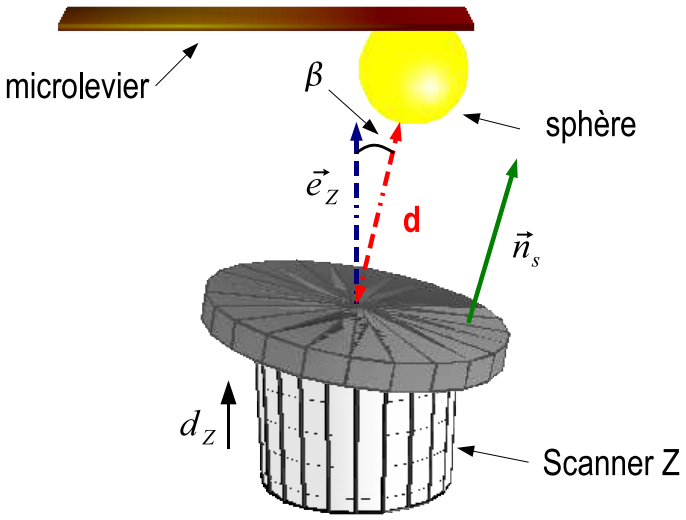


FIG. III.14 – Orientation de la surface

Le mouvement d_Z du moteur piézoélectrique produit le déplacement $d = d_Z\ \vec{e_Z} \cdot \vec{n_S}$ de la surface vers la sphère.

Orientation de l'axe du scanner Une autre limite de nature géométrique peut également affecter le positionnement des deux surfaces. Le choix de la géométrie sphère-plan nous a permis de lever le problème du contrôle de la configuration des miroirs de Casimir en réduisant le nombre de degré de liberté de trois à un. Le problème dont il est ici question est relié à l'orientation du plan de la surface par rapport à la direction de l'axe $\vec{e_Z}$ de déplacement du

scanner (schéma III.14). On définit l'angle β entre ces deux directions. Le désaccord entre le déplacement réel d et le déplacement commandé d_Z s'écrit :

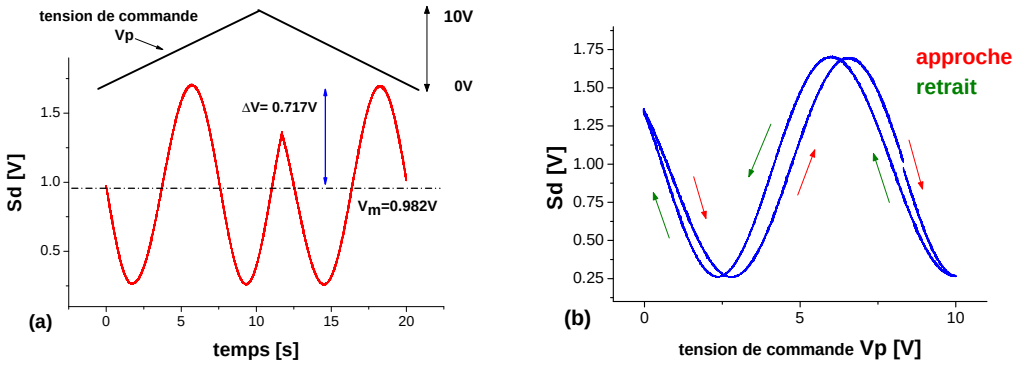
$$d = d_Z \cos(\beta) \tag{III.6}$$

Le défaut d'orientation induit un facteur de dilatation sur le déplacement réel : en pratique l'incertitude absolue sur ce facteur qui vaut idéalement 1 peut être contenue à mieux que 0.005 si l'angle β est connu avec une précision de 5°.

e Procédure de calibration

L'étalonnage du scanner piézoélectrique nécessite une légère modification du montage expérimental. La fibre optique utilisée pour sonder le déplacement du microlevier est orientée verticalement pour être perpendiculaire à la surface réfléchissante de l'échantillon déposé sur le plateau du moteur. Après le positionnement de la fibre à quelques dizaines de micromètres du miroir, des cycles d'approche retrait de caractéristiques données sont réalisés. Le signal de détection S_d fournit l'image du déplacement $Z(V_p)$ pour une tension V_p appliquée sur la céramique piézoélectrique :

$$S_d = V_m + \Delta V \sin\left(\frac{4\pi}{\lambda} Z(V_p)\right) \tag{III.7}$$



(a) Le signal de détection n'est pas directement ajustable par une fonction sinusoïdale en raison de l'hystérésis du scanner piézoélectrique.

(b) Le graphe illustre le cycle d'approche-retrait à travers l'équation (III.7)

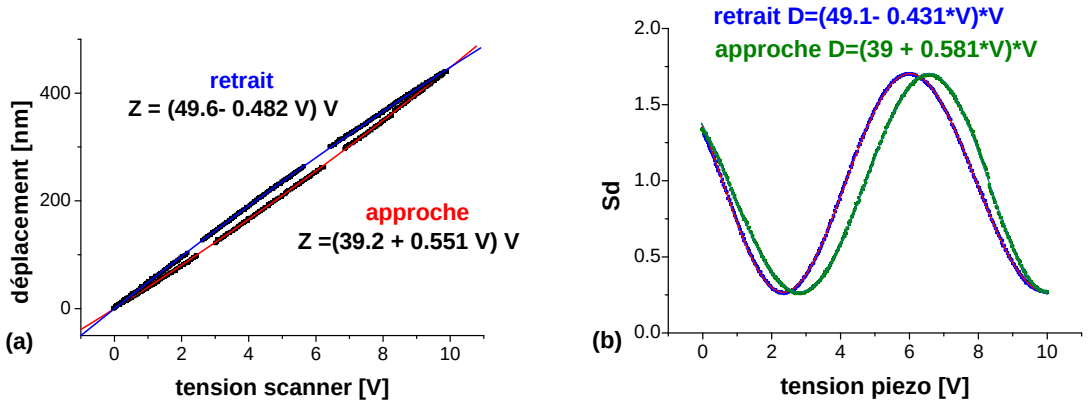
FIG. III.15 – Balayage du signal de détection

Le modèle d'ajustement Nous nous intéressons désormais exclusivement à des signaux de commande V_p de forme triangulaire et d'amplitude 10 V. Les déplacements D_a et D_r des phases d'approche et de retrait sont ajustés par deux polynômes d'ordre 2 : ce modèle semble suffisant pour tenir compte de la non linéarité induite par le phénomène d'hystérésis. Les

résultats sont reproductibles pour un signal de commande V_p de forme, d'amplitude et de période bien définies.

$$D_a[V_p) = a_2{V_p}^2 + a_1 V_p \quad \text{(III.8)}$$
$$D_r(V_p) = r_2{V_p}^2 + r_1 V_p \quad \text{(III.9)}$$

Le scanner présente une extension qui décroît avec la fréquence du balayage : on s'attend à une saturation vers une valeur maximale lorsque la céramique est sollicitée à très basse fréquence. Expérimentalement cette dernière est difficile à déterminer en raison de la dérive thermique, qui sera l'objet du prochain paragraphe. Le comportement dynamique du moteur ne peut être négligé dans notre étude : il pourrait être à l'origine de la dilatation des courbes d'approche-retrait, et constituer une source d'erreur systématique de l'ensemble de la procédure de calibration. Ce phénomène a par ailleurs été observé lors des premiers tests du scanner asservi en position, cependant la lecture en temps réel du déplacement permet d'éliminer le problème, prouvant une nouvelle fois l'utilité d'un tel dispositif.



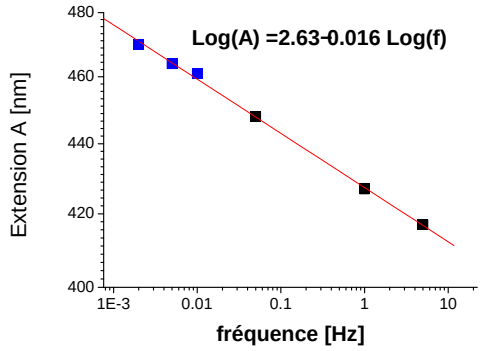
(a) Les paramètres de la fonction détection (ΔV,V_m) sont déterminées de manière indépendante et servent à redresser le signal. Le déplacement est ensuite évalué avec l'aide de la fonction détection (III.7).

(b) Le polynôme d'ordre 2 est intégré dans la fonction (III.7) : les coefficients (ΔV,V_m) de (III.7) deviennent dans cette approche des paramètres libre de l'ajustement.

FIG. III.16 – Ajustement des phases d'approche et de retrait.

Dans les deux cas, l'extension totale du scanner, pour un signal de commande triangulaire d'amplitude 10 V *et de période* 20 s, *est de* 448 nm.

Difficultés apportées par la dérive Pour des périodes courtes, de l'ordre de la minute, l'écart entre deux cycles successifs sera de l'ordre du nanomètre dans les conditions usuelles (figure III.15). En revanche, il sera d'autant plus important à mesure que la fréquence de travail diminue. Il est cependant possible de tenir compte du déplacement parasite dans la méthode précédente moyennant l'hypothèse d'une dérive constante. Cette dernière se superpose au



fréquence [Hz]	0.05	1	5
extension [nm]	448	427	417

fréquence [Hz]	0.002	0.005	0.01
extension [nm]	470	464	461

FIG. III.17 – Extension du scanner

Dans le domaine de fréquence dans lequel nous avons travaillé, l'extension de la céramique piézoélectrique augmente avec la période du balayage. Les trois points bleus ont été obtenus trois mois après la première série de mesure (points noirs).

mouvement du scanner. La position du plateau mobile Z dépend dans ces conditions de la tension de commande V_p et du temps t.

$$Z_A = D_A(V_p) + vt \quad \text{(III.10)}$$

$$Z_R = D_R(V_p) + vt \quad \text{(III.11)}$$

$$\text{(III.12)}$$

v est la vitesse de la dérive.

Le signal de position ne décrit plus dans ces conditions une courbe fermée après le balayage d'un cycle complet (Fig. III.16 a). La forme triangulaire du signal de commande V_p est appropriée à l'hypothèse formulée : le temps t est facilement paramétrable en fonction de V_p pour la phase n :

$$t = \pm\alpha V_p + \beta_n \quad \text{(III.13)}$$

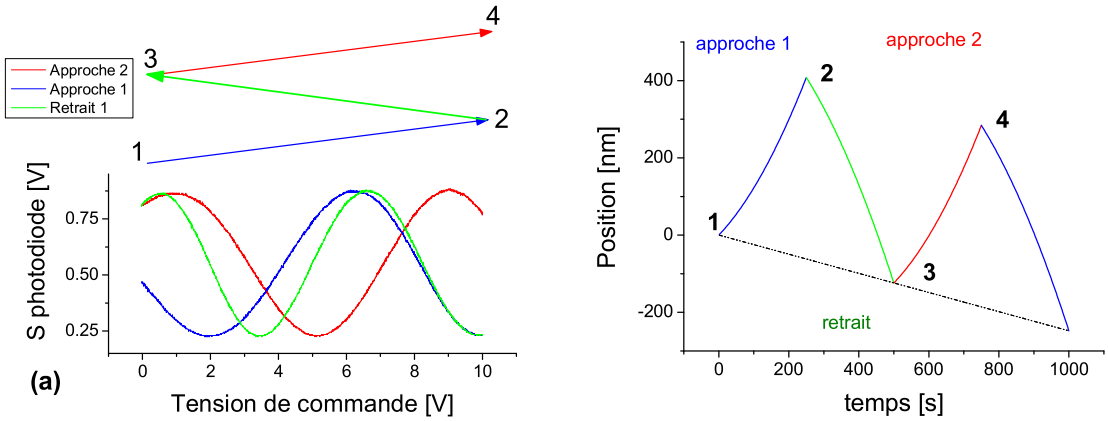
$\pm$ selon qu'il s'agit d'une phase d'approche ou de retrait.

Les cycles de la figure III.15 sont toujours ajustables par deux polynômes d'ordre deux $Z_a(V_p)$ et $Z_r(V_p)$. Seuls les monômes d'ordre un devraient être affectés de $\pm v\alpha$. Après l'évaluation de la vitesse de dérive v, nous pourrons les corriger et remonter ainsi aux lois de déplacement D_a et D_r recherchés. Nous obtenons :

$$Z_{a_1^2}(V_p) = 0.635{V_p}^2 + 34.4V_p + \{ \begin{array}{c} 56 \\ 180 \end{array} \quad \text{(III.14)}$$

$$Z_r(V_p) = -0.537{V_p}^2 + 58.9V_p + 54 \quad \text{(III.15)}$$

Les procédures d'ajustement pour l'approche et le retrait étant indépendantes, le recouvrement des courbes prouve le bien fondé de l'hypothèse de dérive constante pour cette expérience. Ce résultat démontre donc la possibilité de prendre en compte à la fois les effets de l'hystérésis et de la dérive.



(a) Signal de commande V_p : forme triangulaire, amplitude 10V, fréquence 2 mHz. Dérive : $\approx 0.24\ nm/s$. Le nombre d'oscillations est différent selon qu'il s'agit d'une phase d'approche ou de retrait. Le signal de position Sd(Z) ne décrit plus une courbe fermée à l'issue d'un cycle complet contrairement à celui de la figure III.15b.

(b) Description du mouvement absolu du scanner en fonction du temps. Les deux phases d'approche présentes sur le graphe partage les mêmes paramètres d'ajustement à l'exception du monôme d'ordre 0.

FIG. III.18 – Cycle d'approche retrait et dérive

Dans cet exemple, la dérive était très intense : il est probable que le système mis en place quelques minutes auparavant n'eût pas thermalisé.

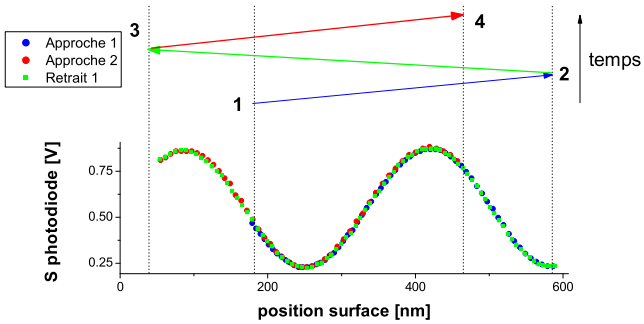


FIG. III.19 – Position absolue du scanner

La position pour chacune des phases de la figure III.18 se calcule à partir de $Z_a(V_p)$ et $Z_r(V_p)$. La dérive est évaluée entre les positions 1 et 3 : elle s'élève à $v = -0.248\ nm/s$.

Enfin le passage de Z à D s'effectue par soustraction ou addition du terme associé à la dérive : $\pm\alpha v = 6.2\ nm/V$. On obtient finalement :

$$D_a[V_p] = 0.635{V_p}^2 + 40.6V_p \quad \text{(III.16)}$$

$$D_r(V_p) = -0.537{V_p}^2 + 52.7V_p \quad \text{(III.17)}$$

La comparaison des extensions des phases d'approche et de retrait (470 nm et 473 nm) nous permet d'évaluer l'incertitude à quelques nanomètres pour cet exemple : l'hypothèse de départ peut en partie en être responsable. Dans de meilleures conditions de mesure, en particulier en prenant soin de réduire les variations thermiques du montage, nous obtenons des modèles de déplacement du scanner piézoélectrique dont l'incertitude est de 1 nm.

f Conclusion

La maîtrise d'un positionnement absolu et reproductible à l'échelle nanométrique constitue une problématique qui dépasse largement le cadre de la thèse. Elle fait l'objet d'une attention grandissante qui a commencé à prendre de l'ampleur ces cinq dernières années chez de nombreux fabricants d'AFM/STM et plus généralement dans tous les domaines techniques qui ont traits aux micro/nanotechnologies. En témoignent le développement récent de scanners asservis en position, de capteurs de déplacement de technologie capacitive, inductive, résistive, optique...

En ce qui nous concerne, nous avons distingué principalement 3 sources d'incertitude qui affecteront de manière différente la présentation des résultats expérimentaux que nous analyserons dans la dernière partie du manuscrit :

1. L'étalonnage de la céramique piézoélectrique : cette procédure doit réduire la distorsion de l'axe des distances produit par la non linéarité du cycle d'hystérésis.
2. La dérive quant à elle sera responsable selon les cas d'une dilatation et/ou d'une distorsion de la distance sphère échantillon.
3. L'orientation de la surface ne produit de son côté qu'une dilatation de cet axe.

3 Le dispositif de mesure de déplacement

Fondamentalement une force se manifeste indirectement à travers les effets mécaniques qu'elle produit sur un système test ; dans notre expérience il s'agit de l'ensemble microlevier et sphère[9]. La grandeur physique mesurable est par conséquent un déplacement. La description du comportement mécanique de la sonde de mesure est essentielle pour l'interprétation complète d'une mesure de force : elle sera l'objet du prochain chapitre. La mesure de position, quant à elle, n'en est pas moins importante : elle intervient en aval du processus de conversion force-déplacement. Elle doit ainsi préserver au mieux le signal de position. L'étude des performances du système de détection permet de localiser l'origine de la limite de résolution en force de notre appareil : un bon détecteur de déplacement doit repousser cette dernière en amont au niveau du microlevier.

Le principe du détecteur de position le plus souvent utilisé sur les AFM commerciaux repose sur l'observation de la déviation d'un faisceau laser produite par le microlevier sur une photodiode 4 quadrants. Cette technique offre généralement une résolution en déplacement intéressante de l'ordre de 1 $pm/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ autour de quelques dizaines de kHz. La conception de la tête de lecture est cependant assez complexe d'un point de vue mécanique. De plus, il est sensible à l'angle associé à la déflexion du microlevier et non au déplacement absolu de ce dernier : la calibration de ce détecteur se limite alors à des déformations identiques[10]. Le

[9] Le système test s'identifie à la sonde de mesure.
[10] La réponse du détecteur dépend par exemple du mode de vibration observé.

dispositif de détection interférométrique que nous avons utilisé dans notre montage présente quant à lui une résolution comparable, voire meilleure dans certain cas ($0.3\ pm/\sqrt{\mathrm{Hz}}$). Il est directement sensible à un déplacement : sa réponse ne dépend pas de la déformation observée. Enfin la longueur d'onde du faisceau laser sert de référence de longueur pour la mesure : l'accès à un signal de position calibré constitue un avantage significatif de cette technique face à ses concurrentes.

3.1 L'interféromètre à fibre optique

Les phénomènes d'interférence optique sont à la base de mesures de déplacement de grande précision menées dans de nombreux domaines de recherche comme dans l'industrie. L'utilisation de fibres optiques permet de réduire considérablement l'encombrement du système qu'il faudrait déployer dans une configuration classique, ce qui rend la solution adoptée bien adaptée aux contraintes instrumentales de notre machine de force (cadre compact, accès difficile). Les fibres optiques peuvent cependant introduire des effets indésirables comme des signaux interférométriques parasites.

a Composition

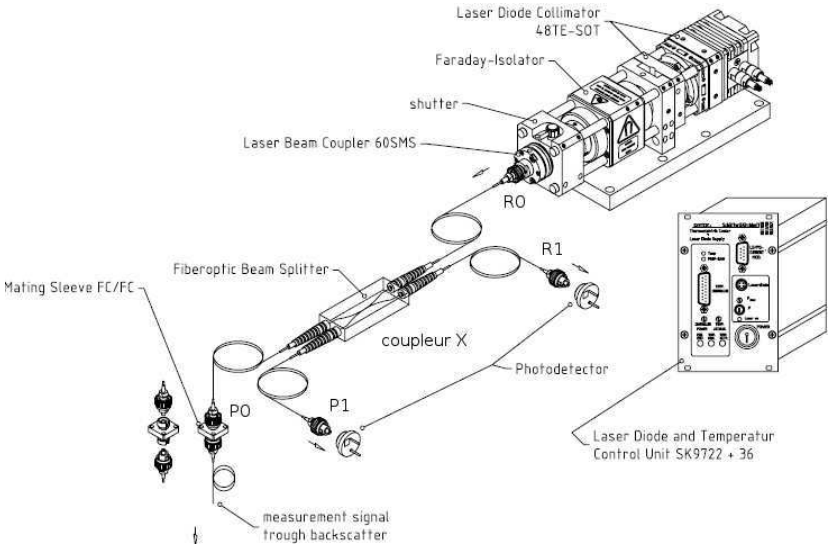


Fig. III.20 – Banc de détection optique

Le dispositif de mesure de position que nous avons employé provient de la société Schäfter Kirchhoff. Il se compose des éléments suivants :

- Un laser à semi conducteur asservi en température afin de stabiliser son intensité.
- Un isolateur optique Faraday qui atténue le faisceau retour susceptible de rendre instable la source laser.
- Un coupleur de faisceau qui permet l'introduction du rayon laser dans une fibre optique.
- Un diviseur de faisceau 50 %/50 % (coupleur X) qui permet de partager l'intensité d'un faisceau lumineux entre deux fibres optiques : il s'agit de l'équivalent du cube séparateur

utilisé dans les systèmes interférométriques non guidés.

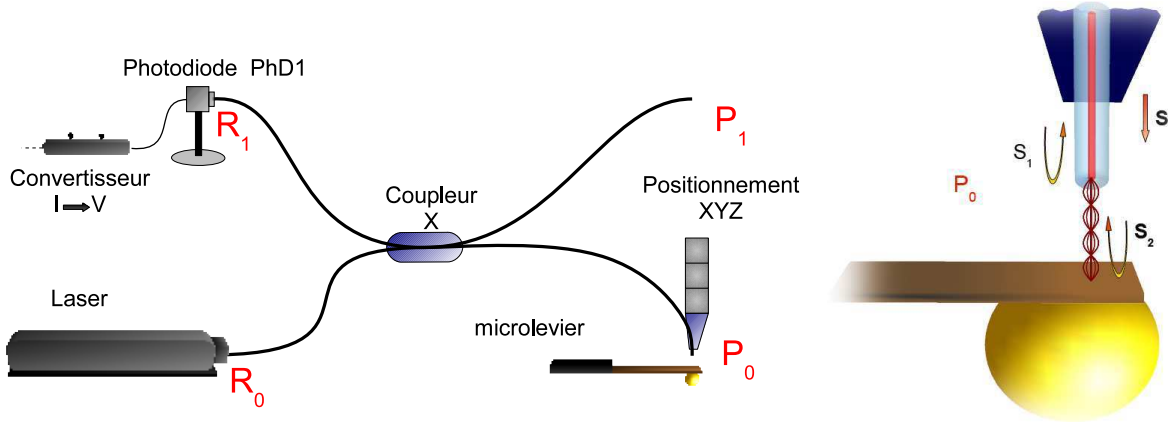


FIG. III.21 – Propagation du faisceau laser dans le circuit fibré

La figure III.21 présente la configuration du système de détection. Un faisceau laser est introduit dans une fibre optique par l'entrée $R0$, puis se propage à travers le coupleur X où il subit une division de son intensité. Une première partie de ce faisceau (faisceau S_1) est réfléchie au niveau de l'extrémité $P0$, l'autre partie (faisceau S_2) est envoyée sur le dos du microlevier où il subit à son tour une réflexion. Ce deuxième rayon S_2 pénètre à nouveau dans la fibre optique du coupleur X ($P0$), puis atteint en compagnie de S_1 l'extrémité $R1$ qui est connectée à une photodiode Phd_1. La différence de chemin optique entre les deux faisceaux se traduit par une modulation de l'intensité lumineuse I mesurée au niveau de Phd_1 :

$$I = \overline{I_0} + \Delta I_0 \sin\left(\frac{4\pi}{\lambda_0} d + \phi_0\right) \tag{III.18}$$

avec d la distance entre l'extrémité $P0$ de la fibre optique et le microlevier, $\lambda_0 = 670\ nm$ la longueur d'onde de la source laser.

Il s'agit en première approximation d'un processus d'interférence à deux ondes. Le coefficient de réflexion au niveau de l'interface silice-air d'une fibre parfaitement clivée est très faible : il s'élève au plus à 4 %. De plus les réflexions et couplages qui interviennent à l'intérieur de la cavité fibre-microlevier induisent des pertes importantes : l'intensité du faisceau S_2 est probablement plus faible que celui de S_1. Il en résulte que la contribution des faisceaux lumineux issus des réflexions multiples à l'intérieur de la cavité fibre-microlevier est certainement négligeable. Expérimentalement, cette hypothèse est assez bien vérifiée. Enfin notons que le laser injecte dans la fibre une puissance optique comprise entre 0.1 W et 1 W : nous ne collectons à la sortie qu'environ[11] 1 μW.

b Sensibilité et contraste des franges

La sensibilité du détecteur dépend de la longueur de la cavité. Pour de petits déplacements Δd autour de la position de travail d_0, elle s'obtient à partir de la dérivé de l'Eq. (III.18) $\dot{I}(d_0)$.

[11] L'estimation repose sur une sensibilité de la photodiode de 0.4 A/W donnée par le constructeur.

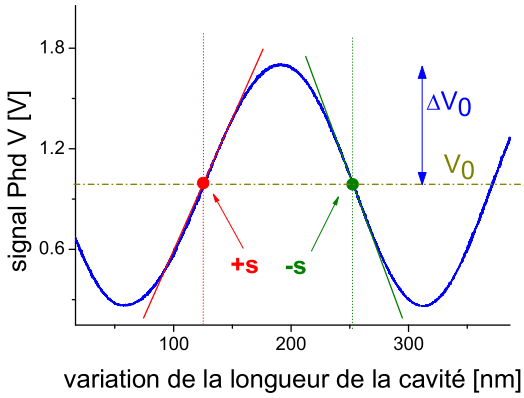


FIG. III.22 – Points de fonctionnement du détecteur

La fonction détection présente deux points de fonctionnement de part et d'autre d'une arche d'oscillation, qui sont de sensibilités opposées.

Il est préférable d'accorder la distance de séparation fibre-microlevier d_0 de manière à obtenir $I(d_0) = \overline{I_0}$. Dans ces conditions, la réponse ΔI au mouvement Δd est maximale.

$$\Delta d = \frac{\lambda_0}{4\pi\Delta I_0}\Delta I = s(d_0)\Delta I \tag{III.19}$$

L'écart à la linéarité se situe en dessous de 1 % si l'amplitude du déplacement est inférieure à 15 nm. A partir de l'équation (III.18), il est néanmoins possible de supprimer la non linéarité introduite par l'approximation (III.19) : cette démarche a notamment été mise en place dans la section III.2.2.e pour déterminer le cycle d'hystérésis d'une céramique piézoélectrique.

La sensibilité sera d'autant plus intéressante que le contraste des franges d'interférence sera important. Cette dernière remarque suggère d'étudier les facteurs qui fixent l'amplitude de ces franges : elles dépendent en partie de la cohérence temporelle de la source laser. Le faisceau optique en amont de $P0$ peut être modélisé par une onde scalaire complexe S à enveloppe lentement variable :

$$S(t) = A(t)e^{-\jmath\omega_0 t} \tag{III.20}$$

Dans ces conditions S_1 et S_2 s'expriment en fonction de S avec l'aide de facteurs de couplage α_1 et α_2. Ces derniers englobent l'ensemble des processus de réflexion, transmission et de couplage subis par les deux ondes.

$$S_1(t) = \alpha_1 S(t) \tag{III.21}$$
$$S_2(t) = \alpha_2 S(t-\tau) \tag{III.22}$$

$\tau = 2d/c$ est le retard introduit par la différence de chemin optique $2d$ (aller-retour dans la cavité de longueur d).

Au niveau de la photodiode, l'intensité lumineuse s'écrit :

$$I = \left(|\alpha_1|^2 + |\alpha_2|^2\right) < |A|^2 > +2\,\Re\Big(< A(t)\overline{A(t-\tau)} > \ \alpha_1\overline{\alpha_2}\, e^{\jmath\omega_0\tau}\Big) \tag{III.23}$$

On définit

$$< A(t)\overline{A(t-\tau)} >= I_0 C\left(\frac{\tau}{\tau_c}\right) \tag{III.24}$$

C est la fonction visibilité[12] dont la largeur caractéristique est de 1, $C(0) = 1$, τ_c est le temps de cohérence du faisceau laser.

$$I = \left(|\alpha_1|^2 + |\alpha_2|^2\right)\ I_0 + 2I_0\,\Re\left(\ \alpha_1\overline{\alpha_2}\ C\left(\frac{\tau}{\tau_c}\right)\ e^{\jmath\omega_0\tau}\right) \tag{III.25}$$

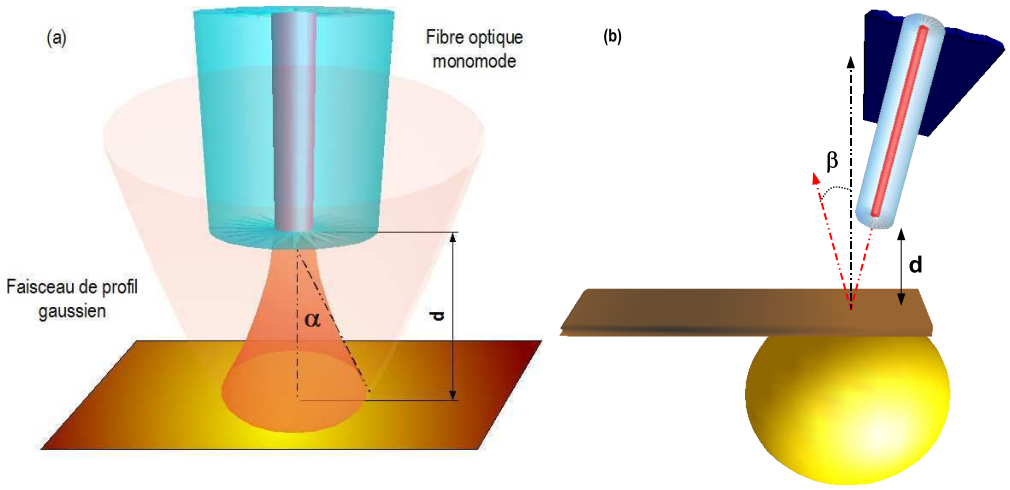
Nous pouvons maintenant analyser les deux principales causes de variation du contraste des franges :

$$\Delta I_0 = \alpha_1\overline{\alpha_2} I_0 C\left(\frac{\tau}{\tau_c}\right) \tag{III.26}$$

Efficacité de couplage : $\alpha_1\overline{\alpha_2}$ Les coefficients α_1 et α_2 décrivent les processus de couplage des ondes S_1 et S_2 avec l'onde S. A ce stade, il est important de noter que chaque milieu ne doit comporter qu'un seul mode de propagation pour une direction donnée afin d'éviter un phénomène d'interférence à ondes multiples. Ceci est assuré d'une part par l'utilisation de fibres optiques monomodes, d'autre part par la qualité des états de surface des différents miroirs de la cavité. L'extrémité de la fibre est clivée afin d'optimiser le transfert vers le mode Gaussien de l'espace libre. Ce dernier se recouple ensuite avec la fibre avec une efficacité qui dépend, en plus de l'état et de la nature des interfaces, de paramètres géométriques comme l'orientation et la distance de la fibre par rapport au microlevier (Fig. III.23). Une description plus complète de ce problème devrait entre autres intégrer les échanges d'énergie avec les autres modes de propagation de la cavité. La part de la configuration géométrique dans les facteurs de couplage α_1 et α_2 contraint l'utilisation du système à des distances de travail d_0 inférieures à quelques centaines de micromètres. Au-delà, les pertes sont trop importantes.

La cohérence temporelle : $C(\tau/\tau_c)$ Le faisceau laser S présente de son côté une longueur de cohérence $l_c = c\tau_c$ qui est aussi à l'origine d'une dégradation du contraste des franges. Elle doit notamment être plus grande que la distance fibre-microlevier. L'inconvénient majeur de l'optique fibrée est sa sensibilité aux différents phénomènes de nature à affecter la propagation des faisceaux (déformation, effets thermiques, *etc.*) : ces effets peuvent être tournés cependant en avantage pour réaliser des capteurs de déformation et de température très sensibles. Pour pallier ces désagréments, les deux faisceaux S_1 et S_2 doivent partager au maximum le même chemin optique afin que les perturbations précédentes affectent ces deux ondes de la même façon : elles n'interviennent alors plus dans leur différence de marche. Le système satisfait cette recommandation. Malheureusement les extrémités des fibres optiques présentes dans le circuit peuvent également produire des cavités parasites qui perturbent le signal de mesure (III.18). Il est ainsi nécessaire de trouver un compromis sur la longueur de cohérence l_c de la source laser pour assurer à la fois un bon contraste des franges d'interférence et la stabilité du signal :

[12] Il s'agit de la fonction de corrélation de l'onde S. Nous la distinguons du contraste des franges.



(a) Divergence du faisceau Laser (b) Réflexion du faisceau Laser

FIG. III.23 – Couplage du faisceau retour S_2 avec la fibre optique

Le couplage entre le mode de propagation gaussien de l'espace libre et le mode de propagation de la fibre optique sera d'autant plus faible que le microlevier sera éloigné (a) et mal orienté (b) par rapport à l'extrémité de la fibre. Le faisceau diverge et essuie des pertes en raison des dimensions finies du microlevier et du diamètre du cœur de la fibre.

$$d_0 \ll l_c \ll L_{fibre} \tag{III.27}$$

L_{fibre} donne l'ordre de grandeur des cavités parasites.

L'augmentation de la puissance d'alimentation de la source lumineuse permet de glisser du régime LED vers le régime laser, permettant ainsi un contrôle de l_c . En pratique nous diminuons la puissance jusqu'à ce que l'effet d'une vibration mécanique d'un connecteur ne soit plus visible sur le signal de mesure. Le concepteur du banc optique indique de son côté une longueur de cohérence de 200 μm lorsque le laser fonctionne en dessous de la moitié de sa puissance maximale. On comprend à nouveau l'intérêt de l'utilisation de fibres monomodes qui introduiraient le cas contraire une dispersion de chemins de propagation proportionnels à leur longueur et par suite un brouillage des franges.

Conclusion Expérimentalement nous disposons d'un certain nombre de paramètres pour contrôler l'amplitude des franges et donc la sensibilité du détecteur :

- La disposition de la fibre par rapport au microlevier.
- La qualité des surfaces de la cavité : l'opération de clivage de la fibre est déterminante.
- La puissance d'alimentation de la source Laser.
- Des connecteurs de fibres optiques qui possèdent des facteurs de transmission élevés (≥ 80 %).

Il est en général préférable d'augmenter la sensibilité d'un détecteur car le poids du bruit introduit en aval dans la chaîne de détection est inversement proportionnel à ce facteur. Par contre au niveau du détecteur, le niveau de bruit croît souvent avec la sensibilité : la recherche

d'un bon niveau de résolution nécessite alors une étude spécifique du bruit intrinsèque.

c Temps de réponse du détecteur

La cavité fibre-microlevier possède un temps de réponse très court, largement inférieur aux temps caractéristiques associés aux microleviers utilisés (période : quelques dizaines de microsecondes, constante de temps d'amortissement : supérieure à 1 ms). Il correspond approximativement au temps de vie du faisceau intracavité. Pour des interférences à deux ondes, il est voisin du temps τ associé à la différence de chemin optique $2d$ entre les deux faisceaux S_1 et S_2, soit environ 10^{-14} s. Dans le cas de cavité de très grande finesse, le temps de mise à l'équilibre est considérablement augmenté, ce qui peut induire des couplages optomécaniques importants entre le système étudié et le détecteur [52].

La bande passante du système de détection est limitée cependant par les différents éléments de la chaîne de détection situés en aval du processus d'interférence :

- Le photodétecteur : son temps de réponse est souvent fixé par la constante de temps RC associée à la capacité intrinsèque de la photodiode et à la résistance de charge du circuit. Étant donnée sa valeur, il ne constitue pas la limite du système.
- Le convertisseur courant-tension. L'amplification du signal se fait au détriment de la bande passante : ce composant restreint la bande spectrale utile du détecteur. Le choix du convertisseur s'est tourné vers le modèle FEMTO DLCPA 200, qui offre une sensibilité de 10^6 V/A couplée à une fréquence de coupure de 200 kHz, ce qui est suffisant pour l'étude de microleviers de fréquence de résonance inférieure à 100 kHz.

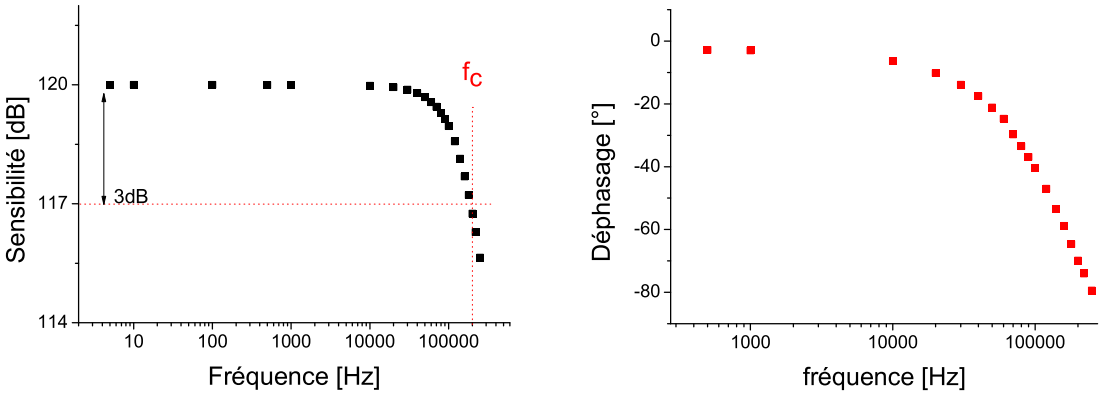
La réponse globale du dispositif de détection est ainsi imposée par le convertisseur courant-tension. La figure III.24 caractérise le comportement dynamique du détecteur à fibre optique du montage expérimental. Il peut être utile de s'y référer dans le cadre de mesure fine de déplacement afin de prendre en compte le facteur correctif à apporter par rapport à la réponse statique ($f \approx 0$ Hz).

3.2 Mise en œuvre expérimentale

Le principal intérêt du dispositif de détection à fibre optique tient à la possibilité d'une mesure en déplacement calibrée. L'obtention d'un signal en unité de longueur [nm] nécessite de suivre une procédure de calibration systématiquement avant chaque utilisation de l'appareil. Cependant le système jusqu'ici décrit ne présente pas une sensibilité stable dans le temps, principalement en raison de la dérive en position de la fibre. La mise en place d'un système de contrôle actif de la cavité nous a néanmoins permis de résoudre ce problème.

a Calibration du détecteur

La mise en place de la fibre optique au-dessus du microlevier se réalise avec l'aide de tours de nanopositionnement XYZ : il s'agit d'amener l'extrémité de la fibre à quelques dizaines de micromètres du dos du cantilever. Le contrôle de cette opération s'obtient par un balayage continu de la fibre optique selon l'axe Z, afin de visualiser et d'optimiser en temps réel la fonction cavité (III.18). Cette dernière doit en particulier présenter une amplitude constante d'un niveau supérieur à quelques centaines de mV lorsque la sensibilité du convertisseur courant-tension est fixée à 10^6 V/A. La section du faisceau laser au niveau du microlevier peut être largement supérieure à celle obtenue à la sortie de la fibre : l'angle de divergence du faisceau



(a) Amplitude en dB

(b) Phase en degré

FIG. III.24 – Réponse du convertisseur courant-tension FEMTO DLCPA 200

Le composant travaille en mode bas bruit avec une sensibilité de 10^6 *V/A. Le graphe caractérise également la réponse globale du système de détection. Le détecteur présente une réponse plate dans le domaine de fréquence qui nous intéresse : 0 à 100 kHz. Cependant une analyse quantitative complète de petits déplacements doit prendre en compte la décroissance du gain du convertisseur : à 50 kHz par exemple, le facteur de correction pour la sensibilité est de 0.96.*

Gaussien est de 12°. L'observation du signal de cavité balayé en position nous permet de centrer précisément l'extrémité de la fibre dans le plan parallèle au microlevier, de manière à maximiser la réflexion du faisceau sur ce dernier.

La procédure de calibration du détecteur repose sur l'hypothèse d'un processus d'interférence à deux ondes décrit par la fonction détection :

$$V = \overline{V_0} + \Delta V_0 \sin\left(\frac{4\pi}{\lambda_0} d + \phi_0\right) \tag{III.28}$$

Cette équation ne possède que deux paramètres qui sont l'amplitude de la modulation ΔV_0 et la valeur moyenne $\overline{V_0}$. Expérimentalement nous obtenons un graphe comme celui de la figure III.15. Il n'est pas nécessaire d'ajuster le signal de mesure avec (III.28) pour obtenir $\overline{V_0}$ et ΔV_0 : l'utilisation des curseurs de l'oscilloscope est suffisante[13]. La longueur de la cavité est ensuite accordée avec l'aide de la céramique piézoélectrique du moteur inertiel Z, de manière à obtenir un signal de détection $V = \overline{V_0}$. Dans cette configuration la sensibilité est optimisée, elle s'établit à :

$$s = \frac{\lambda_0}{4\pi\Delta V_0} \; [nm/V] \tag{III.29}$$

La longueur d'onde de la source laser λ_0 est de $670 \pm 5\ nm$. Nous obtenons pour des configurations habituelles des facteurs de sensibilité compris entre 100 et 250 nm/V.

[13]En raison de la non linéarité des céramiques piézoélectriques, de la dérive thermique, l'ajustement précédent ne serait pas correct (section 2.2.e).

b Stabilité du détecteur.

La longueur de la cavité est instable en raison de la dérive en position décrite dans la section III.1.4. Cette dernière affecte ainsi le facteur de sensibilité s. L'analyse spectrale de ce mouvement parasite montre qu'il a lieu à très basse fréquence (inférieure à quelques Hz : section III.1.4), dans un domaine disjoint de celui utilisé pour l'étude AFM en mode dynamique (voisinage de la fréquence de résonance du microlevier). De ce fait il est possible de maintenir le facteur de sensibilité constant grâce à la mise en place d'un système d'asservissement de la longueur de la cavité, alimenté par la partie basse fréquence du signal de position. L'information sur la déflexion statique du microlevier n'est quant à elle plus exploitable : elle est mélangée au signal de dérive. Le signal de position basse fréquence est comparé à la valeur

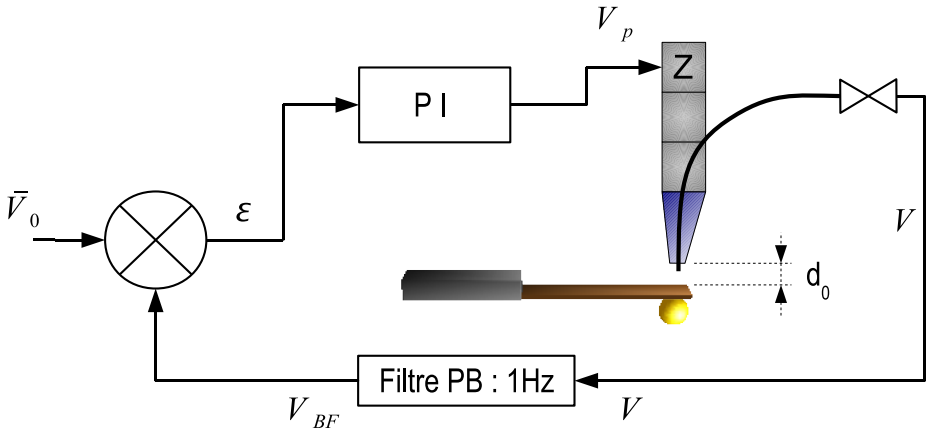


FIG. III.25 – Stabilisation du système de détection

de consigne fixée à $\overline{V_0}$. Puis le signal d'erreur est injecté dans un correcteur proportionnel intégral PI qui dimensionne et optimise à sa sortie le signal de commande pour le moteur piézoélectrique Z afin de compenser les déplacements indésirés.

Le système de détection associé au dispositif de contrôle actif de la cavité fournit un signal de mouvement du microlevier fiable et stable. Il assure ainsi la maîtrise du fonctionnement de la sonde de mesure : le contrôle de la réponse du microlevier qui sera présenté dans le chapitre V, la mise en place d'une boucle à verrouillage de phase pour mesurer sa fréquence de résonance, tous les systèmes de régulations qui ont été mis en place sur cet appareil en aval du détecteur nécessitent une sensibilité constante pour garantir leur bon fonctionnement.

3.3 Performance du système de détection

Le détecteur de position est un maillon essentiel de la chaîne de détection de force : sa résolution en déplacement détermine en partie l'efficacité globale de l'appareil. Nous pouvons le considérer performant lorsque son niveau de bruit est inférieur à celui apporté par la sonde de force[14] située en amont de la chaîne. L'objet du prochain chapitre est de déterminer les conditions pour atteindre cette situation : un microscope de force n'exige pas systématiquement le meilleur niveau de détection. Il est cependant important d'abaisser au maximum le

[14]Le microlevier

pouvoir de résolution du détecteur afin de disposer de plus de souplesse dans le choix des caractéristiques mécaniques de l'oscillateur.

a Localisation des sources de bruit

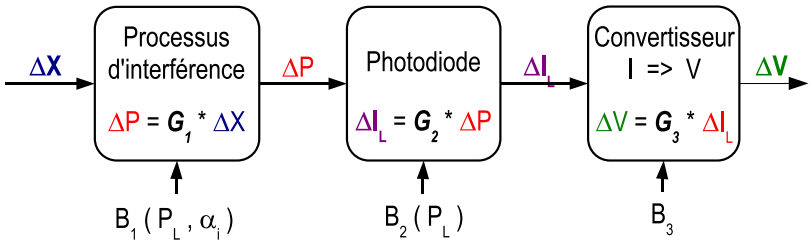


FIG. III.26 – Introduction du bruit dans la chaîne de détection

$G_2 \approx 0.4$ A/W et $G_3 = 10^6$ V/A : $G \approx G_2\ G_3 \approx 4.10^5$ V/W La sensibilité G_1 associée au processus d'interférence en W/nm a été décrite dans la section 3.1.b : En pratique nous mesurons la sensibilité globale $s = G_1\ G$. Sur la figure apparaissent également les principaux facteurs extérieurs dont dépendent ces bruits : P_L la puissance optique du faisceau laser, α_i les facteurs de couplages des faisceaux (section 3.1.b), les autres paramètres qui caractérisent la configuration expérimentale restent les mêmes.

Nous nous intéressons désormais dans cette partie au problème suivant : quel est le plus petit déplacement mesurable par l'interféromètre à fibre optique ? Pour répondre à cette question, nous pouvons nous appuyer sur le schéma III.26 qui propose un modèle simplifié des différentes sources de bruits introduites dans la chaîne de détection, depuis le déplacement de l'objet jusqu'au signal V de mesure. On en distingue principalement trois :

- B_1 correspond au bruit d'intensité du faisceau laser.
- B_2 quant à elle s'identifie au bruit de grenaille généré dans la photodiode[15]. Elle croît comme la racine carrée de la puissance laser :
  $S_2 = 2\ e\ G_2 P_L$ $[A^2/\text{Hz}]$.
- B_3 correspond au bruit apporté par les différents appareils électroniques. Dans le cadre de notre modèle simplifié, nous considérons qu'elle est indépendante des caractéristiques du signal mesuré.

L'importance relative de ces sources les unes par rapport aux autres est commandée par les facteurs de sensibilité G_1, G_2 et G_3. Le modèle linéaire (III.26) d'introduction du bruit ne prend pas en compte des phénomènes d'action en retour du détecteur sur le système étudié ni d'une corrélation éventuelle des différents bruits[16]. Il permet néanmoins de situer les paramètres importants qui contrôlent le niveau de résolution :

$$\Delta V = G_3\ (G_2\ (G_1\ \Delta X + B_1) + B_2) + B_3 \qquad \text{(III.30)}$$

[15] Il s'agit du point de vue semi classique, dans lequel le champ électromagnétique n'est pas quantifié.
[16] Nous rencontrerons des exemples de ces deux phénomènes dans la suite du manuscrit.

et par suite [17] :

$$\Delta X = \frac{\Delta V}{s} + \frac{B_3}{G_1\ G_2\ G_3} + \frac{B_2(P_L)}{G_1\ G_2} + \frac{B_1(P_L, \alpha_i)}{G_1} \tag{III.31}$$

avec $s = G_1\ G_2\ G_3$ et $G_1(P_L, \alpha_i)$. L'optimisation de G_1 discutée dans la section 3.1.b et de G_2G_3 permettent de réduire les poids de ces différents bruits. Ils jouent le rôle de préamplificateur :

1. B_3/G_3 diminue avec G_3, par conception du convertisseur courant-tension, au détriment souvent de la bande passante. L'augmentation de $(G_1\ G_2)$ est favorable.
2. $B_2/(G_1\ G_2)$ tendrait à diminuer comme l'inverse de la racine carrée de la puissance laser si G_1 est proportionnelle au flux optique P_L (B_2 est le bruit de grenaille de la photodiode). En général l'augmentation de G_1 est efficace.
3. B_1/G_1 n'a *a priori* pas de comportement prédéfini : l'objet de la prochaine partie est d'établir quelques pistes de sa dépendance vis à vis des nombreux degrés de liberté du système (P_L, α_i, longueur de cohérence l_c, *etc.*). Nous laisserons de côté les contributions B_2 et B_3 comparativement négligeables grâce au choix du convertisseur courant-tension.

b Distinction de S_{VV} et S_{XX}

L'étude du bruit de position de l'appareil s'effectue sur le signal de tension V en bout de chaîne de détection (Fig. III.26) avec l'aide d'une carte d'acquisition analogique numérique. Un programme Labview réalise l'analyse spectrale de puissance S_{VV} de ce signal qui s'exprime en $[V^2/\text{Hz}]$. L'interprétation en terme de bruit de position nécessite l'intervention de la sensibilité $s = G_1G_2G_3$ $[V/nm]$ étudiée dans la section 3.1.b :

$$S_{XX} = \frac{S_{VV}}{s^2}\ [pm^2/\text{Hz}] \tag{III.32}$$

Cette relation montre clairement la difficulté pour caractériser la résolution globale du détecteur : en effet S_{VV} et s dépendent de nombreux degrés de liberté tels que la puissance laser P_L, la disposition géométrique de la fibre par rapport au microlevier, plus généralement de l'efficacité de couplage des différents faisceaux, de la longueur de cohérence l_c associée à la longueur de la cavité... Ces paramètres étant difficiles à maîtriser, il en résulte une variation de la densité spectrale de bruit de position S_{XX} d'une expérience à l'autre. L'équation (III.32) suggère cependant d'étudier successivement S_{VV}, le signal brut, puis S_{XX}, le signal d'intérêt, afin de déterminer quelques caractéristiques des conditions favorables.

c Bruit intrinsèque de l'intensité laser S_{VV}

Le schéma III.27 présente la configuration du montage pour réaliser cette étude. Les lignes Phd A et Phd R possèdent le même facteur de conversion ($G_3 = 10^6\ V/A$) afin de préserver les autres paramètres de l'expérience identiques. Le signal sur la photodiode R est atténué d'un facteur 100 (± 10 %) par rapport au signal de la photodiode A : les graphes III.27 présentent les densités spectrales de bruit de tension pour des intensités laser croissantes, d'abord sur Phd A puis sur Phd R. Sur chacun d'eux, nous distinguons :

[17] En toute rigueur il s'agit d'un produit de convolution dans le domaine temporel. La relation est correcte pour les composantes fréquentielles, ou lorsque la réponse est plate dans la bande de fréquence étudiée, ce qui est le cas dans notre étude.

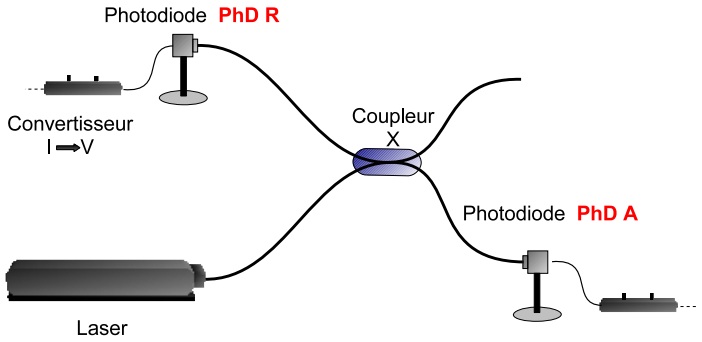


FIG. III.27 – Etude du bruit d'intensité laser

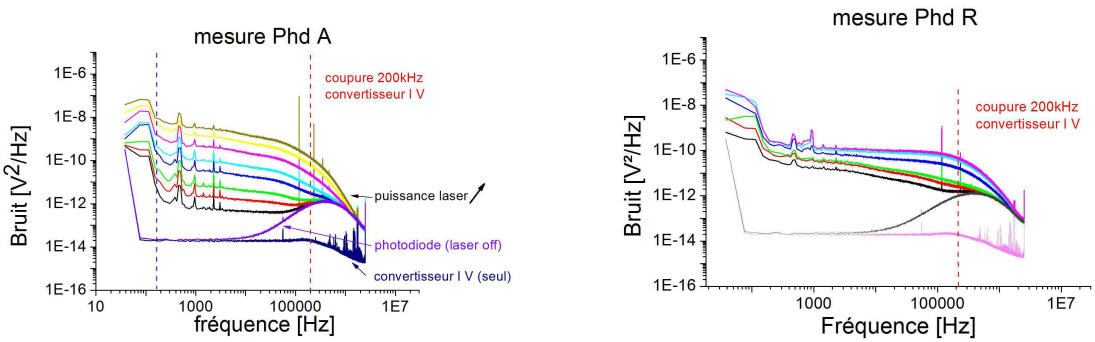


FIG. III.28 – Densité spectrale de bruit d'intensité laser
Les graphes Phd A et Phd R affichent les densités spectrales de bruit d'intensité pour des puissances laser croissantes, mesurées successivement sur la photodiode A puis sur R. La branche R présente un facteur d'atténuation de 0.01 *: les domaines de puissance laser explorées sont séparés d'un facteur* 100.

- Le bruit du convertisseur courant-tension qui constitue la base : converti en unité de courant, il est proche de celui annoncé par le constructeur, 130 $fA/\sqrt{\text{Hz}}$. La coupure à 200 kHz qui marque la borne haute de la bande passante de ce composant s'expose clairement.
- Le bruit de la photodiode branchée à l'amplificateur apparaît ensuite : il semble assez faible à basse fréquence puis commence à croître vers la dizaine de kiloHertz. L'attribution seule de cet effet au phénomène de repliement de spectre semble peu probable car le convertisseur joue le rôle de filtre antirepliement.
- Le laser est ensuite mis sous tension : la densité spectrale de bruit est une fonction croissante de la puissance laser P_L.

Nous pouvons caractériser le niveau de bruit de l'intensité laser à 50 kHz avec comme référence de puissance du faisceau optique la tension moyenne $\overline{V_0}$ rapportée à la sortie de la photodiode Phd A. La figure III.29 rassemble les résultats issus des deux photodiodes Phd A

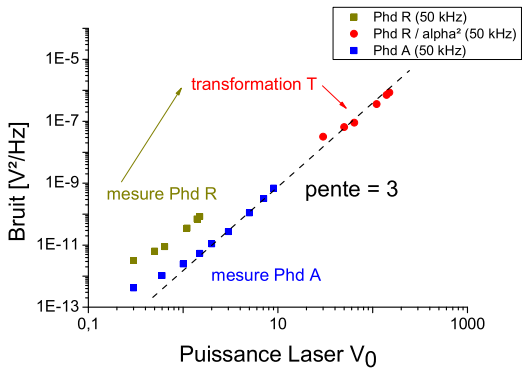


FIG. III.29 – Niveau de bruit du faisceau laser à 50kHz

$V_0 \propto P_L$ est la puissance moyenne du faisceau optique mesurée sur la photodiode. Le bruit d'intensité semble croître en P_L^3. Dans la gamme des faibles puissances laser, les bruits issus des autres éléments du détecteur peuvent être à l'origine de l'écart avec le comportement proposé.

et Phd R. Nous pouvons tenter une extrapolation des résultats du premier graphe Phd A à partir des données recueillies sur la photodiode Phd R par la transformation T suivante :

$$T(R \rightarrow A) : \begin{cases} V \rightarrow \frac{V}{\alpha} \\ S_{VV} \rightarrow \frac{S_{VV}}{\alpha^2} \end{cases} \tag{III.33}$$

$\alpha = 0.01$ correspond au facteur d'atténuation de l'intensité entre la branche aller et la branche retour du coupleur X. T repose sur l'hypothèse que les fluctuations doivent être amorties du même facteur. Cette analyse bien que grossière montre néanmoins une tendance de l'accroissement de la densité spectrale de bruit de puissance en P_L^3 : Nous retiendrons en particulier de cette étude que le bruit de grenaille du faisceau en P_L se situe en dessous. L'analyse des processus responsables de l'augmentation excessive du bruit d'intensité S_{VV} devrait constituer une voie d'étude intéressante pour réduire le bruit de position S_{XX}, donné dans l'équation (III.32) : à puissance optique P_L égale, le facteur de sensibilité s ne doit pas être affecté par la réduction de S_{VV}. Cette approche supposerait une étude spécifique du laser à semi conducteur utilisé, ce qui dépasserait largement le cadre de la thèse. Nous pouvons par contre étudier l'impact des paramètres P_L, la puissance laser et d, la longueur de la cavité.

d Bruit de position en fonction de la puissance laser

La problématique de cette section est la suivante : aurait-on intérêt, pour une configuration expérimentale donnée, à augmenter la puissance de la source laser P_L pour réduire la résolution en position S_{XX} de l'appareil ? La relation (III.32) fournit la condition pour y parvenir : La sensibilité s^2 doit croître plus rapidement que la densité spectrale de bruit S_{VV}. Cette question est légitime : en effet, le contraste des franges d'interférences devrait être proportionnel à P_L, donc s^2 à P_L^2. Si S_{VV} n'est constituée que du bruit de grenaille, ce qui correspond à une situation expérimentale idéale, alors S_{XX} est inversement proportionnelle à la puissance P_L.

Le même raisonnement mené sur la base des résultats précédents ($S_{VV}\ \alpha\ P_L^3$) nous conduit vers une conclusion moins favorable. Nous observons en réalité différents comportements :

1. Le premier graphe de la figure III.30 présente un exemple de configuration expérimentale qui tire avantage de l'accroissement de la puissance P_L. Le facteur de sensibilité s^2 augmente plus rapidement que le niveau de bruit S_{VV}.
2. Dans cette seconde situation en revanche le facteur de sensibilité s croît plus lentement : s^2 semble proportionnel à P_L^2. Il en résulte une dégradation du niveau de bruit de position.

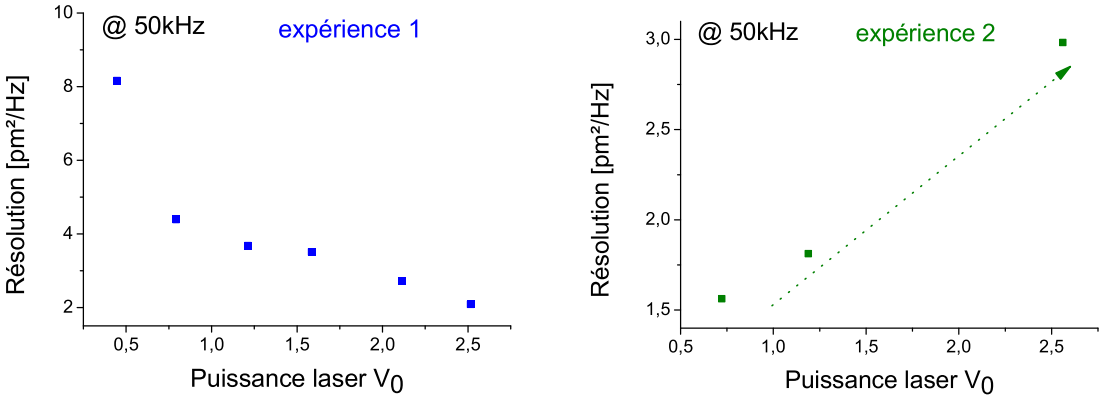


FIG. III.30 – Résolution du détecteur en fonction de la puissance laser

La seconde mesure se distingue de la première par une réduction de la longueur d de la cavité microlevier fibre : $d_1 \approx 100\ \mu m > d_2 \approx 30\ \mu m$ pour fixer des ordres de grandeurs[18]. La variation de la longueur de cohérence l_c du faisceau avec la puissance[19] P_L pourrait être responsable des faits observés. Revenons sur l'équation (III.25) :

$$I = (|\alpha_1|^2 + |\alpha_2|^2)\ I_0 + 2I_0\ \Re\left(\ \alpha_1\overline{\alpha_2}\ C\left(\frac{2d}{l_c}\right)\ e^{\jmath\frac{4\pi}{\lambda_0}d}\right) \tag{III.34}$$

Le couplage (α_1, α_2) étant préservé pour chacune des deux situations précédentes, cette relation suggère d'étudier le rapport $r(P_L)$ proportionnel à la fonction visibilité $C(\tau/\tau_c)$ du faisceau laser :

$$r(P_L) = \frac{\Delta V_0}{\overline{V_0}} = \frac{2\alpha_1\overline{\alpha_2}}{|\alpha_1|^2 + |\alpha_2|^2} C\left(\frac{2d}{l_c}\right) \tag{III.35}$$

Les graphes de la figure III.31 montrent effectivement deux comportements distincts de r qui s'expliquent par des points de fonctionnement $2d/l_c(P_L)$ différents dans la fonction visibilité C. L'amélioration de la résolution S_{XX} pourrait s'expliquer dans la première situation par un accroissement du contraste des franges soutenu par l'allongement de l_c. A courte distance en revanche seule l'intensité I_0 participe à l'augmentation de la sensibilité : Le bruit d'intensité optique semble prendre le dessus. Il est certainement possible d'observer l'existence d'un optimum de puissance $P_{L\ opt}$ pour une position donnée du système de détection : celui-ci devrait avoir lieu pour $l_c(P_{L\ opt}) \approx d$.

[18] L'estimation est largement qualitative.

[19] l_c augmente brutalement lors de la transition du régime DEL au régime laser de la diode.

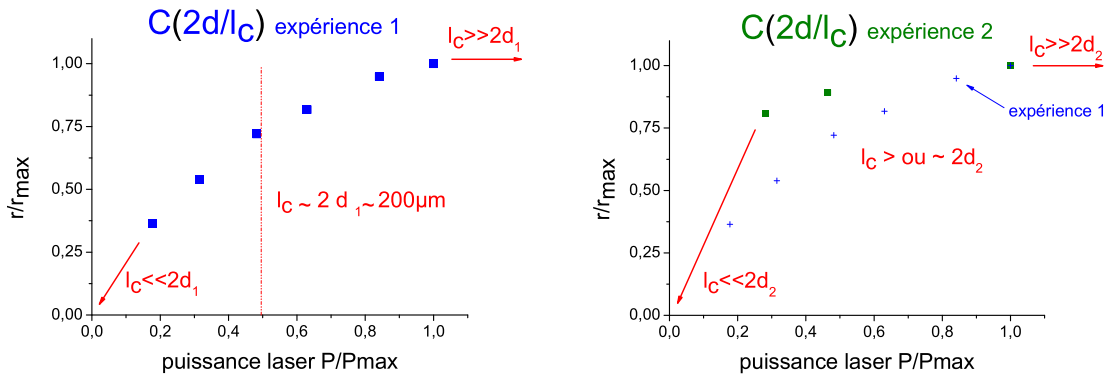


FIG. III.31 – Visibilité des franges : r normalisé

Les facteurs de visibilité r et les puissances laser sont normalisés à leur valeur maximale accessible lors des expériences. L'expérience 2 mériterait plus de points expérimentaux. Nous pouvons néanmoins distinguer une variation nette du comportement du facteur de visibilité lorsqu'on se rapproche du microlevier. Le paramètre de contrôle de cette expérience permet de moduler la longueur de cohérence du laser l_c de quelques micromètres jusqu'à plusieurs centaines voire plus (le constructeur indique $l_c \approx 200$ μm pour $P/P_{max} = 0.5$) : nous visitons ainsi une gamme l_c à cheval sur d_1 et d_2 voisin de quelques dizaines de micromètres.

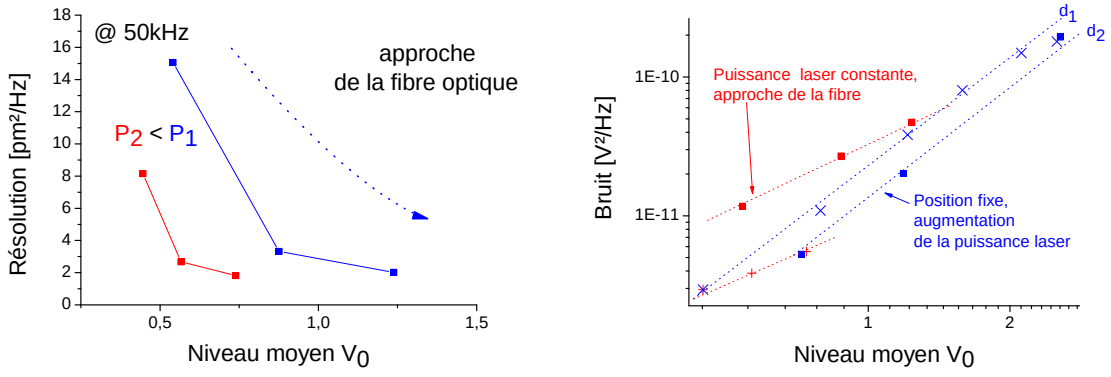
e Bruit de position en fonction de la longueur de la cavité d

L'étude de l'influence du paramètre d est quant à elle plus délicate : la relation (III.35) montre une double dépendance de r vis à vis de la disposition géométrique, à travers les facteurs de couplage (α_1,α_2) et la fonction visibilité $C(2d/l_c)$. Il est difficile en pratique de garder l'une des deux contributions constantes pour étudier l'autre. Cependant nous obtenons en général un meilleur niveau de bruit de position[20] S_{XX} lors de l'approche (Fig. III.32). Il s'agit très probablement d'une conjonction favorable des facteurs suivants :

1. La fonction visibilité $C(2d/l_C)$ s'approche de sa valeur maximale 1.
2. Le facteur de couplage α_2 fait croître également le contraste des franges donc la visibilité.
3. Le bruit d'intensité S_{VV} semble augmenter avec $\overline{V_0}$ plus lentement que dans la situation précédente : à ce stade, il faut bien distinguer la puissance laser mesurée au niveau de la photodiode $\overline{V_0}$, qui évolue suite à la modification du couplage α_2, de la puissance laser injectée dans le système, que l'on règle au niveau de la source (paramètre de contrôle de la partie précédente). La figure III.32 suggère deux tendances qui malgré le peu de données disponibles semblent significatives. En théorie nous devrions obtenir une augmentation du bruit S_{VV} en $\overline{V_0}^2$ sur la base de la transformation T [Eq. (III.33)] : les fluctuations subissent le même gain que l'intensité moyenne $\overline{V_0}$.

La relation (III.34) offre une autre vision du problème : elle nous permet d'exprimer la résolution du bruit S_{XX} en fonction du niveau de bruit intrinsèque de la source laser S_{II} qui est le paramètre constant de cette étude :

[20] Ce qui n'est pas le cas pour le bruit d'intensité S_{VV}.



(a) Bruit de position S_{XX}

(b) Bruit d'intensité S_{VV}

FIG. III.32 – Résolutions S_{XX} et S_{VV} du détecteur lors de la réduction de la longueur de la cavité

(a) La réduction de la longueur de la cavité d est favorable au niveau de résolution S_{XX} du détecteur. (b) Les deux séries de points de couleur rouge correspondent à l'évolution du bruit S_{VV} pour les expériences du graphe (a) : la puissance de la source laser est constante, la puissance V_0 mesurée au niveau de la photodiode augmente suite à la modification du couplage (α_1, α_2), qui fixe également le niveau de bruit S_{VV}. Le graphe montre une croissance plus faible que lors de l'augmentation de la puissance laser P_L au niveau de la source (courbes bleues).

$$S_{XX} = \left(\frac{\alpha_1^2 + \alpha_2^2}{2\alpha_1\alpha_2 C}\right)^2 \frac{S_{II}}{I_0^2} \tag{III.36}$$

Cette expression montre tout l'intérêt d'optimiser les facteurs de couplage α_1 et α_2 qui sont *a priori* indépendants de la longueur de cohérence l_c et du deuxième terme de l'équation précédente, le niveau de bruit de la source laser. En pratique, il faut apporter beaucoup de soin à la préparation de la fibre optique et égaliser autant que possible α_2 à α_1 (section 3.1.b) : les meilleurs niveaux de résolution s'obtiennent en effet lorsque le contraste des franges est maximal, *ie* proche de V_0.

f Minimisation des réflexions internes du faisceau laser dans le circuit fibré.

Jusqu'à présent, nous ne prenions en compte que les réflexions produites au niveau de la cavité, qui sont intégrées dans les facteurs de couplage α_1 et α_2. En réalité, une partie de l'intensité mesurée provient de réflexions qui ont lieu au niveau des connecteurs fibre-fibre, ou au bout de la seconde branche P_1 du coupleur X non utilisée : partout où il y a une discontinuité. Ces contributions augmentent de manière inutile le niveau de bruit S_{VV} du détecteur. L'efficacité de transmission des connecteurs est pas conséquent un facteur important (> 80 %). la seconde branche du coupleur X est connectée à une fibre optique sectionnée à la « main » afin de minimiser le couplage entre les deux modes de propagations de sens opposés : la figure III.33 présente la réduction du bruit S_{VV} en présence de cette fibre.

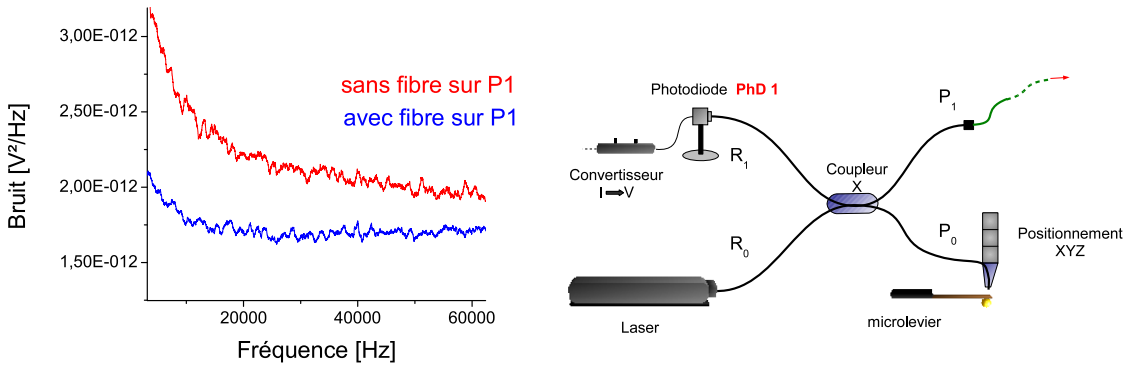


FIG. III.33 – Réduction du bruit S_{VV} par suppression des réflexions internes
A plus forte puissance laser P_L, le gain est plus important.

g Conclusion

L'objectif de l'étude précédente était de proposer des points de repère qui permettent d'une expérience à l'autre de retrouver un bon niveau de détection S_{XX}. Elle se veut avant tout qualitative et est par conséquent non exhaustive. Le modèle proposé pour interpréter les faits observés ne prend pas en compte notamment le bruit de phase[21] de l'onde laser, ni des effets de corrélation de bruit ou de back action... Concernant les sources de bruit, il semblerait que les efforts à apporter dans un premier temps se situent au niveau du faisceau laser, car les éléments situés en aval ne sont pas limitants.

En pratique nous parvenons à travailler avec un niveau de bruit situé autour de 0.2 pm^2/Hz pour quelques dizaines de kHz : un tel niveau de résolution est assuré par une bonne préparation de la fibre optique (connecteur FC, clivage, *etc.*), un positionnement de celle-ci aussi proche que possible du microlevier, la suppression des réflexions parasites, et une puissance laser modérée ($\overline{V_0} \approx 400\ mV$, $\Delta V_0 \approx 300\ mV$, $G_2G_3 = 4\ 10^5$ V/W). Ce dernier point nous permet également de pallier des fluctuations de position qui peuvent être produites par d'autres processus d'interférence concurrents, en réduisant la longueur de cohérence du faisceau lumineux.

3.4 Réduction du bruit de l'intensité Laser

Il ressort de l'étude précédente que le niveau de résolution en position est dominé par le bruit[22] x_b d'intensité optique fixé par la source laser. Ce dernier s'additionne au signal d'intérêt, la position x_m du microlevier :

$$x_{tot} = x_m + x_b \tag{III.37}$$

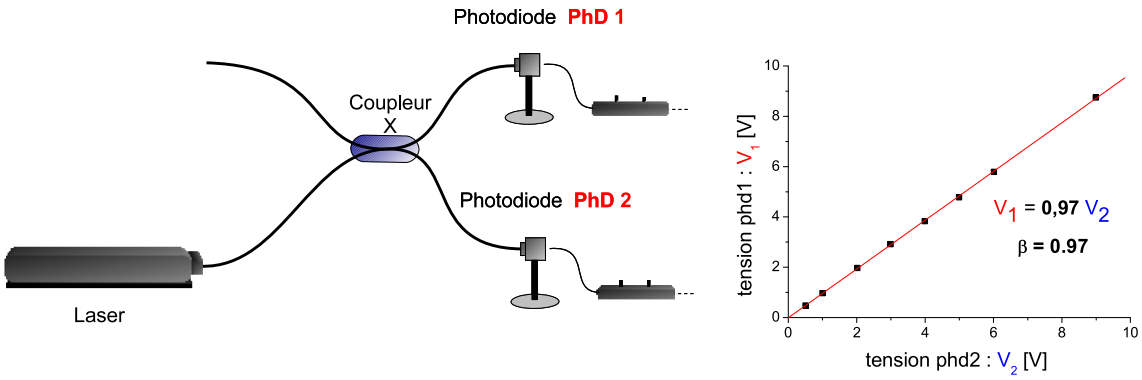
Son caractère aléatoire est responsable de la dégradation du signal de position x_{tot}. Dans la partie précédente, nous avons essayé de déterminer quelques pistes intéressantes pour réduire x_b. Une autre stratégie peut également être envisagée dans le cas de notre système : elle

[21] A faible puissance, les effets devraient être importants.
[22] Converti en unité de longueur avec le facteur de sensibilité s.

consiste à supprimer le caractère imprévisible[23] du signal x_b, proportionnel à l'intensité laser et qui est par conséquent disponible sur la seconde branche P_1 du coupleur X de fibre optique. La mesure simultanée de x_{tot} et x_b permet en effet de remonter par soustraction au signal de position x_m. Cette technique fut appliquée avec succès par l'équipe du Pr. Rugar [53] sur un système de détection interférométrique à fibre optique semblable au nôtre. Nous l'avons également mise en œuvre afin de tester les progrès qu'elle pourrait apporter au montage.

Dans un premier temps, nous présenterons la faisabilité de la soustraction du bruit x_b associé à l'intensité du faisceau laser source S. Ensuite, nous évaluerons l'efficacité de cette méthode sur le système de détection en fonctionnement.

a Suppression du bruit d'intensité optique dans le signal de mesure V



(a) Le coupleur de fibre optique partage le faisceau optique S issu du laser selon un ratio 50 %/50 %.

(b) Le graphe donne le facteur de proportionnalité qui lie les mesures d'intensité I_1 et I_2.

FIG. III.34 – Configuration expérimentale : soustraction du bruit d'intensité

L'expérience consiste à soustraire les signaux V_1 et V_2 de deux photodiodes soumises au même rayonnement optique S, et ensuite à étudier la réduction du bruit en fonction de l'intensité de ce même faisceau. La figure III.34.(a) présente la configuration expérimentale du montage : il se compose de deux photodiodes et de deux convertisseurs courant-tension fonctionnant en mode bas bruit avec une sensibilité de 10^6 V/A. Une fois les signaux numérisés, on procède à l'analyse spectrale de :

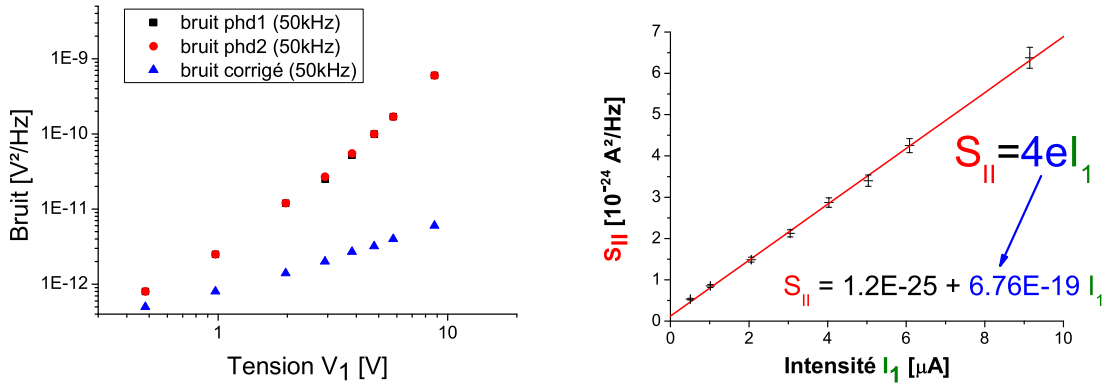
$$V_- = V_1 - \beta\, V_2 \tag{III.38}$$

$\beta = 0.97$ est un facteur d'amplification de l'ordre de l'unité qui permet de réajuster l'intensité des fluctuations[24].

La figure III.35.(a) présente les densités spectrales de bruits $S_{V_1V_1}$, $S_{V_2V_2}$ et $S_{V_-V_-}$ à 50 kHz. Le principe de la méthode est vérifié : le niveau de bruit du signal corrigé V_- est largement

[23] Qui n'en reste pas moins aléatoire.

[24] Les deux chaînes de détection ne possèdent pas rigoureusement la même sensibilité, et il est peu probable que le coupleur de fibre optique partage le faisceau de manière parfaitement équitable.



(a) Bruit de tension en bout de chaîne de détection (b) Bruit d'intensité en sortie de la photodiode

FIG. III.35 – Suppression du bruit d'intensité laser à 50 kHz

Les densités spectrales de bruit mesurées sur chaque photodiode (V_1 et V_2) sont équivalentes au facteur β^2 près (graphe III.35(a)) : leur soustraction permet d'abaisser considérablement le bruit sur le signal d'intensité I_- (gain de conversion : $G_3 = 10^{-6}$ V/A). Le graphe III.37(b) propose un ajustement du niveau de bruit de I_- en fonction de l'intensité laser I_1 : il possède un comportement de bruit de grenaille en $2 \times 2eI$.

inférieur à celui de V_1 ou V_2. L'analyse de la composition du piédestal $S_{V_-V_-}$ est plus appropriée en terme de courant à la sortie des photodiodes [Fig. III.35.(b)] :

$$S_{I_-I_-} = \frac{S_{V_-V_-}}{G_3^2} \tag{III.39}$$

$$I_1 = \frac{V_1}{G_3} \tag{III.40}$$

$G_3 = 0.97\ 10^6\ V/A$ est le facteur de sensibilité des convertisseurs courant-tension à 50 kHz, qui prend notamment en compte la décroissance du gain de l'amplificateur (Fig. III.24). Le bruit restant présente un comportement de bruit de grenaille. Il est proportionnel à l'intensité et vaut approximativement :

$$S_{II} = 4eI \tag{III.41}$$

L'opération (III.38) semble avoir supprimé toutes les fluctuations d'intensité du faisceau optique dans le signal de mesure. Seuls les bruits de grenaille de chacune des deux photodiodes subsistent et s'additionnent quadratiquement[25] pour atteindre $4eI$, si l'on adopte une interprétation semi classique du problème dans laquelle le champ électromagnétique n'est pas quantifié. Le rendement quantique des deux photodiodes utilisées doit en particulier être proche de 1, ce qui est le cas puisque leur sensibilité à 670 nm est selon le constructeur $G_2 = 0.4$ A/W. Le calcul des fluctuations de l'observable $I_1 - I_2$ dans le cadre de l'optique quantique fournit le même niveau de fluctuation pour un état de rayonnement quasi classique couplé à un mode vide de photon au niveau du coupleur de fibre optique : le calcul est détaillé dans l'annexe A.

[25] Ils ne semblent pas corrélés, ne serait ce par le faisceau optique.

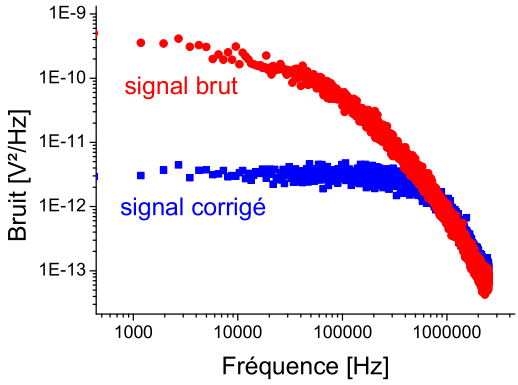


FIG. III.36 – Réduction du bruit du signal d'intensité laser I1

Les densités spectrales de bruit de I_1 (signal brut) ainsi que de I_- (signal corrigé) montrent que la méthode de réduction des fluctuations d'intensité est efficace sur une large bande spectrale. La chaîne de détection possède une coupure autour de 200 kHz.

b Amélioration de la résolution en déplacement du détecteur

L'expérience précédente démontre la validité de la méthode. La configuration expérimentale du détecteur de position est cependant différente : est il possible d'atteindre la même limite de résolution, à savoir le bruit de grenaille ? la photodiode Phd 2 est désormais connectée à la branche de retour du coupleur X R_1 pour délivrer le signal de position [fig. III.37.(a)]. Son intensité moyenne est atténuée d'un facteur 50. Les deux chaînes de détection devront donc ajuster leur sensibilité G_3 afin d'égaliser l'intensité de leurs fluctuations. La sortie P_0 du coupleur est reliée quant à elle à la cavité de mesure.

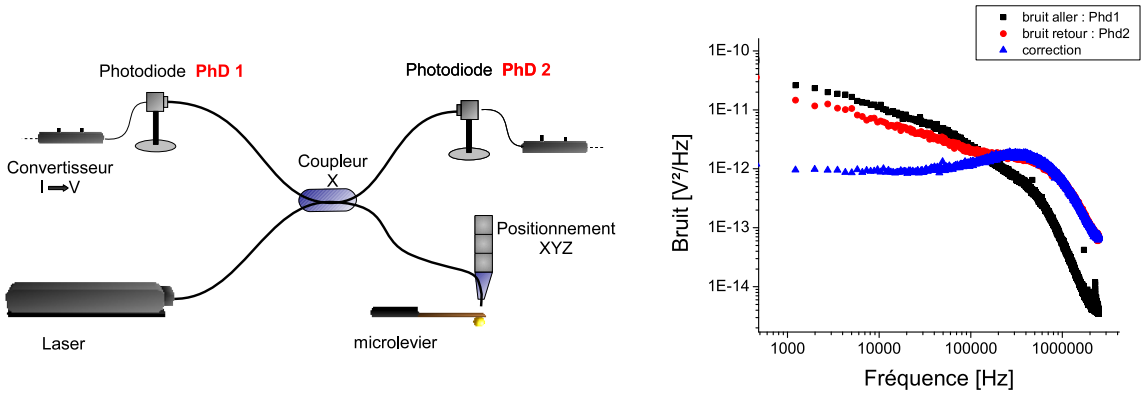
Le graphe de la figure III.37.(b) présente la réduction du bruit d'intensité réalisée entre les deux branches Phd 1 et Phd 2 en l'absence de réflexion sur le microlevier : elle est efficace à basse fréquence avec un gain d'atténuation supérieur à 10. Le seuil atteint ne correspond pas en revanche au bruit de grenaille[26] des photodiodes : nous pouvons estimer les bruits S_{II} et S_{VV} de base pour chacune d'elles. Au final, le niveau de résolution atteint est environ dix fois plus élevé que celui que nous pouvions espérer.

Phd	V	I	S_{II}	S_{VV}
Phd 1	500 mV	50 μA	1.6 10^{-23} A^2/Hz	1.6 10^{-15} V^2/Hz
Phd 2	380 mV	0.38 μA	1.2 10^{-25} A^2/Hz	1.2 10^{-13} V^2/Hz

TAB. III.1 – Estimations des bruits de grenaille produits au niveau de chaque photodiode

Il serait en fait nécessaire d'établir la limite quantique du bruit sur l'observable $I_1 - G\ I_2$ sur la base par exemple d'un état quasi classique du champ électromagnétique couplé à d'autres modes du vide à travers la matrice de diffusion, qui intégrerait également l'effet d'atténuation d'une branche par rapport à l'autre d'un facteur G. Le passage d'une densité spectrale de

[26] La référence est prise par rapport à la photodiode qui fournit la plus forte intensité à sa sortie.



(a) Configuration expérimentale du détecteur de position interférométrique : mise en place d'un montage de soustraction du bruit d'intensité laser.

(b) Densités spectrales des signaux des photodiode 1 et 2 avant et après leur soustraction

FIG. III.37 – Réduction du bruit d'intensité du détecteur de position

L'intensité du faisceau laser est mesurée avec l'aide de la photodiode Phd 2 : après redimensionnement, elle est soustraite au signal de position provenant de la photodiode Phd 1. Le graphe III.37.(b) présente quant à lui la réduction du bruit sur V_1 en l'absence d'interférences : la fibre optique n'est pas alignée avec le microlevier. Il s'agit de tester l'expérience précédente lorsque les deux faisceaux en jeu sont fortement atténués l'un par rapport à l'autre. (Gain convertisseur courant-tension : Phd1 10^6 V/A, Phd2 10^4 V/A)

bruit décroissante à un plateau constitue en effet un fait marquant qu'il serait intéressant d'expliquer.

En présence du microlevier et après un ajustement des sensibilités des deux voies, nous obtenons le signal de position présenté sur les graphes III.38 : au voisinage du pic lorentzien du microlevier[27], nous observons une réduction du seuil de détection de 3 pm^2/Hz à 1 pm^2/Hz. A plus basse fréquence, le gain offert par cette technique est encore plus intéressant.

c Perspectives

Cette méthode de réduction du bruit de position n'a pas été exploitée dans la suite du travail de thèse : une meilleure prise en main du système nous a permis en effet d'atteindre un niveau de résolution inférieur à 0.5 pm^2/Hz dans les bandes de fréquences d'intérêts, ce qui, étant donné l'intensité des autres sources de bruit du système[28], était largement suffisant. Il serait néanmoins intéressant de poursuivre cette étude, notamment à plus forte puissance laser[29] afin d'étendre les performances de l'appareil de mesure de force :

- Mesure en mode statique
- Microlevier de forte raideur, ou de basse fréquence de résonance.

[27] Il est produit par le mouvement brownien : son analyse aura lieu au prochain chapitre.

[28] Le bruit mécanique de l'oscillateur, que nous nommerons dans la suite « mouvement brownien », fixe en effet la limite ultime de résolution en force de l'appareil : la distinction entre bruit de position et bruit de force, qui sera détaillée dans les prochains chapitres, est essentielle pour arriver à cette conclusion.

[29] La réduction du bruit devrait être plus importante avec une sensibilité s plus forte.

– Etude à basse température.

Enfin la reprise de ce travail devrait s'accompagner de l'évaluation des effets de corrélations du bruit d'intensité laser au bruit mécanique du microlevier à travers la pression de radiation ou la force bolométrique : le cas échéant il en résulterait une déformation du signal de déplacement du microlevier et par suite du signal de mesure de force.

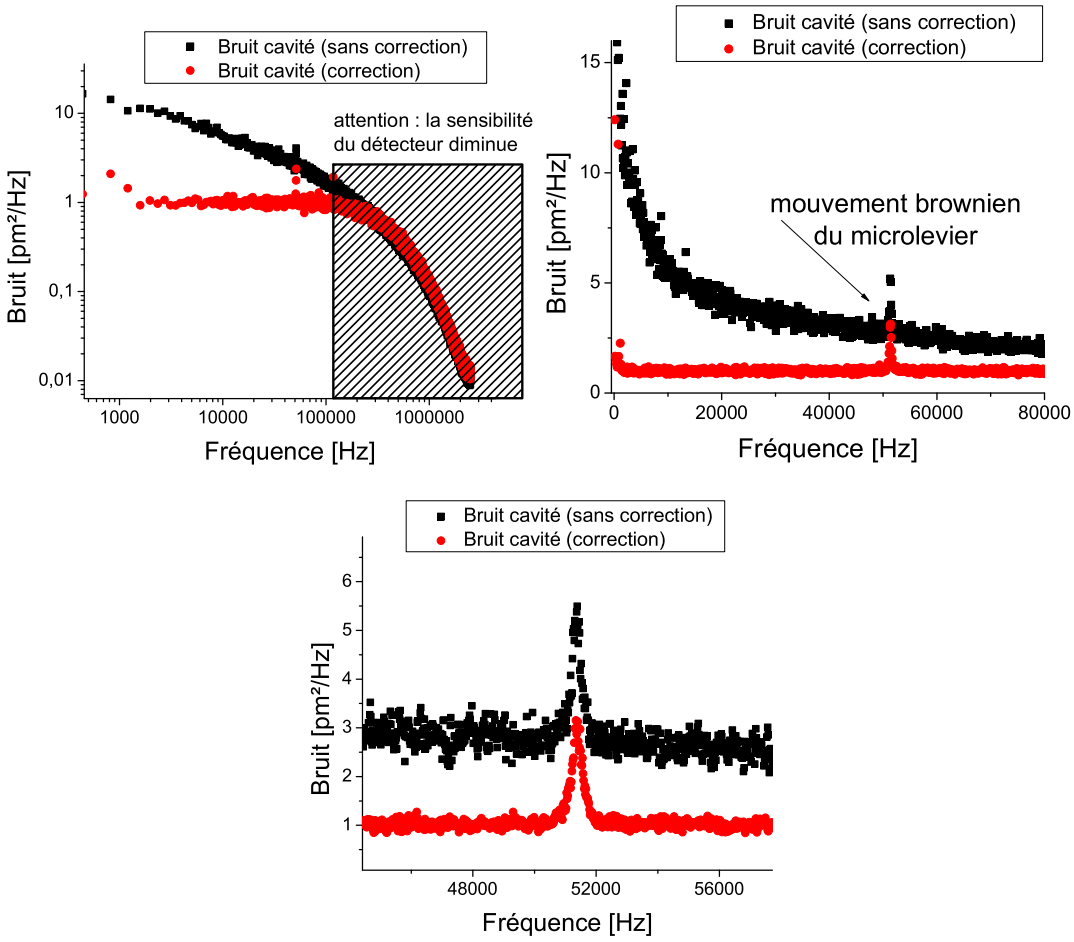


FIG. III.38 – Réduction du bruit sur le signal de position

Les densités spectrales sont présentées en unité de longueur : le facteur de sensibilité s associé au contraste des franges reste le même lorsque la technique de soustraction est activée. Le seuil de détection est abaissé à 1 pm^2/Hz *sur une large bande passante : à basse fréquence le gain de réduction de l'ordre de* 10 *donne de l'intérêt à cette méthode.*

Chapitre IV

Mesure de force à travers un oscillateur mécanique 1D

Sommaire

1 La sonde de force : le microlevier 82

1.1 Modélisation 1D du système test 82

a Paramètres de l'oscillateur 82

b Couplage avec l'environnement 83

c Réponse de l'oscillateur $H(\omega)$ à une force extérieure 85

d Confrontation du modèle avec les résultats expérimentaux 88

1.2 Analyse des composantes de bruit du microscope 89

a Observation du bruit de position 90

b Bruit mécanique et de détection 90

c Description en terme de bruit de force 92

1.3 Résolution en force du microscope 95

a Interprétation en terme de mesure de force 95

b Densité spectrale effective de bruit de force 95

c Réduction du bruit de force 96

d Détecteur de force subattonewton 97

2 La sensibilité de l'oscillateur au service de la mesure d'un gradient de force 98

2.1 Modification de la raideur de l'oscillateur 98

a Energie potentielle du système mécanique 98

b Point de vue des systèmes bouclés 99

2.2 Limite de résolution du gradient de force 100

a Perturbation de la mesure de fréquence de résonance 100

b Limite de perturbation d'un gradient de force 103

3 Contraintes expérimentales sur la mesure d'un gradient de force . 105
3.1 Un compromis dans le choix des paramètres expérimentaux 105
3.2 Temps de réponse 106
4 Contrôle du mouvement brownien de la sonde 108
4.1 Mouvement brownien et bruit de force 109
4.2 Amortissement froid de l'oscillateur 110
a Description du dispositif 110
b Génération d'une force visqueuse 111
4.3 Action sur le mouvement brownien 112
a Couplage avec le bain thermique 112
b Réduction du mouvement brownien 112
c Bruit de force et de position 113
d Les transferts d'énergie 114
4.4 Température limite T_{Lim} du refroidissement 115
a Addition de bruit de détection dans le montage expérimental 115
b Intégration du bruit de détection dans le modèle 116
c Conclusion 119

Une force peut se définir comme une action mécanique qui ne se manifeste qu'à travers les déplacements qu'elle induit sur un système test : celui-ci se compose dans notre expérience d'un microlevier et d'une microsphère sur laquelle s'exerce la force de Casimir. Il convient ainsi d'établir la réponse mécanique $H(\omega)$ de ce système pour obtenir une interprétation correcte de la mesure :

$$H(\omega) = \frac{X}{F} \tag{IV.1}$$

La détermination de $H(\omega)$ est facilitée par la mise en place d'un modèle simple : l'oscillateur harmonique amorti.

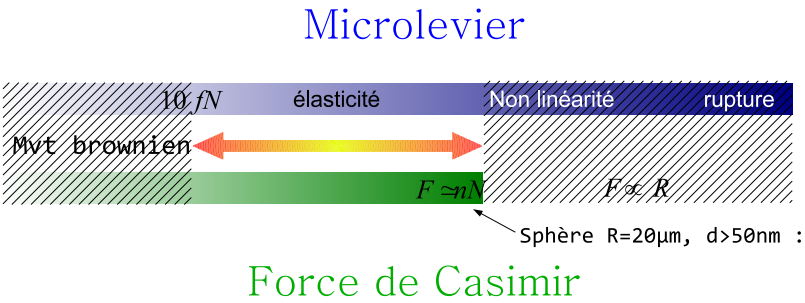


Fig. IV.1 – Domaine d'étude de la force de Casimir

L'instrument de mesure et la force appliquée doivent partager le même domaine d'intensité (figure IV.1) : en ce qui nous concerne, la gamme de force explorée ne dépasse pas le nanonewton et ne descend pas en dessous d'une dizaine de femtonewton. Deux stratégies peuvent être mises en œuvre pour assurer voire élargir le recouvrement de ces deux plages :

- augmenter l'intensité de la force au niveau de la source quand cela est possible
- réduire le niveau de bruit de l'appareil

L'utilisation d'une microsphère à la place d'une pointe standard d'AFM répond à la première recommandation. L'intensité de la force est en effet proportionnelle au rayon : elle est environ mille fois plus importante que pour une pointe AFM conventionnelle, dont le rayon de courbure est de l'ordre de 20 nm contre 20 μm. Cette approche ne tient pas compte cependant de la dépendance de la force par rapport à la taille du système[1] : l'étude du phénomène sur des objets submicrométriques nécessite une modélisation plus fine. Ceci ne doit pas nous faire oublier l'autre intérêt de la sphère tout aussi fondamental : elle permet le contrôle de la configuration géométrique des échantillons en interaction[2] en vue d'une comparaison théorie-expérience.

Le système test est quant à lui assimilé à un oscillateur harmonique 1D. Mamin et Rugar [54, 55] ont montré que l'utilisation d'un tel dispositif mécanique peut se révéler extrêmement efficace pour atteindre une résolution en force inférieure à l'attonewton dans une bande spectrale de 1 Hz. Ce niveau de détection est en particulier nécessaire pour distinguer des spins uniques en microscopie de force de résonance magnétique [56]. Leur système de mesure de déplacement présente cependant un bruit de position de 11 $pm/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ qui est 10 à 100 fois supérieur au nôtre et contraste par conséquent avec le niveau de performance du microscope. Ils exploitent tout simplement le phénomène de résonance de leur oscillateur mécanique : celui-ci

[1] Le calcul de la force de Casimir en géométrie sphère-plan repose sur l'hypothèse d'une force additive, qui semble correcte lorsque le rayon de la sphère R est largement supérieur aux distances explorées.

[2] Ce problème est discuté dans le chapitre II.

joue le rôle de préamplificateur du signal de force dans une bande spectrale centrée sur la fréquence de résonance. Dans ces conditions le bruit ajouté en aval dans la chaîne de détection devient complètement négligeable. Notre montage expérimental se place également dans cette situation, mais la limite imposée par le système test est supérieure : la température et le couplage avec l'environnement sont les facteurs déterminants. Par ailleurs, la force de Casimir est statique et ne peut à première vue bénéficier de cet avantage. Le mode dynamique de l'AFM permet de détourner le problème en créant une modulation de la force étudiée à la fréquence de résonance de l'oscillateur, mais cette technique n'est alors sensible qu'à son gradient [57].

L'objet de ce chapitre est l'étude du comportement mécanique d'un oscillateur 1D couplé à son environnement et observé à travers un système de détection : nous insisterons sur l'intérêt que présente le choix d'un tel dispositif. Nous nous intéresserons en particulier à la sensibilité et à la résolution de la sonde de mesure en lien avec celle du détecteur afin de caractériser les performances globales de la machine de force : en pratique nous parvenons à atteindre une résolution de 10 $fN/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ sous vide et à la température du laboratoire. Nous montrerons ensuite qu'il est possible d'agir sur le mouvement brownien du microlevier, mais les techniques employées ne réduisent pas le bruit de force auquel il est soumis : elles ne constituent donc pas en ce sens une nouvelle stratégie de mesure de force.

1 La sonde de force : le microlevier

Une expérience de mesure de force consiste à évaluer aussi précisément que possible la déformation d'un microlevier au bout duquel est collée une microsphère. Dans cette section nous présentons un modèle mécanique du système test sur lequel la fonction réponse $H(\omega)$ pourra être construite, permettant ainsi une interprétation correcte de la mesure de déplacement. Le modèle d'oscillateur harmonique est simple et surtout très efficace : seuls trois paramètres sont nécessaires pour caractériser le système mécanique couplé à son environnement, le bain thermique. Sa validité est confortée par de nombreux résultats expérimentaux qui seront présentés tout au long de cette partie. Quant à sa justification, elle est donnée dans le chapitre V dont l'objectif est d'étendre la description du microlevier sur la base de la mécanique des milieux continus.

1.1 Modélisation 1D du système test

a Paramètres de l'oscillateur

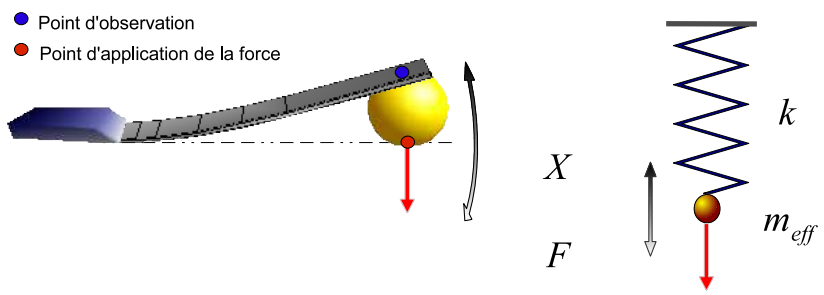


Fig. IV.2 – Modélisation du microlevier

La modélisation de la sonde de force, composée d'un microlevier et d'une microsphère, par un système masse-ressort permet de décrire la plupart des faits expérimentaux de manière satisfaisante (Fig. IV.2). Un matériau soumis à une faible contrainte présente en effet un comportement élastique ; les déformations induites durant le processus de mesure n'excèdent pas habituellement la dizaine de nanomètres en bout de poutre, et sont à comparer avec la longueur de la structure qui se situe entre 100 μm et 400 μm. La force quant à elle s'exerce sur la microsphère supposée indéformable. Dans le modèle proposé, son point d'application se situe sur la masse effective[3] m_{eff} considérée comme ponctuelle et sa ligne d'action est dirigée selon l'axe du ressort.

Dans ce chapitre nous admettrons que la position du point d'observation de la déflexion de la poutre associée au point d'application de la force définissent un couple de paramètres raideur-masse effective de rapport constant :

$$(k_{\text{eff}}; m_{\text{eff}}) \tag{IV.2}$$

La détermination expérimentale de la fréquence de résonance de l'oscillateur ne pose ainsi aucun problème :

$$\omega_{\text{res}}^2 = \frac{k_{\text{eff}}}{m_{\text{eff}}} \tag{IV.3}$$

L'approche que nous proposons ici consiste à réduire le problème mécanique composé d'une multitude de degrés de liberté[4] à un oscillateur à un degré de liberté caractérisé par sa raideur et sa masse[5].

b Couplage avec l'environnement

Il est cependant nécessaire de prendre en compte dans le modèle précédent l'action de l'environnement pour obtenir une description correcte du système test. L'oscillateur est en effet en contact avec le milieu extérieur avec qui il échange de l'énergie : le bain thermique composé notamment des phonons *ie* des modes de vibrations de la structure massive, des molécules de l'atmosphère ambiante *etc.* La résolution complète du problème n'est pas envisageable. Seule l'introduction d'un modèle *ad hoc* de couplage avec ce bain thermique est en mesure de rendre la tâche abordable : le modèle de Langevin fournit un excellent accord avec les résultats expérimentaux.

L'oscillateur est ainsi soumis en permanence à l'action mécanique de l'environnement qui se superpose à la force étudiée. Par conséquent le niveau de résolution de la sonde sera d'autant meilleur que le couplage avec le bain thermique est faible. La description complète de ce modèle nous permettra par la suite de situer la limite de précision de notre appareil.

Le modèle de Langevin Le modèle de Langevin est un modèle phénoménologique dans lequel l'action de l'environnement sur un système physique est en partie décrite par un processus stochastique[6] qui se substitue à tous les degrés de liberté associés au bain thermique [58, 59, 60]. Son application dans le cadre de notre problème est légitime. L'effet individuel de la collision d'une particule ou d'un phonon avec l'oscillateur est complètement négligeable

[3] Cette masse est associée au mode fondamental d'oscillation du microlevier.
[4] La position de chaque atome du système est affectée par la force étudiée.
[5] Dans la suite du rapport, la notation « effective » ne sera pas systématiquement rappelée
[6] Un processus stochastique représente l'évolution dans le temps d'une variable aléatoire.

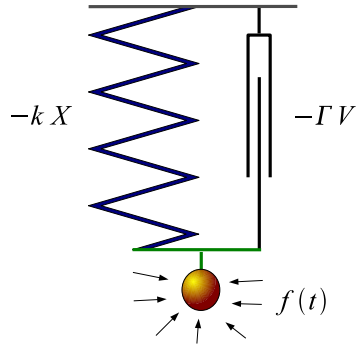


FIG. IV.3 – Modélisation de l'action de l'environnement

suite à leur différence de masse ($m_{\text{eff}} >> m_{\text{ph}}, m_{\text{p}}$). Seule l'accumulation d'un grand nombre de chocs peut changer de manière notable la vitesse et la position du système effectif sur une échelle de temps τ_{r}, que nous appellerons temps de relaxation :

$$\tau_{\text{r}} >> \tau_{\text{c}} \tag{IV.4}$$

où τ_{c} est le temps caractéristique de collision. En 1908 Paul Langevin propose de décomposer la force produite par l'environnement[7] suivant deux termes :

1. Une force d'amortissement visqueux $-\Gamma v$ qui décrit l'effet cumulatif des collisions : la thermalisation du système. L'énergie de l'oscillateur se dilue dans le bain thermique selon le taux :
$$\gamma = \frac{\Gamma}{m_{\text{eff}}} = \frac{1}{\tau_{\text{r}}} \tag{IV.5}$$
2. Une force aléatoire $f(t)$, la force de Langevin, qui permet de décrire les fluctuations de la force instantanée autour de sa valeur moyenne $-\Gamma v$. Elle ne dépend ni des degrés de liberté de l'oscillateur ni de ceux de l'environnement : la complexité du problème initial est palliée par la modélisation de f par un processus stochastique dont les propriétés sont les suivantes :
   – Une valeur moyenne[8] nulle :
   $$< f(t) >= 0 \tag{IV.6}$$
   – Une fonction de corrélation qui caractérise le comportement dynamique des fluctuations :
   $$< f(t-\tau)f(t) >= Cg\left(\frac{\tau}{\tau_{\text{c}}}\right) \tag{IV.7}$$
   de largeur τ_{c} et indépendante du temps t : le processus considéré comme ergodique, est en particulier stationnaire. Suite au grand nombre de collisions, la force de Langevin redevient indépendante des valeurs prises dans son passé au bout de quelques τ_{c}. L'observation se fait quant à elle sur une échelle de temps $t >> \tau_{\text{c}}$, sur laquelle les différentes fonctions qui caractérisent le système évoluent. La fonction d'autocorrélation (IV.7) se modélise par une distribution de Dirac :
   $$< f(t-\tau)f(t) >= C\delta(\tau) \tag{IV.8}$$

[7] Il s'intéressait à la marche aléatoire de particules en suspension dans un liquide : le mouvement brownien.
[8] La moyenne a lieu sur toutes les réalisations f.

Il s'agit d'un bruit blanc. Par ailleurs, la distribution de f à un instant donné suit une loi normale, *ie* gaussienne suite à l'application du théorème central-limite : f correspond à la somme d'un grand nombre de contributions aléatoires.

Nous insisterons pour finir sur le fait que les deux termes que nous venons de décrire sont deux conséquences du même phénomène physique : le couplage mécanique du système de masse m_{eff} avec son environnement.

Fluctuations et dissipation d'un système physique Le modèle de Langevin illustre de manière manifeste le lien indissociable[9] entre le phénomène de dissipation et les fluctuations des observables d'un système physique en équilibre thermodynamique avec son environnement. Les nombreux degrés de liberté du bain thermique sont responsables de la dilution de l'énergie du système : la force visqueuse qu'ils génèrent assure l'irréversibilité du problème. De la même manière leur agitation incessante réinjecte dans le système de l'énergie (Fig. IV.4). A l'équilibre thermodynamique le flux moyen échangé entre les deux entités est nul :

$$\Phi_{R\Rightarrow S} =< f \cdot v > - < \gamma m v^2 >= 0 \tag{IV.9}$$

A partir de cette relation, du théorème d'équirépartition de l'énergie qui évalue l'énergie cinétique du système à l'équilibre et de la fonction réponse h_v qui relie la vitesse v à la force de Langevin f, nous obtenons le résultat suivant qui s'inscrit dans le cadre du théorème fluctuation-dissipation :

$$< f(\tau)f(0) >= 2k_{\text{B}}Tm\gamma\delta(\tau) \tag{IV.10}$$

Cette relation fixe l'intensité de la force de Langevin en lien avec le facteur de dissipation afin d'assurer l'équilibre thermodynamique. Pour terminer nous pouvons introduire la densité spectrale[10] de puissance associée à f :

$$S_{FF} = 2k_{\text{B}}Tm\gamma = 2k_{\text{B}}T\Gamma \tag{IV.11}$$

La poursuite de l'étude de la force de Langevin $f(t)$ aura lieu dans la section IV.1.2 : elle joue un rôle central dans le problème de la mesure de force faible, car elle en constitue la limite dans le cadre de notre montage expérimental.

c Réponse de l'oscillateur $H(\omega)$ à une force extérieure

Expression de H Le système d'étude étant désormais identifié, nous pouvons lui appliquer le principe fondamental de la dynamique :

$$m_{\text{eff}}\ddot{x} + kx + \Gamma\dot{x} = f(t) + F(t) \tag{IV.12}$$

f et F correspondent respectivement à une réalisation de la force produite par le bain thermique et à la force appliquée par l'opérateur. L'oscillateur harmonique étant un système linéaire invariant causal, la solution générale s'écrit :

$$x = x_F + x_f \tag{IV.13}$$

[9] L'amortissement froid permet néanmoins de revisiter artificiellement ce lien : l'équilibre thermodynamique est brisé, le système est dans un régime stationnaire.

[10] Expérimentalement on utilise la densité spectrale unilatérale qui vaut le double : $4k_{\text{B}}Tm\gamma$

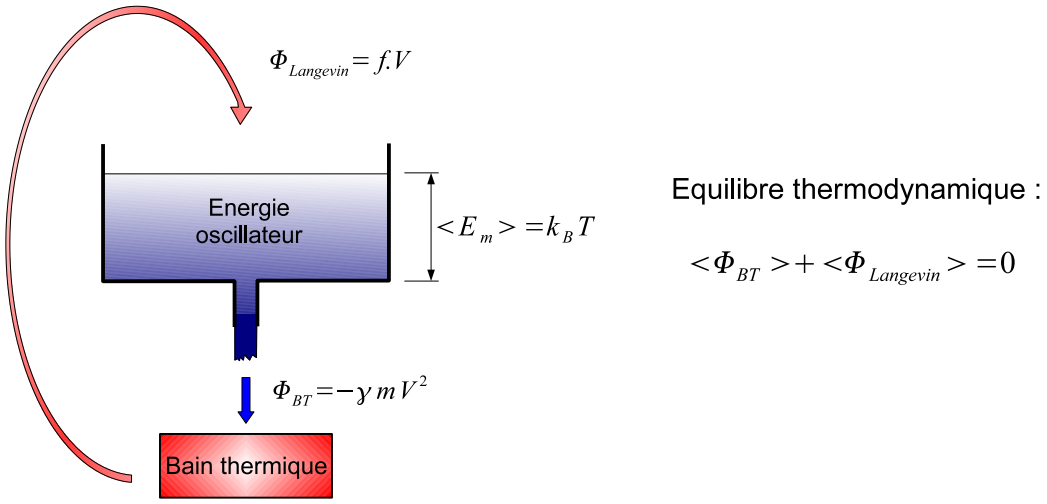


FIG. IV.4 – Echange d'énergie avec le bain thermique à l'équilibre

avec

$$x_F(t) = \int h(t-t')F(t')dt' \tag{IV.14}$$

$$x_f(t) = \int h(t-t')f(t')dt' \tag{IV.15}$$

h[11] et H sont les fonctions réponses de l'oscillateur dans les domaines temporel et fréquentiel :

$$H(\omega) = \frac{1}{m_{\text{eff}}} \frac{1}{{\omega_0}^2 - \omega^2 - \jmath\omega\gamma} \tag{IV.16}$$

$$h(t) = \frac{1}{2\pi}\int H(\omega)e^{-\jmath\omega t}d\omega = \frac{1}{m_{\text{eff}}\tilde{\omega_0}}\Theta(t)e^{-\frac{\gamma}{2}t}\sin(\tilde{\omega_0}t) \tag{IV.17}$$

où

$$\tilde{\omega_0}^2 = {\omega_0}^2 - \frac{\gamma^2}{4}$$

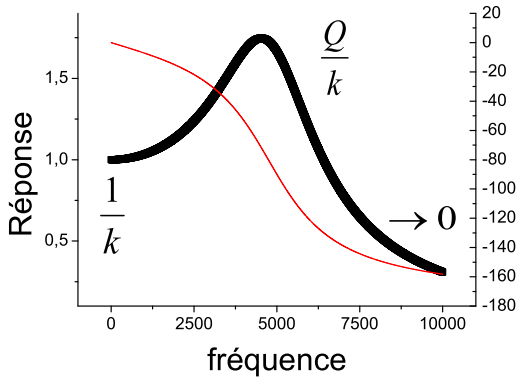
est la pulsation des oscillations libres amorties de l'oscillateur.

Dans ce contexte, x_F s'identifie à la valeur moyenne de la position $< x >$. Le mouvement brownien de la sonde de mesure est quant à lui décrit par x_f et sera étudié dans la section IV.1.2 : il s'agit du bruit mécanique qui limite la résolution en force de l'appareil.

Le phénomène de résonance L'analyse de la réponse dans le domaine fréquentiel (Fig. IV.5) met clairement en évidence le caractère d'amplificateur de l'oscillateur harmonique dans une bande spectrale de largeur γ centrée sur ω_0. A la résonance le transfert d'énergie de la source excitatrice vers l'oscillateur est maximal et unidirectionnel. L'évacuation de l'énergie est seulement assurée par le bain thermique (force dissipative $-\Gamma\dot{x}$ proportionnelle en outre à l'amplitude) : l'énergie s'accumule, *ie* l'amplitude des oscillations croît jusqu'à ce que les deux flux se compensent (Fig. IV.6). La sensibilité est alors maximale et vaut :

$$s = \frac{Q}{k} = \frac{1}{\Gamma}\sqrt{\frac{m}{k}} \tag{IV.20}$$

[11] h est aussi appelée la fonction de Green causale.



En régime sinusoïdal forcé, lorsque la phase transitoire s'est atténuée, le microlevier suit le mouvement :

$$x(t) = \alpha|H(\omega)|cos(\omega t + \phi)$$

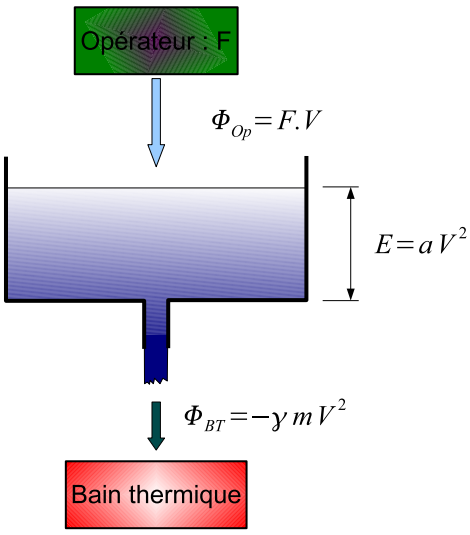
avec :

$$|H(\omega)| = \frac{1}{m_{\text{eff}}} \frac{1}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2\omega^2}} \quad \text{(IV.18)}$$

$$\tan(\phi) = \frac{\gamma\omega}{{\omega_0}^2 - \omega^2} \quad \text{(IV.19)}$$

FIG. IV.5 – Réponse $|H(\omega)|$ du microlevier

La présence de $\Gamma = m\gamma$ au dénominateur souligne le rôle d'entonnoir joué par la force dissipative. Le gain par rapport au cas statique est remarquable, le mouvement est amplifié du facteur de qualité $Q = \omega_0/\gamma$. Le phénomène de résonance est ainsi à l'origine de la grande sensibilité des oscillateurs à une force extérieure : il joue un rôle essentiel dans les mesures de gradient de force et permet une détection de force sub attonewton.



L'oscillateur échange de l'énergie avec l'opérateur et avec l'environnement. En régime sinusoïdale forcé, il atteint un ***équilibre*** *lorsque les flux moyens Φ_{op} et Φ_{BT} se compensent :*

$$\frac{dE}{dt} = -\gamma m v^2 + Fv \quad \text{(IV.21)}$$

Cet équilibre définit alors $H(\omega)$.
L'énergie E quant à elle atteint un maximum lorsque le transfert d'énergie de l'opérateur vers le système est le plus efficace : à la ***résonance*** *F est en phase avec v, le transfert n'a lieu que dans un sens. Le niveau d'énergie monte jusqu'à ce que les pertes $-\gamma m v^2$ atteignent le flux d'arrivée Φ_{op}. L'oscillateur à la résonance présente ainsi une grande sensibilité à la force F.*

FIG. IV.6 – Le phénomène de résonance

Temps de réponse de l'oscillateur Cette sensibilité considérable a en revanche un prix : une bande passante étroite γ qui filtre le signal. Le principe de mesure décrit dans cette partie consiste[12] à évaluer l'énergie $E_m \propto {X_0}^2$ de l'oscillateur en « équilibre »avec la force qui le met en mouvement. Sur la figure IV.6 la force dissipative agit comme un goulet d'étranglement, le temps $\tau_r = 1/\gamma$ apparaît comme le temps de relaxation du système, sur lequel l'énergie

[12]Elle est équivalente à la mesure de l'énergie mécanique du système puisque l'amplitude d'oscillation définit complètement cette dernière : $E_m = \frac{1}{2}kx^2 + \frac{1}{2}mv^2$

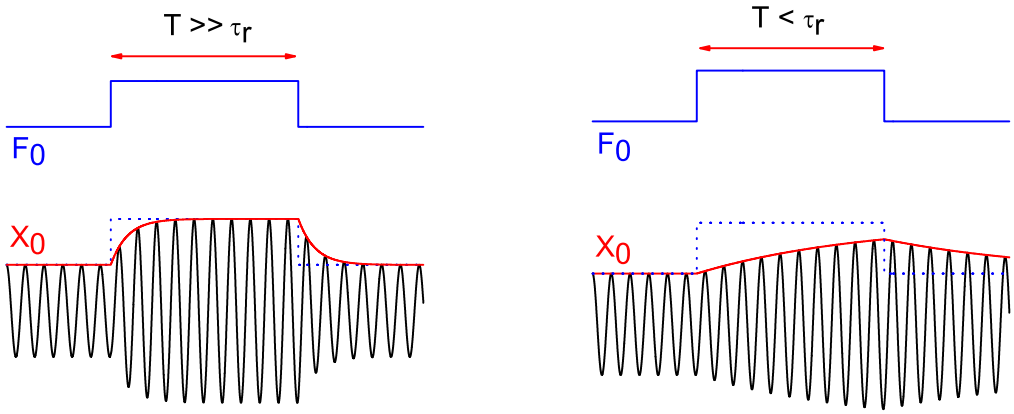


FIG. IV.7 – Réponse à un échelon de force

Le temps de réponse de la mesure doit s'accorder avec l'ensemble des contraintes expérimentales : la section IV.3 montre en particulier qu'il doit correspondre à l'échelle de temps la plus courte du problème.

retrouve un nouvel équilibre. Supposons par exemple que l'on veuille mesurer l'intensité F_0 de la force $F(t)$ (Fig. IV.7) :

$$F(t) = F_0(t)cos(\omega_0 t)$$

$$X(t) = X_0(t)cos(\omega_0 t)$$

La réponse en amplitude $X_0(t)$, accessible expérimentalement avec une détection synchrone, moyenne sur un temps τ_r le signal de force $F_0(t)$: en d'autres termes F_0 doit être stable sur une échelle de temps supérieure au temps de relaxation de l'oscillateur τ_r pour être correctement évaluée.

d Confrontation du modèle avec les résultats expérimentaux

L'oscillateur harmonique amorti est caractérisé par trois paramètres :
- la masse m_eff
- la raideur k
- le facteur d'amortissement Γ

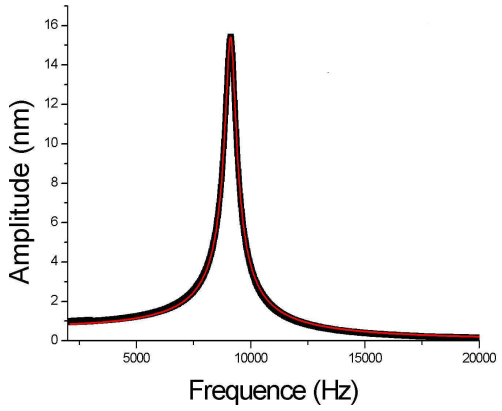
Nous rappelons que ceux-ci dépendent en réalité à la fois du point d'application de la force et du point d'observation du déplacement sur le microlevier. Seuls les rapports suivants constituent des quantités invariantes du problème :
- la fréquence de résonance :

$$\omega_0{}^2 = \frac{k}{m_\mathrm{eff}}$$

- le temps de relaxation

$$\tau_r = \frac{m_\mathrm{eff}}{\Gamma} = \frac{1}{\gamma}$$

Expérimentalement ces deux paramètres sont facilement accessibles (Fig. IV.8 et IV.9). Selon l'équation (IV.16) la fonction réponse du système n'est alors connue que partiellement à un facteur multiplicatif près. Une mesure absolue de force ou de gradient de force suppose une procédure de calibration spécifique qui sera décrite dans le chapitre VI : une force capacitive en géométrie sphère-plan sert de référence et permet d'achever l'identification de H.



Approximation par une Lorentzienne

Dans la limite des grands facteurs de qualité Q, ie pour $\omega_0 >> \gamma$, il est possible de ramener l'équation (IV.19) à une Lorentzienne :

$$|H(\omega)|^2 = \frac{1}{k^2}\frac{{\omega_0}^2}{4(\omega-\omega_0)^2+\gamma^2} \qquad \text{(IV.22)}$$

Dans la plage de fréquence centrée sur ω_0, sur laquelle a lieu l'ajustement, cette approximation induit une erreur proportionnelle à $1/Q$. En pratique elle est inférieure à l'incertitude produite lors de l'évaluation des paramètres par l'algorithme d'ajustement.

FIG. IV.8 – Réponse $|H(\omega)|^2$ du microlevier

Le microlevier utilisé possède une raideur de 0.03 N/m. *Expérimentalement une force oscillante d'amplitude constante est produite par une tension sphère surface sinusoïdale. Une détection synchrone mesure l'amplitude et la phase de la réponse. Le carré de l'amplitude des oscillations est tracé en fonction de la fréquence d'excitation puis est ajusté avec la fonction (IV.22) : les paramètres de l'ajustement sont pour le graphe ci-dessus $\omega_0 = 57358$ rad/s ($f_0 = 9128.9$ Hz) et $\gamma = 3000$ rad/s. La mesure a lieu sous l'atmosphère du laboratoire qui domine l'ensemble des processus de dissipation : le facteur de qualité s'élève à 20, ce qui rend l'approximation précédente moyenne. Sous vide le paramètre γ peut se réduire à* 30 rad/s, *ce qui correspond à un gain de* 100 *pour le facteur de qualité qui dépasse facilement* 1000.

Les figures IV.8 et IV.9 confrontent les résultats expérimentaux avec le modèle d'oscillateur amorti : l'accord est satisfaisant. Autour de la fréquence de résonance, il est possible de caractériser le système par une raideur k et un facteur d'amortissement Γ bien définis, ce qui est essentiel pour la suite de l'étude. Cependant cette description ne saurait être complète : la réponse exacte devrait d'une part tenir compte des autres modes de vibrations du microlevier. D'autre part, les oscillateurs étudiés possèdent probablement une raideur k et un facteur de dissipation Γ qui présentent une dépendance vis à vis de la fréquence suite à l'existence de processus complexes propres aux matériaux les composant : l'extrapolation de H sur l'ensemble du spectre à partir des paramètres précédents est par conséquent hasardeuse.

1.2 Analyse des composantes de bruit du microscope

Puisqu'une mesure de force se ramène à une mesure de déplacement, il paraît naturel de s'intéresser au bruit de position de la sonde afin de déterminer la résolution en force de l'ensemble de l'appareil. Dans cette partie nous distinguerons le bruit mécanique x_{bm}, qui correspond à un mouvement réel de la sonde, du bruit de détection[13] x_{bd}, produit en aval

[13]Le bruit de détection est présenté dans le chapitre III.

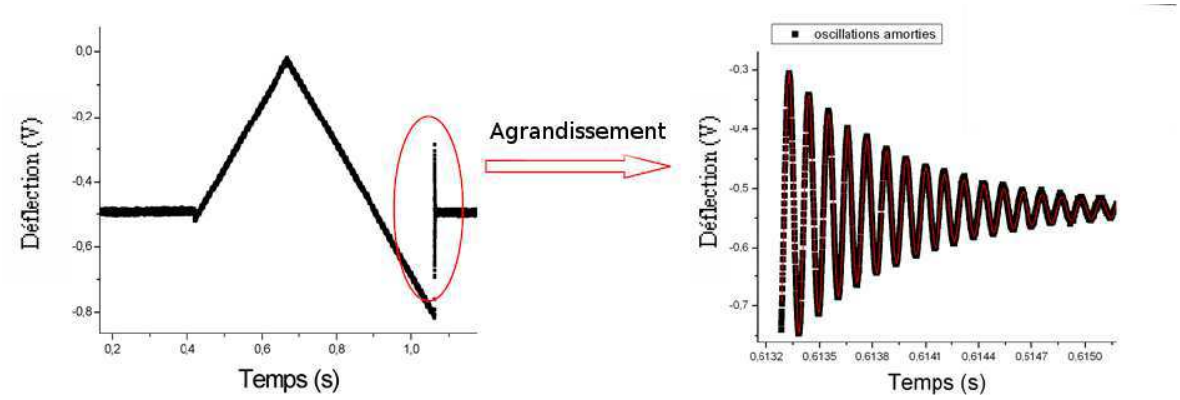


FIG. IV.9 – Oscillations libres du microlevier

La figure ci-dessus présente une séquence d'approche retrait du cantilever utilisé dans la figure IV.8, qui rentre en contact avec la surface. Lors du retrait, les forces d'adhésion retiennent la pointe dans un premier temps, puis cèdent brutalement : l'oscillateur est ainsi soumis à une marche de force. Selon la fonction réponse h [Eq. (IV.17)], le microlevier oscille à la pulsation $\tilde{\omega_0} \approx \omega_0$ *et son amplitude s'amortit exponentiellement selon le taux* $\gamma/2$*. L'ajustement des données fournit :* $\omega_0 = 57120\ rad.s^{-1}$ *et* $\gamma/2 = 1540\ rad.s^{-1}$ *en bon accord avec les paramètres obtenus lors de l'étude fréquentielle du problème (Fig. IV.8).*

dans la chaîne de détection, défini par :

$$x_{\mathrm{bd}} = x_{\mathrm{b}} - x_{\mathrm{bm}} \tag{IV.23}$$

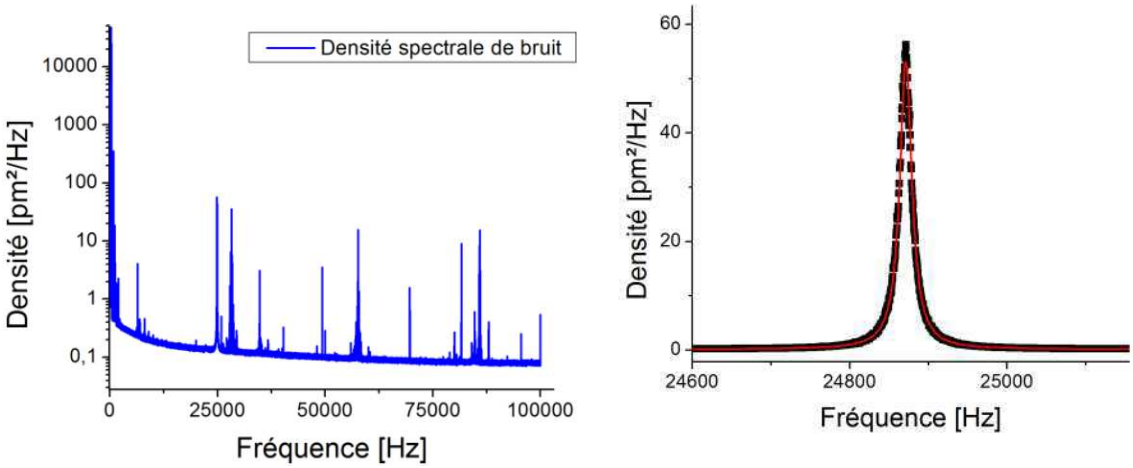
x_{b} est la grandeur accessible à l'expérimentateur. La décomposition et la description du signal de position x a pour but de localiser les paramètres pertinents qui définissent le niveau de bruit global de l'appareil : dans la partie suivante, nous tirerons les conséquences en terme de résolution de force.

a Observation du bruit de position

La sonde de force est observée à travers le système de détection interférométrique en l'absence de forces extérieures. Le signal de position x_{b} n'est pas identiquement nul, mais présente des fluctuations qui se révèlent être très riches en information. Sa densité spectrale de puissance S_{XX} (Fig. IV.10) montre globalement un niveau de bruit qui décroît en fonction de la fréquence et sur lequel viennent se greffer des pics. Celui centré sur la fréquence de résonance du système mécanique attire particulièrement notre attention : il s'agit d'une exaltation du mouvement brownien par l'oscillateur.

b Bruit mécanique et de détection

Nous montrons dans cette partie que le bruit observé sur le graphe IV.10 résulte de la somme de deux composantes distinctes.



(a) Composition sur une large bande spectrale (b) Le pic de mouvement brownien

FIG. IV.10 – Densité spectrale de bruit de position

L'analyseur de spectre fournit une estimation de la densité spectrale de puissance avec une incertitude qui décroît comme l'inverse de la racine carré du nombre de réalisations mesurées[14] *N. (Paramètres ajustement)*

La fonction d'autocorrélation C_X de x_b est évaluée[15] sur la base de la décomposition de l'équation (IV.23) en supposant que les bruits x_bm et x_bd sont totalement décorrélés :

$$C_{X_\mathrm{b}}(\tau) =< x_\mathrm{bm}(\tau)x_\mathrm{bm}(0) > + < x_\mathrm{bd}(\tau)x_\mathrm{bd}(0) >$$

Étant donné l'accord modèle-expérience obtenu jusqu'à présent, nous pouvons considérer que cette hypothèse est raisonnable. Finalement nous obtenons :

$$C_X(\tau) = C_{X_\mathrm{m}}(\tau) + C_{X_\mathrm{d}}(\tau) \tag{IV.24}$$

La densité spectrale de puissance S_{XX} d'un signal aléatoire X présente une définition complexe car la réalisation x^2 n'est pas intégrable. Nous pouvons néanmoins utiliser la transformation de Fourier de x au sens des distributions.

$$< X(\omega_1)X^*(\omega_2) >= 2\pi\delta(\omega_1 - \omega_2)S_{XX}(\omega_1) \tag{IV.25}$$

avec

$$X(\omega) = \int x(t)e^{\jmath\omega t}dt \tag{IV.26}$$

Les relations (IV.25) et (IV.26) permettent ainsi d'obtenir la généralisation du théorème de Wiener-Khintchine qui relie la densité spectrale de puissance de X à sa fonction d'autocorrélation :

$$S_{XX}(\omega) = \int C_X(\tau)e^{\jmath\omega\tau}d\tau \tag{IV.27}$$

[15] Le bruit de position x_b est une réalisation du processus stochastique ergodique X_b : Les moyennes peuvent se réaliser indifféremment sur le temps ($\overline{\bullet}$) ou sur l'ensemble des réalisations ($< \bullet >$). Enfin la fonction d'autocorrélation ne dépend pas de l'instant t_0 car le processus est stationnaire.

Séparation du bruit de détection et du bruit mécanique : La densité spectrale de bruit de position S_{XX} se compose selon les équations (IV.24) et (IV.27) de deux termes :

$$S_{XX} = S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}} + S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}} \tag{IV.28}$$

$S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}}$ ne dépend *a priori* que du système de détection, il se superpose au bruit mécanique $S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}}$: ce dernier devrait se déduire facilement de S_{XX} par soustraction. Cette démarche suppose que le bruit de détection ait été mesuré au préalable, ce qui n'est pas toujours le cas. Pour déterminer la part de chaque contribution présentée sur la figure IV.11, la forme de $S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}}$ doit être explicitée.

c Description en terme de bruit de force

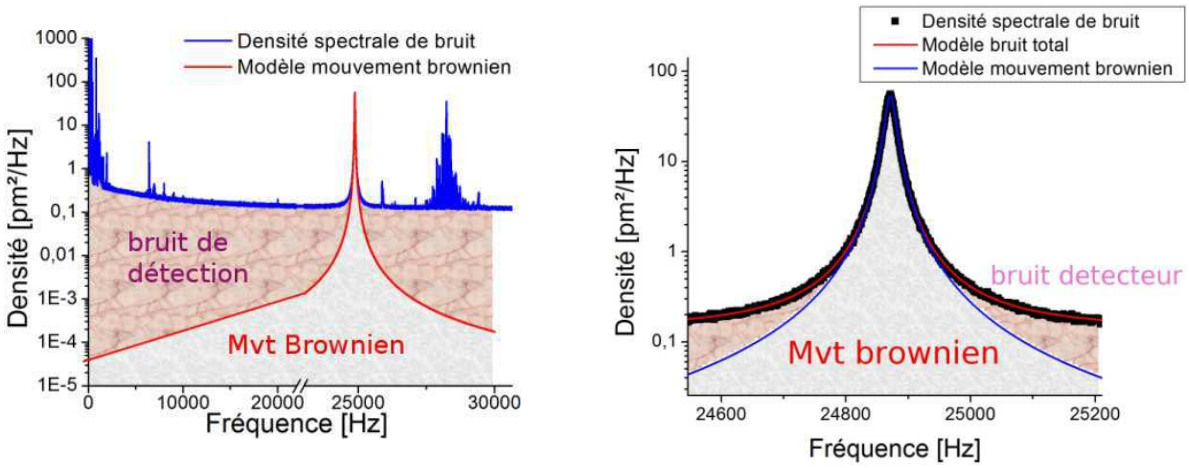


FIG. IV.11 – Composition du bruit de position

La densité spectrale de bruit de position se compose de pics d'origines diverses : à basse fréquence se mêlent du bruit d'origine mécanique produit par les vibrations extérieures et du bruit généré par le système de détection. A plus haute fréquence seul le pic lorentzien du mouvement brownien s'identifie à du bruit de position mécanique. Une répartition spectrale du mouvement brownien de la sonde produit par la force de Langevin est proposée sur la base des paramètres d'ajustement ω_0 et γ : on suppose pour cela k et Γ constant sur tout le spectre. L'extrapolation est à revoir, si cette condition n'est pas respectée. Il ressort que les autres sources de bruit dominent en dehors de la région de la résonance.

Les sources de bruit de force : Le bruit mécanique x_bm de l'oscillateur est nécessairement généré par un bruit de force. Différentes sources d'excitation peuvent être identifiées :

1. Le bain thermique qui produit la force de Langevin $f(t)$:

$$S_{F_\mathrm{L}F_\mathrm{L}} = 2k_\mathrm{B}T\Gamma \tag{IV.29}$$

   En pratique sous vide à température ambiante il se situe autour de 10 $fN/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ pour la plupart des microleviers utilisés.

2. Les vibrations extérieures, décrites dans le chapitre III, qui agissent à basse fréquence (< 100 Hz) :

$$S_{F_\mathrm{v}F_\mathrm{v}}(\omega) = m_\mathrm{eff}^2\omega^4 S_{X_\mathrm{v}X_\mathrm{v}}(\omega) \tag{IV.30}$$

Les dispositifs de pompage, les moteurs inertiels doivent impérativement être arrêtés car ils produisent du bruit de force à plus haute fréquence (figure III.10). Une fois cette condition respectée, ce bruit devient négligeable au niveau de la fréquence de résonance.

3. Le système de détection qui agit sur le microlevier selon un processus d'action en retour. Nous pouvons par exemple estimer le bruit produit par la pression de radiation. Pour des conditions usuelles d'utilisation, les fluctuations d'intensité (Fig. III.28) se situent autour de 10^{-5} V^2/Hz au niveau de la fréquence de résonance[16], ce qui compte tenu de la sensibilité[17] de la chaîne de détection correspond à un bruit de puissance optique S_{PP} de 10^{-17} W^2/Hz sur le signal laser. On suppose que l'intégralité du faisceau est réfléchi sur le dos du cantilever. La force optique F_{op} s'élève à un facteur numérique près à :

$$F_{\mathrm{op}} = \frac{P}{c} \tag{IV.31}$$

Une évaluation optimiste[18] du bruit de force de radiation donne : $\sqrt{S_{F_{\mathrm{op}}F_{\mathrm{op}}}} \approx 10^{-2}\ fN/\sqrt{\mathrm{Hz}}$. Il semble ainsi légitime de le négliger par rapport au bruit de force de Langevin. Cette étude souligne néanmoins l'attention qu'il faut lui porter : l'appareil développé par Mamin et Rugar devrait y être sensible, mais dans leur cas, ils travaillent à plus basse puissance laser pour limiter en outre l'échauffement de leur microlevier porté à 200 mK. Ils bénéficient certainement d'un bruit de force de radiation moindre, vraisemblablement négligeable : cette solution au problème apparaît naturelle. Enfin compte tenu de l'étude sur le détecteur menée dans le chapitre III, l'utilisation d'un faible signal laser peut expliquer en partie le niveau de résolution moyen de leur système de détection optique ($11\ pm/\sqrt{\mathrm{Hz}}$). En ce qui nous concerne, selon la température de travail, la fréquence de résonance du microlevier[19] et le facteur de dissipation Γ, il est préférable de garder un œil sur cette contribution. De même il serait intéressant d'évaluer le bruit de force produit par les fluctuations d'intensité laser à travers le processus de force bolométrique, décrit au chapitre V : celui-ci devrait cependant intervenir essentiellement à basse fréquence ($<$ 10 kHz). Enfin l'estimation précédente justifie en partie l'hypothèse que le bruit mécanique x_{bm} est décorrélé du bruit de détection x_{bd} : le bruit d'intensité laser est une source de corrélation de ces deux signaux.

4. En mode AFM dynamique, le bruit de force qui accompagne la force excitatrice doit également être pris en considération : étant donné le niveau de bruit thermique auquel est soumise la sonde, il semblerait que cette contribution soit négligeable. La question se pose pour des appareils de force subattonewton.

Définition du bruit de position mécanique : A partir des définitions de la partie précédente et de la réponse mécanique (IV.17) de l'oscillateur, nous pouvons mettre en relation les densités spectrales de puissance du bruit de position $S_{X_{\mathrm{m}}X_{\mathrm{m}}}$ et de force S_{FF} :

$$S_{X_{\mathrm{m}}X_{\mathrm{m}}} = |H(\omega)|^2 S_{FF} \tag{IV.32}$$

Au voisinage de la fréquence de résonance S_{FF} se réduit au bruit de force de Langevin. L'expression du bruit de position [Eq. (IV.28)] devient :

$$S_{XX} = |H(\omega)|^2 S_{FF} + S_{X_{\mathrm{d}}X_{\mathrm{d}}}(\omega) \tag{IV.33}$$

[16] On suppose que la fréquence de résonance se situe au-dessus de 10 kHz.
[17] Photodiode $s = 0.4\ A/W$, Convertisseur Courant-tension $10^6\ V/A$
[18] Pessimiste selon de quel côté on se place ?
[19] Le bruit d'intensité laser croît à basse fréquence.

Estimation de la raideur k de l'oscillateur : Le bruit de force assure une distribution homogène de l'énergie sur l'ensemble du système sonde et environnement. Cette énergie ne dépend à l'équilibre thermodynamique que de la température T. Elle offre à travers le théorème d'équirépartition de l'énergie un moyen simple pour étalonner l'énergie potentielle de l'oscillateur puis sa raideur.

$S_{XX}(\omega)$ se modélise autour de ω_0 par une Lorentzienne $L(f)$) posée sur un piédestal. En pratique les données calibrées[20] en unité de longueur sont ajustées par la fonction :

$$y(f) = y_0 + \frac{2A}{\pi}\frac{\gamma'^2}{4(f-f_0)^2+\gamma'^2} = y_0 + L(f) \tag{IV.34}$$

Dans ce contexte, $L(f)$ décrit entièrement la contribution du bruit mécanique au voisinage du pic de mouvement brownien :

- Le niveau de bruit du détecteur :

$$S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}}(\omega_0) = y_0$$

  Le bruit de détection varie en effet lentement avec la fréquence. On le considère constant sur l'intervalle d'ajustement.
- La fréquence de résonance de l'oscillateur :

$$f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi}$$

- Le facteur de dissipation[21] :

$$\gamma = 2\pi\gamma'$$

- La dispersion en position de l'oscillateur associée au bruit mécanique :

$$< x_{Br}^2 >= C_{X_\mathrm{m}}(0) = \int |H|^2 S_{F_\mathrm{L}F_\mathrm{L}} df = \int_0^{+\infty} L(f)df = A$$

La séparation du bruit mécanique du bruit de détection à travers l'analyse fréquentielle précédente permet ainsi d'évaluer la part de la dispersion du signal de position associée au mouvement brownien quel que soit le niveau de détection[22]. Le principal avantage de l'interféromètre à fibre optique utilisé dans le montage s'exprime particulièrement dans cet ajustement : l'obtention d'un signal de position calibré en unité de longueur. A l'équilibre thermodynamique le théorème d'équirépartition de l'énergie fixe la dispersion en position de l'oscillateur.

$$\frac{1}{2}k < {x_\mathrm{Br}}^2 >= \frac{1}{2}k_\mathrm{B}T \tag{IV.35}$$

Cette étude permet d'achever la caractérisation de la fonction réponse H : l'évaluation de k s'effectue en pratique avec une incertitude de mesure sur A de 10 %. Cependant cette méthode de calibration de la raideur s'appuie sur une modélisation trop simple du système microlevier-microsphère : la distribution de la force de Langevin sur le cantilever diffère notamment de

[20] L'analyseur de spectre fournit une densité spectrale unilatérale S_u sur $[0;+\infty]$ reliée à la densité spectrale bilatérale $S_u(\omega) = \begin{matrix} 2S_b(\omega) \text{ sur } [0;+\infty] \\ 0 \text{ sur } [-\infty;0] \end{matrix}$

[21] Pour ne pas les confondre nous exprimons γ en $[rad.s^{-1}]$ et γ' en [Hz].

[22] Toutefois si le niveau de bruit de détection est supérieur au mouvement brownien, il est plus difficile mais pas impossible d'extraire le pic lorentzien. Il faut en particulier augmenter le nombre de réalisation à acquérir.

celle de la force étudiée. De même la position du point d'observation soulève inévitablement le problème de l'application du théorème de l'équirépartition de l'énergie [Eq. (IV.35)] : quel sens peut on donner à k ? Dans le prochain chapitre une interprétation de la raideur évaluée par cette technique sera proposée. Au final l'écart[23] avec la valeur recherchée peut dépasser 20 %. Il n'est pas envisageable pour le moment d'utiliser cette méthode pour calibrer l'appareil de force : elle nous éloignerait de notre objectif de mesure précise de la force de Casimir. Par contre elle paraît suffisante pour situer le niveau de bruit de force, et plus généralement fixer l'ordre de grandeur de l'ensemble des paramètres du problème.

1.3 Résolution en force du microscope

Le résultat important de la partie précédente se résume à la relation (IV.33) qui sépare le bruit de mesure en terme de bruit de force et de bruit de détection. C'est précisément à travers cette distinction qu'est exploité le phénomène de résonance de l'oscillateur qui agit sur le déplacement réel x_{bm} et non sur x_{bd} : ce dernier peut être complètement atténué grâce à un choix judicieux du microlevier. Il ressort de l'étude suivante que le bruit de force dominant de notre appareil en mode dynamique est d'origine thermodynamique.

a Interprétation en terme de mesure de force

La force $F(t) = F_0 cos(\omega_0 t)$ modulée à la fréquence de résonance produit des oscillations d'amplitude $X_0 = (Q/k)F_0$. Expérimentalement l'évaluation de cette quantité donne une valeur X_{e} qui est accompagnée d'une incertitude[24] ΔX définie par le niveau de bruit de position [Eq. (IV.33)] et le filtre $G_f(\omega)$ associé au processus de mesure :

$$\Delta X^2 = \frac{1}{2\pi}\int |G_f(\omega)|^2 S_{XX} d\omega \tag{IV.36}$$

La force et son incertitude de mesure s'évaluent ainsi à :

$$F_e \pm \Delta F = \frac{k}{Q} X_{\mathrm{e}} \pm \frac{k}{Q}\Delta X \tag{IV.37}$$

b Densité spectrale effective de bruit de force

L'expression (IV.37) suggère d'introduire une densité spectrale de bruit de force S_{FF} spécifique au mode de mesure dynamique[25] qui opère à la fréquence de résonance :

$$S_{FF} = \frac{k^2}{Q^2} S_{XX}$$

$$S_{FF}(\omega) = \left(\frac{H(\omega)}{H(\omega_0)}\right)^2 4k_{\mathrm{B}}T\Gamma + \frac{k^2}{Q^2} S_{x_{\mathrm{d}}x_{\mathrm{d}}} \tag{IV.38}$$

Elle permet de donner une définition de ΔF équivalente à celle de ΔX [Eq. (IV.36)]. Cependant elle n'a de sens qu'à travers la définition (IV.37), ce qui lui confère un caractère fictif :

[23] A condition de suivre les recommandations du chapitre V.

[24] Il s'agit de la largeur de la distribution de probabilité gaussienne associé au tirage de la variable aléatoire X centré sur X_0.

[25] Le raisonnement peut se généraliser sur des mesures de force modulée à une fréquence ω' quelconque en remplaçant (Q/k) par $|H(\omega')|$. Dans le cas des mesures statiques (facteur $|H'| = 1/k$), nous constatons que le bruit de force fictif est plus important que le bruit de force réel : à la résonance il est amplifié du facteur Q.

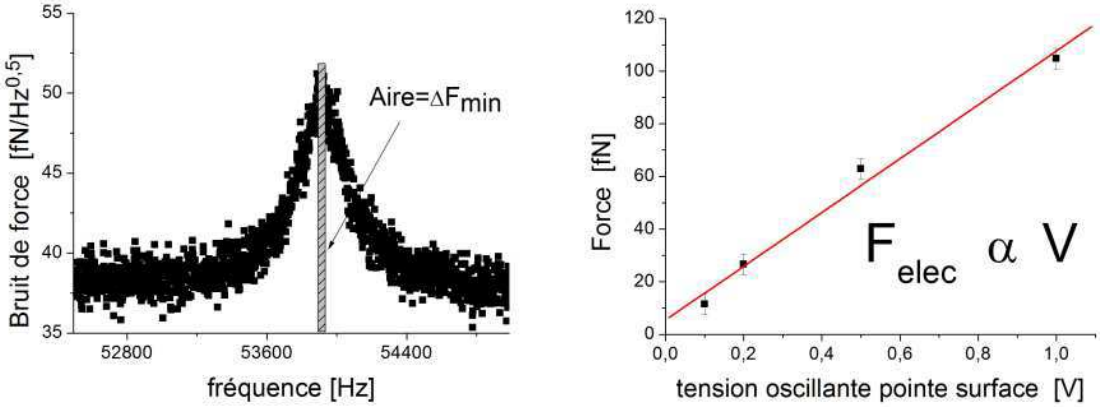


FIG. IV.12 – Estimation de l'incertitude de mesure

L'expérience consiste à produire une force électrostatique modulée à la fréquence de résonance du microlevier et proportionnelle à la tension V. Les mesures de force en fonction de la tension sont présentées sur le graphe de droite : la barre d'erreur est calculée à partir de la formule (IV.38) sur la base de la densité spectrale effective de bruit de force donnée sur la figure à gauche (dans cet exemple le bruit de détection est légèrement dominant). $\left\{ \begin{array}{c} \textit{Niveau de bruit} = 50\ fN/\sqrt{\mathrm{Hz}} \\ \textit{Filtre 5s 24dB} : B = 0.024\ \mathrm{Hz} \end{array} \right\} \Rightarrow \Delta F_{min} = 8\ fN$

Elle est en accord avec la dispersion des points de mesure par rapport à la droite d'ajustement $F(V)$. Cette expérience montre notamment que les dérives du signal de force restent raisonnables le temps d'une mesure.

- La composante associée au bruit de détection est un terme effectif.
- En dehors de la résonance la composante mécanique diffère du bruit de force qui agit réellement sur le microlevier : $4k_{\mathrm{B}}T\Gamma$

c Réduction du bruit de force

L'expression (IV.38) suggère des stratégies pour réduire l'incertitude de mesure :

1. Le bruit mécanique : l'oscillateur agit sur la force de Langevin comme un filtre passe bande centré sur ω_0. Il est maximum à la fréquence de résonance et vaut $4k_{\mathrm{B}}T\Gamma$. Les réductions de la température T et du coefficient de couplage Γ avec le bain thermique constituent deux voies à explorer. La description en terme de facteur Γ plutôt qu'avec une combinaison de paramètres de l'oscillateur semble plus pertinente[26] : le couplage avec le bain thermique n'est pas relié intrinsèquement[27] à la raideur ni à la masse qui définissent l'oscillateur. Pour s'en convaincre, on peut remarquer que sous atmosphère ambiante, Γ est dominé par le frottement avec les molécules de l'air : seules les dimensions et la nature des surfaces jouent un rôle déterminant. Un microlevier de même géométrie mais de raideur, de masse et de facteur de qualité Q différents présenterait en particulier

[26] Cette combinaison ne présente qu'un intérêt pratique : le calcul de Γ à partir des paramètres accessibles durant une expérience.

[27] Le lien est indirecte : k, m et Γ peuvent néanmoins partager de mêmes paramètres microscopiques et dépendre de la géométrie de la structure.

le même niveau de bruit de force. Il paraît alors inutile d'évoquer les caractéristiques propres de l'oscillateur alors que le fond du problème se situe au niveau du couplage avec le bain thermique. Il semble ainsi plus approprié de s'attaquer aux différents processus de dissipation[28] qui peuvent avoir lieu dans la structure [62, 63, 64, 65]. La réduction du phénomène de dissipation apporterait une amélioration notable de la résolution des micro et nanocapteurs mécaniques.

2. Le bruit de détection : les conclusions sont différentes en ce qui concerne cette composante. Les caractéristiques de l'oscillateur interviennent dans sa définition. Différentes situations peuvent être considérées. Décrivons celle à laquelle nous sommes confrontés quotidiennement : on dispose d'une sonde de mesure de raideur k fixe. La mise en place d'une microsphère au bout du microlevier permet d'augmenter la masse tout en conservant[29] les autres paramètres Γ et k constants. Le facteur de qualité en revanche augmente : à l'air libre Q peut passer de 30 à 150 selon les microsphères utilisées. De même la mise sous vide du montage expérimental permet d'atteindre des facteurs de qualité élevés ($Q > 1000$). Dans cette approche, l'augmentation de Q produit un effet immédiat sur le bruit de détection. De manière plus générale, le rapport r doit être minimisé :

$$r = \frac{k^2}{Q^2} = \frac{\Gamma^2}{km} \tag{IV.39}$$

Pour optimiser la sonde de mesure, il faut utiliser si possible des paramètres indépendants qui décrivent r : la difficulté provient entre autres de leur dépendance mutuelle vis-à-vis des dimensions de la structure.

Compte tenu du niveau de bruit de détection de position du microscope, de l'ordre de grandeur de la raideur des microleviers utilisés (autour de 1 N/m), et des facteurs de qualité associés (≈ 100 à l'air, ≈ 1000 sous vide), le montage expérimental est limité en pratique par le bruit de force de Langevin autour de la fréquence de résonance et à température ambiante. Ceci signifie que pour le moment il n'est pas nécessaire de remettre en cause le système de détection interférométrique que nous avons mis en place.

d Détecteur de force subattonewton

Les performances du microscope de force atomique développé par Mamin et Rugar trouvent tout leur sens dans la relation (IV.38). Évaluons séparément les deux composantes de bruit de force à partir des données suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \left\{ \begin{array}{ll} \text{Oscillateur} \left\{ \begin{array}{c} k = 200\ \mu N/m \\ m_{\text{eff}} \end{array} \right\} & \Rightarrow \omega_0 = 4976 \text{ Hz} \\ \text{Couplage} \left\{ \begin{array}{c} \Gamma = 5.5\ 10^{-14}\ kg/s \\ T = 300\ mK \end{array} \right\} & \end{array} \right\} \Rightarrow Q = 150000 \\ \\ \text{Bruit de détection } S_{XX} = 11\ pm^2/\text{Hz} \end{array} \right.$$

qui nous permettent de tirer la conclusion suivante :

[28] Le facteur de couplage dépend notamment de la fréquence et de la température [61].

[29] Les variations induites sont minimes pour la raideur. Sous vide Γ change peu également, à l'air il augmente en fonction de la taille des surfaces ajoutées.

Le bruit de force de Langevin domine		Le bruit de détection est négligeable
$\sqrt{S_{F_\mathrm{L}F_\mathrm{L}}} = 0.95\ attoN/\sqrt{\mathrm{Hz}}$	»	$\sqrt{S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}}}\frac{k}{Q} = 0.02\ attoN/\sqrt{\mathrm{Hz}}$

Cet exemple montre que des efforts doivent encore être apportés sur la réduction du couplage Γ avec l'environnement. La marge de progression est en réalité plus importante que l'on pourrait croire : pour des paramètres de l'oscillateur identiques (k et m), le bruit associé au système de détection décroît encore plus vite[30].

2 La sensibilité de l'oscillateur au service de la mesure d'un gradient de force

L'utilisation de l'oscillateur harmonique pour des expériences de mesure de force tient à sa sensibilité remarquable. Dans la partie précédente nous avons présenté les progrès qu'elle apportait pour la mesure d'une force dont le spectre est concentré sur la bande passante de l'oscillateur. La force de Casimir ne dépend dans le cadre de notre étude que de la distance de séparation entre la sphère et la surface : pour bénéficier de l'extraordinaire sensibilité du microlevier, nous devons la moduler à travers ce paramètre. Différentes stratégies peuvent être imaginées pour parvenir à cette fin : elles exigent néanmoins souvent un contrôle absolu des déplacements produits. L'une d'entre elles consistent à moduler la position de la sonde de mesure : un actuateur bimorphe met en mouvement le microlevier (force d'excitation $F_e(t)$) :

$$m\ddot{x} + \Gamma\dot{x} + kx = F_e(t) + F_{Casimir}(d + x(t)) \tag{IV.40}$$

La force de Casimir se trouve désormais intégrée dans la réponse du système mécanique : le principe de mesure exposé dans la partie précédente n'est plus applicable. L'information à laquelle nous avons maintenant accès correspond au gradient de force qui perturbe la réponse du système vis à vis de la force excitatrice.

2.1 Modification de la raideur de l'oscillateur

a Energie potentielle du système mécanique

L'approche énergétique du problème met clairement en évidence l'ensemble des phénomènes auxquels est confronté un oscillateur harmonique plongé dans un champ de force conservatif. L'intégration de la relation (IV.40) permet de définir l'énergie mécanique du système :

$$E_m = \frac{1}{2}m\dot{x}^2 + \frac{1}{2}kx^2 + E_{Casimir}(d + x) \tag{IV.41}$$

$E_{Casimir}$ correspond à l'énergie[31] dont dérive la force de Casimir. Celle-ci perturbe l'énergie potentielle de l'oscillateur (Fig. IV.13) :

$$E_p = \frac{1}{2}m{\omega_0}^2x^2 + E_{Casimir}(d + x) \tag{IV.42}$$

[30] Il s'agit du cas limite de l'oscillateur harmonique non amorti dont l'amplitude croît indéfiniment, et qui dépasse systématiquement le niveau de bruit de détection. Le modèle doit intégrer ensuite les effets non linéaires associés à la déformation de la structure.

[31] Il s'agit de l'énergie de point zéro du champ électromagnétique contenue dans la cavité sphère-surface, sans la composante divergente.

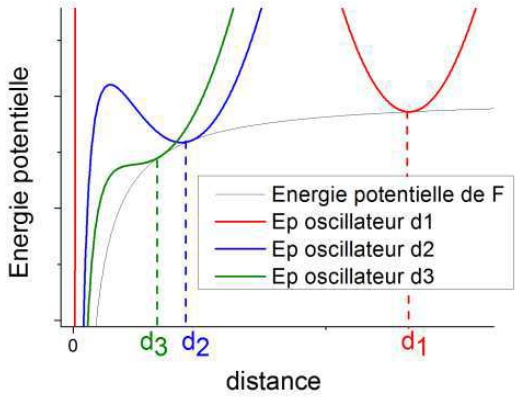


FIG. IV.13 – Energie potentielle de l'oscillateur plongé dans un champ de force
L'énergie potentielle (IV.42) de l'oscillateur mécanique est tracée pour trois positions du microlevier : d_1, d_2 et d_3.

Le puits de potentiel dans lequel oscille la masse m voit son rayon de courbure s'atténuer :

$$m{\omega_{\text{res}}}^2 = \frac{d^2E_p}{dx^2}(d) = m{\omega_0}^2 - \frac{dF}{dx}(d) \tag{IV.43}$$

La nouvelle fréquence de résonance est au final reliée au gradient de force :

$$\frac{dF}{dx}(d) = m({\omega_{\text{res}}}^2 - {\omega_0}^2) = 2k\frac{\Delta\omega}{\omega_0} + \circ\left(\frac{\Delta\omega}{\omega_0}\right) \tag{IV.44}$$

De même, à mesure que l'on se rapproche de la surface (Fig. IV.13), les termes anharmoniques de E_p vont induire des comportements non linéaires (position d2). Le saut au contact intervient quant à lui lorsque le puits de potentiel disparaît (position d3).

b Point de vue des systèmes bouclés

La relation (IV.40) est linéarisée au voisinage de la distance d :

$$m\ddot{x} + \Gamma\dot{x} + kx = F_e(t) + Gx \tag{IV.45}$$

G correspond au gradient de force.
Un nouvel oscillateur de raideur $k_{\text{eff}} = k - G$ et de fonction réponse H_G peut être défini. Il est possible de relier simplement les réponses mécaniques des systèmes perturbé et non perturbé : sur la figure IV.14 l'oscillateur mécanique de raideur k est intégré dans une boucle de rétroaction qui traduit schématiquement la relation (IV.45).

$$H_G(\omega) = \frac{H_0(\omega)}{1 - GH_0(\omega)} \tag{IV.46}$$

qui accepte le développement en série :

$$H_G(\omega) = H_0\sum_{n=0}^{+\infty}(H_0(\omega)G)^n \tag{IV.47}$$

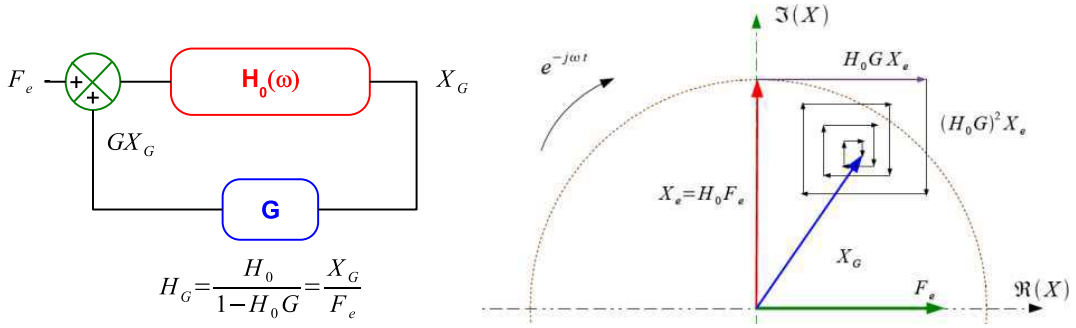


FIG. IV.14 – L'oscillateur intégré dans une boucle de rétroaction : H_G
Le vecteur complexe X_G se déduit de $X_e = H_0F_e$ à travers la décomposition en série (IV.47) qui décrit une spirale dans le plan complexe.

Le domaine de convergence, $|H_0G| < 1$, est cependant plus petit que le domaine de définition de H_G : $G < k$. Dans le plan de Fresnel (Fig. IV.14), cette série décrit une spirale qui converge vers $H_G(\omega)$. Cette décomposition n'est plus adaptée si $|H_0G| > 1$: la spirale diverge.

2.2 Limite de résolution du gradient de force

De la précision de la mesure de fréquence de résonance dépend la résolution en gradient de force de l'appareil. Il s'agit donc maintenant de localiser les paramètres de l'ensemble du système qui limitent l'évaluation de ω_{res}. Une description du bruit de phase ou de fréquence d'un oscillateur est présentée dans [66, 63]. Dans cette partie, nous proposons une approche complémentaire qui met le bruit de position au cœur du problème. Cette étude a pour principaux objectifs l'optimisation du niveau de comparaison théorie-expérience et l'élargissement de la plage de mesure.

a Perturbation de la mesure de fréquence de résonance

L'évaluation de la fréquence de résonance ω_{res} d'un l'oscillateur nécessite la mise en place d'une expérience qui s'appuie sur des critères expérimentaux précis. Dans notre montage, la fréquence d'excitation de l'actuateur bimorphe est ajustée de manière à instaurer un déphasage de $\frac{\pi}{2}$ entre la force excitatrice et la réponse mécanique : cette condition a lieu exclusivement à la résonance. La position x de l'oscillateur constitue le signal utile qui permet d'atteindre cet objectif. Celui-ci est analysé par un dispositif électronique que l'on considérera parfait : *ie* il ne peut dégrader le résultat final. De même, la force excitatrice est purement sinusoïdale.

L'oscillateur suit le mouvement :

$$x(t) = x_e cos\left(\omega_{\text{res}}t - \frac{\pi}{2}\right) + x_b(t) \tag{IV.48}$$

Le premier terme est produit par la force excitatrice $F = F_e cos(\omega_{\text{res}}t)$ et le second correspond au bruit de position étudié dans la section IV.1.2. La représentation de la position de l'oscillateur dans le plan de Fresnel se révèle extrêmement efficace pour analyser le problème (Fig. IV.15). On définit le vecteur complexe $X(t)$:

$$X(t) = X_e e^{-\jmath\omega_{\text{res}}t} + x_b \tag{IV.49}$$

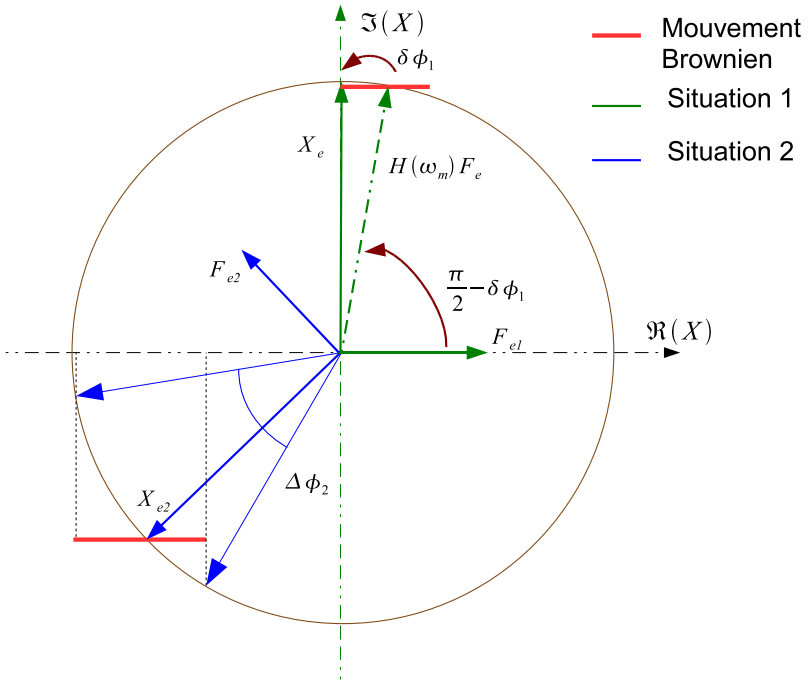


FIG. IV.15 – Plan de Fresnel

L'extension du mouvement brownien dans le plan complexe détermine la dispersion en phase $\Delta\phi$ des rayons vecteurs qui pointent sur le cercle d'amplitude $|X_e|$. (1) La situation 1 illustre les explications du paragraphe b : l'expérimentateur ajuste la fréquence d'excitation à ω_m voisin de ω_e. Il mesure un déphasage de $\frac{\pi}{2}$ au lieu de $\frac{\pi}{2} - \delta\phi$ en raison du bruit de position représenté par une barre rouge sur le graphe. (2) La situation 2 représente la dispersion de la mesure lorsque le système est sollicité exactement à sa fréquence de résonance. Seule la partie réelle des vecteurs complexes, ie leur projection sur l'axe x a une signification physique.

où $X_e = \jmath x_e$.
Les interprétations physiques peuvent être extraites à chaque instant en sélectionnant la partie réelle de X :

$$x(t) = \Re(X(t)) \tag{IV.50}$$

Le raisonnement qui suit a pour objectif d'établir l'expression de l'incertitude sur l'évaluation de la fréquence de résonance en fonction du bruit de position. L'expérimentateur valide sa mesure de fréquence de résonance lorsque $X(t)$ est exactement déphasée de $\frac{\pi}{2}$ par rapport à F_e. Il obtient ainsi une estimation ω_m qui se distingue de la valeur vraie ω_{res} selon (Fig. IV.15) :

$$\omega_{res} = \omega_m + \delta\omega_m \tag{IV.51}$$

Les résultats du tirage de la variable aléatoire $X(t)$ se distribuent sur un segment parallèle à l'axe réel selon une loi gaussienne centrée sur $H(\omega_m)F_e$ et d'écart type :

$$\sigma^2 =< {x_b}^2 > \tag{IV.52}$$

La mesure s'interprète en terme de perturbation de phase, qui génère un mauvais ajustement de la fréquence d'excitation de la sonde : dans ce point de vue, le déphasage réel s'élève à

$\frac{\pi}{2} - \delta\phi$ et correspond à la phase de $H(\omega_\mathrm{m})$. On définit formellement le vecteur $X_{\delta\phi}(t)$ situé sur le cercle de rayon X_e :

$$X_{\delta\phi}(t) = (H(\omega_\mathrm{m})F_\mathrm{e})\, e^{-\jmath(\omega_\mathrm{m}t+\delta\phi)} = X_\mathrm{e} \tag{IV.53}$$

Il est relié au vecteur complexe qui décrit la position de l'oscillateur en terme de bruit, de sorte que :

$$\Re(X_{\delta\phi}(t)) = \Re(X(t)) = x(t) \tag{IV.54}$$

avec

$$X(t) = H(\omega_\mathrm{m})F_\mathrm{e}e^{-\jmath\omega_\mathrm{m}t} + x_\mathrm{b} \tag{IV.55}$$

Ces relations permettent d'établir l'écart de phase δ_ϕ en fonction du bruit de position. La figure IV.15 montre que la dispersion de phase est minimum si la mesure est réalisée lorsque $|F_e|$ passe par un maximum ($\omega t = 0\ [T/2]$). Nous nous intéressons à ce cas de figure[32].
au voisinage de la fréquence de résonance, nous obtenons au premier ordre en δ_ϕ :

$$H(\omega_\mathrm{m})F_\mathrm{e} = H(\omega_\mathrm{e})e^{-\jmath\delta_\phi}F_\mathrm{e} = X_\mathrm{e}e^{-\jmath\delta_\phi} \tag{IV.56}$$

Au premier ordre en $x_\mathrm{b}/X_\mathrm{e}$ avec l'aide de (IV.56), nous développons l'égalité (IV.54) :

$$\Re(H(\omega_\mathrm{e})e^{-\jmath\delta_\phi}F_\mathrm{e}) \approx \Re(H(\omega_\mathrm{e})F_\mathrm{e} + x_\mathrm{b})$$

$$\Re(X_\mathrm{e}) \approx \Re(X_\mathrm{e}e^{-\jmath\delta\phi} + x_\mathrm{b}) = 0$$

Puisque X_e est imaginaire pur. finalement,

$$\delta\phi = -\frac{x_\mathrm{b}}{|X_\mathrm{e}|} \tag{IV.57}$$

Pour résumer, le bruit de position génère un bruit de phase qui biaise l'ajustement de la fréquence d'excitation de $\delta\omega_\mathrm{m}$. Le retard réel s'élève à : $\pi/2 - \delta\phi$. A partir de la fonction réponse[33] $H(\omega)$ l'écart à la fréquence de résonance peut être estimé :

$$\delta\omega_\mathrm{m} = \frac{\gamma}{2}\delta\phi \tag{IV.58}$$

Avec l'aide de la relation (IV.44), on exprime enfin l'incertitude de mesure sur le gradient de force :

$$\delta\left(\frac{dF}{dx}\right) = \frac{k}{Q}\frac{x_\mathrm{b}}{|X_\mathrm{e}|} = \frac{\Delta F}{|X_\mathrm{e}|} \tag{IV.59}$$

qui suggère également l'introduction d'une densité spectrale effective de bruit de gradient de force reliée au spectre[34] de bruit de force effectif S_{FF} [Eq. (IV.38)], pour définir l'écart type de la mesure :

$$S_{GG} = \frac{S_{FF}}{|X_\mathrm{e}|^2} \tag{IV.60}$$

Il est possible de donner un sens physique à cette relation : l'oscillateur libre est sensible à la modulation de la force de Casimir $X_\mathrm{e}F'(d)$ dès que cette dernière dépasse le seuil de détection.

La résolution S_{GG} de l'appareil est gouvernée par :

[32] Il est possible de réaliser le calcul en suivant les opérations menées par un comparateur de phase : une multiplication par F_e puis un filtrage qui donnent au final le même résultat que le raisonnement décrit ici.
[33] La relation (IV.56) peut également être développée au premier ordre en $\delta\omega_\mathrm{m}$ et δ_ϕ.
[34] En pratique, le spectre est filtré par la détection synchrone ou la boucle à verrouillage de phase.

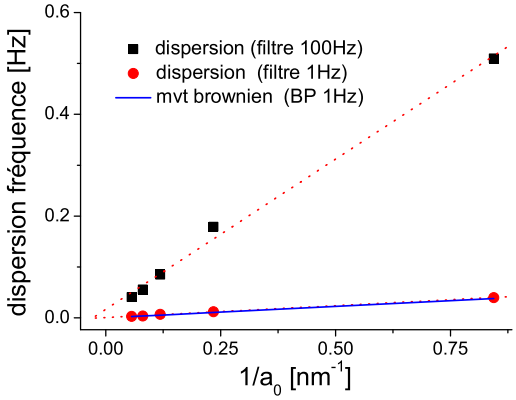


FIG. IV.16 – bruit de fréquence

Deux séries de mesure de fréquence sont réalisées avec des filtres de 1 Hz *et* 100 Hz *: leurs dispersions présentées sur le graphe sont inversement proportionnelles à l'amplitude d'oscillation. La courbe bleue correspond à la limite calculée sur la base du bruit de position générée par le mouvement brownien : il s'élève à* 16 pm^2/Hz, *avec une largeur de* $\gamma' = 15.5$ Hz. *Le bruit de fréquence est donnée au voisinage immédiat de la fréquence de résonance par :* $S_{ff} = S_{XX}\gamma^2/(4a_0^2)$ (m^2/Hz).

- La résolution en force S_{FF} : les conclusions de la section précédente peuvent être reprises.
- L'amplitude de travail X_e de l'oscillateur : son augmentation peut être avantageuse. Cependant nous devons prendre garde aux termes anharmoniques du potentiel.

Les perspectives de résolution paraissent sans limites pour des distances de séparation sphère-surface croissantes, pour lesquelles les phénomènes de non linéarité ont peu de chances de se manifester. La limite se situe en pratique du coté du dispositif d'analyse de la fréquence : par exemple le comparateur de phase pour ne citer que lui. Son niveau de détection doit vérifier :

$$\Delta\phi_c < \frac{x_\mathrm{b}}{|X_\mathrm{e}|} \tag{IV.61}$$

Il se situe généralement autour du centième de degré. Compte tenu du niveau de bruit (quelques dizaines $pm/\sqrt{\mathrm{Hz}}$) et des filtres passe bas utilisés (≈ 1 Hz), une amplitude de 10 nm semble être un bon compromis pour une utilisation courante. Le paramètre de contrôle X_e doit cependant être optimisé selon les régions explorées :

1. Courte distance : L'intensité du signal et les risques de non linéarité suggèrent de le diminuer.
2. Longue distance : l'amplitude doit au contraire être augmentée jusqu'à atteindre la limite du dispositif d'analyse.

b Limite de perturbation d'un gradient de force

Le raisonnement de la partie précédente fait appel à la définition d'un bruit de phase puis d'un bruit de fréquence à laquelle on attribue ensuite une incertitude de gradient de force. Ces étapes de calcul intermédiaires ne sont en réalité pas nécessaires : elles permettent

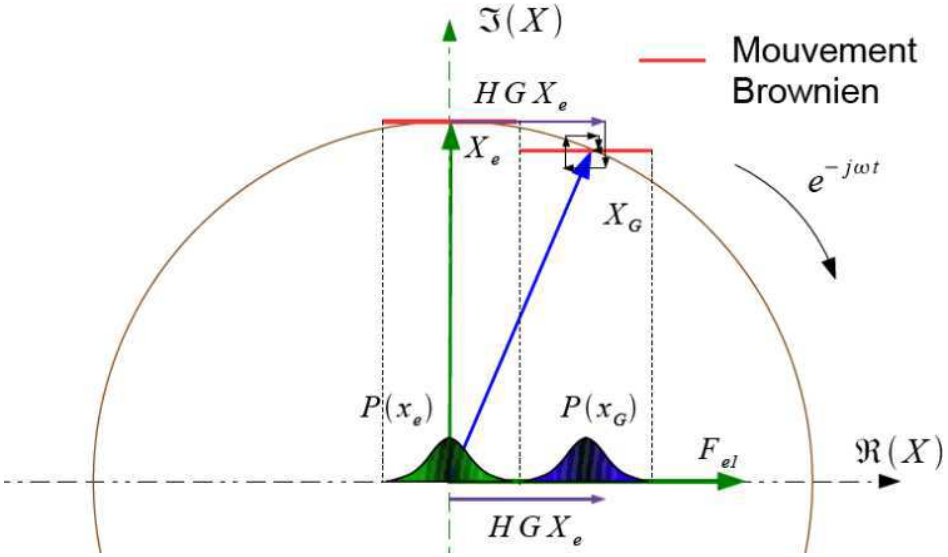


FIG. IV.17 – Distribution de probabilité $P(x_G)$

L'oscillateur est soumis à une force excitatrice F_e de fréquence ω_{res} fixe. Le gradient de force G induit une modification de la réponse H qui au premier ordre en G/k se réduit à HGX_{e} (dans cet exemple $G > 0$). G est physiquement discernable dès que la distribution de probabilité $P(x_G)$ projetée sur l'axe réel se détache de celle de x : la mesure est favorable lorsque $\Re(F_e(t))$ passe par un maximum.

néanmoins d'établir un lien pratique avec les observables de l'expérience. Le problème peut être reformulé en ces termes : quel est le plus petit gradient de force capable d'apporter une perturbation observable sur le système ? Pour répondre à cette question il suffit simplement d'étudier les fonctions de distributions de probabilité de la variable aléatoire x en l'absence et en présence de la perturbation. Dans le plan de Fresnel (Fig. IV.17) la position complexe X_G de l'oscillateur soumis au gradient G peut se déduire de X par l'intermédiaire de la série :

$$X_G = X_{\text{e}} + \sum_{n=1}^{+\infty} \left(H_0(\omega_{\text{res}})\, G\right)^n X_{\text{e}} \tag{IV.62}$$

Pour un gradient de force G à la limite de résolution, on ne retient que le premier terme de la spirale :

$$X_G \approx X_{\text{e}} + H_0(\omega_{\text{res}}) G X_{\text{e}} = X_{\text{e}} + \jmath Q \frac{G}{k} X_{\text{e}} \tag{IV.63}$$

Physiquement il est possible de discerner le gradient de force G lorsque les distributions de probabilité des parties réelles de X et X_G sont disjointes :

$$\frac{QG}{k} |X_{\text{e}}| < \Delta x \tag{IV.64}$$

$$G < \frac{k\Delta x}{QX_{\text{e}}} = \frac{\Delta F}{|X_{\text{e}}|} \tag{IV.65}$$

Nous retrouvons ainsi très simplement le résultat (IV.59).

3 Contraintes expérimentales sur la mesure d'un gradient de force

Lors du balayage d'une courbe de force, le signal de mesure peut être paramétré par le temps t. Il se décompose selon :

$$s(t) = F_{\mathrm{L}}(t) + \frac{dF}{dx}(d(t)) \tag{IV.66}$$

La force de Langevin possède des propriétés statistiques stationnaires : elle peut être atténuée avec l'aide d'un filtre. Le second terme dépend du temps à travers les déplacements produits par l'expérimentateur et la dérive en position de l'appareil : cette dernière constitue l'origine des difficultés décrites dans cette partie. Expérimentalement deux stratégies de mesure peuvent être envisagées :

- La première, adoptée par exemple par le groupe de Mohideen, consiste à moyenner un grand nombre d'acquisitions de courbes de force pour affiner la précision. Le positionnement des courbes les unes par rapport aux autres est assuré par la mise en contact de la microsphère avec la surface de l'échantillon.
- En ce qui nous concerne, nous nous interdisons d'amener la sonde de force au contact avec l'échantillon afin de préserver leur état de surface. L'incertitude sur le positionnement peut mettre à défaut l'intérêt de la méthode précédente. La mesure d'une courbe de gradient de force résulte d'un seul cycle d'approche retrait : un filtre passe bas permet de réduire l'incertitude produite par le bain thermique F_{L}, cependant un mauvais choix de sa constante de temps d'intégration peut induire une déformation de la composante utile du signal.

La solution optimale se compose certainement d'un mélange de ces deux méthodes : elle exige la mise en place d'une procédure systématique de mesure couplée à un contrôle précis du positionnement de la sonde.

3.1 Un compromis dans le choix des paramètres expérimentaux

Les conditions de mesure d'une courbe de gradient de force $F'(x)$ requièrent beaucoup d'attention : la qualité des résultats reposent en grande partie sur le choix des paramètres qui les définissent. Dans la section IV.2.2 nous avons déjà discuté de l'influence de l'amplitude X_{e} des oscillations : selon la brutalité des variations du gradient, il peut être intéressant de la modifier. Le problème comporte également différents temps caractéristiques :

1. Le temps de réponse τ_{m} de la méthode de mesure qui fait l'objet de la section IV.3.2. Le choix d'une technique d'imagerie AFM repose en partie sur ce paramètre : le mode FM AFM (Frequency Modulation) [57] se distingue sous vide du mode AM AFM (Amplitude Modulation) par un temps de réponse largement inférieur.

2. Le temps $\tau_B = 1/B$ sur lequel le signal est moyenné. B est la bande passante de la mesure.

3. L'échelle de temps τ_v sur laquelle le gradient de force varie : elle dépend de la vitesse de balayage de la sonde par rapport à la surface de l'échantillon et du taux de variation du gradient de force. τ_v n'est pas un paramètre fixe du problème : il dépend fortement de la région de gradient de force explorée.

4. L'échelle de temps τ_S sur laquelle le système est stable : celui-ci constitue la borne supérieure du temps nécessaire pour réaliser une acquisition complète. Les variations de température sont responsables d'une part de la dérive en position des deux surfaces en interaction, d'autre part d'une dérive de la fréquence de résonance de l'oscillateur. La raideur k présente en effet une dépendance vis à vis de la température à travers le module d'Young. Ce problème se manifeste essentiellement à longue distance pour des mesures de faibles gradients de force. Inversement la dérive en position est plus gênante à courte distance lorsque le gradient de force varie brusquement.

Ces différentes échelles de temps doivent vérifier la relation d'ordre :

$$\tau_m < \tau_B << \tau_v << \tau_S \tag{IV.67}$$

Selon les caractéristiques de la courbe de gradient de force que l'on désire acquérir, différents choix pourront être validés :

- A courte distance, nous pouvons renoncer à un bon niveau de résolution : τ_B peut être abaissé. La vitesse de balayage peut ensuite être réajustée pour retrouver la relation (IV.67).
- A longue distance, le gradient de force varie lentement : la vitesse de balayage ou le temps de mesure τ_B peuvent être augmentés.

La prise en compte de l'ensemble de ces contraintes constitue une part non négligeable des difficultés expérimentales auxquelles nous devons faire face lors de l'acquisition d'une courbe de gradient de force. Le contrôle et l'évaluation de la distance sonde-échantillon représentent quant à eux les problèmes complémentaires.

En ce qui concerne le temps de lissage τ_B, il peut être largement réduit : une amélioration de la résolution du signal peut être en effet obtenue par un traitement post expérimental des données. Pour ce faire, le temps d'échantillonnage du convertisseur analogique numérique doit être fixé approximativement à τ_m. Un filtrage numérique des données est ensuite réalisé : le choix de la constante de temps est en général plus aisé, le signal est quant à lui préservé de toutes déformations irréversibles.

3.2 Temps de réponse

Dans cette section nous revenons sur le temps de mesure τ_m qui constitue la limite basse de l'ensemble des temps caractéristiques présentés précédemment. Il s'agit de déterminer si celui-ci est intrinsèquement lié à l'oscillateur utilisé ou s'il dépend de la méthode de mesure employée.

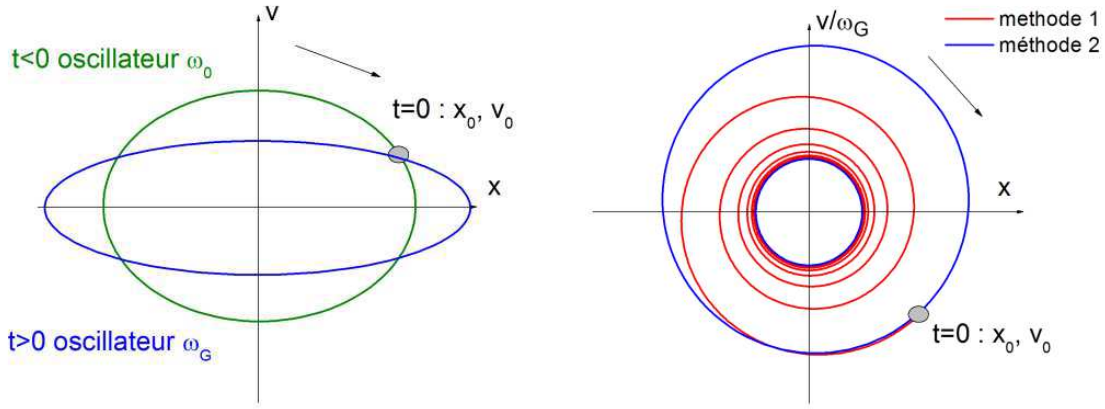
L'évaluation d'un gradient de force se ramène à la détermination de la fréquence de résonance d'un oscillateur : une expérience doit par conséquent être mise en place pour exprimer cette caractéristique du système mécanique. Nous définissons le temps de réponse τ_m de cette expérience comme le temps nécessaire pour valider la mesure de la fréquence ω_{res} et par suite du gradient. Considérons le problème suivant dans lequel l'oscillateur est soumis à l'instant $t = 0$ à un échelon[35] de gradient de force G. Pour $t > 0$ le nouvel oscillateur de raideur $k_{\text{eff}} = k - G$ possède une trajectoire dans le plan de phase qui est entièrement déterminée par :

[35]En pratique, une force extérieure F_{ext} s'exerce sur le système à $t = 0$: nous supposons $F_{ext} = Gx$. Une force statique nous obligerait à redéfinir une nouvelle position d'équilibre qui ne peut être atteinte qu'au bout du temps de relaxation τ_r.

– la nouvelle fonction réponse h_G.
– les conditions initiales $(x(0); \dot{x}(0))$. La position et la vitesse sont continues à $t = 0$, seule l'accélération présente une variation brutale modélisée ici par une fonction de Heaviside.
– la force excitatrice $F_e(t)$ qui la pilote : en pratique il s'agit du paramètre de contrôle de l'expérimentateur.

La trajectoire est définie implicitement à tout instant à travers :

$$m\ddot{x} + \gamma m\dot{x} + (k + \Theta(t)G)x = F_e(t) \tag{IV.68}$$



(a) Trajectoire de l'oscillateur libre

(b) Trajectoire de l'oscillateur amorti excité à une fréquence fixe

FIG. IV.18 – Trajectoires de l'oscillateur dans le plan de phase

(a) : Trajectoires des oscillateurs libres non amortis de fréquence ω_0 et ω_G avant et après la mise en place du gradient de force G : elles sont reliées par la position (x_0,v_0) du système à t=0. (b) : Trajectoires de l'oscillateur amorti de fréquence ω_G pour $t > 0$. Dans la méthode 1, la force F_e de fréquence ω_0 conduit le système vers son cycle asymptotique sur un temps τ_r (il s'agit d'une ellipse de rapport d'axe ω_0 et d'amplitude fixée par $H_G(\omega_0)$). Dans la méthode 2, la force excitatrice F_e aiguille l'oscillateur sur une trajectoire d'énergie mécanique constante : le système oscille ensuite à sa fréquence de résonance ω_G. la durée du régime transitoire dépend entre autres du pilotage de F_e.

Une première méthode de mesure consiste à conserver l'amplitude et la fréquence de la force F_e : le système relaxe au bout du temps caractéristique τ_r qui s'identifie ainsi au temps de réponse de la mesure. La trajectoire tend asymptotiquement vers un nouveau cycle fermé qui ne dépend pas des conditions initiales mais de H_G la nouvelle fonction réponse de l'oscillateur et de F_e : H_G permet de déterminer[36] le gradient G. En pratique G est relié au déplacement de phase de la position x. Sous vide les temps de relaxation des microleviers utilisés approchent la seconde, la bande passante de mesure est considérablement réduite, ce qui impose une limite supérieure sur la vitesse de balayage de la distance sphère surface, qui détermine le taux de variation du gradient de force. Cette limite se heurte également à la contrainte imposée par la dérive en position qui exige au contraire une vitesse de balayage élevée. Le problème du choix

[36]Durant le régime transitoire, l'analyse est plus complexe.

de ce paramètre se pose en particulier à courte distance dans une région où les variations du gradient de force sont susceptibles d'être importantes.

Pour réduire le temps de réponse de la mesure, il peut être judicieux de rapprocher le cycle asymptotique des conditions initiales dans le plan de phase : celui-ci permet dans le même esprit que la méthode précédente une détermination simple de la nouvelle fréquence de résonance. Le cas de l'oscillateur libre non amorti est particulièrement instructif : il oscille en permanence à sa fréquence de résonance.

- Pour $t < 0$ il décrit une ellipse de rapport d'axe ω_0.
- Pour $t > 0$ il se situe à tout moment sur le cycle asymptotique : une ellipse de rapport d'axe ω_G et qui intercepte la position de l'oscillateur à $t = 0$.

Ceci signifie qu'en principe le temps de réponse est fixé par l'appareil de mesure de fréquence et non l'oscillateur : quelques périodes d'oscillation peuvent cependant être nécessaires. Le temps de réponse peut ainsi être bien inférieur au temps précédent τ_r. Le cas de l'oscillateur amorti qui nous concerne n'est pas si éloigné de cet exemple : lorsque celui-ci est excité à sa fréquence de résonance, la force excitatrice s'oppose à la force dissipative en régime permanent : $F_e(t) = \gamma m\dot{x}(t)$. L'évolution du système est identique à celui de l'oscillateur non amorti. Le problème se pose lorsque la perturbation apparaît à $t = 0$: l'expérimentateur peut agir sur le système à travers F_e qui pilote la trajectoire de l'oscillateur dans le plan de phase. Parmi les chemins qu'il peut induire celui qui maintient l'énergie mécanique[37] E_m constante est intéressant. Il s'agit rigoureusement de la trajectoire produite par :

$$F_e = \gamma m v(t) \tag{IV.69}$$

ce qui signifie qu'à tout instant l'oscillateur suit le même mouvement que l'oscillateur libre non amorti de même énergie. En principe il est possible de converger très rapidement en suivant ce chemin vers la trajectoire asymptotique. D'un point de vue technique, cette condition est délicate à réaliser. Une PLL assure une excitation déphasée de $\pi/2$ par rapport à la position x : F_e se trouve approximativement en phase avec la vitesse v et la condition (IV.69) est quasiment satisfaite. L'oscillateur atteint rapidement la trajectoire associée à sa fréquence de résonance : une ellipse de rapport d'axe ω_G, d' amplitude $X = \Re(H_G(\omega_G)F_e)$, $V = -\Re(\jmath\omega_G X)$.

4 Contrôle du mouvement brownien de la sonde

Dans cette partie nous présentons une méthode de réduction du mouvement brownien d'un oscillateur. Elle consiste à modifier la réponse mécanique par l'introduction d'une force visqueuse produite par un système de contrôle extérieur : l'équilibre fixé par le théorème fluctuation dissipation est brisé, la dispersion en position est atténuée. En ce qui concerne notre problématique, cette expérience démontre la sensibilité de la sonde à des forces plus faibles que celles produites par le bain thermique pour assurer une nouvelle distribution du bruit de position. Toutefois il ressort de cette étude que la résolution en force de la sonde est préservée : cette méthode n'apporte fondamentalement aucun progrès sur ce point.

La technique de friction froide a déjà fait l'objet de nombreux travaux scientifiques [67, 68, 69]. Le refroidissement actif de modes de vibrations de miroir peut améliorer de manière appréciable la précision en position de détecteurs interférométriques, et pourrait être utilisé

[37] Définie à $t = 0^+$: $E_m = \frac{1}{2}m\dot{x}^2(0) + \frac{1}{2}(k - G)x^2(0)$

avantageusement dans de grands instruments tel que VIRGO [70, 71]. Aujourd'hui cette méthode constitue une voie possible pour l'observation du régime quantique d'un oscillateur mécanique [72, 73, 52, 74, 75] : combinée à des techniques de cryogénie traditionnelle, elle a la capacité d'amener un oscillateur au MegaHertz dans son état fondamental. L'amplitude des fluctuations de position est dans ce contexte compatible avec la résolution des meilleurs interféromètres optiques ($10^{-21}\ m/\sqrt{\mathrm{Hz}}$). Un tel niveau de détection est nécessaire afin d'assurer l'efficacité du processus de refroidissement de la friction froide : dans cette partie nous montrons expérimentalement l'existence d'une température limite imposée par le détecteur. Cependant une fois ce problème levé, il apparaît une autre difficulté : l'effet d'action en retour du dispositif interférométrique. Les fluctuations quantiques de pression de radiation constituent une nouvelle source de bruit de force corrélée au signal de position à travers la phase du faisceau optique.

La friction froide constitue de même un outil qui pourrait être avantageusement intégré dans des nanosystèmes mécaniques (NEMS) exigeant un contrôle subnanométrique de leurs éléments mobiles. Les futurs composants optomécaniques, les dispositifs de nanomanipulation de molécules appartiennent à des champs de recherche en cours de développement [76, 77] : la possibilité d'agir sur leur réponse mécanique et par suite sur leur mouvement brownien n'est probablement pas sans intérêt.

4.1 Mouvement brownien et bruit de force

Au voisinage de la fréquence de résonance, l'oscillateur présente une résolution en force intéressante : elle est limitée dans le cas de notre montage par le couplage avec le bain thermique. La notion de bruit est subjective : nous pouvons nous demander quelle est la plus petite force mesurable par l'oscillateur. Tout déplacement supérieur au bruit de détection résulte physiquement d'une force : la force de Langevin correspond bien à une action réelle sur le système test. Dans ce point de vue, la plus petite force discernable par l'appareil est définie par le bruit de détection :

$$S_{FF} = \frac{k^2}{Q^2} S_{X_\mathrm{d} X_\mathrm{d}} \tag{IV.70}$$

Compte tenu des caractéristiques[38] des sondes habituellement utilisées sous vide, S_{FF} est voisin de $0.3\ fN^2/\mathrm{Hz}$.

Une réalisation de la force de Langevin se superpose à la force utile F_u générée par le processus physique étudié : l'effet Casimir. Le résultat de la mesure est indépendant de l'instrument utilisé pour l'obtenir :

$$F_m = F_u + F_\mathrm{L} \tag{IV.71}$$

Expérimentalement seule la force F_m est accessible. La précision de la mesure sur F_u repose donc sur l'intensité de la force parasite F_L. Il ne semble pas possible de l'isoler du reste du signal comme nous l'avions fait par exemple pour la réduction du bruit de détection sur l'interféromètre à fibre optique : le couplage avec l'oscillateur implique un nombre trop important de canaux. Nous définissons le rapport signal sur bruit $R_{S/B}$, où B est la bande passante :

$$R_{S/B} = \frac{F_u}{\sqrt{B S_{F_\mathrm{L} F_\mathrm{L}}(\omega)}} \tag{IV.72}$$

[38] $k \approx 1\ N/m$, $Q \approx 1000$, $S_{X_\mathrm{d} X_\mathrm{d}} = 0.3\ pm^2/\mathrm{Hz}$

La réduction des fluctuations F_{L} permet d'améliorer ce rapport : la bande passante B peut être diminuée, et $S_{F_{\mathrm{L}}F_{\mathrm{L}}}$ peut être réduite en suivant les recommandations de la section IV.1.3. L'appareil est malheureusement incapable de distinguer les deux composantes du signal : l'amélioration du rapport signal sur bruit ne peut se faire par conséquent qu'en amont de l'oscillateur et non directement sur lui.

Dans cette partie nous montrons qu'il est possible d'agir sur le mouvement brownien de l'oscillateur en modifiant sa réponse mécanique : la technique employée ne s'attaque cependant pas à la source du problème, le bruit de force de Langevin qui noie le signal d'intérêt.

4.2 Amortissement froid de l'oscillateur

a Description du dispositif

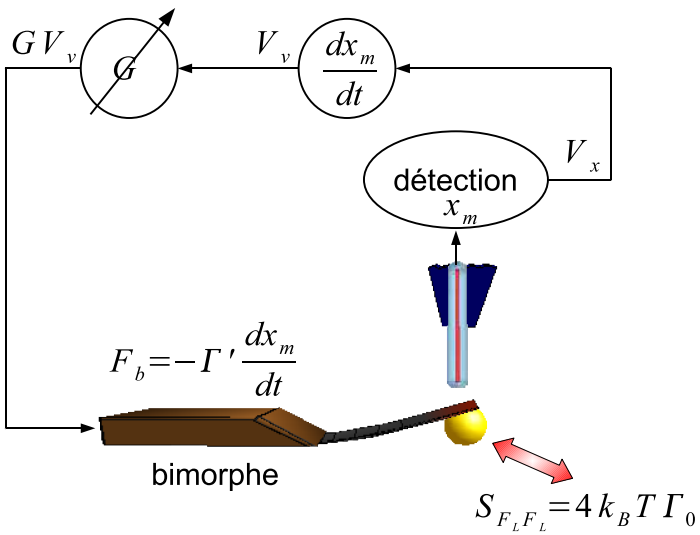


FIG. IV.19 – Application d'une force d'amortissement

Le signal de position x subit une opération de dérivation réalisée par un régulateur PID de bande passante 100 kHz. *Un amplificateur de tension de gain G est installé en amont de l'actuateur : il s'agit soit d'un excitateur piézoélectrique de type bimorphe, soit d'une actuation électrostatique.*

Une boucle de rétroaction (Fig. IV.19) assure le calcul et l'application d'une force proportionnelle à la vitesse sur l'oscillateur. Pour ce faire, l'interféromètre à fibre optique fournit le signal de position de la sonde $V_x(t) = x(t)/\alpha$ à un dérivateur :

$$V_v(t) = \dot{V}_x(t) = \frac{\dot{x}(t)}{\alpha} \tag{IV.73}$$

Un actuateur produit ensuite la force d'amortissement :

$$F_v = -\beta V_v(t) = -\frac{\beta}{\alpha} v = -\Gamma' v \tag{IV.74}$$

Dans la boucle de rétroaction un amplificateur de tension de gain G permet d'ajuster l'intensité et le signe du coefficient d'amortissement $\Gamma' \propto G$: il s'agit du paramètre de contrôle de l'expérience.

L'oscillateur est au final soumis à la force visqueuse :

$$F_{visqueuse} = -\Gamma_{\text{eff}} v = -(\Gamma_0 + \Gamma')v \tag{IV.75}$$

La nouvelle réponse mécanique se déduit de la précédente en substituant Γ_{eff} à Γ_0 : le profil de $|H'(\omega)|^2$ est toujours lorentzien, sa largeur à mi hauteur γ_{eff} est à présent modulable.

$$|H'(\omega)|^2 = \frac{1}{k^2} \frac{{\omega_0}^2}{4(\omega^2 - {\omega_0}^2) + (\gamma_0 + \gamma')^2} \tag{IV.76}$$

avec $\Gamma' = m\gamma'$ et $\Gamma_0 = m\gamma_0$.
La figure IV.20 présente deux réponses mécaniques d'un microlevier lorsque la méthode de friction froide est activée : elles sont en accord avec le modèle (IV.76).

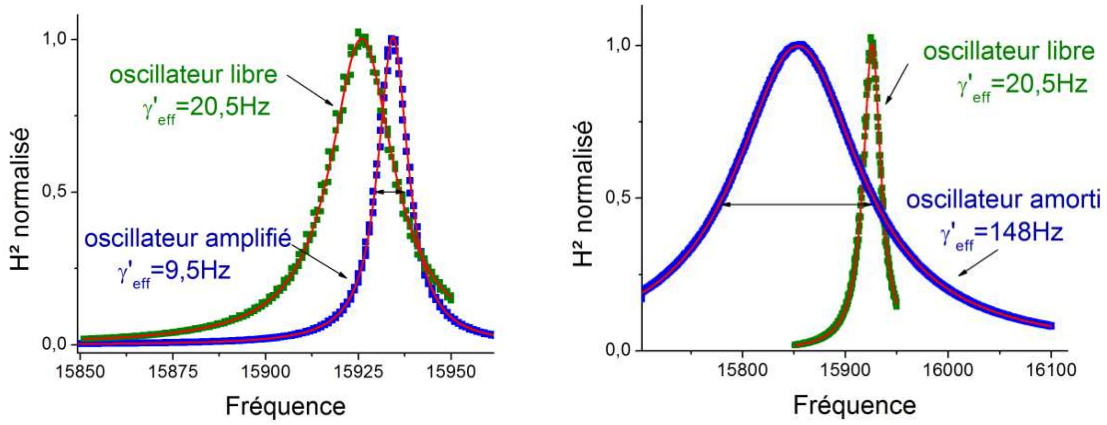


FIG. IV.20 – Modification de la réponse mécanique $|H(\omega)|^2$

Le système mis en place permet d'augmenter ou de diminuer le facteur de qualité de l'oscillateur. Les deux graphes présentent les réponses du microlevier pour deux facteurs d'amortissement Γ' de signes opposés. Les courbes en trait continu correspondent à des ajustements par des pics lorentziens. Le décalage des pics s'explique par l'introduction d'une force élastique $F = k'x$: la composante proportionnelle du régulateur PID était en effet active durant les mesures.

b Génération d'une force visqueuse

Deux techniques d'actuation ont été mises en œuvre dans le montage expérimental :

– *Le couplage capacitif.* La microsphère et la surface d'un échantillon constituent les armatures d'une capacité $C(d)$. L'opérateur peut exercer sur l'oscillateur une force électrostatique en contrôlant la polarisation de la sphère $V_{\text{op}} = V_0 + V_v$ (V_0 est fixe) :

$$F_{elec} = \frac{1}{2} C'(d) {V_{\text{op}}}^2 = \frac{1}{2} C'(d)({V_0}^2 + 2V_0 V_v + {V_v}^2) \tag{IV.77}$$

Le premier terme correspond à une force constante, le second produit la force désirée, le troisième quant à lui peut être négligé par rapport au précédent si la constante de polarisation V_0 est suffisamment élevée par rapport à la tension V_v appliquée : la réduction

de la distance de travail permet d'ajuster le couplage $C'(d)$ afin d'augmenter le seuil d'apparition des effets non linéaires.

– *L'excitation mécanique.* Le bimorphe exerce sur l'oscillateur la force F_b qui dépend directement de ses vibrations x_b par l'intermédiaire de la force élastique F_e :

$$F_e = -k(x - x_\mathrm{b}) = -kx + F_b \tag{IV.78}$$

$$F_b = kx_\mathrm{b} \tag{IV.79}$$

Dans cette approche l'influence de l'oscillateur sur le mouvement de la base x_b est complètement négligée suite à leur différence de masse. Nous avons ainsi au voisinage de la résonance ω_0 du microlevier $x_\mathrm{b} = \beta(\omega_0)V_v$.

4.3 Action sur le mouvement brownien

L'amortissement s'exerce également sur les fluctuations de position générées par la force de Langevin. La force appliquée par l'expérimentateur $-\Gamma' v$ est à comparer avec la force du bain thermique dont l'ordre de grandeur est donné par $f_\mathrm{L} \approx \Gamma_0 v$. L'oscillateur se montre sensible à une force dont l'intensité est plus faible que le seuil de résolution de l'appareil[39]. Il est ainsi possible de contrôler le mouvement brownien de la sonde. Dans la section IV.4.4 nous reviendrons cependant sur la limite induite par le bruit de détection.

a Couplage avec le bain thermique

L'action de l'environnement sur l'oscillateur n'est pas modifiée[40] par l'introduction de cette nouvelle force. La relation qui lie la densité spectrale de bruit de force de Langevin avec le coefficient de friction Γ_0 est à chaque instant vérifiée :

$$S_{F_\mathrm{L}F_\mathrm{L}} = 4k_\mathrm{B}T\Gamma_0 \tag{IV.80}$$

La température du réservoir T et le coefficient de couplage Γ_0 sont les seuls paramètres du problème qui caractérisent à tout moment l'action de l'environnement sur le système mécanique.

b Réduction du mouvement brownien

La force visqueuse produite par l'opérateur se détache du modèle de Langevin car elle n'est pas accompagnée d'une force fluctuante : on s'attend à une modification du bruit de position. La densité spectrale de bruit de position mécanique s'établit à :

$$S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}} = |H'(\omega)|^2 S_{F_\mathrm{L}F_\mathrm{L}} = \frac{1}{k^2}\frac{{\omega_0}^2}{4(\omega^2 - {\omega_0}^2) + (\gamma_0 + \gamma')^2} 4k_\mathrm{B}Tm\gamma_0 \tag{IV.81}$$

Le calcul de la dispersion de l'oscillateur est immédiat :

$$< x^2 >= \frac{1}{2\pi}\int_0^{+\infty} S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}} d\omega \tag{IV.82}$$

[39] Fixé par le bruit de position mécanique généré par le mouvement brownien.

[40] Pour de faibles perturbations, *ie* au voisinage de l'équilibre thermodynamique.

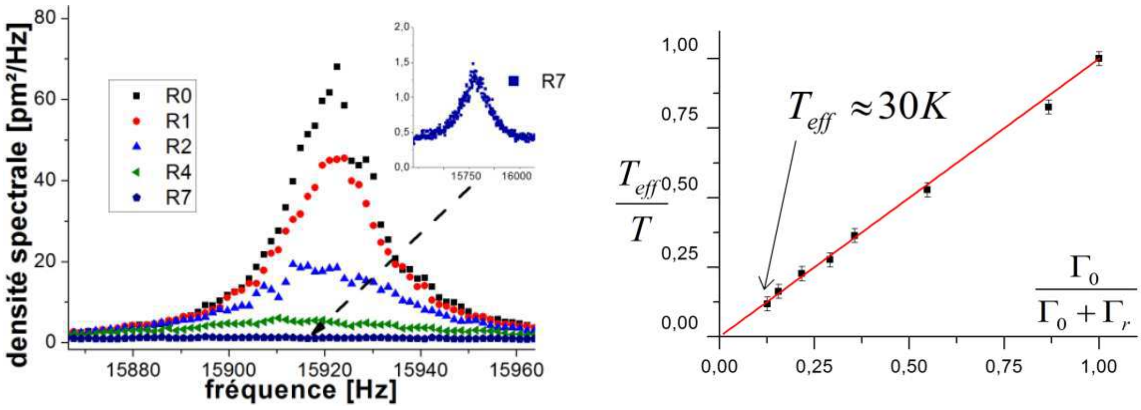


FIG. IV.21 – Amortissement du mouvement brownien

La densité spectrale de position de l'oscillateur décroît en conservant un profil lorentzien à mesure que le coefficient d'amortissement $\Gamma_{\text{eff}} = \Gamma_0 + \Gamma'$ *augmente. La dispersion en position du microlevier (elle est proportionnelle à* T_{eff}*), ie l'aire sous chacune des courbes, est comparée sur le deuxième graphe au modèle de comportement attendu.*

L'intégration de $|H'(\omega)|^2$ donne :

$$\frac{1}{2\pi}\int_0^{+\infty} |H'(\omega)|^2 d\omega = \frac{1}{4k(\Gamma_0+\Gamma')} \tag{IV.83}$$

La dispersion en position de l'oscillateur s'écrit dans ce régime :

$$< x^2 >= \frac{k_{\text{B}}T}{k}\frac{\Gamma_0}{\Gamma_0+\Gamma'} = \frac{k_{\text{B}}T_{\text{eff}}}{k} \tag{IV.84}$$

Elle suggère l'introduction d'une température effective qui caractérise l'agitation de l'oscillateur et qui permet de retrouver de manière artificielle le théorème d'équirépartition de l'énergie :

$$T_{\text{eff}} = \frac{\Gamma_0}{\Gamma_0+\Gamma'}T = \frac{\Gamma_0}{\Gamma_{\text{eff}}}T \tag{IV.85}$$

La densité spectrale de bruit de force s'exprime dans ces conditions :

$$S_{F_{\text{L}}F_{\text{L}}} = 4k_{\text{B}}T\Gamma_0 = 4k_{\text{B}}T_{\text{eff}}\Gamma_{\text{eff}} \tag{IV.86}$$

Physiquement le comportement mécanique du système est équivalent à celui d'un oscillateur de même raideur et de même masse en équilibre avec un bain thermique de température T_{eff} et de coefficient de couplage Γ_{eff}. Expérimentalement nous avons testé la relation (IV.85) : l'accord observé conforte l'hypothèse d'un bruit de force préservé (Fig. IV.21).

c Bruit de force et de position

L'expression (IV.86) peut porter à confusion si on oublie les conditions de son établissement : la densité spectrale de bruit de force ne dépend à tout instant que de la température du réservoir T et du couplage Γ_0, non de T_{eff} et Γ_{eff}. L'arrêt et la remise en place de la

boucle de rétroaction perturbent seulement la position de l'oscillateur qui retrouve un régime stationnaire[41] respectivement sur les temps $\tau_0 = 1/\gamma_0$ et $\tau_{\text{eff}} = 1/\gamma_{\text{eff}}$.

Il ressort de cette étude que la résolution en force de la sonde est inchangée : il s'agit en réalité de l'hypothèse de départ à partir de laquelle les nouvelles propriétés ont été calculées. En revanche la modification de la réponse mécanique H' autorise le contrôle du bruit en position de la sonde de mesure. Les conclusions de la section IV.4.1 peuvent être complétées par la relation entre la nouvelle distribution du mouvement brownien et le bruit de force :

$$\underbrace{S_{X_{\text{m}}X_{\text{m}}}}_{modulable} = \underbrace{|H'(\omega)|^2}_{modifiable} \underbrace{S_{F_{\text{L}}F_{\text{L}}}}_{constante} \tag{IV.87}$$

d Les transferts d'énergie

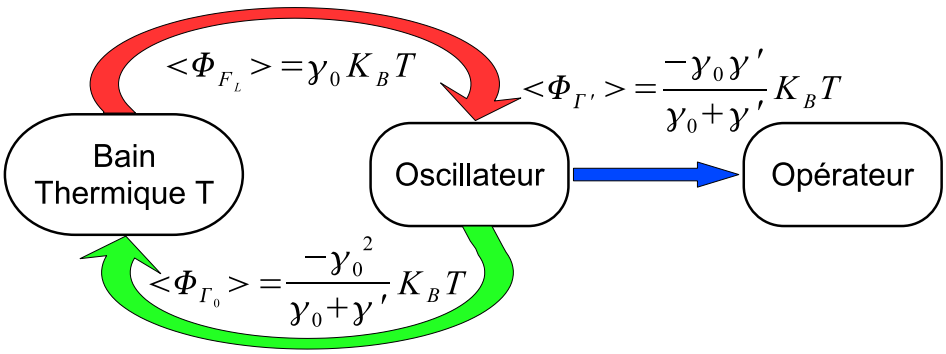


FIG. IV.22 – Flux d'énergie

Le système est dans un état stationnaire : il dissipe de l'énergie à la fois en direction du bain thermique et en direction de l'opérateur. En revanche le flux d'entrée en provenance du réservoir ne dépend que du coefficient de couplage γ_0 avec ce dernier : $\Phi_{F_{\text{L}}} = \gamma_0 k_{\text{B}} T$.

Un nouvel équilibre s'établit entre l'oscillateur, le bain thermique et l'opérateur. Le calcul des flux d'énergie entre les différents acteurs montrent que l'équilibre thermodynamique est rompu au profit d'un régime stationnaire :

1. Transfert d'énergie entre l'oscillateur et le réservoir à T. A l'équilibre thermodynamique le flux total moyen entre ces deux entités est nul. En présence de la force générée par l'opérateur, nous obtenons pour la force visqueuse du modèle de Langevin :

$$< \Phi_{\Gamma_0} >= -\Gamma_0 < v^2 >= -\frac{{\gamma_0}^2}{\gamma_0 + \gamma'} k_{\text{B}} T \tag{IV.88}$$

Pour la force fluctuante le transfert a lieu en moyenne dans l'autre sens, on montre[42] que :

$$< \Phi_{F_{\text{L}}} >=< f_{\text{L}}.v >= \frac{1}{2\pi} \int_0^\infty \Re(-j\omega H') S_{F_{\text{L}}F_{\text{L}}} d\omega = \gamma_0 k_{\text{B}} T \tag{IV.89}$$

le flux d'énergie à travers la force de Langevin est inchangé.

[41] Plus précisément, il s'agit d'un régime sur lequel les propriétés statistiques ne dépendent plus des conditions initiales imposées lors de la commutation.

[42] Dans la limite des grands facteurs de qualité Q.

2. Transfert d'énergie vers l'opérateur. Il s'élève à :

$$< \Phi_{\Gamma'} >= -\Gamma' < v^2 >= -\frac{\gamma_0 \gamma'}{\gamma_0 + \gamma'} k_{\mathrm{B}} T \tag{IV.90}$$

La somme de ces trois flux est nulle : le système est dans un régime stationnaire. Le dispositif met en place un transfert d'énergie du bain thermique vers l'opérateur à travers l'oscillateur : sur le principe, il s'agit d'un processus de refroidissement du réservoir d'efficacité médiocre. Le temps caractéristique pour refroidir $N \approx 10^{23}$ degrés de liberté constituant le bain thermique s'élève en effet à $\tau = N/\gamma_0$ dans les conditions les plus favorables : l'oscillateur forme un goulet d'étranglement. Le processus pourrait mériter cependant de l'attention sur des systèmes de taille nanométrique, les calculs devraient dans ce cas être reconsidérés si le modèle de Langevin doit être remis en cause.

4.4 Température limite T_{Lim} du refroidissement

La méthode de friction froide ne possède pas intrinsèquement de limites fondamentales : il est *a priori* possible d'atténuer totalement les fluctuations de position, au moins jusqu'au régime quantique. Le refroidissement du microlevier bute néanmoins sur une température limite T_{Lim} dont les origines sont d'ordre technique. La croissance du gain dans la boucle de rétroaction peut conduire le système dans un domaine d'instabilité dynamique : le mouvement de la sonde s'emballe et n'est plus contrôlable. Ce mode de fonctionnement n'est donc pas souhaitable. De même l'amplification du signal de vitesse augmente la part du bruit de détection dans le problème : ce dernier impose également une limite dans le processus d'amortissement froid de la sonde que nous nous proposons d'étudier dans cette partie.

a Addition de bruit de détection dans le montage expérimental

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons distingué deux composantes dans le signal de position accessible à l'expérimentateur :

$$x = x_{\mathrm{m}} + x_{\mathrm{d}} \tag{IV.91}$$

- Un bruit de position réel qui traduit l'agitation de l'oscillateur en équilibre avec son environnement : x_{m}
- Un bruit de position fictif produit par le système de détection : x_{d}

Dans des conditions usuelles d'utilisation, ce dernier est très faible par rapport au premier au voisinage de la résonance : pour des mesures de force, il est ainsi complètement négligeable. La conclusion est différente dès lors que l'on s'intéresse au mouvement de la sonde, en particulier pour le processus de refroidissement décrit dans la section précédente. Pour comprendre les effets induits par cette composante de bruit, nous avons intégré dans le montage (Fig. IV.23) un générateur de bruit blanc d'intensité modulable, pour simuler un détecteur moins performant. Dans ce contexte, nous supposons que le signal fourni par l'interféromètre à fibre optique est dépourvu de bruit de position : durant l'expérience il s'élevait à 0.35 pm^2/Hz. Nous considérons à présent que les différents éléments de la relation (IV.91) sont tous les deux accessibles expérimentalement : x_{m} est observable en sortie du détecteur en amont du générateur de bruit blanc, x_{d} quant à lui devient un paramètre libre de l'étude. La figure IV.24 présente deux expériences qui mettent en évidence l'effet du bruit de détection :

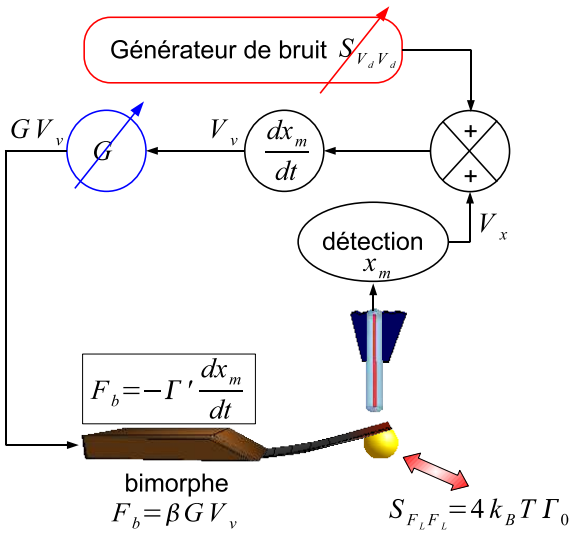


FIG. IV.23 – Introduction de bruits de position

Un générateur de bruit blanc suivi d'un filtre passe bande centré sur la fréquence de résonance du microlevier et de largeur B largement supérieure au pic lorentzien de ce dernier est mis en place à la sortie du détecteur de position. Le signal de position $x = x_\mathrm{m} + x_\mathrm{d}$ est envoyé dans la boucle de rétroaction.

1. Le coefficient d'amortissement Γ' est maintenu constant (G est fixe) : La dispersion du mouvement brownien représentée par l'aire située sous chaque spectre $S_{X_\mathrm{m} X_\mathrm{m}}$ augmente avec le bruit de détection.
2. Le bruit de détection $S_{X_\mathrm{d} X_\mathrm{d}}$ est maintenu constant : La température effective du microlevier, *ie* la dispersion en position, diminue, passe par un minimum, puis croît à mesure que le coefficient d'amortissement Γ' augmente.

La première expérience démontre une dégradation de l'efficacité du processus de refroidissement mis en place, tandis que la seconde révèle l'existence d'une température limite d'amortissement de l'oscillateur. On remarque en particulier que la température effective est toujours supérieure à celle attendue en l'absence de bruit de détection :

$$\frac{T_\mathrm{eff}}{T} > \frac{\gamma_0}{\gamma_\mathrm{eff}} \tag{IV.92}$$

b Intégration du bruit de détection dans le modèle

Le schéma IV.25 nous sert de support pour le calcul de la réponse $x_\mathrm{m}(t)$ soumis aux sources d'excitation $f_\mathrm{L}(t)$ et $x_\mathrm{d}(t)$ présentes dans le problème. Les réponses des différents blocs sont supposées linéaires : le principe de superposition permet de redessiner la boucle de rétroaction qui agit sur l'ensemble du système. Dans ce point de vue, le mouvement x_m de la sonde est généré par deux bruits de force décorélés :

– La force de Langevin : $f_\mathrm{L}(t)$
– Une force produite par l'injection du bruit de détection : $f_\mathrm{d}(t) = -\Gamma' \dot{x}_\mathrm{d}(t)$

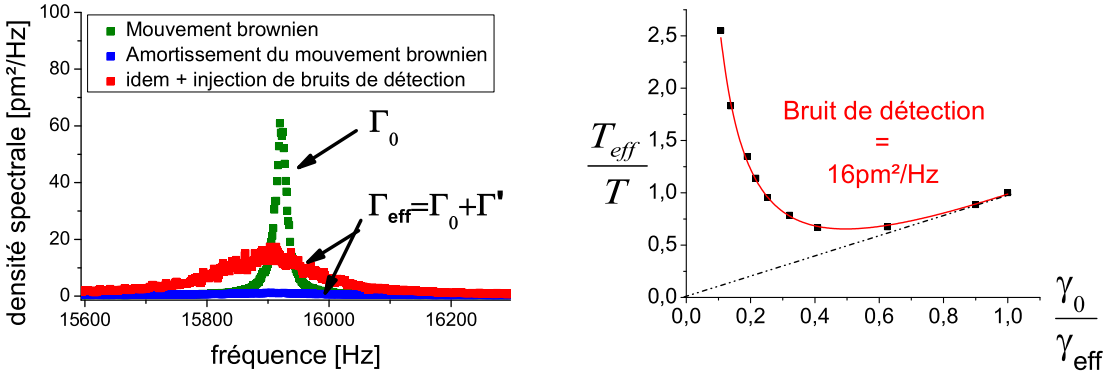


FIG. IV.24 – Observations des effets du bruit de détection

L'injection de bruit dans la boucle de rétroaction modifie le comportement de l'oscillateur. Sur le premier graphe, l'augmentation du niveau de bruit $S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}}$ révèle un échauffement du microlevier. Le deuxième graphe montre l'existence d'une température effective minimale pour un niveau de bruit de détection fixé : la poursuite de l'augmentation du coefficient d'amortissement Γ' se traduit par un échauffement du microlevier. On définit $\gamma_\mathrm{eff} = \frac{\Gamma_0+\Gamma'}{m}$ et $\gamma_0 = \frac{\Gamma_0}{m}$.

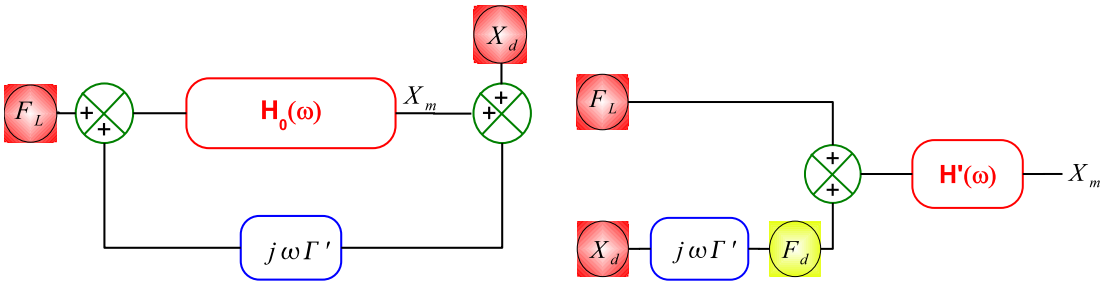


FIG. IV.25 – Localisation des sources de bruit

Les deux schémas blocs ci-dessus sont équivalents : le bruit de détection $S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}}$ peut être assimilé à du bruit de force $S_{F_\mathrm{d}F_\mathrm{d}}$ qui agit sur le système bouclé de reponse H'.

La position x_m de l'oscillateur s'exprime dans ces conditions :

$$x_\mathrm{m}(t_0) = \int h'(t_0 - t)(f_\mathrm{L}(t) + f_\mathrm{d}(t))dt \tag{IV.93}$$

h' s'identifie à la réponse du système en présence de la force d'amortissement supplémentaire. La densité spectrale de bruit de x_m se déduit de cette expression :

$$S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}} = |H'(\omega)|^2(S_{F_\mathrm{L}F_\mathrm{L}} + S_{F_\mathrm{d}F_\mathrm{d}}) \tag{IV.94}$$

Pour des facteurs de qualité élevés, $S_{F_\mathrm{d}F_\mathrm{d}}$ varie peu dans l'intervalle défini par le pic lorentzien. Au voisinage de la résonance, nous avons :

$$S_{F_\mathrm{d}F_\mathrm{d}} \approx (\Gamma'\omega_0)^2 S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}} \tag{IV.95}$$

La dispersion de la position x_{m} s'obtient en intégrant la relation (IV.94) :

$$\frac{T_{\mathrm{eff}}}{T} = \frac{\gamma_0}{\gamma_{\mathrm{eff}}} + \frac{(\gamma_{\mathrm{eff}} - \gamma_0)^2}{\gamma_0 \gamma_{\mathrm{eff}}} \frac{T_{\mathrm{d}}}{T} \tag{IV.96}$$

Avec $\Gamma_0 = m\gamma_0$, $\Gamma_{\mathrm{eff}} = m\Gamma_{\mathrm{eff}}$ et $\Gamma_{\mathrm{eff}} = \Gamma_0 + \Gamma'$.
Cette expression possède un paramètre ajustable T_{d} que l'on nomme température de détection :

$$k_{\mathrm{B}} T_{\mathrm{d}} = k \frac{\gamma_0 S_{X_{\mathrm{d}} X_{\mathrm{d}}}}{4} = k < x_d^2 > \tag{IV.97}$$

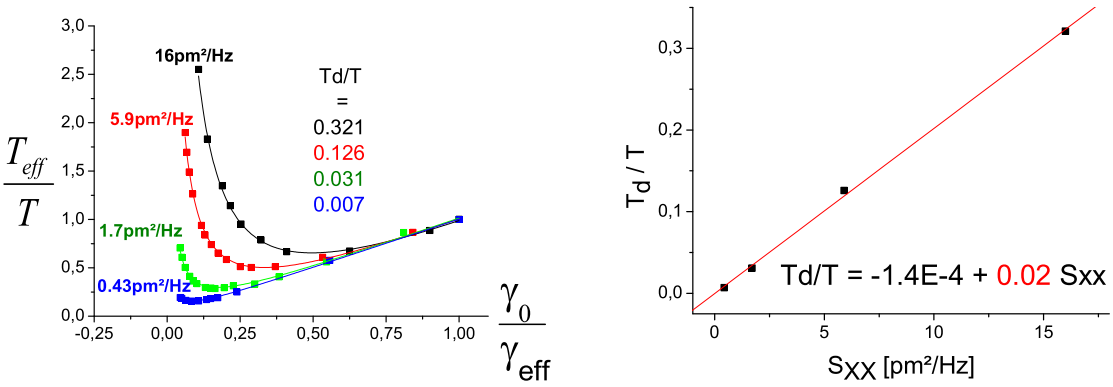


FIG. IV.26 – Température limite de refroidissement

Le premier graphe présente la température effective du microlevier pour différents niveaux de bruit de détection : les courbes en trait continu correspondent aux ajustements des données expérimentales selon le modèle (IV.96). Pour chacune d'elles, il ressort le paramètre T_{d}/T qui est reporté sur le second graphe en fonction du bruit de détection $S_{X_{\mathrm{d}} X_{\mathrm{d}}}$: le coefficient directeur de la droite d'ajustement 0.02 *est en accord avec celui attendu* 0.0185 *à* 7 % *près (l'écart est cohérent avec la précision des facteurs de calibration).*

Nous avons testé ce modèle pour différents niveaux de détection T_{d}. Nous reportons sur le premier graphe de la figure IV.26 les données expérimentales :

$$\frac{T_{\mathrm{eff}}}{T} = \frac{< x^2 >_{\gamma_{\mathrm{eff}}}}{< x^2 >_{\gamma_0}} \tag{IV.98}$$

en fonction de :

$$\frac{\gamma_0}{\gamma_{\mathrm{eff}}} \tag{IV.99}$$

L'accord est satisfaisant : il permet de valider le modèle que nous avons présenté. Le paramètre d'ajustement T_{d}/T présente quant à lui une dépendance linéaire au bruit de détection $S_{X_{\mathrm{d}} X_{\mathrm{d}}}$ injecté. Enfin la température limite T_{Lim}/T observée sur chacune des courbes est tracée en fonction de T/T_{d} et comparée au minimum de la fonction (IV.96) (Fig. IV.27) :

$$\frac{T_{\mathrm{Lim}}}{T} = 2\frac{T_{\mathrm{d}}}{T}\left(\sqrt{1 + \frac{T}{T_{\mathrm{d}}}} - 1\right) \tag{IV.100}$$

Le détecteur et les caractéristiques de l'oscillateur (m, k, Γ_0) concentrent leur spécificité dans le paramètre T_d [Eq. (IV.97)]. Celui-ci trouve son sens dans l'expression précédente : il fixe l'échelle de température qui détermine l'efficacité du processus de refroidissement :

$$e = \frac{T_\mathrm{Lim}}{T} \tag{IV.101}$$

Le dispositif est capable d'atténuer les fluctuations de position de l'oscillateur quelle que soit la température T de départ. Les deux cas limites suivants permettent néanmoins d'évaluer son intérêt en fonction de T :

- Pour $T << T_\mathrm{d}$, le système est peu efficace : $e \approx 1$.
- Pour $T >> T_\mathrm{d}$, la réduction de température attendue avoisine $e \approx \sqrt{\frac{T_\mathrm{d}}{T}}$.

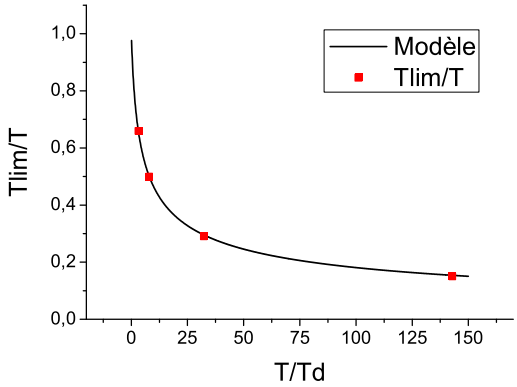


Fig. IV.27 – Efficacité du processus de refroidissement

Les températures limites de refroidissement ont été reportées pour chaque niveau de bruit $S_{X_\mathrm{d}X_\mathrm{d}}$ imposé : la température T est fixe et voisine de 300 K, seule la température T_d change. Inversement pour un système de détection donné, ie pour T_d fixée, le graphe présente l'efficacité du processus en fonction de la température en unité T_d.

L'utilisation de cette technique de refroidissement pour atteindre le régime quantique de l'oscillateur harmonique nécessite un système de détection performant d'autant plus que la température de départ fixée par l'environnement est cryogénique ($\approx 1\ K$) : T_d doit ainsi se situer bien en dessous de cette dernière pour assurer l'efficacité du dispositif. L'interféromètre développé par l'équipe « Mesure et bruits fondamentaux » du LKB présente une résolution en déplacement de 4 $10^{-20}\ m/\sqrt{\mathrm{Hz}}$: dans ces conditions la limite dont il est question ici ne constitue pas la principale difficulté technique à laquelle ils sont confrontés.

c Conclusion

La technique d'amortissement froid présente un intérêt lorsque l'on souhaite dimimuer les fluctuations de position d'un système mécanique : le mouvement brownien des miroirs est une source de bruit dans un dispositif interférométrique, la réduction des vibrations mécaniques peut ainsi apporter des progrès significatifs sur le niveau de résolution du détecteur. La résolution en force ne bénéficie en revanche d'aucune amélioration : le système amortit de la

même manière le signal d'intérêt. Le rapport signal sur bruit reste le même, car la sonde est incapable de distinguer les deux composantes de force. En présence de bruit injecté par le système de détection, la résolution en force de l'appareil est même dégradée :

$$S_{FF} = 4k_{\mathrm{B}}T\Gamma_0 + (\Gamma'\omega)^2 S_{X_{\mathrm{d}}X_{\mathrm{d}}} \tag{IV.102}$$

L'échauffement du microlevier, que l'on peut observer sur la figure IV.26, s'explique notamment par une croissance du bruit de force en Γ'^2 plus rapide que le taux d'amortissement du dispositif en $1/(\Gamma_0 + \Gamma')$. Nous retiendrons que cette technique permet de modifier la réponse d'un système mécanique : le temps de mise en équilibre τ_r avec le bain thermique constitue un paramètre de contrôle. Il est possible ainsi de réduire le temps de réponse de l'oscillateur tout en conservant un niveau de bruit de force constant, à condition de disposer d'un système de détection performant.

La résolution en position de l'interféromètre à fibre optique atteint au mieux 0.15 pm^2/Hz, ce qui signifie que la limite de refroidissement du microlevier utilisé durant l'étude se situe autour de $T_{Lim/T} \approx 0.1$: expérimentalement nous ne sommes pas parvenus à descendre en dessous d'une température effective voisine de 30 K, en accord avec la limite théorique que nous avons établie avec l'aide du modèle précédent. En pratique un autre problème apparaît lorsque le gain dans la boucle augmente : l'actuateur bimorphe possède ses propres résonances, susceptibles de rendre instable l'ensemble du système. La figure IV.28 montre l'amplification d'un pic de vibration produit par le bimorphe : ce dernier est certainement responsable de l'instabilité observée lorsque nous dépassions un gain de 1.3.

Durant l'étude précédente nous nous sommes intéressés au signal de position x_{m}. Cependant l'expérimentateur n'a accès qu'au signal $x_t = x_{\mathrm{m}} + x_{\mathrm{d}}$. La forme de la densité spectrale $S_{X_tX_t}$ est affectée par la corrélation entre x_{m} et x_{d} : elle ne possède plus un profil lorentzien.

$$S_{X_tX_t} = |H'(\omega)|^2 \left(S_{F_{\mathrm{L}}F_{\mathrm{L}}} + \frac{s_{X_{\mathrm{d}}X_{\mathrm{d}}}}{|H_0(\omega)|^2} \right) \tag{IV.103}$$

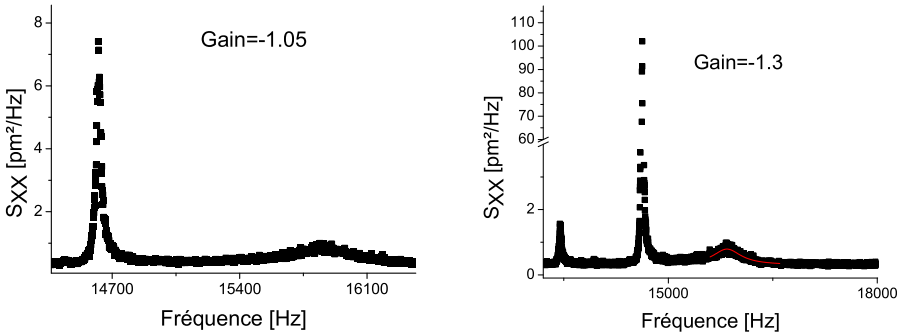
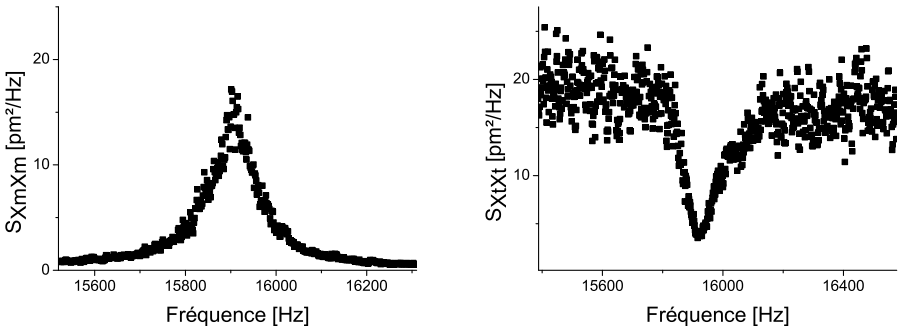


FIG. IV.28 – Instabilités induites par l'actuateur bimorphe

La densité spectrale de position $S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}}$ révèle également des pics de résonance associés à l'actuateur bimorphe. Ceux-ci croissent à mesure que le gain augmente : la boucle de rétroaction devient instable au-dessus d'un seuil voisin de $G = 1.3$. L'excitation à travers une force électrostatique ne devrait pas rencontrer ce problème.



(a) (b)

FIG. IV.29 – Densités spectrales $S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}}$ et $S_{X_tX_t}$

Le bruit de position x_m est corrélé au bruit du système de détection x_d : la forme de la densité spectrale $S_{X_tX_t}$ du signal $x_t = x_\mathrm{m} + x_t$ est par conséquent modifiée.

Chapitre V

La sonde de force : le microlevier

Sommaire

1 Les modes propres transversaux du microlevier 126

1.1 Description de la déformation 126

1.2 Les modes propres de vibration 127

a Décomposition en modes propres 127

b Approximation de la masse ponctuelle 128

c Orthogonalité des modes propres 130

d Profil des modes propres 131

e Comportement de la fréquence de résonance $\omega_n(\alpha)$ 131

2 Le microlevier : une sonde de force 132

2.1 Déformation du microlevier par une force 132

a Modélisation de la densité linéique de force 132

b Projection du mouvement sur le mode propre d'ordre n 133

c Observation du mode propre n 133

d Définition des paramètres de l'oscillateur associé à la sonde de force . 134

e Vers une description quantitative de la sonde de force ? 134

f Vers le modèle d'oscillateur unique pour la sonde de force 135

g Conclusion 136

2.2 Perturbation d'un gradient de force sur les modes propres 136

a Description en terme de mode propre de fréquence $\omega_n(G)$ 136

b Projection du mouvement sur le mode propre non perturbé $U_n(x)$ . . 137

c Vers le modèle d'oscillateur unique 137

d Généralisation 138

3 Couplage avec le bain thermique 138
3.1 Profil du mouvement brownien 138
a Configuration expérimentale 138
b Séparation des contributions des différents modes 138
c Analyse quantitative des profils des modes 0 et 1 139
d Profil du mouvement brownien en présence d'une microsphère 140
3.2 Le théorème d'équirépartition de l'énergie 141
a La dispersion en position 141
b Décomposition de l'hamiltonien sur les modes propres 142
c Le théorème d'équirépartition de l'énergie 142
d Analyse quantitative des dispersions des modes 0 et 1 142
3.3 Le facteur de dissipation Γ_n 143
a Modélisation de deux processus de dissipation 143
b Décomposition du mouvement sur les modes de vibrations 144
c Le taux de dissipation du mode n 145
d Le microlevier de masse homogène 145
3.4 Résolution en force de la sonde de mesure 146
a Source des fluctuations du mode n 146
b Optimisation de la résolution en force du mode n 146
c Description par une force de Langevin 147
4 Perturbation de la réponse mécanique du microlevier par l'environnement 148
4.1 Stabilité de la fréquence de résonance 149
a Perturbation de la fréquence de résonance 149
b Réponse à un échelon de température 150
c Conséquence en terme de résolution de force 151
4.2 Action en retour du système de détection 151
a La force bolométrique 153
b Comportement dynamique de la force bolométrique 154
c Couplage du microlevier avec la cavité 156
d Modification de la réponse mécanique de l'oscillateur 157
e Contrôle de l'effet d'action en retour 159
f Le mouvement brownien du mode fondamental 162
g Limite du refroidissement mécanique 162
h Conclusion 163

Dans le chapitre IV, l'identification du microlevier à un oscillateur harmonique fournit un support sur lequel la réponse mécanique peut facilement être décrite : ce modèle se révèle très efficace pour tenir compte de la plupart des faits expérimentaux. Il se montre cependant insuffisant pour une analyse précise d'une mesure de force. Le microlevier est une structure massive qui possède une réponse mécanique complexe : il se compose en réalité d'une multitude de modes d'oscillation. L'objet de ce chapitre est de définir le cadre du modèle d'oscillateur unique utilisé dans le reste du manuscrit. L'effet de la sphère sur le comportement mécanique du système, les définitions de la raideur k et de la masse m que nous avions laissées en suspens dans la partie précédente, constituent une première motivation de cette étude. Celle-ci permet entre autres de relier les paramètres du système d'un point de vue formel : la raideur k_{eff} associée à la configuration expérimentale de la sonde de mesure et du détecteur de position se distingue par exemple de la raideur k_0 qui intervient dans la mesure d'un gradient de force. L'application de ces résultats est cependant délicate car elle suppose une connaissance parfaite de l'ensemble du système : il s'agit de définir les marges de manœuvre compatibles avec une calibration de la sonde de force au pour-cent.

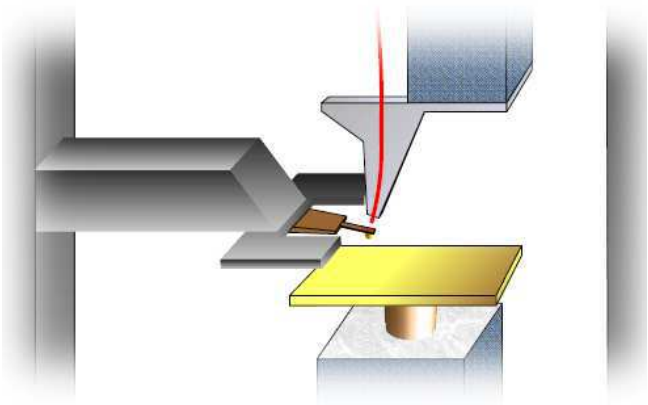


Fig. V.1 – La sonde de force

Le couplage avec le bain thermique détermine le niveau de résolution de l'appareil : sa description sur l'ensemble de la structure est nécessaire pour identifier les paramètres qui commandent son importance. Cette problématique dépasse largement le cadre de la thèse [78, 63] : la compréhension et la maîtrise des mécanismes de dissipation sont indispensables pour le développement de micro et nanocapteurs de haute résolution, tels que les accéléromètres, les capteurs de masses *etc.* Dans ce chapitre, nous proposons un modèle qui tient compte de ce phénomène sur l'ensemble des modes de vibration : celui-ci suggère que le taux de dissipation est minimum pour le mode fondamental d'oscillation.

La dernière partie est consacrée à la description de deux processus qui sont produits par l'environnement et qui perturbent la réponse mécanique du microlevier. La stabilité de la fréquence de résonance est essentielle pour réaliser la mesure de faibles gradients de force. Celle-ci dépend des propriétés physiques des matériaux qui composent la microstructure : leur sensibilité aux variations extérieures de température constitue une des origines de la dérive du signal de mesure. Le système de détection interférométrique produit quant à lui une action mécanique sur le microlevier à travers des forces bolométriques. L'observation et la description

du phénomène d'action en retour présentent un intérêt évident : définir le domaine sur lequel il a de l'importance et évaluer les gènes ou les avantages qu'il peut apporter.

1 Les modes propres transversaux du microlevier

La sonde de force est modélisée par une poutre de section rectangulaire constante, de dimension $A = t \times w$ et de longueur L. La microsphère est intégrée dans ce modèle à travers le profil de masse linéique $\rho(x) = \rho_0 + \rho_s(x)$, qui la concentre sur une portion ε_s au bout du microlevier supposée négligeable devant la longueur de la structure L (Fig. V.2) : cette approche ne tient pas compte des effets produits par la masse déportée hors de la structure sur le comportement dynamique du système. Dans ce chapitre, nous nous intéressons uniquement au profil de déformation transversale paramétré par la fonction $Y(x,t)$: lors d'une expérience de mesure de force, ce type de mouvement est dominant.

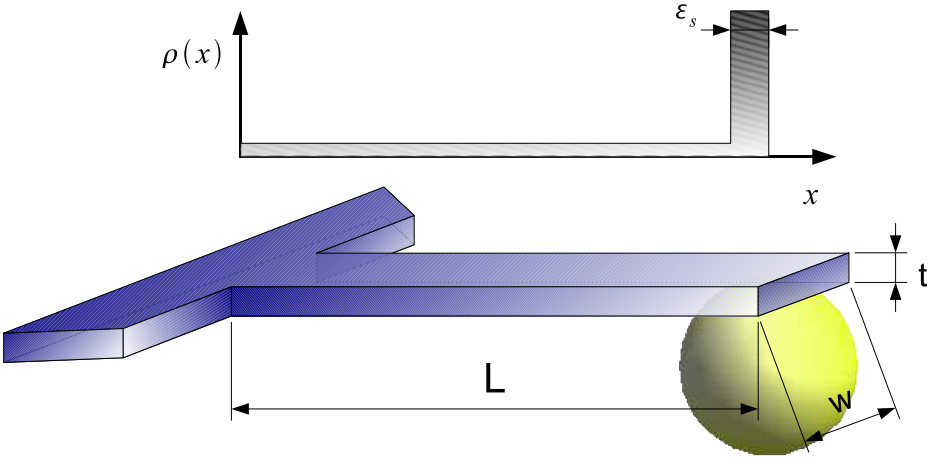


FIG. V.2 – Modélisation du microlevier

La sonde de force est modélisée par une micropoutre de section rectangulaire $t \times w$, de longueur L et de masse linéique $\rho(x)$: celle-ci intègre la masse de la sphère sur une portion ε_s au bout de la structure.

1.1 Description de la déformation

Pour de faibles sollicitations mécaniques décrites par la densité linéique de force $f(x,t)\vec{e_y}$, le profil spatio-temporel de la micropoutre $Y(x,t)$ obéit à l'équation d'Euler-Bernouilli [66] :

$$\rho(x)\frac{\partial^2 Y}{\partial t^2}(x,t) + EI\frac{\partial^4 Y}{\partial x^4}(x,t) = f(x,t) \tag{V.1}$$

E est le module d'Young,

$$I = \frac{t^3 w}{12} \tag{V.2}$$

est le moment d'inertie du microlevier pour une section rectangulaire.
Les déformations produites lors des expériences n'excèdent pas quelques dizaines de nanomètres pour des longueurs de structures voisines de quelques centaines de micromètres : la

description linéaire du problème est légitime. Cette équation décrit localement le profil du microlevier sur la base de la théorie de l'élasticité qui relie la contrainte à la déformation :

$$\sigma = E\epsilon \tag{V.3}$$

En x_0, la partie droite de la poutre exerce sur la partie gauche le moment (Fig. V.3) :

$$\vec{M}(x_0) = EI\frac{\partial^2 Y}{\partial x^2}(x_0)\ \vec{e_z} \tag{V.4}$$

et la force :

$$\vec{F}(x_0) = -\frac{\partial \vec{M}}{\partial x}(x_0) = -EI\frac{\partial^3 Y}{\partial x^3}(x_0)\ \vec{e_y} \tag{V.5}$$

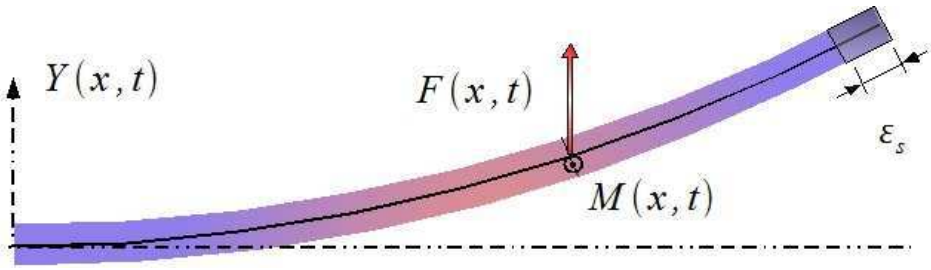


FIG. V.3 – Contraintes internes : force et moment
La force $F(x,t)$ et le moment $M(x,t)$ correspondent aux actions mécaniques exercées en x par la partie droite de la poutre sur la partie gauche.

Le microlevier est soumis à des contraintes au niveau de chaque extrémité qui restreignent le profil qu'il peut adopter. Son encastrement en $x = 0$ impose :

$$Y(x=0,t) = 0, \quad \frac{\partial Y}{\partial x}(x=0,t) = 0 \tag{V.6}$$

En $x = L$, il est libre, la force et le moment s'annulent :

$$\frac{\partial^2 Y}{\partial x^2}(x=L,t) = 0, \quad \frac{\partial^3 Y}{\partial^3 x}(x=L,t) = 0 \tag{V.7}$$

1.2 Les modes propres de vibration

a Décomposition en modes propres

Nous nous proposons de rechercher les modes propres de vibration du microlevier, solutions de l'équation d'Euler Bernouilli sans second membre et de forme :

$$Y(x,t) = a(t)U(x) \tag{V.8}$$

La séparation des variables x et t dans l'équation (V.1) permet d'extraire les deux relations suivantes dans lesquelles un nouveau paramètre ω a été introduit :

$$\ddot{a} + \omega^2 a = 0 \tag{V.9}$$

$$EI\frac{\partial^4 U}{\partial x^4}(x) = \rho(x)\omega^2 U(x) \tag{V.10}$$

Les conditions aux limites [Eq. (V.6) et Eq. (V.7)] déterminent les valeurs de ω, $(\omega_n)_{n\in\mathbb{N}}$ qui correspondent aux fréquences libres d'évolution du système. En notation complexe, nous avons :

$$a_n(t) = a_n(0)e^{-\jmath\omega_n t} \tag{V.11}$$

La fréquence de résonance ω_n se compose respectivement d'un produit de paramètres microscopiques, géométriques et d'un facteur numérique g_n :

$$\omega_n^2 = \frac{E}{\rho_0}\frac{I}{L^4}g_n \tag{V.12}$$

Les facteurs[1] $(g_n)_{n\in\mathbb{N}}$ correspondent aux solutions de l'équation (V.10) adimensionnée, compatibles avec les conditions aux limites [Eq. (V.6) et V.7] et la pondération $\rho(x)/\rho_0$.

b Approximation de la masse ponctuelle

La résolution de l'équation (V.10) en présence d'une masse linéique non homogène présente quelques difficultés mathématiques. Afin d'obtenir une expression analytique approchée des premiers modes de vibration, nous pouvons simplifier l'expression de la masse linéique : $\rho(x) = \rho_0$ pour $x \in [0; L[$. L'effet de la masse m_s de la microsphère est quant à elle intégré dans les conditions aux limites.

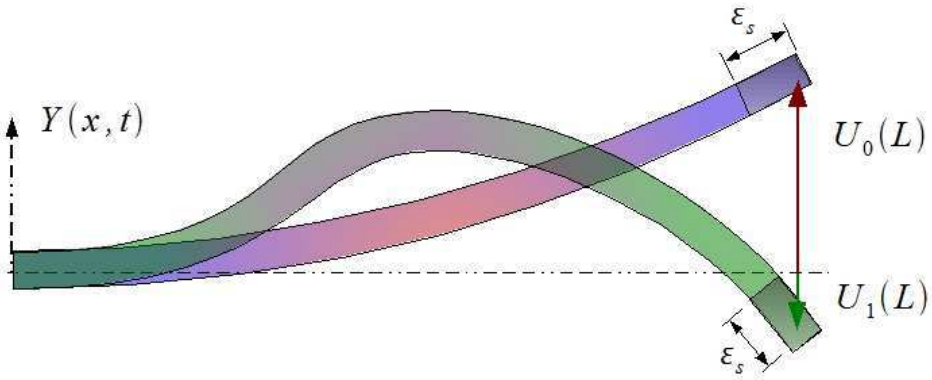


Fig. V.4 – Approximation de la masse ponctuelle

L'approximation de la masse ponctuelle est légitime pour le mode fondamental de vibration : la variation relative du profil U_0 au voisinage de $x = L$ sur une distance $\varepsilon_s << L$ est petite. La sphère s'intègre dans le problème par une modification des conditions aux limites en $x = L$.

Pour le mode fondamental, le profil U_0 varie peu sur la distance $\varepsilon_s << L$: $U_0(L-\varepsilon_s) \approx U_0(L)$. La force qui s'exerce sur la partie gauche de la poutre en $L - \varepsilon_s$ s'évalue avec l'aide des relations (V.5) et (V.10) à :

$$F_L(L-\varepsilon_s) = \int_{L-\varepsilon_s}^{L} EI\frac{\partial^4 U}{\partial x^4}a(t)dx = \int_{L-\varepsilon_s}^{L} \rho U\ddot{a}(t)dx \approx m_s U(L-\varepsilon_s)\ddot{a}(t) \tag{V.13}$$

[1] Les paramètres $(g_n)_{n\in\mathbb{N}}$ s'identifient dans la suite du manuscrit à $g_n = r_n^4$ dont la résolution est proposée dans le prochain paragraphe.

Le mouvement sur $[0; L-\varepsilon_s]$ est parfaitement définie : il s'agit de la situation de la poutre de masse homogène avec une condition au limite non nulle $F_L(L-\varepsilon_s)$. Le cas de la masse ponctuelle située en L fournit la même équation sur $[0; L-\varepsilon_s]$ et les mêmes conditions aux limites[2] en $x=0$ et $L-\varepsilon_s$. Les deux situations sont physiquement très proches l'une de l'autre, elles partagent la même fréquence de résonance et le même profil sur $[0; L-\varepsilon_s]$. Le modèle de masse ponctuelle m_s localisée en L se révèle d'un point de vue expérimental efficace pour décrire le mode fondamental d'un microlevier muni d'une sphère à son extrémité. Il devrait néanmoins être complété par la prise en compte du moment produit par la sphère afin de fournir une description plus précise.

En ce qui concerne les modes d'ordre supérieur, cette approximation est souvent mise à défaut car le profil U_n varie généralement sur une longueur plus petite ou comparable à ε_s. Un raisonnement semblable au précédent suggère d'utiliser pour le mode 1 un modèle de masse ponctuelle de valeur plus faible. Pour tenir compte de l'extension de la sphère, nous pourrions décrire le problème par deux poutres de masse homogène sur les deux portions : nous aurions alors quatre nouvelles relations de continuité en $L-\varepsilon_s$ en plus des quatre autres conditions aux limites, pour déterminer les huit coefficients du problème.

Nous modifions ainsi la condition aux limites[3] (V.7) pour évaluer le profil des premiers modes de vibration.

$$m_s\ddot{Y}(L,t) = \frac{\partial^3 Y}{\partial^3 x}(L,t) \tag{V.14}$$

Nous introduisons le vecteur d'onde β_n, puis le paramètre r_n :

$$\beta_n{}^4 = \frac{\rho_0}{EI}\omega_n{}^2, \quad r_n = \beta_n L \tag{V.15}$$

L'équation (V.10) prend la forme :

$$\frac{\partial^4 U}{\partial x^4}(x) = \beta_n^4 U(x) \tag{V.16}$$

Elle admet pour solution :

$$U_n(x) = c_n\left(\cos(\beta_n x) - \cosh(\beta_n x)\right) + s_n\left(\sin(\beta_n x) - \sinh(\beta_n x)\right) \tag{V.17}$$

La pulsation libre qui lui est associée a pour expression :

$$\omega_n{}^2 = \frac{EI}{\rho_0}\left(\frac{r_n}{L}\right)^4 \tag{V.18}$$

A partir de la forme de la solution (V.17) et des conditions aux limites en L sur la force et le moment, il est possible d'évaluer les paramètres c_n, s_n et r_n. L'annulation du moment[4] $M(L)$ et la valeur de la force F en L (Eq. (V.14)) déterminent en effet deux relations $e_M(r_n)$ et $e_f(r_n)$ que doit vérifier simultanément le rapport c_n/s_n :

$$e_M(r_n) = \frac{c_n}{s_n} = -\frac{\sin r_n + \sinh r_n}{\cos r_n + \cosh r_n} \tag{V.19}$$

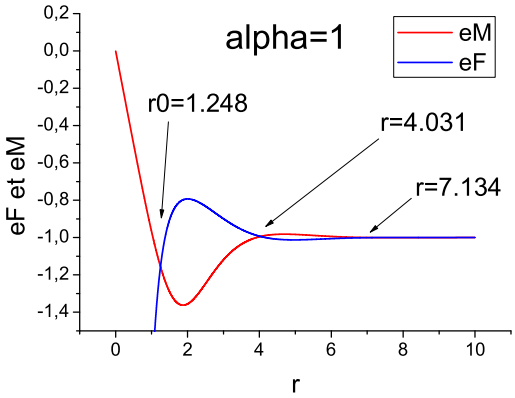
[2]Pour le mode fondamental, $U_0(L-\varepsilon_s) \approx U_0(L)$ si $\varepsilon_s << L$. Les moments diffèrent néanmoins d'un facteur 2. $M \propto \varepsilon_s$: l'approximation est correcte au premier ordre en ε_s/L.

[3]La sphère, de position $Y(L,t)$, vérifie le principe fondamental de la dynamique.

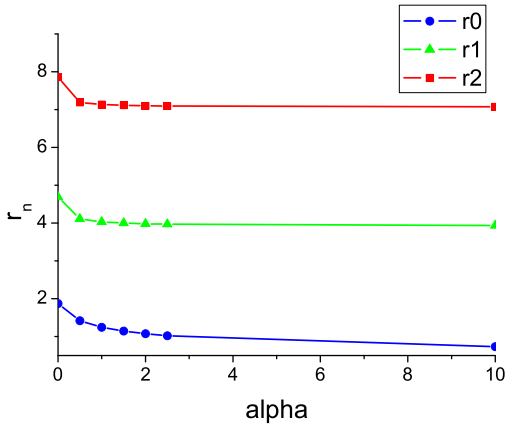
[4]Nous pourrions prendre en compte la déportation de la masse en dehors de la structure en imposant un moment M fixé par les équations de la dynamique appliquées sur la sphère distante de R.

$$e_F(r_n) = \frac{c_n}{s_n} = \frac{-\cos r_n - \cosh r_n + \alpha r_n(\sin r_n - \sinh r_n)}{-\sin r_n + \sinh r_n - \alpha r_n(\cos r_n - \cosh r_n)} \tag{V.20}$$

$\alpha = m_s/m_c$ correspond au ratio de la masse de la sphère m_s sur celle du cantilever $m_c = \rho_0 L$.



(a) Les coordonnées des points d'intersection des courbes de e_M et e_F définissent les paramètres r_n et c_n/s_n du mode propre de vibration d'ordre n.



(b) Les solutions r_n déterminent les fréquences de résonance. Pour $n \neq 0$, elles convergent vers une valeur non nulle : elles dépendent peu du paramètre α. Le comportement du mode fondamental est différent : il se modélise très bien par un système masse-ressort.

FIG. V.5 – Recherche des modes propres

Le graphe V.5 présente les courbes e_M et e_F dont les intersections définissent les modes de vibrations (β_n, ω_n) : le tableau suivant fournit les caractéristiques des trois premiers modes de vibration de la structure pour des masses de sphères croissantes.

α	r_0	$\frac{c_0}{s_0}$	r_1	$\frac{c_1}{s_1}$	r_2	$\frac{c_2}{s_2}$
0	1.875	-1.362	4.694	-0981	7.854	-1
0.5	1.42	-1.254	4.111	-0.99	7.19	-1
1	1.248	-1.155	4.031	-0994	7.134	-1
1.5	1.146	-1.085	3.999	-0.995	7.113	-1
2	1.076	-1.031	3.982	-0.996	7.102	-1
2.5	1.023	-0.987	3.972	-0.997	7.096	-1
10	0.736	-0.728	3.938	-0.999	7.075	-1

c Orthogonalité des modes propres

La famille de fonction $(U_n)_{n\in\mathbb{N}}$ est orthogonale[5] vis à vis du produit scalaire :

$$(U_n|U_{n'}) = \frac{1}{m}\int_0^L \rho(x)U_n(x)U_{n'}(x)dx = \delta_{nn'} \tag{V.21}$$

[5]La démonstration s'appuie sur l'utilisation de la relation (V.10) puis sur deux intégrations par partie successives qui utilisent les conditions aux limites (Eq. (V.6), Eq. (V.7)).

avec

$$m = \int_0^L \rho(x)dx = m_c + m_s \tag{V.22}$$

Les profils des modes propres U_n sont normalisés : dans ces conditions, U_n est adimensionné. La masse linéique joue le rôle de fonction poids en accord avec l'image physique.

Enfin dans le cadre de l'approximation de la masse ponctuelle, la condition d'orthogonalité (Eq. (V.21)) s'écrit[6] :

$$(U_n|U_{n'}) = \frac{1}{m}\int_0^L \rho_0 U_n(x)U_{n'}(x)dx + \frac{m_s}{m}U_n(L)U_{n'}(L) = \delta_{nn'} \tag{V.23}$$

d Profil des modes propres

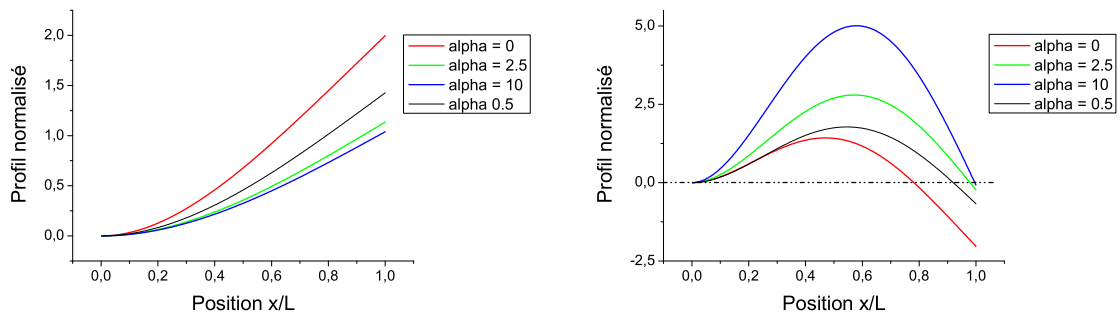


FIG. V.6 – Profil des modes propres 0 et 1

La figure V.6 présente l'évolution des profils normalisés $U(x)$ des deux premiers modes de vibration de la structure pour des rapports de masse α croissants. Nous distinguons deux types de comportements selon qu'il s'agit du mode fondamental ou d'une harmonique n du système :

- Le mode fondamental possède un ventre de vibration au bout du microlevier : son amplitude normalisée $U_0(L)$ tend vers 1.
- Pour les modes d'ordre supérieur, le dernier nœud de vibration se rapproche de l'extrémité L de la poutre : $U_n(L)$ tend vers une amplitude nulle. La part des harmoniques devient par conséquent négligeable dans la description du mouvement de la masse placée au bout de la structure.

e Comportement de la fréquence de résonance $\omega_n(\alpha)$

Les fréquences de résonance associées à chaque mode propre s'obtiennent à partir de l'équation (V.15). Pour le mode fondamental, le modèle intuitif qui consiste à ajouter la masse m_s

[6] $\varepsilon_s << \frac{L}{r_n}$: la masse se modélise par une distribution de Dirac.

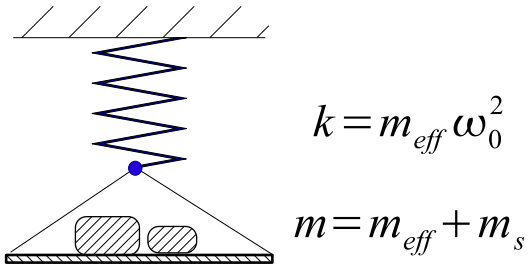


FIG. V.7 – Le mode fondamental d'oscillation

à la masse effective[7] de l'oscillateur de raideur k est satisfaisant[8] :

$$\omega_0{}^2(\alpha) \approx \frac{\omega_0{}^2}{1 + 4.1\alpha} \tag{V.24}$$

Le facteur numérique[9] 4.1 est propre à la géométrie de la microstructure étudiée. Ce modèle est en revanche complètement erroné pour les modes d'ordre supérieur : alors que r_0 converge vers 0 lorsque la masse de la sphère croît, r_n tend vers une constante non nulle. Le dernier nœud de vibration du mode n se rapproche de l'extrémité de la poutre qui devient peu à peu équivalent à un point d'ancrage. La prise en compte d'un moment non nul dans les conditions aux limites en L nous amènerait rigoureusement dans la situation de la poutre doublement encastrée. Les propriétés des modes de vibration d'ordre $n \neq 0$ ne dépendent quasiment plus de la valeur de la masse ajoutée.

2 Le microlevier : une sonde de force

L'équation d'Euler-Bernouilli permet de décrire les effets mécaniques produits par une force qui s'exerce sur la sonde de mesure. L'objet de cette partie est la justification du modèle d'oscillateur harmonique 1D utilisé dans le chapitre IV sur la base de cette équation : il s'agit de préciser les conditions de son application et de situer ses limites. Nous présentons également une description du comportement des modes d'oscillation d'ordre supérieur : quel rôle jouent-ils lors d'une mesure ?

2.1 Déformation du microlevier par une force

a Modélisation de la densité linéique de force

La force étudiée $F_C(t)$ s'exerce précisément sur la microsphère : son extension se concentre approximativement sur une portion de longueur ε_s :

$$\int_{L-\varepsilon_s}^{L} f_C(x,t)dx \approx F_C(t) \tag{V.25}$$

[7] Définie dans la suite du manuscrit : $m_{eff} \approx 0.24 m_c$

[8] Ce modèle se justifie lors de la projection du mouvement de la poutre sur le profil du mode fondamental. Des termes de couplage avec les autres modes apparaissent également, mais ceux-ci sont négligeables.

[9] Il s'agit d'une valeur approchée associée à la masse effective.

b Projection du mouvement sur le mode propre d'ordre n

Soit $Y_C(x,t)$ le profil généré par la force F_C : celui-ci est entièrement défini par l'équation :

$$\rho(x)\frac{\partial^2 Y_C}{\partial t^2}(x,t) + EI\frac{\partial^4 Y_C}{\partial x^4}(x,t) = f_C(x,t) \tag{V.26}$$

et les conditions aux limites (Eq. (V.6), Eq. (V.7)). Nous nous intéressons au mode de vibration n décrit par la fonction :

$$a_n(t) = \frac{1}{m}\int_0^L \rho(x)Y_C(x,t)U_n(x)dx \tag{V.27}$$

L'équation d'évolution de a_n s'obtient en intégrant[10] la relation (V.26) multipliée par le profil U_n du mode n sur $[0;L]$:

$$m\ddot{a}_n + m{\omega_n}^2 a_n = \int_0^L f_C(x,t)U_n(x)dx \tag{V.28}$$

L'expression de la force est dans le cadre de l'approximation (V.25) :

$$\int_0^L f_C(x,t)U_n(x)dx = U_n(L)F_C(t) \tag{V.29}$$

Nous supposons que l'ensemble des modes propres $(U_n)_{n\in\mathbb{N}}$ constitue une base orthonormale de l'espace des solutions de l'équation d'Euler-Bernouilli :

$$Y_C(x,t) = \sum_{n=0}^{\infty} a_n(t)U_n(x) \tag{V.30}$$

Le mouvement du microlevier est décrit par un ensemble d'oscillateurs harmoniques indépendants, soumis à la force extérieure F_C pondérée du facteur $U_n(L)$: sa réponse mécanique se compose de plusieurs pics d'amplification et non d'un seul comme nous l'avions suggéré dans le chapitre précédent.

c Observation du mode propre n

L'amplitude de vibration a_n s'obtient rigoureusement en mesurant le profil complet Y_C puis en projetant ce dernier sur le mode n selon l'opération (V.27). Cette démarche n'est pas facile à mettre en œuvre d'autant plus qu'elle suppose une connaissance parfaite de la forme de U_n. En pratique le mouvement de la poutre est dominé par le mode dont la fréquence de résonance ω_n est la plus proche de la fréquence de travail ω :

$$Y_C(x,t) \approx a_n(t)U_n(x) = Y_n(x,t) \tag{V.31}$$

Les conditions d'application de cette approximation doivent systématiquement être analysées : il faut notamment tenir compte des facteurs $U_n(x)$ et $U_n(L)$ qui varient d'un mode à l'autre. En particulier si la force F_C s'exerce sur un nœud de vibration, alors le mode ne pourra pas être excité.

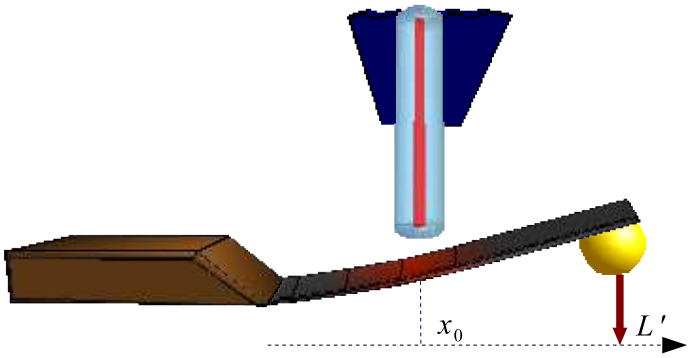


FIG. V.8 – Configuration expérimentale

d Définition des paramètres de l'oscillateur associé à la sonde de force

L'équation du mouvement de la poutre obéit à proximité de la résonance ω_n à (Eq. (V.31)) :

$$m\ddot{Y}_n(x_0,t) + m{\omega_n}^2 Y_n(x_0,t) = U_n(L')U_n(x_0)F_C \tag{V.32}$$

x_0 est l'abscisse du point d'observation, le paramètre L' correspond quant à lui à l'abscisse du point d'application de la force. La sensibilité de la réponse est optimale lorsque le point d'observation et le point d'application de la force se situent sur le ventre de vibration d'amplitude maximale. Nous pouvons maintenant revenir sur le problème de la définition des paramètres de l'oscillateur harmonique que nous avions laissé en suspens dans le chapitre précédent. Pour un couple de point (x_0, L'), la masse et la raideur de l'oscillateur ont pour expression :

$$m_{eff} = \frac{m}{U_n(L')U_n(x_0)} \tag{V.33}$$

$$k_{eff} = \frac{m{\omega_n}^2}{U_n(L')U_n(x_0)} \tag{V.34}$$

Nous définissons pour la suite de l'exposé la raideur k_n obtenue pour le couple (L, L), en bout de poutre :

$$k_n = \frac{m{\omega_n}^2}{U_n^2(L)} \tag{V.35}$$

e Vers une description quantitative de la sonde de force ?

Calibration de la réponse mécanique La description de la sonde de force par un oscillateur harmonique dans le chapitre précédent trouve ainsi sa justification à travers la théorie d'Euler-Bernouilli. Cependant notre connaissance du système physique est insuffisante pour tirer partie de l'ensemble de ce modèle : les profils des modes propres, les positions x_0 et L' sont entre autres nécessaires pour établir la réponse mécanique complète du mode de vibration d'ordre n. C'est pourquoi nous préférons seulement nous appuyer sur cette description pour calibrer la sonde sur la base d'une force de forme et d'intensité connues : la procédure est détaillée dans le chapitre VI.

[10] Quatre intégrations par partie sont effectuées sur le second terme.

La raideur statique k_c du microlevier Les autres modes de vibrations, quant à eux, sont ignorés dans l'approche proposée dans le chapitre IV : ils interviennent pourtant dans la réponse statique de la sonde. En effet la raideur statique k_c se distingue de la raideur dynamique k_n associée au mode propre d'ordre n. La déformation $Y_C(L)$ en L est reliée à la force statique F_C par la raideur statique k_c :

$$F_C = k_c Y_C(L) \tag{V.36}$$

Selon l'équation (V.28), la description de ce problème sur les modes de vibration fournit :

$$Y_C(L) = \sum_0^\infty a_n U_n(L) = \sum_0^\infty \frac{F_C}{k_n} = \sum_0^\infty \frac{{U_n}^2(L) F_C}{m{\omega_n}^2} \tag{V.37}$$

Cette expression montre clairement que la raideur statique k_c de la poutre diffère de la raideur[11] k_0. Nous avons[12] :

$$\frac{1}{k_c} = \sum_0^\infty \frac{1}{k_n} = \sum_0^\infty \frac{{U_n}^2(L)}{m{\omega_n}^2} \tag{V.38}$$

Pour un microlevier de section rectangulaire, la raideur k_c s'élève à :

$$k_c = \frac{3EI}{L^3} \tag{V.39}$$

Dans le cas d'une répartition de masse homogène, *ie* pour $\alpha = 0$, la raideur k_0 du mode fondamental a pour expression[13] :

$$k_0 = \frac{{r_0}^4}{U_0(L)^2}\frac{EI}{L^3} \approx 3.10\frac{EI}{L^3} \tag{V.40}$$

Expérimentalement, cet écart de 3 % est difficile à observer : en première approximation, les raideurs k_c et k_0 peuvent être confondues.

La présence de la sphère modifie le comportement de la sonde : la raideur $k_0(\alpha)$ converge vers la valeur statique[14] k_c lorsque α tend vers l'infini. Les modes propres d'ordre $n > 0$ sont de moins en moins sensibles à la force F_C car $(k_n)_{n>0}$ diverge. La fréquence de résonance du mode fondamental tend vers 0 : celui-ci décrit dans cette limite la déformation statique du microlevier d'où la convergence vers la valeur k_c. Enfin l'expression (V.38) montre que la raideur du mode fondamental est peu perturbée lorsqu'une masse est ajoutée au bout du microlevier.

f Vers le modèle d'oscillateur unique pour la sonde de force

Lorsque la masse du microlevier[15] m_c devient négligeable devant m_s, nous nous rapprochons du modèle d'oscillateur unique. L'emplacement de la sphère, où s'exerce en particulier la force étudiée, devient un nœud de vibration pour tous les modes propres sauf pour le mode fondamental :

$$Y_C(L,t) = a_0(t)U_0(L) \tag{V.41}$$

[11] k_0 est le paramètre qui intervient dans le modèle d'oscillateur harmonique de la sonde de force.
[12] La raideur k_n est associée au couple de point (L, L).
[13] Pour $\alpha = 0$, nous avons $r_0 \approx 1.875$ et $U_0(L) \approx 1.996$.
[14] Elle est indépendante de la masse m_s.
[15] Le microlevier sans la sphère.

Comme $U_0(L) \xrightarrow[\alpha\to\infty]{} 1$,
l'équation du mouvement de la sphère $Y_C(L,t)$ s'écrit (relations (V.25) et (V.28)) :

$$m\ddot{Y_C} + m{\omega_n}^2 Y_C = F_C(x,t) \tag{V.42}$$

Celle-ci permet d'identifier un oscillateur harmonique unique de masse $m = m_s + m_c$ et de raideur $m{\omega_n}^2$.

g Conclusion

Le modèle d'oscillateur harmonique est satisfaisant pour décrire le mode fondamental de vibration du microlevier. La définition de sa raideur et de sa masse est cependant délicate : elles dépendent étroitement de la configuration expérimentale. Les sensibilités des harmoniques semblent inférieures à celle du mode principal. L'observation simultanée de l'ensemble de ces modes devrait néanmoins permettre d'améliorer la résolution globale de l'appareil. En réalité, ils décrivent le profil de la force qui s'exerce sur l'ensemble de la structure : dans le cadre de nos expériences, la distribution est ponctuelle et localisée sur la microsphère. Enfin les sondes de force que nous utilisons reçoivent un dépôt métallique qui permet entre autres de polariser les surfaces : la raideur du microlevier est en pratique augmentée.

2.2 Perturbation d'un gradient de force sur les modes propres

Nous nous intéressons dans cette section au comportement mécanique de la sonde de force en présence d'un gradient de force G qui agit à son extrémité. Le profil $Y_G(x,t)$ est solution de l'équation :

$$\rho(x)\frac{\partial^2 Y_G}{\partial t^2}(x,t) + EI\frac{\partial^4 Y_G}{\partial x^4}(x,t) = f(x, Y(x,t)) \approx f_0(x) + G(x)Y(x,t) \tag{V.43}$$

avec les conditions aux limites Eq. (V.6) et Eq. (V.7). La densité linéique de force f s'étend sur $\varepsilon_s << L$:

$$\int_{L-\varepsilon_s}^{L} G(x)dx = G \tag{V.44}$$

a Description en terme de mode propre de fréquence $\omega_n(G)$

Deux méthodes peuvent être développées pour résoudre le problème :

1. La première approche consiste à rechercher les modes propres de l'équation (V.43) : nous pouvons formuler l'hypothèse d'un gradient ponctuel G qui agit en L. Ce dernier peut être reporté dans les conditions aux limites (Eq. (V.14)). Les coefficients des solutions (Eq. (V.17)) doivent satisfaire deux nouvelles relations $e_M(\alpha, G)$ et $e_F(\alpha, G)$ qui déterminent entre autres les fréquences de résonance des nouveaux modes propres $\omega_n(\alpha, G)$. Un développement perturbatif au voisinage des solutions $r_n(\alpha, G = 0)$ permet d'établir la relation linéaire qui lie le gradient G au déplacement en fréquence du mode n. Le calcul est technique, il fournit selon les premières estimations numériques le même résultat que la seconde méthode décrite ci-dessous. Enfin il ne fait pas ressortir une interprétation physique claire de la perturbation générée. Son avantage tient à la possibilité d'étendre la description du déplacement de la fréquence dans le régime non linéaire $\omega_n(G)$: il faut cependant garder un œil sur la validité du développement linéaire de la force réalisé au départ.

2. La seconde méthode est perturbative : nous nous donnons comme point de départ la décomposition du problème sur les modes propres de la structure en l'absence de gradient.

b Projection du mouvement sur le mode propre non perturbé $U_n(x)$

L'équation d'évolution pour le mode n s'écrit selon (Eq. (V.28)) :

$$m\ddot{a}_n + m{\omega_n}^2 a_n = GU_n(L)Y_G(L,t) \tag{V.45}$$

avec :

$$Y_G(L,t) = \sum_{i=0}^{\infty} a_i(t)U_n(L) \tag{V.46}$$

Cette expression permet de distinguer deux effets sur le mode n :

1. Une modification de sa fréquence de résonance :

$$\omega'^2_n = {\omega_n}^2 \left(1 - G\frac{{U_n}^2(L)}{m{\omega_n}^2}\right) \tag{V.47}$$

   Le gradient G est comparé à la raideur :

$$k_n = \frac{m{\omega_n}^2}{{U_n}^2(L)} \tag{V.48}$$

   Expérimentalement l'utilisation d'une force d'intensité connue pour calibrer la réponse mécanique de la sonde permettrait d'obtenir la raideur k_{eff} (Eq. (V.34)) qui diffère la plupart du temps de k_n sauf si le point d'application de la force se confond avec le point d'observation sur le microlevier. Il ressort que le moyen le plus sûr pour étalonner la sonde consiste à utiliser un gradient de force d'intensité connue.

2. Un couplage avec les autres modes de vibration $(a_i)_{i\neq n}$:

$$GU_n(L)U_i(L)a_i \tag{V.49}$$

   La base utilisée pour décrire le mouvement ne constitue plus la base propre du problème : les modes échangent de l'énergie entre eux avec le taux de couplage $GU_n(L)U_i(L)$. L'effet sur la fréquence de résonance ω'_n est néanmoins nul au premier ordre en G : la perturbation produite par le couplage apparaît à l'ordre deux, en G^2. Finalement nous ne prenons pas en compte cet effet.

c Vers le modèle d'oscillateur unique

Le mode fondamental se démarque une nouvelle fois des modes de vibration d'ordre supérieur lorsque la masse de la sphère croît. En effet nous avons :

$$U_0(L) \xrightarrow[\alpha\to\infty]{} 1 \tag{V.50}$$

Pour $n > 0$:

$$U_n(L) \xrightarrow[\alpha\to\infty]{} 0 \tag{V.51}$$

Le gradient[16] de force G n'agit que sur lui (Eq. (V.47)), de plus le couplage avec les autres modes est de plus en plus faible (Eq. (V.49)). La description du problème physique avec l'oscillateur harmonique unique identifié dans la partie précédente est donc légitime.

[16] Le gradient s'exerce au niveau de la masse m_s : s'il est appliqué ailleurs la conclusion n'est pas valable.

d Généralisation

La force étudiée ne s'exerce dans les faits que sur la pointe, la microsphère, supposée indéformable : cette dernière permet de contrôler la densité de force qui s'applique réellement sur le système. La distribution $f(x,t)$ est en effet entièrement définie par la connaissance en un point A de la sphère de la résultante des forces $\vec{F}$ et du moment $\vec{M}$. La description du problème est plus complexe. Les effets sur les modes de vibrations du système restent néanmoins les mêmes : il se produit un déplacement de la fréquence de résonance proportionnel au gradient de la force $\vec{F}$.

3 Couplage avec le bain thermique

Dans la section précédente, l'action de l'environnement sur la sonde de force n'a pas été prise en compte : la résolution du problème était dans ces conditions plus simple, les résultats obtenus restent quant à eux corrects dans la limite des faibles couplages dans lesquels nous nous situons en pratique. Ce phénomène ne peut cependant être ignoré pour décrire la résolution en force associée aux différents modes propres du microlevier. Nous proposons, dans un premier temps, d'étudier le profil du bruit mécanique de la sonde généré par le bain thermique : l'analyse fréquentielle du mouvement brownien permet de séparer les fluctuations associées aux différents modes propres de vibration puis d'obtenir leur forme $U_n(x)$. Nous reviendrons ensuite sur les conditions d'application du théorème d'équirépartition de l'énergie. Enfin nous introduirons un modèle phénoménologique dérivé de celui de Langevin pour décrire de manière quantitative le couplage avec le bain thermique.

3.1 Profil du mouvement brownien

a Configuration expérimentale

Une tour XYZ de micropositionnement permet de déplacer la fibre optique du système de détection au-dessus du microlevier. Les moteurs inertiels réalisent selon le chapitre III des pas de longueurs reproductibles : ce point est essentiel pour mener une comparaison avec le modèle précédent. La taille du faisceau laser T_L, vraisemblablement voisin d'une dizaine de micromètres, établit la limite de résolution latérale du détecteur de déplacement : nous avons par conséquent choisi un microlevier (Tab. V.1) de longueur $L = 460\ \mu m$ afin que les longueurs caractéristiques de déformation des premiers modes soient grandes devant la section du spot laser : $L >> T_L$. Nous avons réalisé l'étude du profil du mouvement brownien sur un cantilever nu puis muni d'une microsphère afin de tester les effets d'une masse localisée au bout de la structure.

b Séparation des contributions des différents modes

La densité spectrale de bruit de déplacement est mesurée pour différentes positions de la fibre optique (figure V.9). Elle révèle la présence de deux pics de mouvement brownien localisés sur les fréquences f_0 et f_1, d'intensités variables : l'ajustement de ces pics par une lorentzienne permet d'estimer le bruit de position associé à chaque mode observé. Au voisinage de la résonance f_n seule l'amplitude du mode n change de manière notable, les autre modes sont présents mais présentent une contribution au bruit de position constante. Nous obtenons

	min	moyen	max
t $[\mu m]$	1.5	2.0	2.5
f_{res} $[kHz]$	8.5	12	15
k $[N/m]$	0.05	0.15	0.30

TAB. V.1 – Le microlevier

Le microlevier possède une section rectangulaire de dimension $t \times w$, avec $w = 50 \pm 3$ μm, sa longueur L fait 460 ± 5 μm. Les dispersions de la raideur k et de la fréquence de résonance f_{res} du mode fondamental proviennent de la difficulté à contrôler l'épaisseur t de la structure lors de son élaboration.

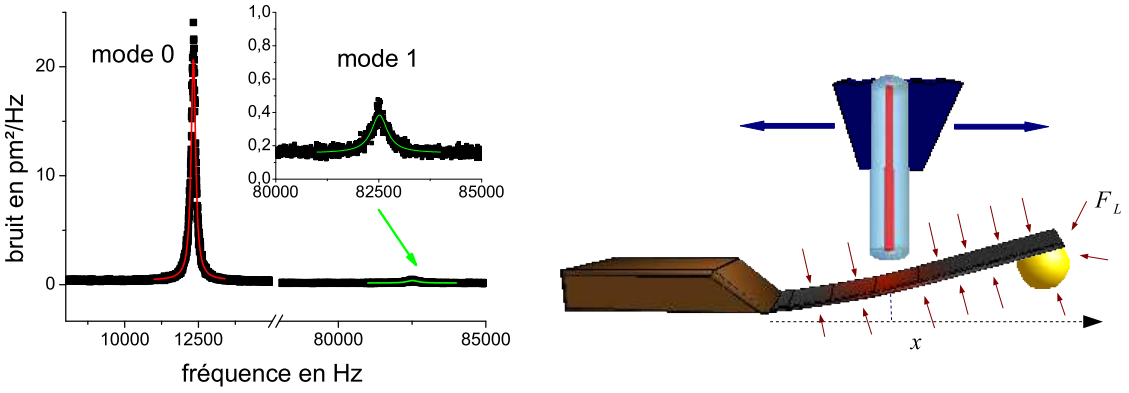


FIG. V.9 – Densité spectrale de bruit de position

L'analyse spectrale du bruit de position de la sonde permet de séparer les contributions des différents modes. Au voisinage de la fréquence de résonance f_n, le poids des modes $n' \neq n$ est négligeable car le mode n bénéficie d'une amplification du mouvement par le facteur Q. De plus ceux-ci se situent le plus souvent en dessous du seuil de détection du dispositif optique.

à partir des paramètres d'ajustement[17] la dispersion en position du microlevier pour le mode d'ordre n :

$$< Y^2_{mB_n}(x) >= A_n(x) \tag{V.52}$$

A_n correspond à l'aire de la Lorentzienne du mode n.

c Analyse quantitative des profils des modes 0 et 1

L'analyse spectrale du mouvement brownien fournit pour le mode n à l'abscisse x :

$$< Y^2_{mB_n}(x) >= {U_n}^2(x) < {a_n}^2 > \tag{V.53}$$

Nous obtenons à partir des ajustements des profils des modes 0 et 1 les dispersions $< {a_0}^2 >$ et $< {a_1}^2 >$, les fréquences de résonances f_n et les facteurs de dissipation γ_n. Le modèle du microlevier de masse homogène est satisfaisant : les profils des modes 0 et 1 qu'il fournit sont

[17] La procédure d'ajustement est décrite dans le chapitre IV.

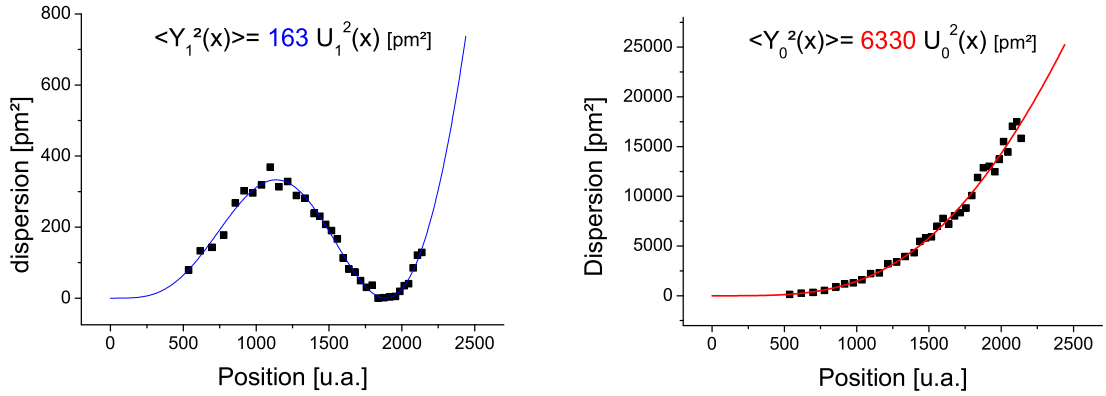


FIG. V.10 – Profils du mouvement brownien des modes 0 et 1

Les ajustements des profils 0 et 1 sont réalisés avec l'aide des fonctions U_0 et U_1 (Eq. (V.17)) obtenues en l'absence de microsphère. L'opération est d'abord menée sur le mode 1 : celui-ci possède un nœud de vibration qui contraint plus fortement les paramètres d'ajustement. Il détermine ainsi l'origine et l'échelle de l'axe des abscisses de la mesure. Ensuite sur la base de cet étalonnage, le mode fondamental est ajusté par le profil U_0, avec pour seul paramètre l'amplitude des vibrations.

mode	$< a_n^2 > [pm^2]$	fréquence $[Hz]$	dissipation γ_n $[rad/s]$
0	6330	12325	1250
1	163	82525	2950

TAB. V.2 – Mouvement brownien des modes 0 et 1

en accord avec ceux mesurés sur la figure V.10. La relation (V.15) permet quant à elle de relier les fréquences de résonance des modes propres à leurs paramètres r_n :

$$\frac{\omega_1}{\omega_0} = \frac{r_1^2}{r_0^2} \tag{V.54}$$

Celui-ci vaut expérimentalement 6.69 qui est proche de la valeur théorique 6.26.

d Profil du mouvement brownien en présence d'une microsphère

Une microsphère de 40 μm de rayon est collée sur le microlevier de l'étude précédente. Elle modifie la distribution du mouvement brownien (Fig. V.11) : le nœud de vibration du mode 1 s'est déplacé vers l'extrémité libre de la structure en accord avec les prédictions du modèle de la masse ponctuelle. La comparaison quantitative est en revanche plus délicate : l'approximation

mode	$< a_n^2 > [pm^2]$	fréquence $[Hz]$	dissipation γ_n $[rad/s]$
0	11000	4474	201
1	103	43872	2010

TAB. V.3 – Mouvement brownien des modes 0 et 1

de la masse ponctuelle est mise en défaut, en particulier pour le mode 1 qui présente une

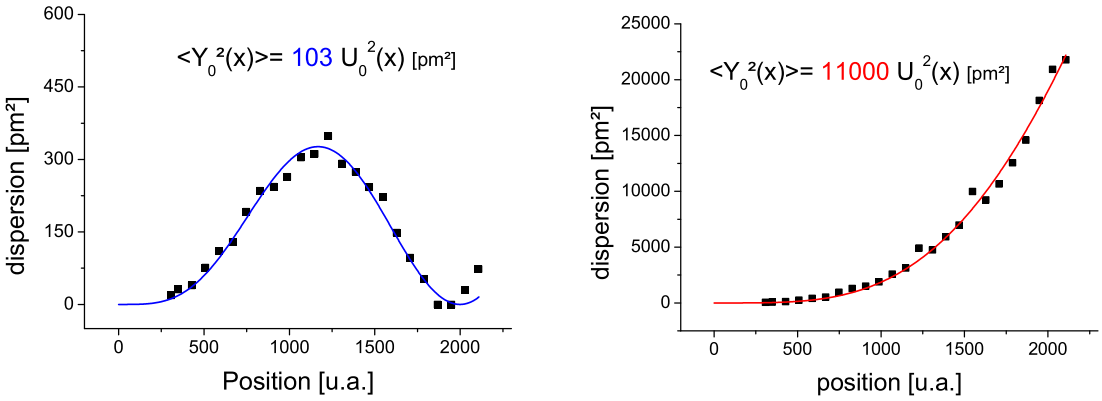


FIG. V.11 – Profils du mouvement brownien en présence d'une microsphère

longueur caractéristique de variation voisine de 100 μm, à peine plus grande que la taille de la sphère (80 μm). Une estimation du paramètre α à partir des données géométriques de la sphère le situe autour de 2.3 : le déplacement en fréquence du mode fondamental suit la relation approchée (V.24). Le rapport entre les deux premières fréquences de résonance suggère néanmoins la valeur $\alpha = 0.5$ pour mener la suite de la comparaison.

3.2 Le théorème d'équirépartition de l'énergie

a La dispersion en position

Dans le chapitre IV, nous avions relié la dispersion en position $< Y^2 >$ fournie par le système de détection à un paramètre que nous avions identifié à une raideur k_{mB} à travers le théorème d'équirépartition :

$$k_{mB} < Y^2 >= k_B T \tag{V.55}$$

L'étude précédente sur le profil du mouvement brownien souligne la difficulté pour interpréter la raideur k_{mB} : celle-ci dépend de la position de la fibre optique, elle est inversement proportionnelle à la dispersion $< Y^2_{mB_n}(x) >$. Pour une configuration expérimentale donnée, elle se distingue de :

- la raideur statique k_c
- la raideur k_{eff} associée au couple (x, L) qui détermine les positions de la fibre et du point d'application de la force. Nous pouvons remarquer que le mode d'action de la force de Langevin est différent : elle n'est pas ponctuelle, elle se distribue sur l'ensemble de la structure.
- la raideur k_n qui intervient dans le déplacement en fréquence produit par un gradient de force.

L'utilisation de cette méthode pour calibrer la sonde de force avec une précision inférieure au pour-cent semble par conséquent compromise. Elle nous permet tout au mieux d'obtenir un ordre de grandeur de la raideur : elle constitue ainsi un moyen pratique pour vérifier la cohérence des résultats expérimentaux.

b Décomposition de l'hamiltonien sur les modes propres

L'hamiltonien du microlevier restreint sur les modes de vibrations transversales se compose d'un terme d'énergie cinétique et d'un terme d'énergie potentielle élastique :

$$H = \int_0^L \frac{1}{2}\rho(x)\dot{Y}^2(x,t)dx + \int_0^L \frac{1}{2}EI\left(\frac{\partial^2 Y}{\partial x^2}\right)^2(x,t)dx \tag{V.56}$$

En supposant que :

$$Y(x,t) = \sum_{n=0}^{\infty} a_n(t)U_n(x) \tag{V.57}$$

et à partir des propriétés des fonctions U_n (Eq. (V.10),Eq. (V.6) et Eq.(V.7)), nous obtenons :

$$H = \sum_{n=0}^{\infty} H_n \tag{V.58}$$

avec

$$H_n = \frac{1}{2}m\dot{a}_n^2 + \frac{1}{2}m{\omega_n}^2{a_n}^2 \tag{V.59}$$

c Le théorème d'équirépartition de l'énergie

Le théorème d'équirépartition de l'énergie associe $k_BT/2$ à chaque composante quadratique de l'hamiltonien. Nous identifions ainsi :

$$\frac{1}{2}m{\omega_n}^2 < {a_n}^2 > = \frac{1}{2}k_BT \tag{V.60}$$

La raideur k_{mB_n} définie par la relation (V.53) trouve une signification :

$$k_{mB_n} = \frac{k_BT}{< Y_{mB_n}^2(x) >} = \frac{m}{{U_n}^2(x)}{\omega_n}^2 \tag{V.61}$$

Les paramètres k_{eff}, k_n et k_{mB_n} sont identiques lorsque la fibre optique se situe juste au-dessus du point d'application de la force.

d Analyse quantitative des dispersions des modes 0 et 1

La relation (V.60) permet ainsi d'évaluer les raideurs $k = m\omega_n^2$ de chaque mode ainsi que la masse m du microlevier :

mode	0	1
$k = \frac{k_BT}{<a_n^2>}$ $[N/m]$	0.65	25
$m = \frac{k}{\omega_n^2}$ $[kg]$	1.08 10^{-10}	0.95 10^{-10}
$\sqrt{\frac{<a_n^2>}{<a_0^2>}}$	1	6.23

Le rapport des intensités des mouvements browniens est en accord avec le rapport théorique des fréquences de résonance : 6.2. La masse m évaluée par cette méthode est très proche de celle obtenue à partir des paramètres géométriques[18] de la microstructure :

$$m = m_c = t \times w \times L \times \rho_{Si} = 1.07\ 10^{-10}\ kg$$

[18]La masse volumique du silicium est de 2330 kg/m^3. L'épaisseur t est estimée à 2 μm en raison de la valeur expérimentale de la raideur en bout de poutre de 0.16 N/m et de la fréquence de résonance voisine de 12 kHz.

3.3 Le facteur de dissipation Γ_n

Lorsque le microlevier vibre, il transfert de l'énergie vers ses propres degrés de liberté microscopiques et avec l'atmosphère ambiante [79]. La description du phénomène de dissipation est assez complexe, car il nécessite une bonne connaissance des différents processus de couplage entre les degrés de liberté macroscopiques[19] et microscopiques : la frontière entre les deux est d'ailleurs difficile à définir. Dans cette partie nous proposons un modèle phénoménologique très simple pour décrire un processus d'échange d'énergie avec le bain thermique : il est certainement insuffisant pour coller aux faits expérimentaux. Son objectif est plutôt de donner quelques idées sur le comportement du taux de dissipation et par suite sur la résolution en force de chaque mode d'oscillation.

a Modélisation de deux processus de dissipation

Nous nous intéressons aux deux processus de dissipation suivants :

1. L'action des molécules de l'atmosphère avec le microlevier peut être décrite par une force visqueuse proportionnelle à la surface[20] :

$$dF_a = \eta_a \dot{Y}(x,t)dx \tag{V.62}$$

2. Au niveau microscopique, nous pouvons introduire un temps de relaxation τ_e de la contrainte σ vis à vis de la déformation ϵ :

$$\sigma = E(\epsilon + \tau_e \dot{\epsilon}) \tag{V.63}$$

Le calcul de la force, générée par la déformation élastique, sur l'élément dx du microlevier selon l'axe $\vec{e_y}$ donne :

$$dF = -EI\left(\frac{\partial^4 Y}{\partial x^4}(x,t) + \tau_e \frac{\partial^4 \dot{Y}}{\partial x^4}(x,t)\right)dx \tag{V.64}$$

L'expression (V.63) constitue une version simplifiée du modèle plus général du solide anélastique linéaire proposé par Zener [80, 62, 66]. Il s'agit d'une extension de la loi de Hooke :

$$\sigma + \tau_\epsilon \dot{\sigma} = E(\epsilon + \tau_\sigma \dot{\epsilon}) \tag{V.65}$$

dans laquelle la contrainte et la déformation relaxent respectivement sur les temps τ_ϵ et τ_σ. Le module d'Young peut être décrit dans le domaine fréquentiel par :

$$E(\omega) = E_{eff}(\omega)\left(1 - \frac{\jmath\omega\tau}{1+\omega^2\tau^2}\Delta\right) \tag{V.66}$$

$E_{eff}(\omega)$ est réel, $\tau = \sqrt{\tau_\epsilon \tau_\sigma}$. Sur la largeur d'un pic de résonance ω_n, $E(\omega)$ varie peu. Il est ainsi possible de s'appuyer sur l'expression (V.63) pour mener la suite des calculs, à condition de redéfinir la constante de temps τ_e pour chaque mode de vibration[21] :

$$\tau_e(\omega_n) = \frac{\Delta\tau}{1+\omega_n^2\tau^2} \tag{V.67}$$

[19] Nous ne nous intéressons qu'aux modes de vibration transversaux, que l'on suppose découplés des autres types de modes macroscopiques.

[20] Nous pourrions tenir compte d'une dépendance en x de η_a qui traduirait la présence de la sphère de section différente de celle du microlevier.

[21] La description n'est correcte qu'au voisinage de ω_n.

Il existe de nombreuses sources de relaxation anélastique dans les solides. Le modèle précédent est purement phénoménologique, l'identification des paramètres Δ et τ peut être fait sur différents processus : réarrangement de joint de grain, excitations électroniques, relaxation thermoélastique, interactions phonons phonons, *etc.*

Cette liste n'est pas exhaustive [63, 61] : d'autres sources de dissipation, de mécanisme plus complexe, sont certainement présents dans le problème. Les processus de frictions localisées à la surface deviennent par exemple prépondérants par rapport à ceux qui ont lieu dans le volume à mesure que les dimensions de la microstructure diminuent.

L'équation locale du mouvement transversal du microlevier devient en présence des deux termes de dissipation précédents :

$$\rho(x)\frac{\partial^2 \ddot{Y}}{\partial t^2}(x,t) + \eta_a \dot{Y}(x,t) + EI\frac{\partial^4 Y}{\partial x^4}(x,t) + EI\tau_e\frac{\partial^4 \dot{Y}}{\partial x^4}(x,t) = f(x,t) \tag{V.68}$$

b Décomposition du mouvement sur les modes de vibrations

Soit $Y_d(x,t)$, la solution de l'équation (V.68) qui respecte les conditions aux limites suivantes :

$$Y_d(x=0,t) = 0, \quad \frac{\partial Y_d}{\partial x}(x=0,t) = 0 \tag{V.69}$$

$$\frac{\partial^2 Y_d}{\partial x^2}(x=L,t) = 0, \quad \frac{\partial^3 Y_d}{\partial^3 x}(x=L,t) = 0 \tag{V.70}$$

Lorsque nous travaillons sous vide, la quantité d'énergie dissipée avec les molécules de l'atmosphère est négligeable devant les pertes internes : nous ne tenons pas compte du deuxième terme de l'équation (V.68). Nous nous intéressons à la projection du mouvement Y_d sur le profil $U_n(x)$ définie dans la partie précédente en l'absence de friction. U_n vérifie en plus des conditions aux limites Eq. (V.69) et Eq. (V.70) :

$$\frac{d^4 U_n}{dx^4}(x,t) = \frac{\rho(x){\omega_n}^2}{EI}U_n(x,t) \tag{V.71}$$

Nous définissons a_n :

$$a_n(t) = \frac{1}{m}\int_0^L \rho(x)Y_d(x,t)U_n(x)dx \tag{V.72}$$

L'équation d'évolution de a_n s'obtient en intégrant[22] l'équation (V.68) multipliée par $U_n(x)$:

$$m\ddot{a}_n + m{\omega_n}^2\tau_e\dot{a}_n + m{\omega_n}^2 a_n = \int_0^L f(x,t)U_n(x)dx \tag{V.73}$$

[22]Lors de l'intégration par partie, on considère que les dérives temporelles des conditions aux limites Eq. (V.69) et Eq. (V.70) sont également nulles.

c Le taux de dissipation du mode n

Le temps de relaxation de l'oscillateur a_n s'élève sous vide à :

$$\tau_{r_n} = \frac{1}{{\omega_n}^2 \tau_e(\omega_n)} = \frac{\tau}{\Delta} \frac{1 + \omega_n^2 \tau^2}{\omega_n^2 \tau^2} \tag{V.74}$$

Il détermine le taux de dissipation de l'énergie mécanique :

$$\frac{d}{dt}\left(\frac{m}{2}\dot{a}_n^2 + \frac{m{\omega_n}^2}{2}{a_n}^2\right) = -\frac{1}{\tau_{r_n}}\frac{m\dot{a}_n^2}{2} \tag{V.75}$$

Pour tester la relation (V.74), les processus de dissipation anélastiques doivent être dominants : nous devons en particulier nous placer sous vide. L'expression (V.74) suggère une diminution du temps de relaxation pour des modes de vibration d'ordre croissant : celui-ci converge à haute fréquence vers τ/Δ. Expérimentalement le taux de dissipation γ_n sous vide croît avec l'ordre du mode n : la comparaison avec le modèle précédent est difficile car nous disposons de peu de modes d'oscillation observables, de plus les paramètres τ et Δ peuvent dépendre des dimensions[23] de la structure étudiée, rendant toutes études quantitatives complexes. Ce modèle permet néanmoins d'avancer une explication qualitative reliée aux caractéristiques géométriques du mode de vibration et indépendante des mécanismes internes de relaxation de la contrainte au niveau local.

Le facteur de qualité s'élève quant à lui à :

$$Q_n = \frac{1}{\omega_n \tau_e} \tag{V.76}$$

Pour τ_e constant, la fraction d'énergie perdue lors d'un cycle est plus grande pour les harmoniques que pour le mode fondamental : la quantité de fibres déformées est plus importante, la structure est beaucoup plus sollicitée.

d Le microlevier de masse homogène

Pour un microlevier de masse homogène $\rho(x) = \rho_0$, nous pouvons prendre en compte le terme de dissipation produit par l'air ambiant. La base de profil $(U_n)_{n\in\mathbb{N}}$, obtenue dans la section précédente, permet également de projeter le mouvement sur chaque mode de vibration. On obtient :

$$m_c\ddot{a}_n + (\eta_a L + m_c{\omega_n}^2\tau_e)\dot{a}_n + m_c{\omega_n}^2 a_n = \int_0^L f(x,t)U_n(x)dx \tag{V.77}$$

En présence d'une masse supplémentaire, il semblerait que les profils de vibration des modes soient modifiés : le premier terme de dissipation produit leur couplage. Expérimentalement nous avons observé des variations de fréquence de résonance de quelques centaines de Herz ($f_{res} \approx 20\ kHz$) lorsque nous passions sous vide. Nous suspectons une variation de masse de la structure produite par l'évaporation d'une couche moléculaire présente à sa surface, nous pouvons aussi nous demander s'il ne s'agirait pas d'un glissement généré par le couplage dont il est question ici.

[23] Par exemple pour le processus de relaxation élastique.

Ce modèle suggère un taux de dissipation $\gamma_a = \Gamma_a/m$ identique pour tous les modes : lors du passage sous vide, nous devrions donc observer la même réduction sur chacun d'eux. Pour des microleviers équipés d'une sphère à leur extrémité, nous n'avons pas fait ce constat : la description du processus local de dissipation peut être remis en cause, il peut s'agir également d'un élargissement qui résulte du couplage avec les autres modes.

3.4 Résolution en force de la sonde de mesure

Le couplage avec le bain thermique détermine le niveau de résolution du microlevier : l'environnement produit des fluctuations de forces qui mettent en mouvement la structure et qui limitent par conséquent sa capacité à discerner la force étudiée.

a Source des fluctuations du mode n

On désigne par $f_{a_n}(t)$ le bruit qui agit sur le mode a_n :

$$m\ddot{a}_n + m{\omega_n}^2\tau_e\dot{a}_n + m{\omega_n}^2 a_n = F_{a_n}(t) \tag{V.78}$$

Afin de satisfaire le théorème d'équirépartition de l'énergie, sa densité spectrale de puissance doit vérifier :

$$S_{F_{a_n}F_{a_n}} = 4k_BTm{\omega_n}^2\tau_e \tag{V.79}$$

A partir de la fonction réponse H_n du mode n, nous déduisons l'expression de la densité spectrale de bruit de position en x du mode n mesurée sur la figure V.9 :

$$S_{Y_nY_n}(\omega, x) = U_n^2(x)|H_n|^2(\omega)S_{F_{a_n}F_{a_n}} \tag{V.80}$$

b Optimisation de la résolution en force du mode n

Une force ponctuelle F_C est appliquée au niveau de la microsphère situé en L, l'observation du mouvement a lieu à l'abscisse x_0 du microlevier. Pour le mode n, l'amplitude des oscillations $Y_n = a_n(t)U_n(x_0)$ vérifie :

$$\frac{m}{U_n(x_0)U_n(L)}\ddot{Y}_n + \frac{m{\omega_n}^2\tau_e}{U_n(x_0)U_n(L)}\dot{Y}_n + \frac{m{\omega_n}^2}{U_n(x_0)U_n(L)}Y_n = \frac{F_{a_n}(t)}{U_n(L)} + F_C \tag{V.81}$$

Cette relation permet d'identifier une densité spectrale fictive[24] de bruit de force pour le mode n :

$$S_{F_nF_n} = \frac{S_{F_{a_n}F_{a_n}}}{{U_n}^2(L)} \tag{V.82}$$

Cette dernière est minimale[25] lorsque le point d'application coïncide avec un ventre de vibration du mode n situé en L'. En ce qui nous concerne, ce point se situe par construction sur la microsphère en L, qui devient pour les modes d'ordre $n > 0$ un nœud de vibration lorsque le rapport $\alpha = m_s/m_c$ augmente : leur niveau de résolution tend donc à se dégrader. Pour le mode fondamental, la résolution semble limitée par $S_{F_{a_n}F_{a_n}}$ puisque $U_n(L)$ tend vers 1. Le bruit associé à la détection est quant à lui minimisé lorsque le point d'observation se situe sur l'amplitude maximale du profil U_n.

[24] Cette densité spectrale est liée à la méthode de mesure : le bruit réel est défini par $S_{F_{a_n}F_{a_n}}$.

[25] Dans l'expression précédente, il suffit de remplacer la position L par L'.

c Description par une force de Langevin

Le modèle de dissipation interne que nous avons introduit dans les sections précédentes permet d'établir une expression de la densité spectrale de force associée au mode n :

$$S_{F_nF_n} = \frac{4k_BTm{\omega_n}^2\tau_e}{{U_n}^2(L)} \tag{V.83}$$

L'intérêt de cette formulation repose sur le lien qu'elle établit entre le paramètre[26] microscopique associé à la dissipation $E\tau_e$ et les paramètres[27] géométriques attachés à la forme du mode :

$$\frac{m{\omega_n}^2}{E{U_n}^2(L)} = \frac{g_n}{{U_n}^2(L)}\frac{I}{L^3}(1+\alpha) \tag{V.84}$$

A ce stade, nous pouvons nous demander si le spectre de puissance de bruit obtenu est cohérent avec l'existence d'un bruit de contrainte $\sigma_L(t)$ qui agirait au niveau de la loi d'élasticité :

$$\sigma = E(\epsilon + \tau_e\dot{\epsilon}) + \sigma_L(t) \tag{V.85}$$

Cette expression constitue une formulation du modèle de Langevin au niveau local : la densité spectrale de la contrainte fluctuante ne doit en aucun cas dépendre des paramètres associés aux différents modes de vibrations.

La description de l'action du bain thermique à travers la contrainte $\sigma_L(t)$ est délicate d'un point de vue mathématique et physique : certains problèmes dans les lignes qui suivent mériteraient un éclaircissement. En un point (x,y,z) du microlevier, la contrainte fluctuante est désignée par :

$$\sigma_L(t,x,y,z) \tag{V.86}$$

Le moment exercé en x par ce bruit de force sur la partie gauche de la poutre sur l'ensemble d'une section rectangulaire de dimension $t \times w$ est :

$$M_L(t,x) = -\int y\sigma_L(t,x,y,z)dydz \tag{V.87}$$

Quant à la force dirigée selon l'axe $\vec{e_y}$, elle s'obtient à partir de :

$$F_L(x,t) = -\frac{\partial M_L}{\partial x} \tag{V.88}$$

qui suppose une variation lente de $M_L(t,x)$ sur l'échelle de longueur dx. Enfin la force linéique qui s'exerce sur l'élément d'épaisseur dx s'élève à :

$$f_L(x,t) = -\frac{\partial^2 M_L}{\partial x^2} \tag{V.89}$$

La force fluctuante qui agit sur le mode de vibration a_n se dérive de cette dernière par intégration sur le profil[28] $U_n(x)$:

$$F_{a_n}(t) = \int_O^L f_L(x,t)U_n(x)dx = \int_O^L M_L(t,x)\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2}(x)dx \tag{V.90}$$

[26] En réalité le temps de relaxation τ_e peut dépendre lui-même des dimensions de la structure : c'est le cas pour un processus thermoélastique.

[27] g_n est définie dans la section V.1.2.

[28] Deux intégrations par partie permettent d'intervertir les opérateurs de dérivation : en bout de poutre la contrainte fluctuante est nulle (La partie droite est inexistante).

La fonction de corrélation du bruit de force s'exprime dans ces conditions :

$$C_{F_{a_n}F_{a_n}}(\tau) = \int < M_L(t-\tau, x_1)M_L(t, x_2) > \frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2}(x_1)\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2}(x_2)dx_1dx_2 \tag{V.91}$$

Le bruit σ_L est décorrélée pour deux points distants de $d = x_2 - x_1$ grand devant dx mais petit devant l'échelle de variation des profils de vibration U_n, de même au sein d'une section du microlevier sa longueur de corrélation est supposée négligeable devant les dimensions transverses $t \times w$:

$$< M_L(t-\tau, x_1)M_L(t, x_2) >= \int_0^L y_1y_2 < \sigma_L(t-\tau, x_1, y_1, z_1)\sigma_L(t, x_2, y_2, z_2) > dy_1dy_2dz_1dz_2 \tag{V.92}$$

avec,

$$< \sigma_L(t-\tau, x_1, y_1, z_1)\sigma_L(t, x_2, y_2, z_2) >= A\delta(\tau)\delta(x_1 - x_2)\delta(y_1 - y_2)\delta(z_1 - z_2) \tag{V.93}$$

Nous obtenons :

$$< M_L(t-\tau, x_1)M_L(t, x_2) >= AI\delta(\tau)\delta(x_1 - x_2) \tag{V.94}$$

Avec $I = \int y^2 dydz$ et $2A = S_{\sigma_L\sigma_L}$
Soit :

$$C_{F_{a_n}F_{a_n}}(\tau) = AI\delta(\tau)\int \frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2}(x_1)\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2}(x_1)dx_1 \tag{V.95}$$

A l'issue de deux intégrations par partie, il apparaît :

$$C_{F_{a_n}F_{a_n}}(\tau) = A\delta(\tau)\frac{m{\omega_n}^2}{E} \tag{V.96}$$

Le spectre de puissance du bruit correspond à la transformée de Fourier de la fonction d'autocorrélation :

$$S_{F_{a_n}F_{a_n}} = 2A\frac{m{\omega_n}^2}{E} \tag{V.97}$$

Après comparaison avec l'expression (V.79), nous déduisons le spectre de puissance :

$$S_{\sigma_L\sigma_L} = 2A = 4k_BTE\tau_e \tag{V.98}$$

qui permet de décrire au niveau local la contrainte fluctuante compatible avec la force dissipative $E\tau_e\dot{\epsilon}$ afin de satisfaire l'équilibre thermodynamique et assurer la distribution de l'énergie selon une statistique de Boltzmann.

4 Perturbation de la réponse mécanique du microlevier par l'environnement

La précision d'une mesure de force dépend également de la stabilité de la réponse mécanique du microlevier. L'environnement impose des variations de température qui modifient localement les contraintes internes dans la structure massive : elles perturbent par conséquent le signal de mesure. Durant notre étude nous avons observé deux processus qui altèrent le comportement mécanique de la sonde de force : ils tirent tous les deux leur origine dans les

changements de température de la structure produits par le système de détection interférométrique et par le reste du bâti. Ils se distinguent l'un de l'autre notamment par une différence d'échelle de temps dans leur mode d'action. Le premier effet correspond à une dérive de la fréquence de résonance et le second à une modification de la force dissipative : le système est porté dans un état hors d'équilibre thermodynamique par un mécanisme complexe d'action en retour qui modifie l'intensité de son bruit mécanique. En nous appuyant sur l'expérience d'amortissement froid décrite au chapitre IV, nous montrerons néanmoins que la résolution en force est inchangée, voire dégradée.

4.1 Stabilité de la fréquence de résonance

a Perturbation de la fréquence de résonance

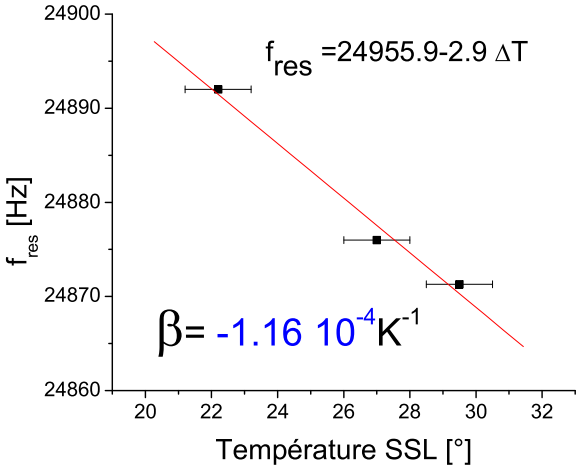


FIG. V.12 – Variation de la fréquence de résonance avec la température du laboratoire
La température du laboratoire modifie la fréquence de résonance du microlevier selon un taux proche de la valeur théorique pour le silicium ($-5.5\ 10^{-5}\ K^{-1}$) : la structure se compose en réalité de silicium et de couches métalliques. Les mesures ont été obtenues pour différents jours d'expérience : le bâti et par suite le microlevier adoptent les variations thermiques du reste de la pièce.

Le temps caractéristique de diffusion thermique du microlevier est fixé en partie par ses dimensions :

$$\tau_T = \frac{L^2 c_p}{\gamma_T} \tag{V.99}$$

$c_p = 1.63\ 10^6\ J.m^{-3}.K^{-1}$ est la capacité thermique du silicium, $\gamma_T = 148\ W.m^{-1}.K^{-1}$ est le coefficient de diffusion thermique. Il s'établit autour de $10^{-4}\ s$ pour une longueur L d'une centaine de micromètre. La structure vibrante est en équilibre thermique avec son support sur une échelle de temps supérieure à τ_T. Ce dernier, par son volume, présente des fluctuations lentes de sa température en réponse à des perturbations extérieures qui s'appliquent également au microlevier. Par ailleurs les fréquences de résonance des modes propres dépendent explicitement du module d'Young :

$$\omega_n^2 = \frac{E}{\rho_0}\frac{I}{L^4} g_n \tag{V.100}$$

Ce dernier présente une dépendance vis à vis de la température. En introduisant la vitesse du son $v_s = \sqrt{E/\rho_0}$, la perturbation qui résulte sur les fréquences propres du système se décrit par [81, 63] :

$$\beta_f = \frac{1}{f_{res}} \frac{\partial f_{res}}{\partial T} = \frac{1}{v_s} \frac{\partial v_s}{\partial T} - \alpha \tag{V.101}$$

$\alpha = 2.55\ 10^{-6}\ K^{-1}$ est le coefficient de dilatation thermique, la variation[29] relative de la vitesse du son s'élève quant à elle à $-5.5\ 10^{-5}\ K^{-1}$ à 290 K : c'est la principale source de perturbation. Le quartz se distingue du silicium par un taux de variation nulle de la fréquence à température ambiante pour une orientation cristallographique adéquate : ceci explique le succès des diapasons en quartz utilisés comme étalon de fréquence en horlogerie, puis par la suite leur utilisation dans des montages de microscopie champ proche.

b Réponse à un échelon de température

L'expérience suivante permet de tester la sensibilité du système soumis à une variation de température. Une lampe à incandescence éclaire depuis l'extérieur de la chambre à vide le cadre du microscope : elle constitue une source de chaleur contrôlable par l'expérimentateur. Le microlevier est excité à une fréquence fixe proche de la résonance f_0, sa réponse est analysée par une détection synchrone. Une dérive de la fréquence de résonance se traduit dans ces conditions par une dérive du signal de phase.

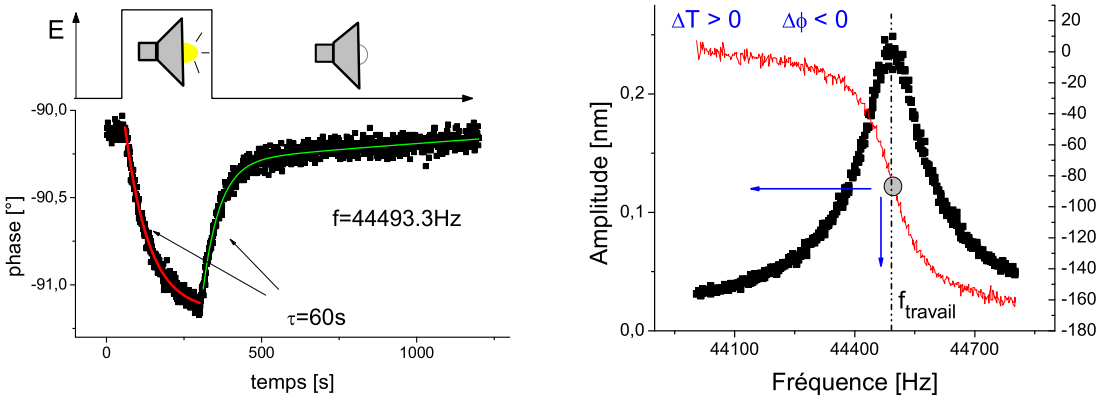


FIG. V.13 – Dérive thermique de la fréquence de résonance

La figure V.13 présente la relaxation de la phase suite à l'activation et à l'arrêt de la source de chaleur. La dérive de phase $\Delta\phi$ est localement proportionnelle au déplacement de la fréquence de résonance. Selon la fonction réponse de l'oscillateur, elles sont reliées par la relation :

$$\Delta f_{res} = \frac{\gamma}{2\pi} \Delta\phi \tag{V.102}$$

La réponse du système à ce double échelon de température s'interprète de la manière suivante :

- La relaxation exponentielle de la fréquence de résonance montre que le système trouve un équilibre thermique sur un temps caractéristique de l'ordre de la minute : Ce temps

[29] L'orientation cristallographique.

est relié à l'inertie thermique du support du microlevier et est compatible en ordre de grandeur avec celui observé sur la dérive de la fréquence de résonance de l'oscillateur.

– Une augmentation de température produit expérimentalement une diminution de la fréquence de résonance en accord avec le signe moins de la relation (V.101). L'élévation de température peut être évaluée par l'intermédiaire de cette même expression. Le facteur de dissipation du microlevier s'élève à $\gamma = 800\ rad.s^{-1}$ et la fréquence de résonance $f_{res} = 44493.3\ Hz$:

$$\frac{\partial \phi}{\partial T} \approx -1\ ^{\circ}/K \tag{V.103}$$

Une élévation de la température de l'ordre du degré semble réaliste lorsque la lampe est distance de quelques dizaines de centimètres.

c Conséquence en terme de résolution de force

L'expérience précédente montre la sensibilité du microlevier aux variations de température extérieure. Ce phénomène constitue une source d'incertitude pour la mesure de très faible gradient de force : il établit une limite inférieure pour la bande passante $B = 1/t_m$ de la mesure. L'intégration du bruit de mesure S_{GG} ne présente plus d'intérêt dès que la résolution ΔG_b atteint l'incertitude associée à la dérive thermique ΔG_d :

$$\Delta G_b > \Delta G_d \tag{V.104}$$

‘ où,

$$\Delta G_b = \sqrt{S_{GG} B} \quad \Delta G_d = \frac{2k}{f_{res}} \Delta f_d = 2k\beta_f \Delta T \tag{V.105}$$

l'incertitude sur la température croît avec le temps de mesure $t_m \approx 1/B$: si $\Delta T = a t_m$, nous obtenons comme limite[30] :

$$B^{\frac{3}{2}} > 2k\beta_f a \tag{V.106}$$

Cette expression suggère l'utilisation de microlevier de faible raideur k afin de pallier le problème de dérive thermique : cette piste devrait être explorée pour des mesures à longues distances pour lesquelles le phénomène de saut au contact ne peut avoir lieu. Lorsque la dérive est constante durant l'acquisition d'une courbe de force, il est néanmoins possible d'apporter une correction au signal de mesure par une soustraction : cette manipulation est délicate et tend à rendre complexe la phase post expérimentale de traitement de données.

4.2 Action en retour du système de détection

Les effets de la pression de radiation sur les miroirs d'une cavité Fabry Pérot font actuellement l'objet d'une grande attention au sein de la communauté scientifique de l'optique quantique [82]. Le refroidissement mécanique d'un oscillateur sur lequel est monté l'un des miroirs de la cavité a récemment été observé [52, 75, 4] : ce phénomène d'action en retour porte le nom de Self Cooling. Il pourrait constituer dans le futur une voie pour atteindre le régime quantique d'un oscillateur mécanique mésoscopique. Son mode d'action est très proche du processus d'amortissement froid décrit au chapitre IV : aucune boucle externe de rétroaction n'est cependant mise en place par l'expérimentateur. La force exercée par le faisceau

[30] La vitesse a est une inconnue du problème qui caractérise la vitesse de la dérive que nous pouvons borner lors des expériences préliminaires de calibration de la sonde.

intracavité sur le miroir mobile varie fortement au voisinage d'un pic d'Airy. Dans certaines conditions, elle est proportionnelle à la position ($F = k_0 x$), et modifie par conséquent la raideur[31] de l'oscillateur. En réalité, lors du désaccord de la cavité, la pression de radiation relaxe vers sa valeur asymptotique sur un temps[32] τ_c proportionnel à la finesse de la cavité :

$$\tau_c = \mathcal{F}\frac{d}{c} \tag{V.107}$$

d et c sont respectivement la longueur de la cavité et la vitesse de la lumière. Pour une période T de l'oscillateur plus petite que τ_c, il est possible d'observer après de nombreux efforts expérimentaux une force proportionnelle à la vitesse du miroir :

$$F = \pm\gamma_c v \tag{V.108}$$

Celle-ci diminue ou augmente le coefficient d'amortissement selon le côté du pic d'Airy sur lequel est accordé le miroir mobile. Le système mécanique couplé à la cavité optique peut ainsi générer lui même son propre amortissement sans l'intervention d'appareils électroniques extérieurs.

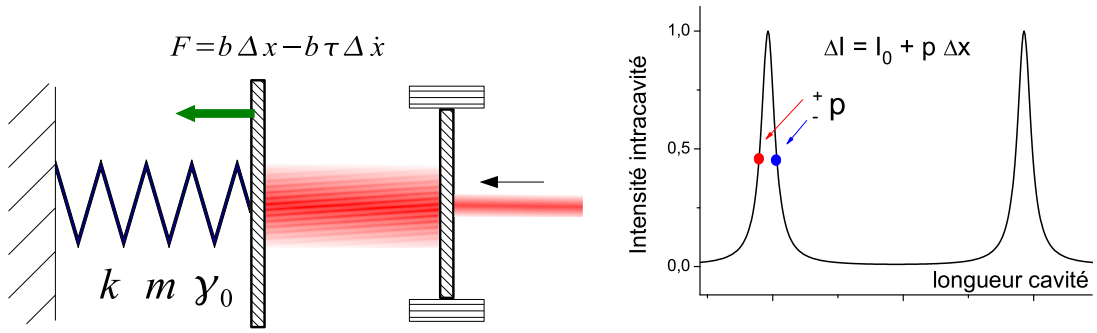


FIG. V.14 – Action en retour de la cavité optique

L'intensité intracavité varie brusquement au voisinage d'une résonance optique : un désaccord de la longueur de la cavité produit un écart d'intensité d'autant plus important que la finesse est grande. L'équilibre s'établit quant à lui sur le temps τ_c.

Nous avons observé un phénomène semblable produit par la cavité fibre-microlevier, mais qui repose sur un autre type d'action mécanique : la force bolométrique [84]. Le faisceau laser constitue une source de chaleur susceptible d'actionner le microlevier grâce à une modification de la contrainte interne. La finesse de la cavité optique est médiocre : il existe néanmoins une modulation de l'intensité intracavité qui peut être à l'origine de la perturbation de la réponse mécanique du système. Cet effet mérite une grande attention lors de la mesure de très faibles gradients de force : la sonde est également sensible à la force bolométrique dont il est question ici. Dans les situations où ce phénomène est important, la stabilité de la longueur de la cavité est essentielle afin de ne pas perturber le signal de mesure.

[31] Elle peut le conduire dans un régime instable lorsque la raideur s'annule.

[32] τ_c est souvent interprété comme le temps de vie du photon à l'intérieur de la cavité et $\mathcal{F}$ comme le nombre d'aller-retour que ce dernier y effectue.

a La force bolométrique

Les forces d'origine thermique constituent un mode d'actionnement mécanique [85, 86]. Par exemple l'effet bilame correspond à la déformation induite par une variation de température d'une structure composée de deux matériaux de coefficients de dilatation différents. Les thermomètres à lame et les premières ampoules clignotantes s'appuyaient notamment sur ce principe. Les forces thermiques tiennent un rôle important dans les micro et nanosystèmes mécaniques (MEMS/NEMS) : l'assemblage de matériaux de nature différente, tel que le dépôt de couches métalliques, et la présence de gradients thermiques sont susceptibles de favoriser ce type de force.

Nous nous intéressons désormais au mécanisme d'actionnement thermique d'un microlevier produit par le champ de température $\Delta T(x, y)$: nous supposons que celui-ci est indépendant du mouvement de la sonde et est seulement déterminé par l'équation de la chaleur au sein de la microstructure et des conditions aux limites imposées par l'expérimentateur.

Au niveau local, la contrainte est décrite par le modèle suivant :

$$\sigma = E(\epsilon - \alpha \Delta T) \tag{V.109}$$

Le moment $M(x, t)$ et la force $F(x, t)$ exercés en x par la partie droite du microlevier sur la partie gauche ont pour expression[33] :

$$M(x,t) = EI\frac{\partial^2 Y}{\partial x^2} + EI_T \quad , \quad F(x,t) = EI\frac{\partial^3 Y}{\partial x^3} + E\frac{\partial I_T}{\partial x} \tag{V.110}$$

avec

$$I_T = \int y\alpha(y)\Delta T(x,y)dydz \tag{V.111}$$

L'équation d'Euler Bernouilli devient :

$$\rho(x)\frac{\partial^2 Y}{\partial t^2}(x,t) + E\frac{\partial^2}{\partial x^2}\left(I\frac{\partial^2 Y}{\partial x^2} + I_T\right) = 0 \tag{V.112}$$

Les conditions aux limites en L pour le moment et la force exigent :

$$I\frac{\partial^2 Y}{\partial x^2}(L,t) = -I_T(L,t) \quad , \quad I\frac{\partial^3 Y}{\partial x^3}(L,t) = -\frac{\partial I_T}{\partial x}(L,t) \tag{V.113}$$

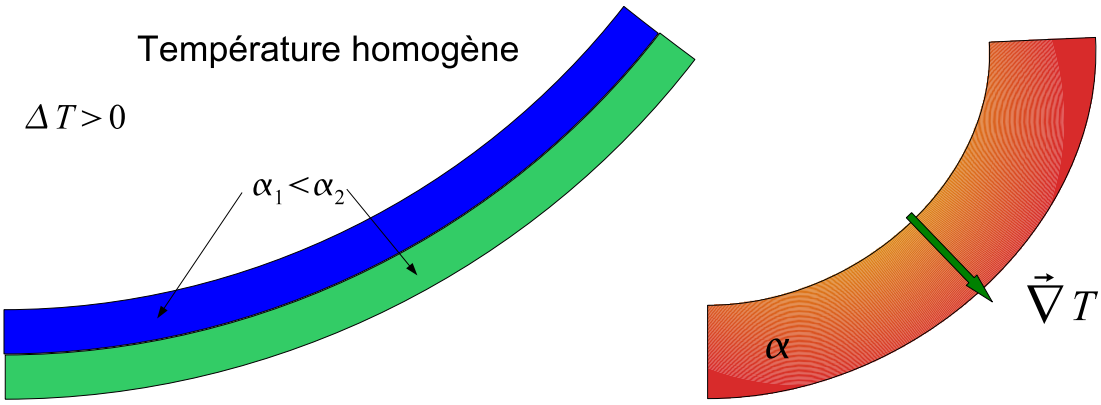
L'équation d'évolution du mode d'oscillation n s'obtient en projetant l'équation (V.112) sur le profil $U_n(x)$. Lors des intégrations par partie, les nouvelles conditions aux limites (V.113) sont prises en compte :

$$m\ddot{a_n} + m\omega_n^2 a_n = -\int_0^L E\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2} I_T dx \tag{V.114}$$

Cette formulation simplifiée[34] du phénomène d'actionnement thermique permet d'expliquer deux situations d'excitation distinctes selon la distribution de température $\Delta T(x, y)$: la quantité $I_T(x)$ décrite par l'Eq. (V.111) doit être non nulle.

[33] Pour simplifier les équations nous avons considéré la situation la plus simple pour laquelle le module d'Young est identique et indépendant de la température. Celle-ci module en réalité localement la raideur de la structure et doit certainement être responsable d'effets intéressants. Enfin la valeur du module d'Young est supposée la même pour tous les matériaux qui composent le microlevier.

[34] La description des contraintes internes n'est pas complète.



(a) L'effet bilame : une température homogène sur l'ensemble de la structure assure sa déformation transversale.

(b) Pour des structures homogènes, une déformation transversale est produite par un gradient de champ thermique.

FIG. V.15 – Actionnement thermique

- L'excitation des modes transversaux dans le cas d'un microlevier fait d'un seul matériau peut avoir lieu à condition qu'un gradient de température selon l'axe y soit présent (Fig. V.15 b).
- Lorsque la température est homogène sur l'ensemble de la structure, le transfert d'énergie vers ces modes peut se produire pour un microlevier bilame (Fig. V.15 a).

Les micropoutres que nous utilisons pour nos expériences possèdent sur leur face arrière un revêtement métallique afin d'assurer la conductivité électrique de la sonde et la réflectivité du faisceau laser : cette structuration les rend *a priori* plus sensibles au processus d'actionnement thermique.

La relation (V.114) décrit l'efficacité du processus d'excitation thermique en fonction du mode n : pour une distribution de température donnée, l'intensité est pondérée par la dérivée seconde du profil U_n. La puissance transmise au mode n s'obtient en multipliant l'équation (V.114) par $\dot{a_n}(t)$. Le rendement énergétique de cet actionnement mécanique est en général assez faible [86]. Le champ de température ΔT est peu affecté par le mouvement de la sonde.

b Comportement dynamique de la force bolométrique

L'excitation d'un microlevier bilame a été réalisée avec l'aide d'un AFM commercial : un faisceau laser modulé en intensité est dirigé sur l'extrémité libre de la structure (Fig. V.16). Une partie du rayonnement est réfléchie, l'autre est absorbée. la puissance transmise est estimée à :

$$P = AI_O(1 + \cos(\omega t)) \tag{V.115}$$

A est le coefficient d'absorption et I_0 est la puissance laser[35]
Le signal de détection est ensuite analysé par une détection synchrone.

La figure V.16 présente la réponse fréquentielle de l'ensemble du système : celle-ci se compose du premier mode de vibration du microlevier pondéré par la force thermique. Nous

[35] La portion de la puissance totale qui atteint le microlevier.

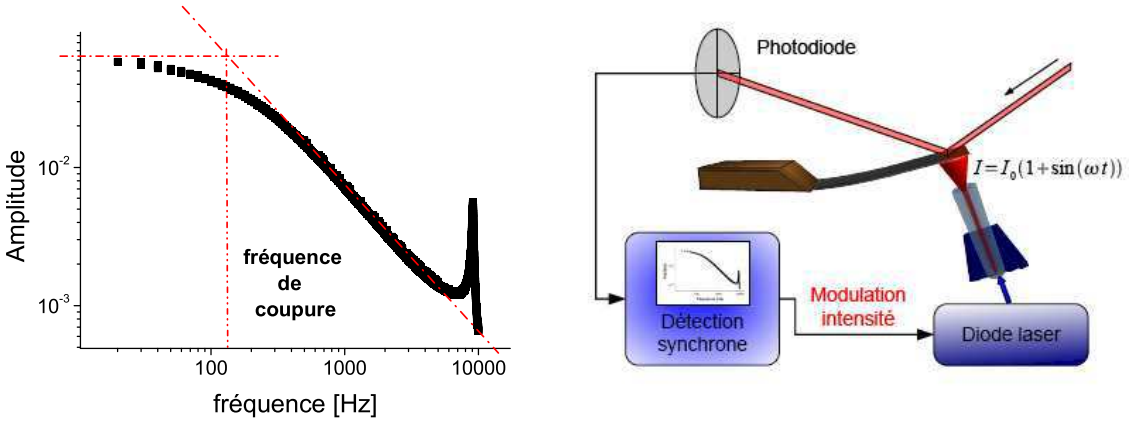


FIG. V.16 – Excitation d'un microlevier par un faisceau laser

Une détection synchrone analyse la réponse du microlevier excité par un faisceau laser modulé en intensité. La force thermique s'atténue au-dessus de la fréquence de coupure $f_c \approx 100\ Hz$: elle présente un comportement de passe bas du premier ordre.

pouvons la décrire en première approximation par :

$$Y(x) = U_0(x)H_0(\omega)S_0(\omega)P(\omega) \tag{V.116}$$

H_0 est la réponse mécanique du mode propre fondamental, S_0 décrit quant à elle la force thermique générée lors du transfert de la puissance P vers le microlevier. La réponse H_0 croît lentement avant le pic lorentzien, puis converge rapidement vers 0 à haute fréquence : la forme de S s'identifie sur le graphe à la portion située à gauche du pic de résonance. Son comportement est celui d'un passe bas du premier ordre :

$$S = \frac{F}{P} = \frac{s_0}{1 - \jmath\omega\tau_c} \tag{V.117}$$

Constante de temps de la diffusion thermique Un modèle très simple permet de comprendre le phénomène de coupure observée pour la force bolométrique (Fig. V.17) : le système de capacité thermique C reçoit la puissance P_e et transmet de l'énergie vers le réservoir à T_0 selon le taux $P_s = -\eta\Delta T$:

$$C\frac{\partial T}{\partial t} + \eta T = P_e \tag{V.118}$$

qui décrit un passe bas dont la constante de temps est donnée par $\tau_c = C/\eta$.

La résolution de l'équation de la chaleur est de son côté envisageable, mais complexe : nous pouvons nous contenter d'une approche qualitative. Le temps caractéristique de diffusion de l'énergie thermique le long de la poutre de longueur L a pour expression :

$$\tau_{th} = \frac{c}{\gamma}L^2 \tag{V.119}$$

$c = 1.63\ 10^6\ J.m^{-3}.K^{-1}$ est la capacité thermique volumique du silicium et $\gamma = 148\ W.m^{-1}.K^{-1}$ est le coefficient de diffusion thermique. Pour l'or, $c = 2.47\ 10^6\ J.m^{-3}.K^{-1}$, $\gamma = 317\ W.m^{-1}.K^{-1}$.

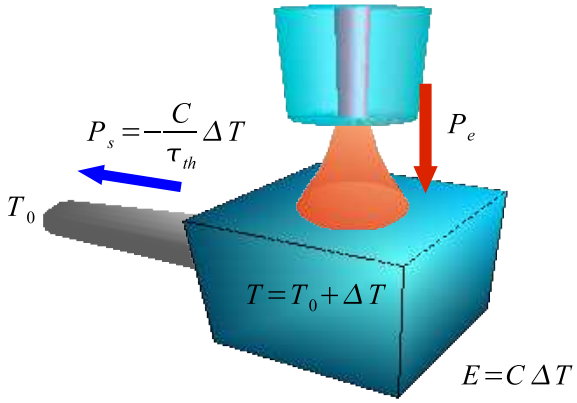


FIG. V.17 – Echange d'énergie thermique

Pour $L = 450\ \mu m$ nous estimons :

$$\tau_{Si} = 2.2ms \qquad \tau_{Au} = 1.6ms \tag{V.120}$$

Lorsque la période T de la modulation de l'intensité laser est plus grande que τ_{th}, le processus de diffusion évacue instantanément l'énergie reçue : plus précisément, le temps de propagation de l'énergie thermique est négligeable et le profil spatial de température est quasiment identique à celui que l'on obtient dans le cas statique. L'amplitude de $\Delta T(x, \omega)$ dépend peu de ω, par conséquent l'intensité de la force varie peu avec ce paramètre. A haute fréquence, en raison de l'inertie thermique du matériau, le processus de diffusion à la fréquence ω n'a pas le temps de s'établir, les fluctuations de température s'atténuent : seule subsiste la composante statique de P_e dans le profil ΔT qui permet d'écouler l'énergie reçue vers l'extérieur. La force thermique à ω s'amortit peu à peu.

Constante de temps de la force bolométrique La fréquence de coupure de la force thermique s'établit autour d'une centaine de Hertz sur le graphe V.16 : τ_{Si} et τ_{Au} sont très proches du temps $\tau_c = 1.6\ ms$ qui lui est associé. L'accord avec le modèle qualitatif précédent est satisfaisant. Les microleviers que nous utilisons pour nos expériences présentent des longueurs L qui varient de 100 μm à 400 μm : les fréquences de coupure de la force bolométrique devraient donc s'étaler d'une centaine de Hertz à 2 kHz environ. Enfin nous pouvons noter que sous vide les échanges d'énergie avec le milieu ambiant sont plus faibles : seul subsiste le rayonnement thermique. Le comportement dynamique de la force peut être légèrement différent.

c Couplage du microlevier avec la cavité

La compréhension du processus d'actionnement thermique est essentielle pour réaliser des mesures de force de grande précision. La plupart des systèmes de détection des microscopes à force atomique reposent sur l'utilisation d'un faisceau laser, susceptible de déformer de très faibles signaux de mesure. Les perturbations générées par les appareils périphériques portent le nom d'action en retour. Durant la phase de caractérisation de notre appareil, nous avons constaté que le système de détection interférométrique à fibre optique était capable de modifier le comportement mécanique de la sonde de force : l'étude suivante a pour objectif de préciser

les conditions expérimentales qui favorisent le couplage entre le microlevier et le détecteur de position.

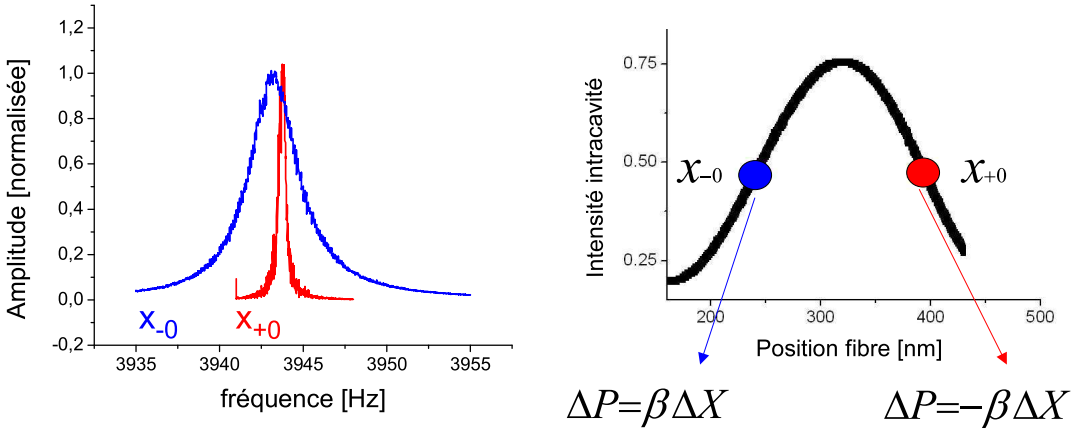


FIG. V.18 – Modification de la réponse mécanique du microlevier

L'action en retour de la cavité optique produit des effets antagonistes sur la fonction réponse du microlevier : selon la position de la fibre optique, le taux de dissipation est soit augmenté soit réduit. La modulation d'intensité intracavité, qui intervient dans le phénomène décrit ici, se distingue en réalité de l'intensité mesurée au niveau de la photodiode du détecteur de position.

La réponse mécanique d'un microlevier[36] muni d'une sphère à son extrémité et recouvert d'un dépôt d'or dépend sous vide de manière significative de la position de la fibre optique. La figure V.18 présente deux fonctions réponses obtenues pour deux positions de la fonction détection de sensibilités maximales mais de signes opposés. Il se produit à l'intérieur de la cavité des interférences constructives et destructives du faisceau laser qui modulent la puissance lumineuse. Cette modification d'intensité suit celle de la fonction détection que l'on obtient au niveau de la photodiode : leurs variations relatives ne sont *a priori* pas directement reliées. La figure V.19 montre l'évolution du comportement mécanique de la sonde pour différentes longueurs de cavité.

d Modification de la réponse mécanique de l'oscillateur

Description de l'oscillateur La puissance P absorbée par le microlevier dépend directement de sa position dans la cavité :

$$P(x) = P(x_0) + \Delta P = P(x_0) + \beta(x_0)\,\Delta x \tag{V.121}$$

x_0 est la position d'équilibre de la sonde, Δx correspond à l'amplitude des oscillations du microlevier. La force thermique générée par l'absorption du faisceau laser est décrite par la relation (V.117). Pour des oscillations Δx au voisinage de la fréquence de résonance ω_0, elle se modélise par :

$$F = \frac{\beta s_0}{1 + (\omega_0 \tau_c)^2}(\Delta x - \tau_c \Delta \dot{x}) \tag{V.122}$$

[36]Modèle CSC17 Mikromasch.

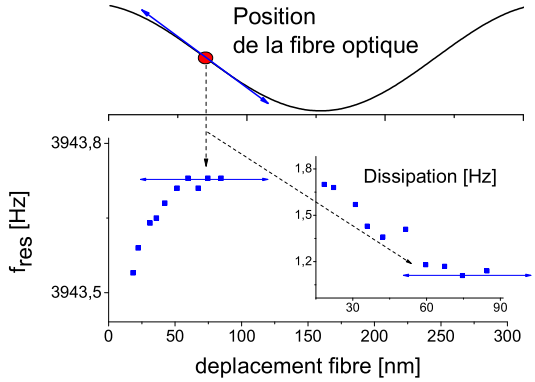


FIG. V.19 – Fréquence de résonance en fonction de la distance fibre-microlevier
La raideur et le coefficient de dissipation de l'oscillateur dépendent de la longueur de la cavité fibre-microlevier. Au voisinage des positions de sensibilité maximale, ces deux paramètres sont stables : la pente $\beta(x)$ dont dépend le phénomène d'action en retour est extrémale. L'incertitude de mesure générée par une dérive de la fibre optique est ainsi minimisée.

FIG. V.20 – Génération de la force thermique
Le microlevier absorbe de l'énergie du faisceau laser sous forme de chaleur : celle-ci se diffuse dans la structure avec le temps caractéristique τ_{th} et génère simultanément une force suite à la modification des contraintes internes. Le phénomène de diffusion thermique est responsable de l'effet de retard observé sur la force bolométrique.

L'introduction de la force (V.122) produit une modification des paramètres k_0 et Γ_0 de l'oscillateur :

– La raideur devient :

$$k = k_0 - \frac{\beta s_0}{1 + (\omega_0 \tau_c)^2} \tag{V.123}$$

– Le coefficient de dissipation s'établit à :

$$\Gamma = \Gamma_0 + \frac{\beta s_0 \tau_c}{1 + (\omega_0 \tau_c)^2} \tag{V.124}$$

L'importance du phénomène est pilotée par la finesse de la cavité qui accentue la sensibilité β aux variations de position, par l'intensité du faisceau laser à laquelle est également proportionnelle β, et enfin par la fréquence de résonance de l'oscillateur ω_0.

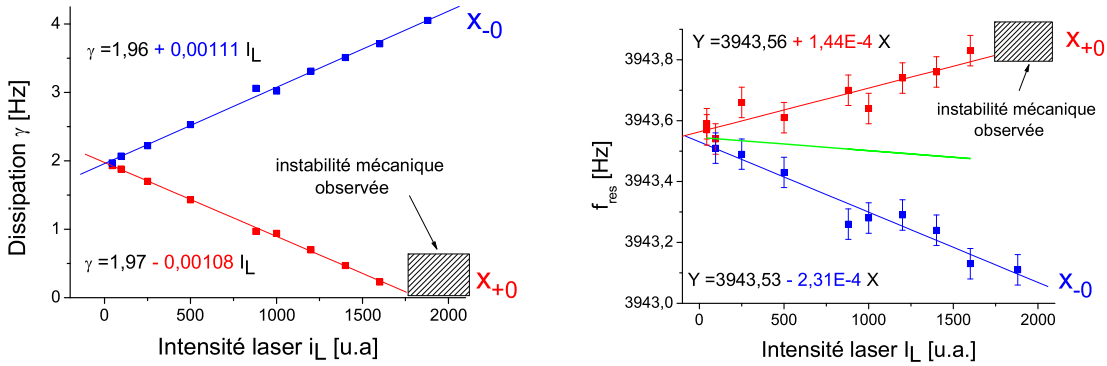
Perturbation de la mesure Cette action en retour du système de détection peut constituer une gène lors d'une expérience de mesure de force. Une dérive δx_0 de la distance fibre-microlevier produit une incertitude sur l'évaluation d'une force en mode statique et sur la

mesure d'un gradient en mode dynamique. Le développement de β à l'ordre 2 dans (V.122) génère :

$$\delta F = \beta s_0 \, \delta x_0 \qquad \delta G = \frac{s_0}{1+(\omega_0 \tau_c)^2} \frac{\partial^2 \beta}{\partial x^2}(x_0)(\delta x_0)^2 \tag{V.125}$$

Le gradient de force est moins affecté, car la distance de travail x_0 correspond à un extrema de β. La mise en place d'un système de régulation sur la longueur de la cavité permet de pallier en partie le problème. L'expression de l'incertitude δG suggère également de sélectionner un microlevier de fréquence de résonance largement supérieure à la fréquence de coupure de la force bolométrique pour atténuer son intensité. Enfin ce phénomène doit être pris en considération lors de l'ajustement de la puissance laser discuté au chapitre III : le niveau de résolution du détecteur et l'action en retour constituent deux éléments antagonistes pour l'optimisation de ce paramètre.

e Contrôle de l'effet d'action en retour



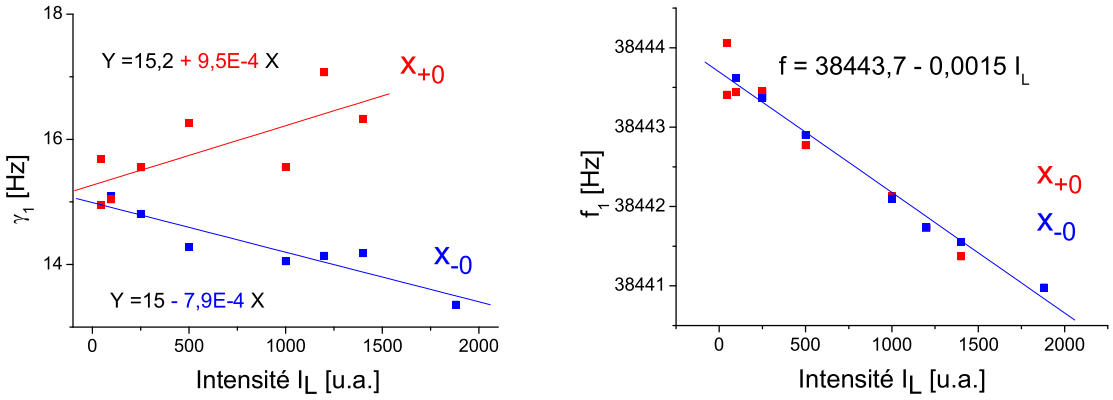
(a) Le coefficient de dissipation intrinsèque de l'oscillateur s'établit à 2 Hz. Les deux branches x_{-0} et x_{+0} présentent des comportements symétriques. Au-delà d'une puissance laser voisine de 1700 $u.a.$, la position x_{+0} est instable, le coefficient de dissipation devient en effet négatif.

(b) La fréquence de résonance de l'oscillateur en équilibre thermique avec l'environnement est de 3943.5 Hz. Lorsque la puissance laser croît, la température du microlevier augmente suite à une plus grande absorption. Un glissement de la fréquence de résonance intrinsèque de l'oscillateur peut ainsi expliquer le désaccord observé entre les deux branches : la courbe verte correspond à la moyenne des deux ajustements, elle donne une estimation de f_{res}.

FIG. V.21 – Paramètres γ et f_{res} du mode fondamental en fonction de la puissance laser

Paramètre de contrôle : l'intensité laser Le processus d'action en retour a été étudié pour deux positions de la cavité de sensibilités maximales et opposées : x_{+0} et x_{-0}. Le coefficient de dissipation et la fréquence de résonance sont reportés sur le graphe V.21 en fonction de la puissance laser injectée : les deux branches associées aux deux positions x_{-0} et x_{+0} ont des comportements symétriques, en accord avec des sensibilités $\beta(x_{\pm 0})$ opposées. La température du microlevier augmente et produit une réduction de la fréquence de résonance

qui se superpose au phénomène étudié. L'effet d'action en retour est également présent sur le deuxième mode d'oscillation du microlevier (Fig. V.22). La diminution de la fréquence de résonance pour les deux branches résulte essentiellement de l'augmentation de la température de la structure. La réduction relative de fréquence $\delta f/f$ est cependant 4 fois plus importante pour l'harmonique 1 que celle estimée pour le mode fondamental : la distribution hétérogène de la température le long de la structure peut expliquer cette différence.



(a) Taux de dissipation du mode 1 pour les positions x_{-0} et x_{+0}

(b) Fréquence de résonance du mode 1 pour les positions x_{-0} et x_{+0}

FIG. V.22 – Paramètres de la réponse mécanique du mode 1 d'oscillation

La comparaison quantitative de l'effet d'action en retour entre les deux modes est difficile : les raideurs et les facteurs de dissipation Γ sont nécessaires, de plus la force thermique dépend du profil U_n. La variation de fréquence de résonance est dominée par l'élévation en température de la structure. Enfin nous pouvons remarquer que les deux branches x_{-0} et x_{+0} sont inversées par rapport au cas précédent : les déplacements induits sur les deux premiers modes sont opposés pour une contrainte thermique identique, si l'on se situe à droite du nœud de vibration du mode 1.

Estimation de l'échauffement du microlevier Un ordre de grandeur de l'élévation en température de la structure peut être évalué avec l'aide de la section V.4.1 : pour une puissance laser $P_L = 2000$ *u.a.*, la variation relative de fréquence de résonance pour le mode 1 est de 8.5 10^{-5}, ce qui compte tenu de la relation (V.101) est compatible avec un échauffement de l'ordre de quelques degrés. Nous pouvons vérifier que cette valeur est cohérente avec le processus d'absorption et de diffusion de l'énergie thermique au sein du microlevier. La capacité thermique de la micropoutre s'élève à :

$$C = L \times w \times t \times c = 3.7\ 10^{-8}\ J.K^{-1}$$

La constante de temps τ_{th} associée au processus de diffusion se situe entre 0.1 ms et 1 ms : une différence de température $\Delta T = 1\ K$ avec le support permet d'évacuer une puissance $P_s = C\Delta T/\tau_{th}$ comprise entre 40 et 400 μW. On estime par ailleurs que la puissance laser incidente, au niveau du microlevier est inférieure au milliwatt, ce qui place le coefficient d'absorption

autour de 10 %. Ce modèle[37] très simple permet de vérifier la cohérence de l'ordre de grandeur de l'échauffement produit par le système de détection optique[38].

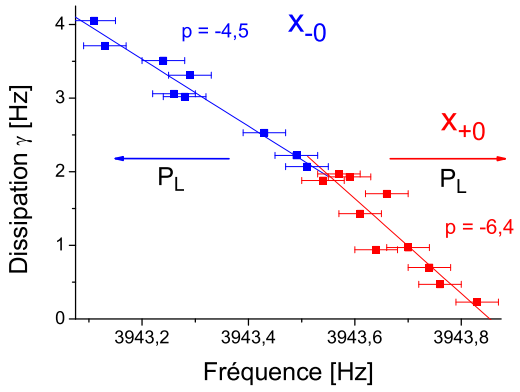


FIG. V.23 – Le coefficient de dissipation en fonction de la fréquence de résonance
Le facteur de dissipation s'écarte de sa valeur intrinsèque (2 Hz) lorsque la puissance laser P_L augmente. L'effet de retard dans le processus d'actionnement thermique impose une pente négative pour les deux branches.

Évaluation de la coupure de la force thermique Le coefficient de dissipation est tracé en fonction de la fréquence de résonance (graphe V.23). Un ajustement linéaire est réalisé pour chaque branche : la composante produite par la variation de température de la structure est éliminée lors de la moyenne des deux pentes : $\bar{p} = -5.5$. Une augmentation de la fréquence de résonance s'accompagne d'une diminution du facteur de dissipation, en accord avec les relations (V.123) et (V.124) établies pour les paramètres de l'oscillateur Γ et k. Ces derniers sont reliés l'un à l'autre par la constante de temps τ_c. Pour une force de la forme

$$F = b(\Delta x - \tau_c \Delta \dot{x})$$

nous attendons :

$$\Delta f_0 = -\frac{b}{4\pi\omega_0 m} \qquad \Delta\gamma = \frac{b\tau_c}{2\pi m} \tag{V.126}$$

L'ajustement précédent peut être comparé à :

$$\Delta\gamma = -2\omega_0\tau_c\Delta f_0 \tag{V.127}$$

La constante de temps τ_c est ainsi évaluée à 0.10 ms.
Cette valeur est proche de celle observée dans l'expérience précédente. Bien que les caractéristiques des leviers soient identiques, il existe quelques différences entre les deux situations expérimentales : le revêtement métallique, l'atmosphère ambiante, la présence de la microsphère, l'étendue et la position du spot laser sur le microlevier peuvent modifier le processus de diffusion thermique, en particulier le temps caractéristique τ_c de relaxation de la température du système.

[37] Il est détaillé dans la section V.4.1.
[38] Cette estimation est réalisée à proximité de la puissance maximale du laser : nous travaillons habituellement avec une valeur 2 à 3 fois plus faible.

f Le mouvement brownien du mode fondamental

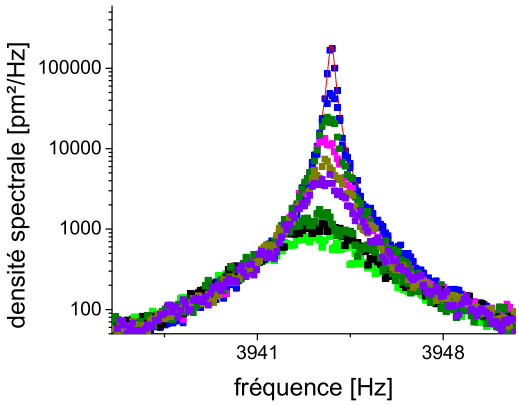


FIG. V.24 – Densité spectrale de bruit de position

La distribution spectrale du mouvement brownien conserve un profil lorentzien : la pente reliant l'intensité intracavité à la position permet de contrôler le sens du flux d'énergie associé à la nouvelle force visqueuse, permettant ainsi soit d'amortir les fluctuations de position soit de les amplifier.

L'introduction d'une nouvelle force proportionnelle à la vitesse conduit le système dans un état hors d'équilibre thermodynamique. Comme celle-ci ne s'accompagne pas d'une force aléatoire fluctuante, la quantité d'énergie échangée est préservée[39], mais il s'établit une distribution différente du mouvement brownien afin d'équilibrer la puissance dissipée et la puissance reçue. La situation expérimentale est très proche de celle associée au processus d'amortissement froid étudié au chapitre précédent : la boucle de rétroaction est intégrée dans le système physique. L'analyse du bruit de position du microlevier est identique (Fig. V.25) . La source des fluctuations de force n'est pas amortie et le système de détection ne peut que l'intensifier en introduisant son propre bruit. Dans la prochaine partie, nous discutons de quelques sources possibles de bruit susceptibles d'interrompre le refroidissement du mode fondamental.

g Limite du refroidissement mécanique

Le bruit d'intensité laser $S_{I_L I_L}$ constitue une source de bruit de force à travers le processus d'actionnement thermique (Eq. (V.117)) :

$$S_{F_L F_L}(\omega) = |S(\omega)|^2 S_{I_L I_L}(\omega) \tag{V.128}$$

$$S_{FF}(\omega) = 4k_B T m\gamma_0 + |S(\omega)|^2 S_{I_L I_L}(\omega) \tag{V.129}$$

En supposant cette distribution constante sur la largeur du pic lorentzien de l'oscillateur, et dans la limite des grands facteurs de qualité[40], la dispersion en position a pour expression :

$$< x^2 >= \frac{S_{FF}}{4m\gamma} = k_B T \frac{\gamma_0}{\gamma} + \frac{|S(\omega)|^2 S_{I_L I_L}(\omega)}{4m\gamma} \tag{V.130}$$

[39] $P_e = \gamma_0 k_B T$ évaluée au chapitre IV est indépendant du taux d'amortissement γ.
[40] Si ce n'est plus le cas, le calcul exact reste toujours possible.

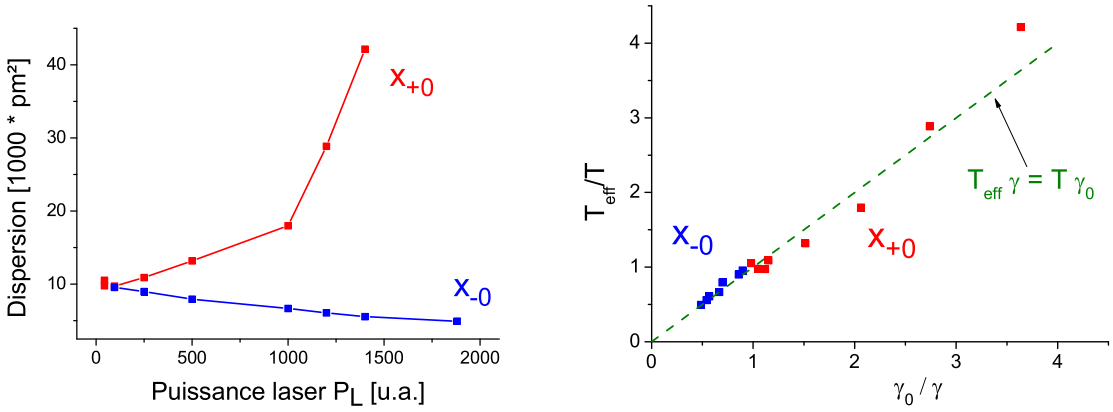


FIG. V.25 – Le mouvement brownien du mode fondamental

La dispersion en position $< x^2 >$ du microlevier pour le mode fondamental est présentée en fonction de la puissance laser qui commande ici le coefficient de dissipation $\gamma \propto P_L$: de part et d'autre d'un maximum d'intensité de la fonction détection, nous obtenons un amortissement et une amplification du bruit de position. Le second graphe montre que l'évolution de la température effective définie au chapitre précédent suit le comportement attendue : $\gamma T_{eff} = \gamma_0 T$.

Or γ est proportionnel à l'intensité laser I_0 : $\gamma = \alpha I_0$. l'amortissement des fluctuations bute sur le second terme de cette relation :

$$< x^2_{min} >= \frac{|S(\omega)|^2}{4m\alpha} \frac{S_{I_L I_L}(\omega)}{I_0} > \frac{|S(\omega)|^2}{4m\alpha} 2h\nu \tag{V.131}$$

si nous prenons le bruit de grenaille comme limite ultime du bruit optique.
L'échauffement progressif de la structure vient également renforcer la force produite par le bain thermique. D'un point de vue formel, une augmentation de la puissance laser devrait induire un accroissement du bruit de force et du coefficient de dissipation dans les mêmes proportions annulant ainsi chacun leur effet.

h Conclusion

Le phénomène d'action en retour que nous venons de décrire est en principe présent quels que soient le microlevier utilisé et la puissance du faisceau laser : l'estimation de son importance est primordiale dans le cadre de mesures de déplacement de grande précision. Dans ce chapitre nous montrons qu'il peut modifier de manière notable le comportement mécanique d'une micropoutre de faible raideur et de faible taux de dissipation plongée en particulier dans un milieu sous vide. L'observation du phénomène de « Self Cooling »produit par des forces d'origine thermomécanique avait été décrite en 2004 par l'équipe de Khaled Karrai [84]. L'analyse de notre expérience permet par ailleurs de mettre en évidence un échauffement de la structure produit lors de l'absorption du faisceau laser. De même les actions produites sur les différents modes de vibration de la structure n'assurent pas nécessairement leur refroidissement simultanée : le processus de déformation mis en jeu dans notre expérience montre en effet que la nouvelle distribution de température générée par exemple lors de la réduction de la

longueur de la cavité optique crée des contraintes dans la structure qui induisent localement des déplacement de la micropoutre dans des sens différents selon le mode considéré. Cette interprétation suggère en particulier une inversion de l'effet d'action en retour -échauffement ou refroidissement- lors du déplacement de la cavité optique de part et d'autre d'un nœud de vibration d'un mode. Il semble ainsi difficile par cette technique d'assurer le refroidissement simultanée de nombreux modes. L'annexe **??** propose un modèle d'actionnement thermo-mécanique simple, qui offre une interprétation en accord avec les résultats expérimentaux précédents.

Chapitre VI

Étude expérimentale d'un gradient de force

Sommaire

1 La force électrostatique en géométrie sphère-plan 168

1.1 Une référence pour l'étalonnage de la sonde de force 168

1.2 Description de la force électrostatique 169

a Expression sous la forme d'une force capacitive 169

b Expression pour la géométrie sphère-plan 169

c Effet de couche mince ? 170

1.3 Limites du contrôle de la force capacitive 170

a Évaluation de l'approximation du gradient de force électrostatique . . 171

b Distribution des forces sur la microsphère 172

1.4 Le potentiel de contact V_c 173

a Origine de ce potentiel résiduel 173

b Compensation de la force électrostatique générée par V_c 174

c Propriétés de V_c 174

1.5 Le facteur de calibration α 176

a Le gradient de force réduit G/R_s 176

b Le facteur de calibration α de la sonde de force 177

2 La calibration de la sonde de force 177
2.1 Les composantes du signal de mesure 178
a Estimation de la distance de séparation 178
b Extraction du signal de gradient de force 179
2.2 Balayage de la surface de gradient de force électrostatique 179
2.3 Méthode A : détermination de la surface de gradient de force 181
a Perturbations apportées par la dérive en position 181
b Ajustement de la surface de gradient de force électrostatique 181
2.4 Méthode B : Courbes de niveau isogradients 182
a Trajectoire isogradient 182
b La distance de séparation 185
c Évaluation du facteur de calibration α 186
d Effets de la dérive en position sur l'évaluation de α 188
2.5 La boucle de mesure de fréquence 191
a La réponse mécanique du bimorphe 191
b La fréquence d'excitation f_e 193
c Généralisation de la procédure de calibration 194
2.6 Stabilité du facteur de calibration 197
a Variation journalière de la sensibilité de l'appareil 197
b Perturbation mécanique du bimorphe 197
3 Mesure du gradient de force de Casimir 198
3.1 Mesure de la phase de l'oscillateur 199
3.2 Calibration de la sonde de force 200
a Le facteur de calibration α_ϕ 200
b Une référence pour le positionnement des courbes de gradient de force 201
3.3 L'effet Casimir entre 100 nm et 550 nm 201
a Deux mesures de gradient de force de Casimir 201
b Accord théorie expérience 202
c Résolution en gradient de force 204
3.4 Effets non linéaires de l'oscillateur à courte distance 206

La mesure quantitative de la force de Casimir constitue la problématique centrale de la thèse. Cette opération exige une excellente connaissance de l'appareil de force pour assurer une résolution expérimentale de quelques pour-cent. Les chapitres IV et V se consacrent pour cette raison au microlevier considéré comme un transducteur mécanique : cette étude, qui a eu lieu en amont, a permis de localiser les principaux problèmes expérimentaux qui interviennent durant les phases de mesure et d'analyse des données : dérives en position et en fréquence, limite de résolution, *etc.*

Fig. VI.1 – L'effet Casimir

Les premières comparaisons théorie-expérience significatives ont débuté en 1997 dans l'équipe de Lamoreaux [23] : l'utilisation d'un pendule de torsion compensé électrostatiquement a permis de sonder la plage de distance située entre 0.6 μm et 6 μm. Depuis, d'autres groupes [24, 25, 1, 26, 27] se sont intéressés à ce phénomène sur des objets de taille micrométrique (microsystèmes, microlevier d'AFM) profitant des nombreux progrès réalisés ces vingt dernières années dans le domaine des nanosciences. De même depuis 1948, de nombreux efforts [32, 87, 30] ont été accomplis pour modéliser l'effet Casimir dans des situations expérimentales réalistes : ils se sont intensifiés ces dix dernières années parallèlement aux développements expérimentaux.

L'étude de la force de Casimir s'appréhende en deux étapes de difficulté croissante :

1. L'observation : la mise en évidence des effets des fluctuations d'énergie de point zéro sur des objets macroscopiques a été réalisée dans les années 50 par Sparnaay [18] peu de temps après la prédiction théorique de Casimir en 1948. Dans notre montage expérimental, nous constatons que cette interaction est importante, voire dominante pour des objets de taille micrométrique séparés d'une centaine de nanomètres. Elle se manifeste par ailleurs de manière évidente chez les concepteurs de nanosystèmes mécaniques pour qui une modélisation précise de ces forces serait très utile.
2. La mesure : cette opération nécessite un positionnement absolu des données expérimentales pour assurer une confrontation théorie-expérience complète. Elle suppose une procédure de calibration précise sur laquelle se concentre l'essentiel des difficultés du projet. Le contrôle de la configuration géométrique sphère plan intervient de son coté en amont de la phase de mesure. De nombreux efforts expérimentaux [28] ont été réalisés pour se rapprocher le plus possible de cette géométrie idéale : l'écart avec le modèle parfait est cependant difficile à quantifier. Dans ces conditions, la validation d'une courbe expérimentale de force exige que celle-ci soit reproductible, en particulier pour différents échantillons et microsphères de qualités équivalentes.

L'interaction électrostatique entre les « miroirs de Casimir »constitue une force de référence que nous avons exploitée pour calibrer la sonde de mesure. La première partie de ce chapitre propose une analyse succincte de cette force et explique comment obtenir une mesure absolue avec son aide. La procédure expérimentale de calibration est ensuite présentée : l'intérêt des différentes méthodes mises en œuvre repose sur la possibilité d'isoler certains problèmes expérimentaux produits par le reste de l'appareil. Enfin la mesure de la force de Casimir en configuration classique de miroirs épais permet de tester l'ensemble de l'appareil en lien avec la description de la sonde de force réalisée aux chapitres IV et V.

1 La force électrostatique en géométrie sphère-plan

1.1 Une référence pour l'étalonnage de la sonde de force

Le microlevier est au cœur du dispositif de mesure de force : il joue le rôle de transducteur mécanique. Son assimilation à un oscillateur harmonique offre un support efficace pour décrire son comportement. L'étude réalisée aux chapitres IV et V montre cependant que la détermination absolue de sa fonction réponse est délicate. Pour une configuration expérimentale donnée, il est possible de définir une raideur effective[1] k_{eff} qui se distingue de la raideur k_0 intervenant dans la mesure d'un gradient de force. Il ressort de cette analyse que seule l'utilisation d'un gradient de référence permet une calibration de la sonde compatible avec une résolution de l'ordre du pour-cent.

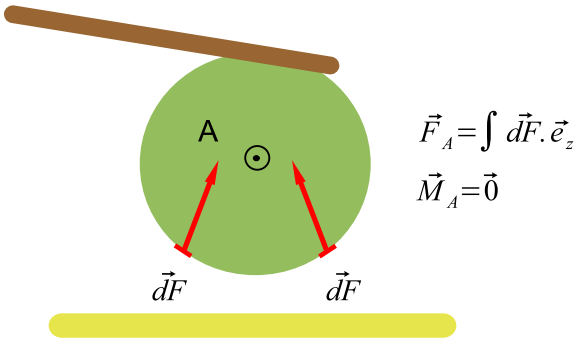


Fig. VI.2 – Distribution des efforts sur le microlevier

La microsphère est considérée comme un solide indéformable : l'action mécanique produite par une force extérieure est entièrement définie en un de ses points. En A, les moments des forces électrostatiques et de Casimir sont nuls en raison de la symétrie cylindrique de l'objet. En cas de dissymétrie, les répartitions distinctes de leurs efforts induiraient une différence de comportement de l'oscillateur pour une intensité de force identique : leurs moments ne pourraient être simultanément nuls au même point.

Le mode d'action de la force de référence doit néanmoins être identique à celui de la force de Casimir. La microsphère est l'élément du montage qui permet de contrôler la force qui s'exerce sur le reste de la sonde. L'action mécanique sur le microlevier est entièrement définie

[1] Il s'agit du paramètre qui permet entre autres de relier le mouvement de l'oscillateur en x_1 à la force appliquée en x_2.

par la force et le moment appliqués au centre de la sphère en A (Fig. VI.2) :

$$T_C : \left\{ \begin{array}{c} F_C \vec{e_n} \\ \vec{M} = \vec{0} \end{array} \right\} \qquad T_e : \left\{ \begin{array}{c} F_e \vec{e_n} \\ \vec{M} = \vec{0} \end{array} \right\} \tag{VI.1}$$

La symétrie cylindrique de la « pointe », la microsphère, est essentielle pour assurer quelle que soit la distribution des efforts sur celle-ci une contrainte identique sur le cantilever. Le mouvement engendré ne dépend dans ces conditions que de l'intensité $F(d)$: la force de Casimir est ainsi directement comparable à la force électrostatique que nous supposons par ailleurs parfaitement connue.

1.2 Description de la force électrostatique

a Expression sous la forme d'une force capacitive

La microsphère et la surface plane de l'échantillon constituent les armatures d'un condensateur de capacité C qui ne dépend que de la distance de séparation d (Fig. VI.3). Lorsqu'une différence de potentiel V est appliquée entre les deux conducteurs métalliques, l'énergie du champ électrostatique qui est généré s'élève à :

$$E = \frac{1}{2}C(d)V^2 = \frac{1}{2}\frac{Q^2}{C(d)} \tag{VI.2}$$

où $\pm Q$ est la charge totale présente sur chaque armature. Deux situations expérimentales peuvent être considérées :

- Le circuit de polarisation est ouvert une fois le condensateur chargé : la charge Q est conservée. La force exercée entre les deux surfaces dérive de l'énergie E et est attractive :

$$\vec{F_e} = -\frac{\partial E}{\partial d}\vec{e_n} = \frac{Q^2}{2}\frac{C'(d)}{C^2(d)}\vec{e_n} \tag{VI.3}$$

- Un générateur maintient la tension V constante par un réajustement de la charge Q : lors du mouvement des armatures, il échange de l'énergie[2] avec le condensateur. La force entre les deux surfaces est également définie[3] par la relation (VI.3) où $Q(d) = C(d)V$:

$$\vec{F_e} = \frac{1}{2}C'(d)V^2\vec{e_n} \tag{VI.4}$$

b Expression pour la géométrie sphère-plan

$C'(d)$ possède une expression exacte en géométrie sphère-plan [10] :

$$C'(d) = 4\pi\epsilon_0 \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{\coth(\alpha) - n\coth(n\alpha)}{\sinh(n\alpha)} \tag{VI.5}$$

[2]Dans cette approche E se compose de deux termes : $E = CV^2 - \frac{1}{2}CV^2$. Le premier terme correspond au travail fourni par le générateur et le second au travail fourni par la force d'un opérateur pour approcher de manière quasistatique les deux conducteurs sous une tension V depuis l'infini. La force électrostatique dérive du second terme et non de l'énergie totale à laquelle participe le générateur.

[3]L'identification est immédiate dans la situation statique : Q et V demeurent les mêmes, la force ne dépend que de la valeur de la charge ou de la différence de potentiel pour une distance donnée.

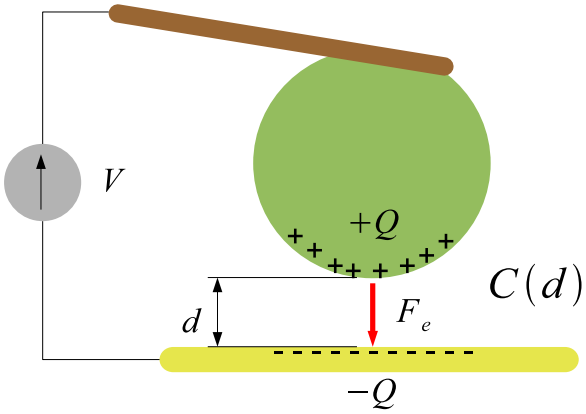


FIG. VI.3 – La force capacitive

avec $\cosh(\alpha) = 1 + \frac{d}{R_s}$.
La force capacitive entre la sonde et l'échantillon est ainsi décrite par :

$$F_e(d) = 2\pi\epsilon_0 V^2 \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{\coth(\alpha) - n\coth(n\alpha)}{\sinh(n\alpha)} \tag{VI.6}$$

Lorsque la distance de séparation est négligeable devant le rayon de la sphère ($d << R_s$), cette expression adopte le comportement asymptotique :

$$F_e = -\pi\epsilon_0 R_s \frac{V^2}{d} \tag{VI.7}$$

L'analyse de nos résultats expérimentaux s'appuie sur cette expression plus simple d'utilisation. La plage de distance explorée comprise entre 0 et 600 nm s'inscrit en effet dans la limite $d << R_s$, pour des tailles de sphère R_s voisines de 20 μm.

c Effet de couche mince ?

Certains échantillons que nous avons étudiés possèdent des couches métalliques dont l'épaisseur ne dépasse pas la dizaine de nanomètres. La force électrostatique ne devrait néanmoins pas être perturbée par cette modification de configuration contrairement à la force de Casimir. Elle est en effet contrôlée par le potentiel V, uniforme sur l'ensemble du conducteur, et/ou la densité de charge surfacique dont l'extension à l'interface vide métal est de l'ordre du dixième de nanomètre : l'épaisseur de la couche métallique ne constitue donc pas une limite pour le modèle de force capacitive. Celui-ci peut être utilisé sur l'ensemble des échantillons pour réaliser la calibration de la sonde.

1.3 Limites du contrôle de la force capacitive

La mesure absolue d'un gradient de force repose en grande partie sur la maîtrise et la connaissance de la force électrostatique (VI.6). D'un point de vue expérimental, la préparation d'un système sonde-échantillon dans la configuration géométrique sphère-plan est une opération délicate : il s'agit de s'inscrire dans un modèle d'étude exploitable. Il faut également

s'assurer d'un contrôle parfait de l'état de polarisation des deux armatures[4]. La modélisation de la force capacitive par l'expression (VI.7) peut enfin être discutée.

a Évaluation de l'approximation du gradient de force électrostatique

L'approximation (VI.7) constitue une source d'incertitude systématique pour le facteur de sensibilité de la sonde de force présenté dans la suite du manuscrit. Il convient d'évaluer l'ordre de grandeur de l'erreur qu'elle est susceptible de produire compte tenu des conditions d'utilisation :

$$z \in [0; 600]\ nm \qquad R_\mathrm{s} = 20\ \mu m$$

Le gradient de force électrostatique est modélisé par :

$$G = \frac{\pi \epsilon_0 R_\mathrm{s} V^2}{z^2} \tag{VI.8}$$

L'écart avec l'expression exacte est décrite par la fonction β_G :

$$\frac{\partial F_e}{\partial z}(z) = \beta_G(x) \frac{\pi \epsilon_0 R_\mathrm{s} V^2}{z^2} \tag{VI.9}$$

où $x = z/R_\mathrm{s}$ est un paramètre adimensionné.
De la même manière, une fonction β_F peut être introduite pour décrire l'écart avec la force réelle :

$$F_e(z) = -\beta_F(x) \frac{\pi \epsilon_0 R_\mathrm{s} V^2}{z} \tag{VI.10}$$

β_F et β_G sont reliées par la relation :

$$\beta_G(x) = \beta_F(x) - x\beta_F'(x) \tag{VI.11}$$

Le terme d'ordre 1 du développement limité de β_G est nul selon cette expression, car β_F est une fonction dérivable pour $x \geq 0$. Nous pouvons par conséquent nous attendre à un écart plus faible pour le modèle de gradient de force que pour le modèle de force, qui varie *a priori* selon x au voisinage de $x = 0$.

L'expression (VI.6) possède une forme analytique difficile à exploiter : nous nous appuyons sur deux développements approchés de F_e pour évaluer β_F puis β_G. Le premier modèle est extrait d'un calcul présenté dans la thèse de Sylvain Hudlet [89] : il présente des formes asymptotiques correctes pour $z << R_\mathrm{s}$ et $z >> R_\mathrm{s}$:

$$F_1 = -\frac{\pi \epsilon_0 V^2 R_\mathrm{s}}{z} \frac{1}{1+x} \tag{VI.12}$$

Le second s'appuie sur un développement proposé par Mohideen et Chen [90].

$$F_2 = -\frac{\pi \epsilon_0 V^2 R_\mathrm{s}}{z} \sum_{i=0}^{7} c_i x^i \tag{VI.13}$$

[4]Une approche complète du problème nécessiterait de prendre en compte un couplage électromécanique de la sonde avec le circuit de polarisation : nous supposons ici que les valeurs des résistances, capacités et inductances du circuit minimisent et rendent négligeable ce couplage.

avec :

$$c_0 = 1 \quad c_1 = -2.3652 \quad c_2 = 44.475 \quad c_3 = -1142.732$$

$$c_4 = 19184.9 \quad c_5 = -180401 \quad c_6 = 766168 \quad c_7 = -600714$$

L'écart relatif avec l'expression exacte est selon les auteurs inférieur[5] à 1.5 10^{-5} si z se situe entre 300 nm et 1 μm.

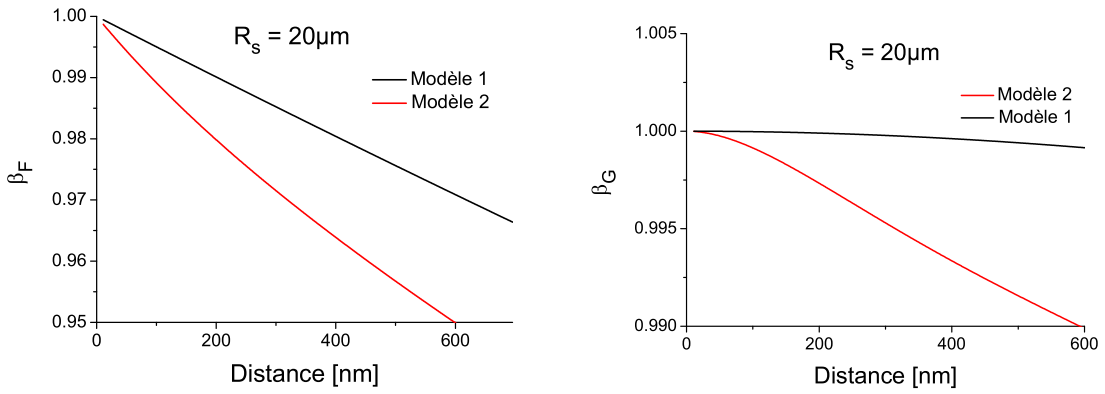


FIG. VI.4 – Test de l'approximation de la force et du gradient de force électrostatique
Le modèle de force électrostatique 2 présente un écart plus important que le modèle 1 que ce soit pour β_F ou β_G (graphes de gauche et de droite respectivement). Le désaccord avec le modèle de gradient électrostatique utilisé dans la suite de l'étude est vraisemblablement inférieur à 1 % dans la plage de distance utilisée.

Les graphes de β_F et β_G associés à ces deux modèles sont tracés sur la figure VI.4 pour $z \in [0; 600]$ nm. Le modèle de force (VI.7) présente un écart relatif inférieur à 5 % : celui-ci commence à devenir significatif au regard de la résolution expérimentale visée. En revanche, selon le modèle 2 plus pessimiste mais peut être aussi plus réaliste que le modèle 1, l'approximation (VI.8) réalisée sur le gradient de force électrostatique est correcte à 1 % près dans la région d'intérêt : le facteur de sensibilité de la sonde a tendance à être surévalué. L'erreur commise ne devrait cependant pas être perceptible compte tenu des autres sources d'incertitude présentes dans le montage. Le modèle (VI.8) est dans ces conditions acceptable[6] pour la poursuite de l'étude.

b Distribution des forces sur la microsphère

L'évaluation de la force de Casimir en géométrie sphère-plan repose sur l'hypothèse d'additivité de la force, qui est rigoureusement fausse, mais qui dans la limite $R_s >> d$ fournit des résultats corrects. La microsphère est découpée en anneaux concentriques sur lesquelles l'effet Casimir est décrit par le modèle de miroirs parallèles (Chap. II).

[5]Dans leur expérience, le rayon de la sphère est 5 fois plus élevé ($R_s = 100$ μm) : l'intervalle d'étude est compris entre 1.8 μm et 5 μm.

[6]Une comparaison menée directement sur la base de l'expression exacte du gradient permettrait de valider de manière définitive ce point.

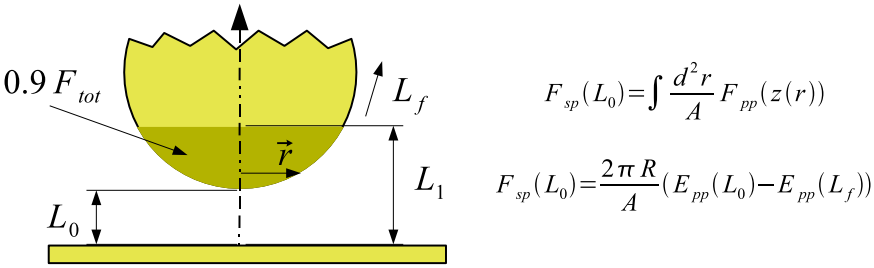


FIG. VI.5 – Estimation des calottes électrostatique et de Casimir

Les calottes sur lesquelles s'exercent la force de Casimir et la force électrostatique sont respectivement délimitées par $L_{Cas} \approx 1.46\ L_0$ et $L_{elec} \approx 3.1\ L_0$. A une distance de 300 nm pour un rayon de sphère de 20 μm, cela représente une aire de 19 μm^2 pour la force de Casimir et 85 μm^2 pour la force électrostatique.

Les portions de sphère sur lesquelles s'exercent majoritairement la force de Casimir et la force électrostatique sont différentes (VI.5). En supposant pour cette dernière que la distribution des charges[7] dépend de la distance de la même manière qu'un condensateur plan-plan, son intensité doit décroître en $1/z^2$, plus lentement que pour la force de Casimir qui elle s'atténue en $1/z^3$ approximativement. Pour une distance de séparation donnée, la taille[8] de la calotte « électrostatique »est plus grande que celle utile pour l'effet Casimir. La régularité du rayon de courbure de la microsphère et une faible rugosité doivent être assurées sur cette aire : celle-ci est estimée[9] à 20 μm^2 (force de Casimir) pour un rayon de 20 μm dans la plage de distance explorée $[0; 300]$ nm, soit moins de 1 % de la surface totale de la sphère. Elle diminue cependant lorsque l'échantillon se rapproche de la microsphère. Un facteur numérique de l'ordre de l'unité sépare les aires utiles associées aux forces électrostatiques et à la force de Casimir : la symétrie cylindrique de la « pointe », la microsphère, permet néanmoins de pallier la différence de distribution en ce qui concerne la réponse mécanique du microlevier (section VI.1.1).

1.4 Le potentiel de contact V_c

a Origine de ce potentiel résiduel

Même en l'absence de champ électrique extérieur, une différence de potentiel V_c est présente entre les deux surfaces métalliques. Les matériaux qui composent le circuit de polarisation sont caractérisés entre autres par leur travail de sortie W_s qui correspond à l'énergie nécessaire pour libérer un électron. En prenant comme référence le niveau du vide, l'énergie d'un électron au niveau de Fermi soumis à un potentiel V a pour expression (Fig. VI.6) :

$$E_F = -W_s - eV \tag{VI.14}$$

[7]L'application du théorème de proximité permet de retrouver avec l'aide de cette distribution la forme asymptotique de la force électrostatique en géométrie sphère-plan : l'hypothèse formulée ici semble par conséquent raisonnable.

[8]Elle peut être définie comme la portion de la microsphère sur laquelle s'exerce par exemple 90 % de la force étudiée.

[9]Il s'agit d'un ordre de grandeur pour fixer les idées.

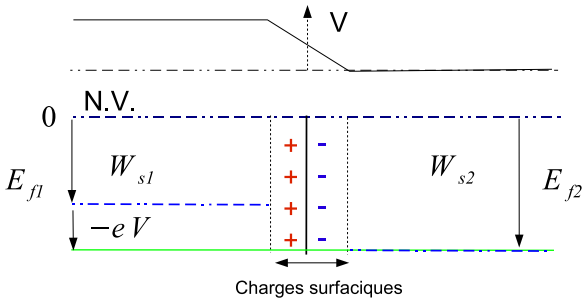


FIG. VI.6 – Potentiel de contact entre deux métaux

Un transfert de charges s'opère à l'interface des deux métaux. La distribution surfacique de charges génère une différence de potentiel entre les deux matériaux : le processus s'arrête lorsque le potentiel chimique est homogène sur l'ensemble du système.

Lorsque deux métaux sont mis en contact, une réorganisation des charges s'opère à leur interface afin de créer une différence de potentiel susceptible d'équilibrer leur potentiel chimique :

$$-W_{s1} - eV_1 = -W_{s2} - eV_2 \tag{VI.15}$$

soit :

$$V_c = V_1 - V_2 = \frac{W_{s2} - W_{s1}}{e} \tag{VI.16}$$

Selon les métaux considérés, V_c peut varier de quelques dizaines à quelques centaines de millivolts. Dans notre expérience, les matériaux constituant les deux surfaces d'étude sont identiques, plus précisément en or ($W_s \approx 5.1\ eV$) : l'existence d'un potentiel de contact V_c peut s'expliquer par une différence de leurs orientations cristallographiques et de leurs états de surface. La dispersion du potentiel V_c, de l'ordre de plusieurs dizaines de millivolts, d'une expérience à l'autre semble compatible avec cette explication.

b Compensation de la force électrostatique générée par V_c

Cette différence de potentiel entre les deux surfaces s'accompagne d'un champ électrique qui génère une force électrostatique. L'application d'une tension V_s qui s'oppose à V_c permet cependant de l'annuler :

$$F = \frac{1}{2}C'(z)(V_s - V_c)^2 \tag{VI.17}$$

Pour une position donnée, la mesure du gradient de force électrostatique en fonction de V_s fournit une parabole centrée sur V_c (Fig. VI.7). En pratique le potentiel de contact est connu avec une incertitude de l'ordre de 5 mV. Le graphe VI.8 permet de situer l'erreur systématique qui est ainsi produite sur la mesure du gradient de force de Casimir. En dessous de 300 nm, elle ne dépasse pas 1 % de celui-ci : elle est par conséquent négligeable.

c Propriétés de V_c

Lors de l'approche de la sonde vers la surface de l'échantillon, le potentiel de contact mesuré selon la méthode précédente diminue pour enfin se stabiliser à $\pm$ 5 mV (Fig. VI.9). Les causes

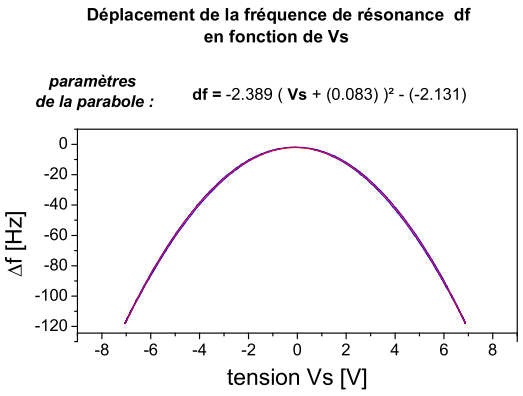


FIG. VI.7 – Balayage de la tension sonde échantillon

La courbe du gradient de force électrostatique en fonction de la différence de potentiel est symétrique par rapport à $V_s = V_c$: il s'agit d'une parabole dont la courbure est inversement proportionnelle au carré de la distance de séparation.

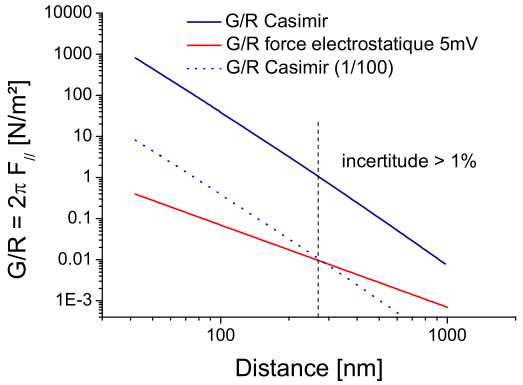


FIG. VI.8 – Force électrostatique résiduelle

La compensation du potentiel de contact est assurée avec une tolérance de 5 mV. Un gradient de force électrostatique se superpose donc en pratique à la mesure. En dessous de 300 nm, il ne dépasse pas un centième du gradient de force de Casimir.

de cette variation ne nous sont pas connues : la sonde interagit en réalité avec l'ensemble de son environnement[10], quelle influence celui-ci joue-t-il ? D'autres mécanismes physiques plus complexes pourraient également rendre compte de ce comportement. A très courte distance ($d < 1\ \mu m$), le gradient de force électrostatique entre la sonde et la surface est dominant. Il semblerait qu'un potentiel de contact V_c puisse être défini dans la plage de distance qui nous intéresse $d < 500\ nm$. En appliquant une tension $-Vc$ entre la sonde et l'échantillon, il est ainsi possible de supprimer cette interaction.

[10]Par exemple la fibre optique située à quelques dizaines de micromètres.

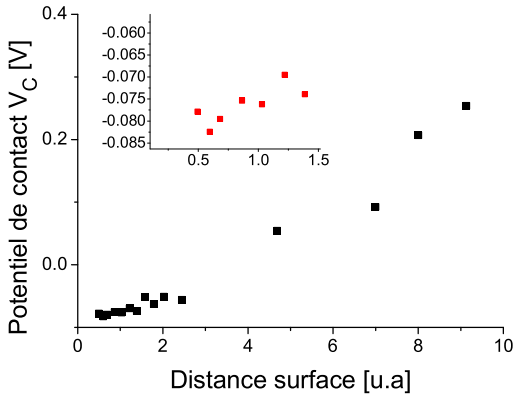


FIG. VI.9 – Le potentiel de contact V_c

Le potentiel de contact entre les deux surfaces métalliques diminue avec la distance de séparation : sur le graphe ci-dessus, une unité arbitraire (u.a.) est estimée à 1.1 μm. *Dans la plage de distance de travail* $[0; 600]$ nm, V_c *peut être considéré constant à* $\pm$ 5 mV *près.*

1.5 Le facteur de calibration α

a Le gradient de force réduit G/R_s

Le modèle de force de Casimir en géométrie sphère plan fait intervenir le paramètre expérimental R_s, le rayon de la sphère :

$$F_C = -2\pi R_s e_{//}(d) \tag{VI.18}$$

où $e_{//}$ est l'énergie de Casimir par unité de surface dans la configuration plan-plan.
Le gradient de force a ainsi pour expression :

$$G_C = \frac{\partial F_C}{\partial z} = 2\pi R_s f_{//}(d) \tag{VI.19}$$

$f_{//} = -e'_{//}$ est la pression de Casimir en géométrie plan-plan.
Les fonctions $f_{//}$ et $e_{//}$ proviennent d'un modèle de force de Casimir développé par l'équipe de Serge Reynaud et Astrid Lambrecht, basé sur la théorie des réseaux optiques, et qui prend notamment en compte la conductivité finie des miroirs. Elles ne possèdent pas de paramètres ajustables[11] : les difficultés se concentrent du côté de l'expérience qui exige un positionnement absolu en position et en gradient du point de mesure.

La connaissance précise du rayon de la sphère n'est en réalité pas nécessaire : le gradient de force électrostatique est lui même proportionnel à ce paramètre. La calibration de l'axe vertical en unité de gradient divisé par le rayon est immédiat $g_r = G/R_s$.

$$g_r = \frac{G_e}{R_s} = \pi\epsilon_0 \frac{V^2}{d^2} \tag{VI.20}$$

[11] ELles dépendent en réalité de la constante diélectrique utilisée pour les évaluer (Chap. II).

La tension V et la distance d sont deux paramètres libres de la procédure de calibration : de manière indirecte, la précision de la loi de déplacement de la platine piézoélectrique étudiée au chapitre III est essentielle pour assurer celle associée au gradient de force réduit g_{r}. Les mesures de force de Casimir présentées dans ce système d'unité sont ainsi directement comparables au modèle $f_{//}$:

$$\frac{G_{\mathrm{C}}}{R_{\mathrm{s}}} = 2\pi f_{//}(d) \tag{VI.21}$$

b Le facteur de calibration α de la sonde de force

Dans notre expérience, la grandeur utile correspond au décalage de la fréquence de résonance Δf d'un l'oscillateur, qui est proportionnel au gradient de force réduit g_{r} d'un facteur[12] α.

$$g_{\mathrm{r}} = \frac{G}{R_{\mathrm{s}}} = \alpha \Delta f \tag{VI.22}$$

$$\alpha = \frac{2k}{f_0 R_{\mathrm{s}}} \tag{VI.23}$$

Une fois que le facteur de conversion α est établi[13] pour la force électrostatique sur la base de l'équation (VI.20), il est possible d'étalonner tout gradient de force réduit quelle que soit son origine physique, pourvu que le mode d'action mécanique sur la sonde de force soit identique. L'effet Casimir peut ainsi être étudié quantitativement avec l'aide de notre montage expérimental.

2 La calibration de la sonde de force

La calibration du microlevier constitue la phase la plus difficile et la plus longue d'une campagne de mesure de force de Casimir. Elle forme à l'instar du contrôle de la configuration géométrique sphère-plan une étape incontournable, à laquelle beaucoup d'attention doit être apportée pour assurer un bon niveau de comparaison théorie-expérience.

La procédure de calibration est en effet soumise à de nombreuses difficultés expérimentales, que l'on peut classer principalement en deux catégories :

- Certaines comme les dérives présentent un caractère imprévisible : leur prise en compte est souvent possible, mais demande une étude spécifique pour chaque acquisition (phase de calibration ou phase de mesure).
- D'autres sont au contraire reproductibles : hystérésis des translateurs piézoélectriques, boucle de détection de fréquence (bimorphe, microlevier, boucle à verrouillage de phase). Cette dernière introduit en effet des artefacts de mesure qui peuvent être intégrés dans une loi de conversion non linéaire plus générale :

$$\frac{G}{R_{\mathrm{s}}} = \alpha(\Delta f) \tag{VI.24}$$

[12] La raideur k est propre à la configuration expérimentale : elle dépend notamment de la distribution des contraintes sur l'extrémité du microlevier.

[13] L'expression (VI.23) correspond à la sensibilité propre de la sonde de force. Le facteur de calibration obtenu expérimentalement à travers une PLL se distingue le plus souvent de celle-ci : ce point est détaillé dans la section VI.2.5.

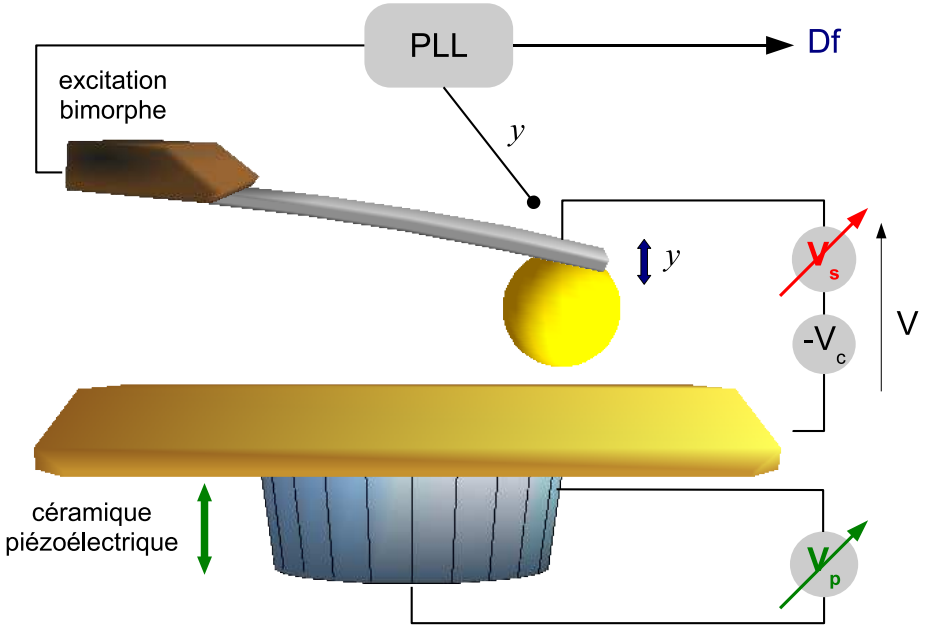


FIG. VI.10 – Configuration expérimentale

2.1 Les composantes du signal de mesure

L'examen du modèle de force $f_{//}$ exige un positionnement absolu du point de mesure M gradué en unité de distance et en unité de gradient de force. En pratique M est paramétré par la consigne de tension V_p du translateur piézoélectrique et par le décalage en fréquence Δf mesuré par une PLL. Δf et V_p correspondent aux données brutes du problème et se distinguent en particulier des observables d et Δf_C associées à la force étudiée. L'enjeu de la phase post expérimentale de traitement de données est d'extraire ces deux paramètres d'intérêt à partir des signaux de mesure de composition :

$$M(V_\mathrm{p}, \Delta f) : \begin{cases} \Delta f = \Delta f_\mathrm{C} + \Delta f_e + \Delta f_d \\ d = z_\mathrm{p}(V_\mathrm{p}) + z_d + z_s - z_0 \end{cases} \tag{VI.25}$$

a Estimation de la distance de séparation

L'évaluation de la distance d de séparation se heurte aux problèmes suivants :

- La dérive en position z_d discutée au chapitre III.
  Pour pallier ses effets, le temps de mesure doit être minimisé. La modélisation de ce phénomène permet par ailleurs d'apporter une correction appréciable : l'erreur qu'elle produit par exemple sur le positionnement des courbes de mesure est souvent notable.
- z_s est la déflexion statique du microlevier produit par la force étudiée.
  Pour des microleviers de raideur supérieure à quelques newtons par mètre, le décalage est négligeable dans la plage de distance visitée : un ordre de grandeur[14] peut être évalué avec l'aide de la relation :

$$z_s \approx \frac{\Delta f}{f_0} \times d \tag{VI.26}$$

[14]Cette estimation s'appuie sur un modèle de force qui suit une loi de puissance.

En pratique $\Delta f/f_0 < 0.001$ pour les plus courtes distances ($\approx 50\ nm$), ce qui situe z_s autour de la centaine de picomètres, en dessous du niveau de résolution en position.
- L'origine de la distance de séparation z_0.
  L'acquisition d'une courbe de force de Casimir s'accompagne systématiquement d'une mesure de force électrostatique qui permet de fixer ce paramètre. Le contact entre la sonde et l'échantillon est en effet proscrit afin de préserver leur état de surface.
- La dilatation et la déformation du déplacement z_{p} lors de l'étalonnage des moteurs piézoélectriques doivent être minimisées.

b Extraction du signal de gradient de force

L'analyse du signal de fréquence Δf doit quant à elle permettre l'extraction de la composante Δf_{C} produit par la force étudiée :
- La dérive thermique de la fréquence de résonance libre de l'oscillateur Δf_d constitue un problème essentiellement pour des mesures de faibles intensités. L'origine de l'axe des gradients doit être réajustée régulièrement.
- Un potentiel de contact V_{c} subsiste entre la microsphère et l'échantillon. Lors d'une mesure de force de Casimir, celui-ci doit être compensé afin d'annuler la composante électrostatique $\Delta f_e(V - V_{\mathrm{c}})$.
- La PLL n'évalue pas rigoureusement le déplacement de la fréquence de résonance de l'oscillateur Δf_{res}. La description la plus générale du problème repose en réalité sur une loi de transformation du type :

$$\Delta f_{PLL} = g(\Delta f_{\mathrm{res}}) \tag{VI.27}$$

  Δf_{PLL} correspond au signal accessible à l'expérimentateur fourni par la PLL. Cette relation est très souvent linéaire : le cas échéant l'analyse des données n'est pas perturbée.

Le contrôle et l'acquisition des paramètres expérimentaux s'effectuent actuellement sans le soutien d'un module de pilotage de SPM[15] : des programmes écrits en langage LABVIEW permettent néanmoins de coordonner les opérations menées par les générateurs de tension et la carte d'acquisition analogique numérique (CAN). De son coté, la phase de traitement de données extrait pour le mieux le signal de force de Casimir. En raison de la complexité des manipulations que cette dernière implique, la stratégie qui consiste à moyenner plusieurs acquisitions pour améliorer la résolution n'est pas pour le moment envisageable.

Le traitement post-expérimental des courbes de force est détaillé dans le chapitre VII. La suite de cette partie est consacrée à l'évaluation du facteur de calibration α qui constitue une opération indispensable précédant la mesure.

2.2 Balayage de la surface de gradient de force électrostatique

En présence d'un gradient de force électrostatique, le déplacement de la fréquence de résonance Δf que nous obtenons en sortie de la boucle à verrouillage de phase (PLL) est

[15] Scanning Probe Microscope

décrit[16] par [Eq. (VI.20) (VI.22) et (VI.25)] :

$$\Delta f = \frac{\pi\epsilon_0}{\alpha}\frac{(V-V_\mathrm{c})^2}{(z_\mathrm{p}+z_d-z_0)^2} + \Delta f_\mathrm{C} + \Delta f_d \tag{VI.28}$$

L'expérimentateur dispose de deux paramètres de contrôle, la tension sphère surface V, le déplacement du moteur piézoélectrique z_p, et de la grandeur d'observation Δf, pour déterminer le facteur de conversion α (Fig. VI.10). Différentes stratégies peuvent être mises en place pour éliminer les composantes indésirables présentes dans le signal (VI.28) et décrites dans la section VI.2.1 : nous présentons les avantages et les limites de deux d'entre elles.

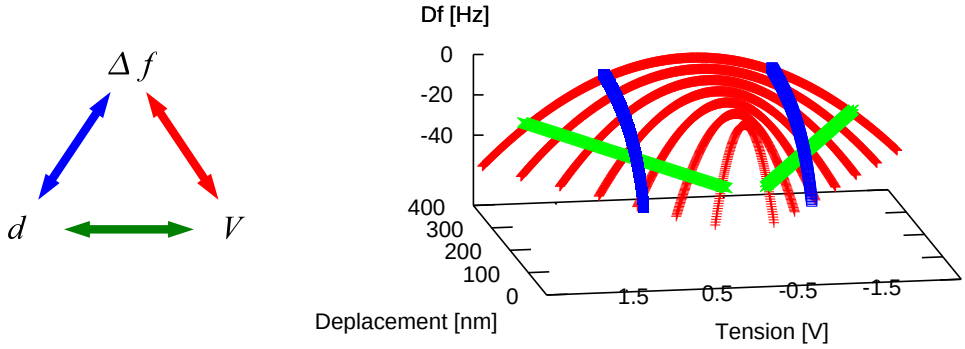


Fig. VI.11 – Balayage de la surface de gradient de force

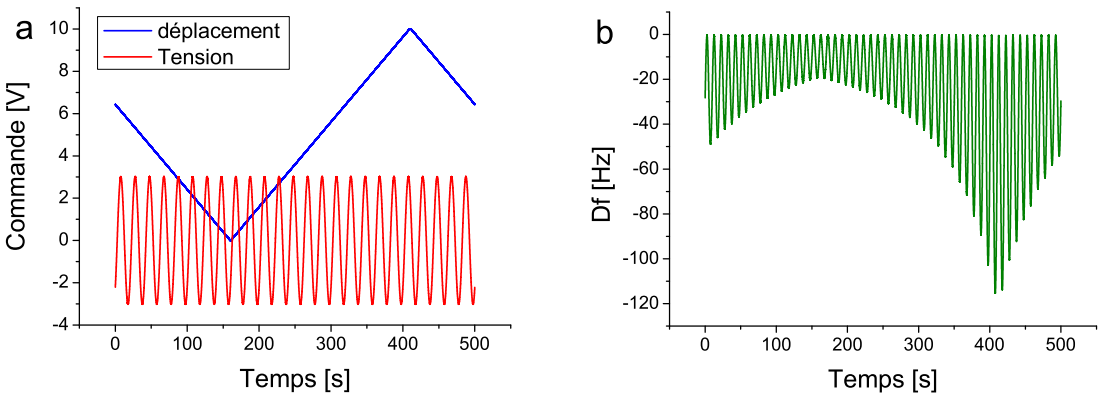
Le gradient de force électrostatique décrit une surface (S) dans l'espace (z, V, f) : le balayage de S à distance constante fournit une parabole, à tension constante une hyperbole, et à gradient constant une droite.

La surface $\Delta f(z, V)$ (Fig. VI.11) peut être explorée suivant différentes trajectoires. Celles ci permettent d'isoler plus facilement certains paramètres expérimentaux de la force électrostatique.

- La mesure de Δf à distance d constante est bien adaptée pour évaluer le potentiel de contact V_c.
- La première méthode de calibration réalise un balayage simultané de la position et de la tension. Les contraintes exercées par les trois paramètres du modèle d'ajustement (a, b, z_0) s'étendent ainsi à l'ensemble des données expérimentales composant la surface.
- Le balayage à tension constante fournit des hyperboles. Le phénomène de dérive rend cependant l'exploitation des données délicates car il multiplie les paramètres d'ajustement sur les positions de l'origine z_0.
- L'analyse des courbes isogradients, *ie* à fréquence constante, permet de tester de manière manifeste le modèle de capacité sphère plan. Les effets relatifs à la dérive, au cycle d'hystérésis du translateur piézoélectrique ressortent clairement : la seconde méthode de calibration, basée sur cette approche, autorise ainsi un meilleur contrôle expérimental du facteur de conversion α.

[16] Pour simplifier l'analyse, la déformation produite par la boucle de détection de fréquence n'est pas prise en compte : elle est présentée dans la suite du chapitre.

2.3 Méthode A : détermination de la surface de gradient de force



(a) Lors des phases d'approche et de retrait, le potentiel sphère surface V oscille autour du potentiel de contact V_c. L'hystérésis du translateur piézoélectrique est pris en compte lors du traitement des données.

(b) La sonde est essentiellement sensible au gradient de force électrostatique : le gradient de force de casimir produit à courte distance un abaissement de l'enveloppe de la courbe $\Delta f(z, V)$ qui est ici négligeable.

FIG. VI.12 – Calibration : cycle d'approche-retrait

a Perturbations apportées par la dérive en position

La dérive en position z_d est la principale difficulté rencontrée durant la procédure de calibration. Afin de réduire la déformation qu'elle produit sur le signal de force, le temps T nécessaire pour réaliser un cycle complet d'approche-retrait doit être minimisé : pour des vitesses usuelles de l'ordre de 1 nm/min, le déplacement parasite est inférieur à 4 nm si $T = 250$ s. Quant à la dérive en fréquence Δf_d, son poids relatif est négligeable. La course totale du scanner piézoélectrique est par ailleurs voisine de 460 nm, le mouvement réel est affecté par la dérive précédente de $\pm$ 4 nm : au final, pour l'exemple ci contre (Fig. VI.12), l'incertitude résultante sur le facteur α s'établit autour de 2 %. Elle peut éventuellement être compensée en réalisant la moyenne du facteur de calibration entre les phases d'approche et de retrait. De même le temps d'acquisition peut être diminué : pour $T = 100$ s, ce problème devient secondaire. Enfin il semble préférable d'effectuer l'ajustement de α à partir d'un seul cycle d'approche-retrait car les effets sur la position de l'origine z_0 s'accumulent avec le temps[17].

b Ajustement de la surface de gradient de force électrostatique

Un balayage simultané de la position de la sonde et de la tension V (Fig. VI.12) permet d'explorer le gradient de force électrostatique : le décalage en fréquence $\Delta f(V, z_\mathrm{p})$ décrit une surface dont l'arête dorsale ($V = V_\mathrm{c}$) contient seulement la force de Casimir Δf_C (Fig. VI.13). Lorsque la plage de balayage est proche de l'origine du contact, *ie* voisine de la centaine de

[17] L'hypothèse de dérive constante peut néanmoins lever partiellement ce problème.

nanomètres, $\Delta f_{\mathrm{C}}(z_{\mathrm{p}})$ présente une contribution notable. Son interpolation selon la tranche $V = V_{\mathrm{c}}$ permet d'extraire la composante électrostatique :

$$\Delta f_e = \Delta f(z_{\mathrm{p}}, V) - \Delta f_{\mathrm{C}}(z_{\mathrm{p}}) \tag{VI.29}$$

L'ajustement des données expérimentales transformées selon l'équation (VI.29) est effectué sur la base de la fonction :

$$h(V, z) = a\frac{(V - V_{\mathrm{c}})^2}{(z - z_0)^2} + b \tag{VI.30}$$

V_{c} est mesurée de manière indépendante (section VI.1.4). $\alpha = \pi\epsilon_0/a$ est évalué sur plusieurs acquisitions permettant ainsi de définir[18] sa barre d'erreur[19] : en pratique, nous descendons difficilement en dessous de 5 % (la Fig. VI.13 présente l'une des meilleures situations expérimentales rencontrées).

Cette méthode propose un niveau de précision sur α satisfaisant. Sa mise en œuvre est relativement simple et rapide : cet avantage peut être mis à profit entre deux mesures de force de Casimir pour contrôler la stabilité du facteur de calibration.

2.4 Méthode B : Courbes de niveau isogradients

La seconde procédure de calibration a pour ambition de tester plus en profondeur le modèle de force électrostatique. Elle se veut également complémentaire à la première par l'apport d'informations sur le système plus faciles à extraire. Bien que sa mise en œuvre soit plus complexe et plus longue, il semblerait que le niveau de précision soit sensiblement meilleur, voisin du pour-cent.

a Trajectoire isogradient

Les courbes de niveau isogradients de la surface $\Delta f(z, V)$ sont décrites dans le plan (z, V) par des droites d'équation :

$$V - V_{\mathrm{c}} = \pm\sqrt{\frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}(-\Delta f)}\,(z - z0) \tag{VI.31}$$

Lors de l'approche de la sonde vers la surface de l'échantillon, une boucle d'asservissement maintient constant le déplacement en fréquence Δf en diminuant la tension de polarisation V. La figure VI.14 présente deux cycles d'approche-retrait réalisés sur chaque flanc de la surface $\Delta f(z, V)$ pour une consigne de -73 Hz. Le phénomène d'hystérésis du scanner piézoélectrique dissymétrise les courbes aller et retour du graphe a. Le graphe b présente le même cycle transformé selon la loi d'étalonnage des translateurs piézoélectriques obtenue au chapitre III pour les mêmes paramètres de déplacement : la superposition des phases aller et retour permet de valider la correction de l'hystérésis par une méthode différente.

Les courbes s'identifient à des droites de paramètres ajustables :

1. La pente p d'expression :

$$p = \sqrt{\frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}(-\Delta f)} \tag{VI.32}$$

[18] Le caractère de l'erreur que $\Delta\alpha$ génère au final sur les courbes de gradient de force est systématique : il se traduit pas une dilatation des données sur l'axe des gradients.

[19] L'incertitude donnée par l'algorithme d'ajustement n'est en effet pas significatif.

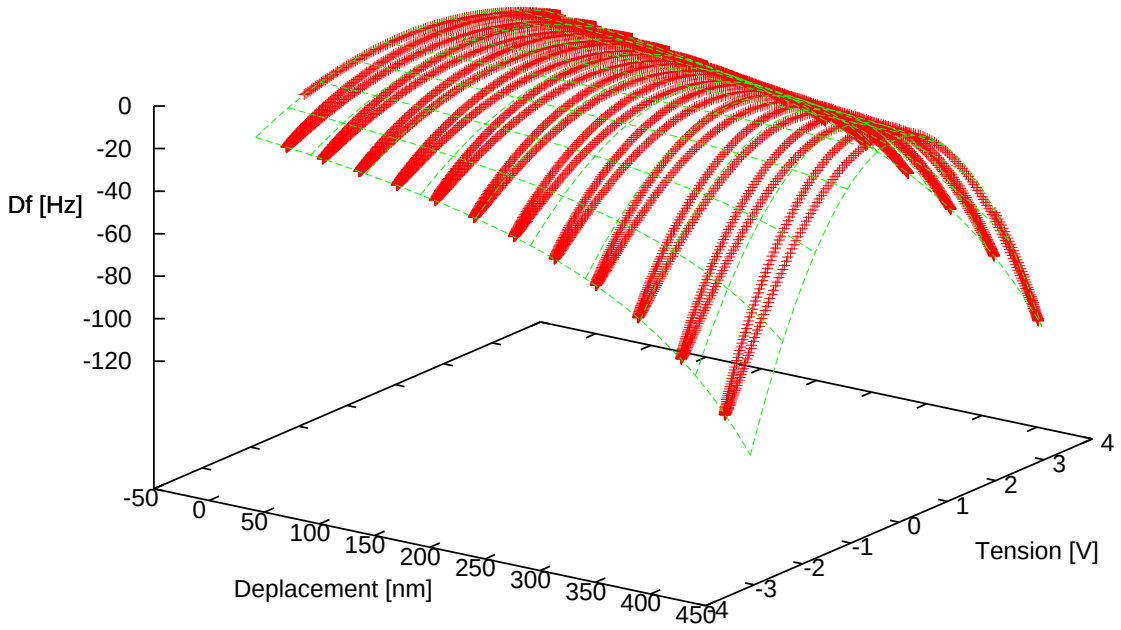
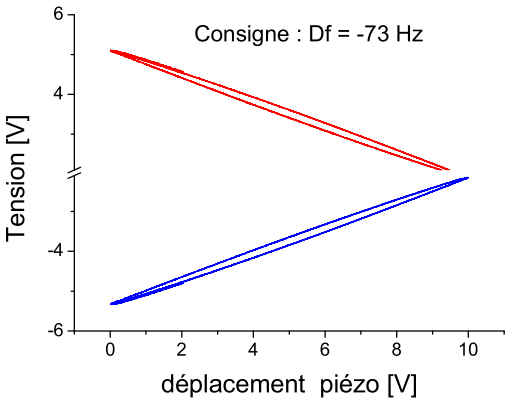
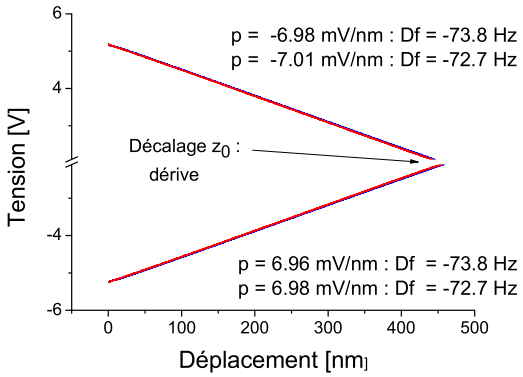


FIG. VI.13 – Surface de gradient de force électrostatique

L'ajustement de la surface $\Delta f(z, V)$, présentée ci-dessus, par la fonction (VI.30) fournit les paramètres : $a = -1.11\ 10^{-12}\ SI$, $z_0 = 740\ nm$. L'opération est menée pour plusieurs acquisitions, de points de départ z_0 différents : nous obtenons $a = -1.12 \pm\ 0.02\ 10^{-12}\ SI$, soit $\alpha = -24.8 \pm\ 0.5\ SI$. La valeur de la raideur k_G peut ensuite être évaluée avec l'aide de la relation (VI.23) : pour $R_s = 20\ \mu m$ et $f_0 = 50189$ Hz, elle s'établit à $12\ N/m\ \pm\ 7\ \%$ (l'incertitude sur R_s domine). Par ailleurs l'analyse du mouvement brownien au voisinage de l'extrémité du microlevier donne une estimation de la raideur $k_0 = 11\ N/m \pm\ 15\ \%$. Celui-ci doit être corrigé du facteur géométrique $\approx \cos^2(15^\circ)$ qui prend en compte l'orientation de la sonde par rapport à l'échantillon : soit $k = 11.8\ N/m\ \pm\ 15\ \%$ en bon accord avec l'estimation précédente. La détermination de la raideur k_G n'est pas nécessaire pour la suite du travail, elle permet néanmoins de vérifier la cohérence du facteur de calibration α. Une expérience de mesure de force avait été réalisée avec la même sonde mais en suivant une autre méthode (section VI.3) : elle consistait à suivre la phase de l'oscillateur. Le paramètre d'ajustement s'élevait à $a_\varphi = 1.41\ 10^{-13}\ SI$ qui peut être relié au précédent à travers les caractéristiques de la fonction réponse de l'oscillateur : $a_f = -1.13\ 10^{-12}\ SI$. L'accord est satisfaisant et suggère que dans la région centrée sur 50 kHz la réponse de l'excitateur bimorphe est plate (dans la suite de l'exposé, des artefacts de mesures qui lui sont associés seront présentés).



(a) L'hystérésis du scanner est à l'origine du décalage des courbes d'approche et de retrait. La tension $V = V_s - V_c$, où V_s est la tension appliquée, correspond à la différence de potentiel entre les deux surfaces. Le potentiel de contact $V_c = -83 \pm 5\ mV$ est mesuré quant à lui de manière indépendante.



(b) La loi de déplacement du scanner piézoélectrique obtenue avec l'aide de l'interféromètre à fibre optique permet de retrouver le comportement attendu pour un gradient de force électrostatique en géométrie sphère-plan : des courbes de niveau décrites par des droites. Quatre jeux de paramètres (p, z_0) peuvent être extraits lors de l'ajustement de ces courbes : ils se différencient par l'erreur statique sur Δf au niveau de la boucle de rétroaction et par les effets antagonistes de la dérive en position sur les phases d'approche et de retrait.

FIG. VI.14 – Courbes de niveau isogradients

Ce paramètre ne dépend pas de la position de l'origine z_0 et est par conséquent peu affecté par la dérive de la distance sonde-échantillon. Il est ainsi possible d'obtenir une série de pentes p associées à différentes consignes Δf sur plusieurs acquisitions : elles sont directement comparables les unes aux autres. L'incertitude absolue sur p est de l'ordre de 0.01 mV/nm, soit une incertitude relative bien inférieure au pour-cent : ce bon niveau de précision est assuré par l'élargissement des plages de balayage en tension et en position.

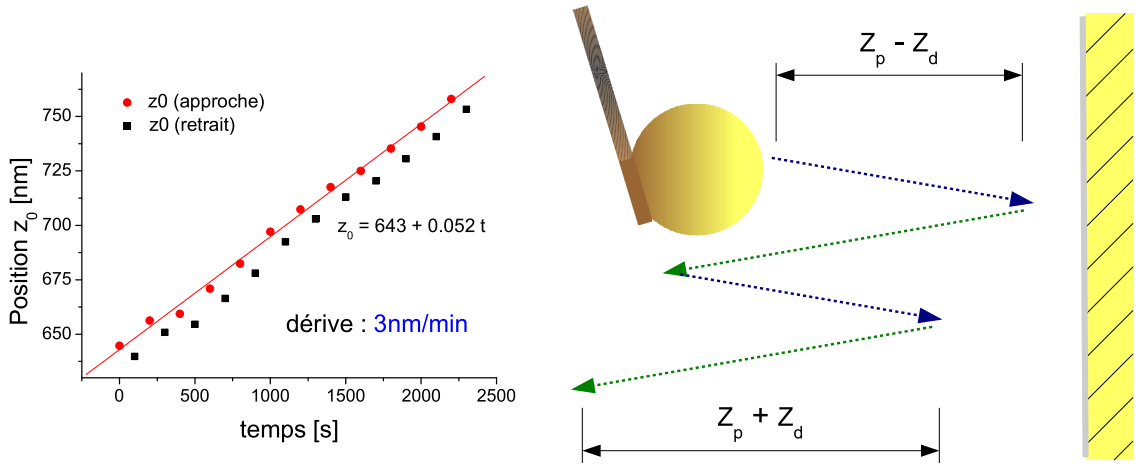
2. La position de l'origine z_0 : il correspond à la position du point d'intersection de la droite d'ajustement avec l'axe des abscisses. Il s'agit de la distance absolue de séparation entre la microsphère et la surface de l'échantillon. Son évaluation sur la base du modèle de force électrostatique doit être le plus précis possible pour assurer un positionnement correct des courbes de forces : en pratique, la résolution est par cette méthode voisine du nanomètre.

Le gradient de force de Casimir relie quant à lui les courbes de niveau de part et d'autre de l'axe $V = 0$ à courte distance : les points susceptibles d'être biaisés sont éliminés par précaution avant la réalisation de l'ajustement. Les fortes consignes de gradient de force électrostatique utilisées permettent de négliger la contribution produite par l'effet Casimir au-delà de 200 nm.

Le découplage du facteur de calibration et de la position du point de contact permet une

analyse systématique de la dérive en position : celle-ci est le plus souvent constante durant la procédure d'étalonnage. Le cas échéant, il apparaît que ses effets sont nuls au premier ordre sur la constante de calibration α.

b La distance de séparation



(a) La position de l'origine z_0 obtenue lors des acquisitions successives augmente de manière continue : le microlevier s'éloigne de l'échantillon à une vitesse sensiblement constante de 3 nm/min. Les déplacements réels des phases d'approche et de retrait sont affectés par le phénomène de dérive : celui-ci est à l'origine du décalage systématique des couples de points sur le graphe qui leur sont associés.

(b) Le schéma présente le déplacement de la microsphère dans le référentiel de la surface de l'échantillon. La course réelle lors de l'approche s'estime à $Z_\mathrm{p} - Z_d$ et celle lors du retrait à $Z_\mathrm{p} + Z_d$: $Z_\mathrm{p} = 461$ nm est la course du translateur piézoélectrique, Z_d correspond au déplacement parasite voisin de 2.5 nm (durée phase approche ou retrait : 50 s, dérive $v_d = 3$ nm/min)

FIG. VI.15 – Dérive de la distance sonde-échantillon

L'ajustement des courbes de niveau isogradients permet de déterminer la distance absolue $d = z - z_0$ entre les deux surfaces. Un bon niveau de résolution sur le paramètre z_0 est essentiel : il détermine au final l'une des principales incertitudes sur le positionnement des courbes de gradient de force. L'analyse de deux courbes successives d'approche et de retrait offre un test intéressant sur cette méthode. Durant la procédure de calibration, un écart systématique d'environ 5 nm entre les phases aller et retour est observé (Fig. VI.15). Le graphe démontre également l'existence d'une dérive de la distance sonde-échantillon : elle s'élève ici à $v_d = 3$ nm/min. Le schéma qui l'accompagne illustre ses effets sur les courses d'approche Z_A et de retrait Z_R. La durée du balayage étant de 50 s, il en résulte une augmentation et une réduction d'environ $Z_d = 2.5$ nm de la plage visitée qui s'établit à $Z_\mathrm{p} = 461$ nm en l'absence de ce phénomène :

$$Z_A = Z_\mathrm{p} - Z_d = Z_\mathrm{p}(1 - \gamma) \tag{VI.33}$$

$$Z_R = Z_\mathrm{p} + Z_d = Z_\mathrm{p}(1 + \gamma) \tag{VI.34}$$

avec

$$\gamma = \frac{Z_d}{Z_\mathrm{p}}$$

La dilatation est très faible : $\gamma \approx 0.005$. Elle est cependant responsable de l'écart de position observé entre les deux phases. Le paramètre z_0 doit être multiplié par $(1-\gamma)$ pour la séquence d'approche, et par $(1+\gamma)$ pour la séquence de retrait pour tenir compte au premier ordre de l'effet de la dérive. La figure VI.16 permet de juger l'intérêt de cette correction : le nouvel écart est cohérent avec le glissement de la plage visitée durant le temps séparant deux acquisitions successives. Une dispersion de $\pm$ 0.5 nm peut être retenue au final pour le paramètre d'ajustement z_0. Le potentiel de contact V_c est par ailleurs connu à quelques millivolts près : il est responsable d'erreurs systématiques, comprises entre 0.5 nm et 1 nm selon la pente p de l'isogradient considérée ($p \approx 5\ mV.nm^{-1}$), et de signes opposés selon la région de potentiel visitée ($V < 0$ ou $V > 0$).

Une des principales limites de cette méthode d'évaluation de z_0 tient à la stabilité en fréquence de l'oscillateur. Durant une phase de balayage, l'appareil transite en réalité entre deux courbes de niveau isogradients distantes au plus de 0.1 Hz pour les vitesses de dérives usuelles ($T = 50\ s$). L'incertitude relative sur le paramètre z_0 peut être estimée[20] à :

$$\frac{\delta z_0}{z_0} \approx \frac{\delta p}{p} = \frac{\delta f}{2\Delta f} \tag{VI.35}$$

Pour une consigne $\Delta f = -50$ Hz, elle s'élève grossièrement à 0.1 %, soit une erreur de positionnement légèrement inférieure au nanomètre.

De nombreuses améliorations pourraient être apportées à la procédure d'acquisition : la mise en place d'un scanner équipé d'un capteur de position devrait autoriser un balayage plus rapide, donc moins sensible aux dérives. De même, lors de l'approche, la mesure alternée du potentiel V de signes négatif et positif permettrait de contrôler simultanément le potentiel de contact V_c. L'installation d'un système de pilotage automatisé sur l'ensemble de l'appareil serait par conséquent bénéfique : actuellement l'acquisition manuelle de l'ensemble des points expérimentaux constitue une limite pratique. La mise en place de programmes de traitement de données a permis de suivre plus facilement les nombreux paramètres expérimentaux nécessaires pour extraire le signal de force de Casimir. L'automatisation des tâches sur l'ensemble des procédures de calibration et par la suite sur la mesure de force devrait au final apporter de nombreux progrès sur le niveau de précision expérimentale.

c Évaluation du facteur de calibration α

Les carrés des pentes p, issues de l'ajustement des courbes isogradients, sont reportés sur le graphe droit de la figure VI.17, puis comparés au modèle de force électrostatique en géométrie sphère plan qui prévoit le comportement :

$$p^2 = \frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}\Delta f \tag{VI.36}$$

L'ajustement de $p^2(\Delta f)$ par le modèle (VI.36) fournit ainsi une estimation du facteur de calibration : $\alpha = -18.5 \pm 0.5\ \%\ SI$. L'incertitude de 0.5 % attachée aux données expérimentales[21] suggère que la modélisation de la capacité sphère plan est correcte. Les dérives en position et

[20] Dans la limite $Z_\mathrm{p} \approx z_0$

[21] Il ne s'agit pas du désaccord avec la valeur vraie.

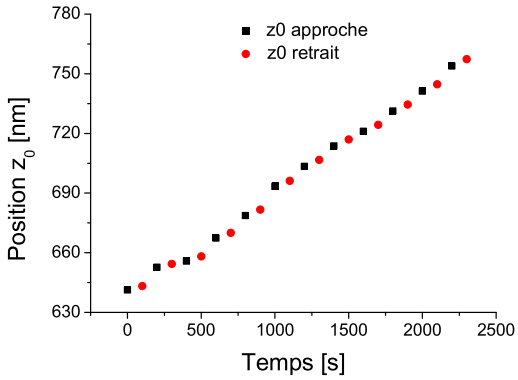


FIG. VI.16 – Correction de la dérive sur le paramètre z_0

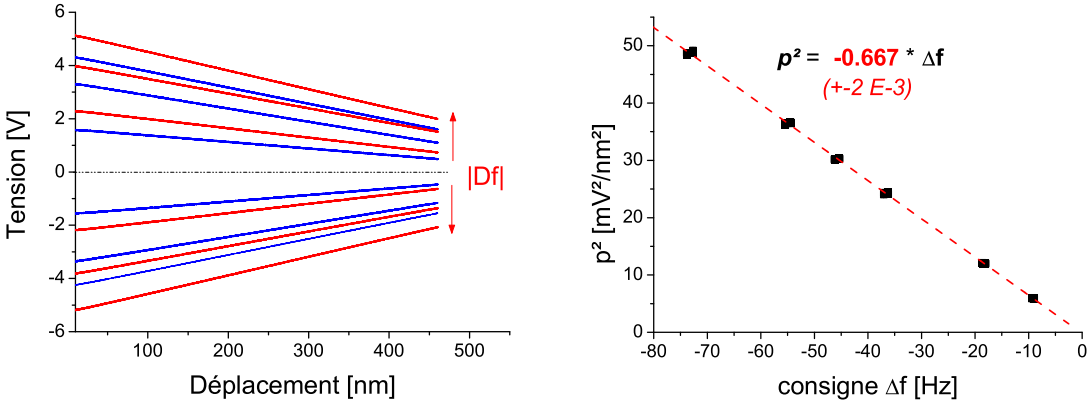
Les courses des phases d'approche et de retrait tiennent compte de l'effet de dilatation produit par la dérive. Le nouvel écart systématique entre les distances de séparation aller et retour est compatible avec l'éloignement de la sonde de mesure par rapport à la surface de l'échantillon qui a lieu entre deux mesures successives. Cette étude montre entre autres que cette méthode de positionnement possède une résolution voisine du nanomètre.

en fréquence produisent quant à elles des erreurs de type systématique[22]. Leurs effets peuvent être évalués voire compensés :

1. Durant la procédure de calibration, la fréquence de résonance du microlevier a augmenté de 0.7 Hz. Il semble raisonnable de considérer la dérive de l'oscillateur constante compte tenu de l'accord observé avec le modèle d'ajustement linéaire (VI.36) : $v = -3.4\ 10^{-4}$ Hz/s. L'intervalle de temps entre deux acquisitions successives était le même durant toute l'expérience : la dérive produit dans ces conditions une dilatation de l'axe des abscisses. Dans le cadre de cette hypothèse, nous obtenons $\alpha = -18.7 \pm\ 0.5\ \%\ SI$. La fréquence de résonance de l'oscillateur aurait dû être recentrée entre deux mesures afin de pallier ce problème.
2. La dérive en position affecte également la pente p. Cependant les mesures successives de ce paramètre lors des phases d'approche et de retrait permettent de compenser ses effets : dans la suite de cette section, une description de la perturbation engendrée est présentée.

Le facteur de calibration peut ainsi être estimé à $\alpha = -18.6 \pm\ 0.5\ \% \pm\ 1\ \%\ SI$: la première incertitude est de type aléatoire, la seconde systématique. La valeur $-18.7\ SI$ semble vraisemblable : un contrôle en temps réel de la dérive en fréquence aurait pu la valider. Nous pouvons néanmoins considérer qu'une erreur systématique de 1 % est satisfaisante, compte tenu des nombreuses sources connues et inconnues présentes dans le montage et susceptibles de modifier α. Ce niveau de précision expérimentale nécessite par ailleurs de remettre en cause l'approximation de la force électrostatique dans la limite $d << R_s$: au final, il est probable que l'écart avec la valeur vraie soit supérieure au pour-cent.

[22]Dans la situation expérimentale décrite dans cette partie, les deux types de dérives semblent être constantes, ce qui confère un caractère systématique aux erreurs de mesure.



(a) Les courbes de niveau isogradients forment un réseau de droites qui se croisent à l'origine de la distance sphère-surface $z = z_0$: en réalité, elles sont légèrement décalées les unes par rapport aux autres en raison de la dérive en position.

(b) L'ajustement des courbes de niveau par une fonction affine fournit un paramètre p (la pente), dont le carré est représenté en fonction de la consigne de fréquence Δf. La comparaison du graphe avec le modèle permet d'évaluer le facteur de calibration $\alpha = -18.5 \pm 0.5\ \%\ SI$

FIG. VI.17 – Analyse quantitative des courbes isogradients

d Effets de la dérive en position sur l'évaluation de α

Le phénomène de dérive est en partie responsable de la dispersion des points expérimentaux de la figure VI.18. Suite à la dilatation des courses d'approche et de retrait, les pentes aller p_A et retour p_R se déduisent des valeurs mesurées p_{Am} et p_{Rm} :

$$p_A = \frac{p_{Am}}{1-\gamma} \tag{VI.37}$$

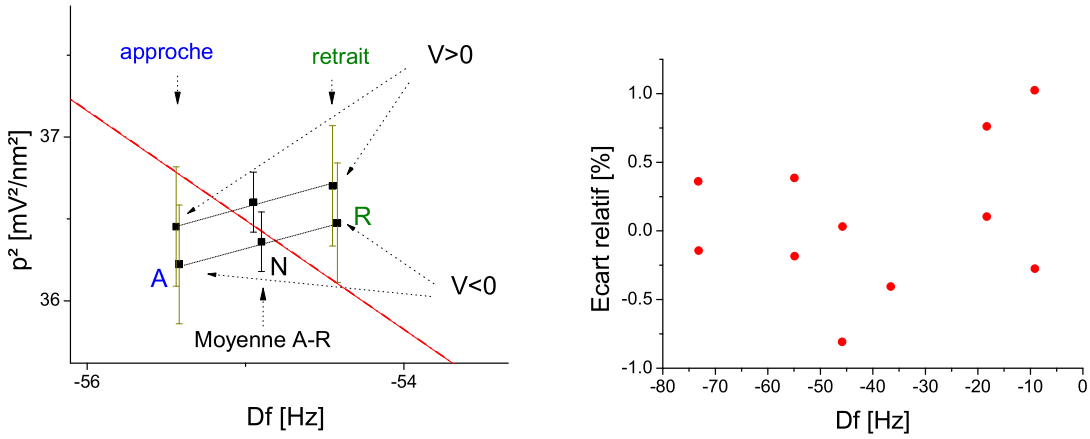
$$p_R = \frac{p_{Rm}}{1+\gamma} \tag{VI.38}$$

$\gamma = Z_d/Z_{\mathrm{p}}$.
Il est possible d'obtenir une estimation de p corrigée de la dérive en réalisant la moyenne de ce paramètre sur les cycles aller et retour. Au premier ordre en γ nous devrions obtenir :

$$p = p_A = p_R = \frac{p_{Am} + p_{Rm}}{2} \tag{VI.39}$$

Le système de régulation présente cependant une erreur statique df_s qui décale la consigne Δf_0 lors de l'approche et du retrait (Fig. VI.18) $p_A \neq p_R$. Il n'est pas souhaitable d'augmenter le gain du correcteur proportionnel intégral (PI) pour réduire df_s, car celui-ci peut rendre instable la boucle de régulation pour les plus courtes distances de séparation[23]. Le décalage de fréquence retenu pour l'analyse se distingue donc de la valeur de consigne : sur le graphe droit de la figure VI.14, nous obtenons ainsi quatre couples de paramètres expérimentaux (Δf ; p) que

[23] Le gain de la boucle ouverte est gouverné par le gradient de force électrostatique qui croît lorsque la sonde s'approche de la surface.



(a) L'agrandissement du graphe $p^2(\Delta f)$ (Fig. VI.17) autour d'une valeur de consigne Δf_0 permet de prendre connaissance de la distribution des points expérimentaux. Le graphe droit de la figure VI.14 distingue en effet 2×2 couples de points A et R $(\Delta f; p)$ associés aux conditions expérimentales (Δf_0, $V < 0$ ou $V > 0$). Le point N est défini comme l'isobarycentre de A et de R.

(b) L'écart entre la droite issue de l'ajustement de l'ensemble des données expérimentales (approche et retrait confondus) avec les points N est inférieur au pour-cent. Cet excellent accord s'explique par une compensation des effets de la dérive en position entre les phases aller et retour sur la donnée expérimentale N.

FIG. VI.18 – Distribution des points de mesure

nous retrouvons sur l'agrandissement de la figure VI.18. Le point médian N(Δf_N ; p_N^2) au centre du segment $[AR]$ sur la figure précédente permet de se rapprocher du modèle (VI.36) :

$$\Delta f_N = \frac{\Delta f_{Am} + \Delta f_{Rm}}{2} \tag{VI.40}$$

$$p_N^2 = \frac{p_{Am}^2 + p_{Rm}^2}{2} \tag{VI.41}$$

En effet, les paramètres des relations (VI.37) et (VI.38) se comparent à :

$$p_A^2 \equiv \frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}(\Delta f_N - df) \tag{VI.42}$$

$$p_R^2 \equiv \frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}(\Delta f_N + df) \tag{VI.43}$$

d'où :

$$p_{Am}^2 \equiv \frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}(\Delta f_N - df)(1-\gamma)^2 \tag{VI.44}$$

$$p_{Rm}^2 \equiv \frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}(\Delta f_N + df)(1+\gamma)^2 \tag{VI.45}$$

Au premier ordre en γ et $\frac{df}{\Delta f_N}$, le point N peut bien être comparé au modèle (VI.36) puisque :

$$p_N^2 \equiv \frac{\alpha}{\pi\epsilon_0}\Delta f_N = p^2(\Delta f_N) \tag{VI.46}$$

L'écart relatif de N par rapport au modèle d'ajustement est inférieur au pour-cent (Fig. VI.18 b) : la prise en compte simultanée des points de mesure issus des phases aller et retour permet donc de compenser au premier ordre l'effet de la dérive en position de la sonde.

Afin de compléter l'analyse précédente, l'écart entre les données brutes et la droite d'ajustement peut être évalué :

$$e(\Delta f_{Am}) = p_{Am}^2 - p^2(\Delta f_{Am}) \quad \text{(VI.47)}$$
$$e(\Delta f_{Rm}) = p_{Rm}^2 - p^2(\Delta f_{Rm}) \quad \text{(VI.48)}$$

Compte tenu des relations (VI.44) et (VI.45), les écarts pour les phases d'approche et de retrait peuvent être comparés à :

$$e(\Delta f_{Am}) \equiv -2\gamma p^2(\Delta f_{Am}) \quad \text{(VI.49)}$$
$$e(\Delta f_{Rm}) \equiv +2\gamma p^2(\Delta f_{Rm}) \quad \text{(VI.50)}$$

La figure VI.19 offre un accord satisfaisant avec le modèle de dérive que nous venons de décrire. Les données associées aux phases aller et retour présentent bien le comportement attendu : l'écart absolu croît selon un facteur $\pm\, 2\gamma$ voisin de 0.01, en excellent accord avec l'estimation réalisée au début de cette section à partir de l'étude de z_0 ($\gamma \approx 0.005$).

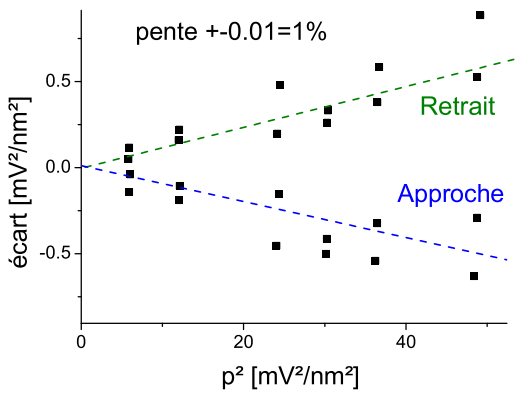


FIG. VI.19 – Ecart avec le modèle d'ajustement

Une partie de l'écart entre les données expérimentales (A et R) et la droite d'ajustement s'explique par le phénomène de dérive qui distingue clairement les paramètres issus des phases d'approche et de retrait. L'écart absolu est bien proportionnel à p^2 d'un facteur $|2\gamma| \approx 0.01$.

L'analyse du gradient de force électrostatique à travers les courbes de niveau isogradients permet, en plus d'une évaluation précise du facteur de calibration α, de contrôler les incertitudes produites par les dérives de position et de fréquence. Cette méthode est intéressante pour tester la cohérence de différents éléments du problème : hystérésis des céramiques piézoélectriques, forme des courbes de niveau isogradients, dérives, *etc.* Elle est en ce sens complémentaire à la méthode précédente.

2.5 La boucle de mesure de fréquence

Différentes méthodes peuvent être mises en œuvre pour suivre le déplacement de la fréquence de résonance d'un oscillateur et ainsi réaliser une mesure de gradient de force. La boucle à verrouillage de phase[24] couplée à un excitateur mécanique offre un temps de mesure très court, ce qui rend son utilisation pratique : le temps de réponse ne constitue pas une limite expérimentale. Cependant cette technique assure seulement un déphasage constant[25] entre le signal d'excitation et le signal d'observation, la réponse du système qui se compose en réalité de celle de l'oscillateur mécanique et de celle du bimorphe. La fréquence mesurée ne coïncide donc pas en général avec la fréquence de résonance de l'oscillateur : elles sont cependant liées par la réponse de l'excitateur mécanique. Dans ces conditions, cette méthode de mesure introduit principalement deux problèmes expérimentaux auxquels nous devons apporter beaucoup d'attention pour assurer la validité de la procédure de calibration :

- La loi de conversion gradient-fréquence n'est pas nécessairement linéaire : il est possible néanmoins de prendre en compte ce problème.
- La stabilité du facteur de calibration est fragilisée : une modification de la réponse du bimorphe peut expliquer la modification d'un jour sur l'autre du facteur de calibration. Ce problème est au cœur de la discussion de la prochaine partie.

a La réponse mécanique du bimorphe

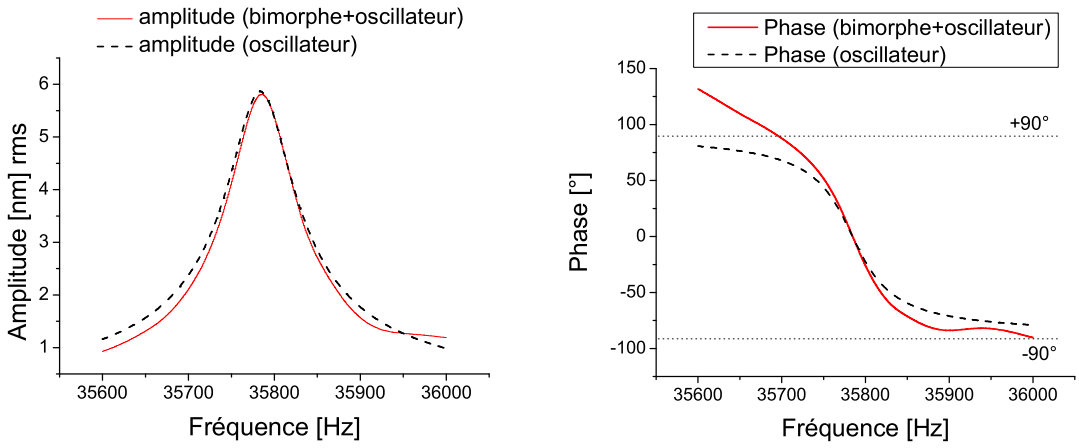


FIG. VI.20 – Réponse mécanique de l'oscillateur couplé au bimorphe

Les courbes en trait continu correspondent à l'amplitude et à la phase de l'ensemble {microlevier et bimorphe}. Les courbes en trait discontinu décrivent la réponse mécanique de l'oscillateur seul : elles s'obtiennent par exemple avec l'aide d'une force électrostatique de spectre plat.

L'amplitude et la phase du système mécanique composé du bimorphe et du microlevier (Fig. VI.20) s'obtiennent avec l'aide d'une détection synchrone. Les graphes de la figure VI.20

[24] PLL : Phase Locked Loop.

[25] Le retard total inclut notamment celui associé à l'excitateur mécanique : $|\Delta\varphi| > \frac{\pi}{2}$ tient compte de la réponse propre de l'oscillateur en quadrature avec la force produit en aval du bimorphe.

présentent également la réponse de l'oscillateur seul : l'utilisation d'une force électrostatique oscillante d'amplitude constante permet de s'affranchir de la composante produite par le bimorphe.

Seul le comportement mécanique de l'oscillateur est affecté par la présence d'un gradient de force. La réponse du bimorphe est de son coté préservée. Le profil de la réponse de l'ensemble du système est par conséquent modifié[26]. Celui-ci se compose de la réponse mécanique du bimorphe (Fig. VI.21) convoluée à celle du microlevier perturbé. La boucle à verrouillage de phase impose quant à elle une fréquence d'excitation qui maintient constant la phase de l'ensemble du système : celle-ci se distingue par conséquent de la fréquence de résonance de l'oscillateur. En pratique, deux situations expérimentales peuvent être rencontrées :

- La phase du bimorphe est une fonction affine de la fréquence $\varphi_b(f)$ dans la plage de fréquence visitée : les procédures de calibration précédentes sont toujours valables. La relation qui lie le facteur de calibration à la raideur du microlevier est cependant modifiée d'un facteur numérique fixé par la pente de $\varphi_b(f)$. Cette approximation est légitime loin des résonances propres du bimorphe.
- La phase du bimorphe est une relation quelconque de la fréquence. La procédure de calibration de la sonde de force doit être légèrement modifiée pour tenir compte de l'écart avec le modèle précédent.

Nous pouvons très souvent nous contenter de l'approximation de la phase linéaire. Il convient cependant de la vérifier systématiquement avant toute campagne de mesure de gradient de force. La méconnaissance de cet artefact de mesure peut conduire en effet à une déformation des courbes de force de Casimir et compromettre de cette manière la comparaison théorie-expérience.

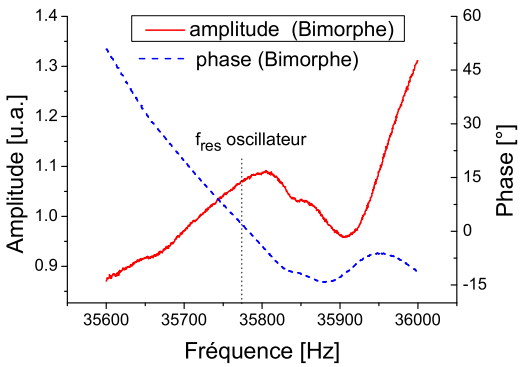


FIG. VI.21 – Réponse de l'excitateur bimorphe

Une estimation de la réponse mécanique du bimorphe peut être obtenue à partir des réponses de l'ensemble du système et de l'oscillateur seul, toutes les deux présentes sur la figure VI.20 : l'amplitude s'obtient par une division de l'amplitude totale par celle de l'oscillateur, la phase par une soustraction. L'erreur d'évaluation croît lorsque l'on s'éloigne du pic de résonance du microlevier.

[26]En présence d'un gradient de force, la courbe de résonance de l'oscillateur est translatée, pas celle du bimorphe : expérimentalement nous sommes sensibles à leur produit.

b La fréquence d'excitation f_e

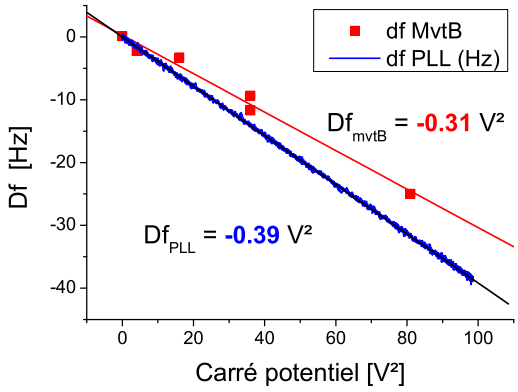


FIG. VI.22 – Fréquences d'excitation et de résonance

Un gradient de force électrostatique contrôlé par la tension sphère surface V est mesuré avec l'aide de la boucle à verrouillage de phase (Δf_{PLL} puis à travers le spectre de mouvement brownien (Δf_{mvtB}) : cette technique ne fait intervenir que la réponse mécanique de l'oscillateur, elle donne accès à la vraie fréquence de résonance du microlevier : $\Delta f_{\mathrm{mvtb}} = \Delta f_{\mathrm{res}}$.

La figure VI.22 compare la fréquence d'excitation $f_e(G)$ fixée par la PLL avec la fréquence de résonance de l'oscillateur $f_{\mathrm{res}}(G)$ pour un gradient de force identique.

$$G = \beta V^2 \tag{VI.51}$$

f_{res} est accessible à travers l'étude des spectres de mouvement brownien du microlevier $S_{XX}(\omega)$: les artefacts introduits par l'excitateur mécanique sont de cette manière éliminés. Nous obtenons dans la situation expérimentale décrite sur le graphe VI.22 :

$$\Delta f_{\mathrm{mvtB}} = \Delta f_{\mathrm{res}} = 1.26\ \Delta f_e \tag{VI.52}$$

L'excitateur mécanique est responsable du désaccord entre f_e et f_{res}. L'origine de cet écart s'explique avec l'aide de la figure VI.23 qui superpose les réponses de la phase du bimorphe $\varphi_b(f)$ et de l'oscillateur $\varphi_o(f)$. En présence d'un gradient de force, la courbe de ce dernier est translatée d'une quantité $\Delta f_{\mathrm{res}}(G)$:

$$\varphi_o(f, G) = \varphi_o(f - \Delta f_{\mathrm{res}}(G)) \tag{VI.53}$$

La fréquence d'excitation $f_e(G)$ maintient quant à elle la phase totale du système constante :

$$\varphi_{b+o} = \varphi_o(f_e(G) - \Delta f_{\mathrm{res}}(G)) + \varphi_b(f_e(G)) = \varphi_0 \tag{VI.54}$$

φ_0 est fixé au début de l'expérience par l'expérimentateur[27].
Au voisinage de la fréquence naturelle de résonance ($\approx$ 35800 Hz), la phase du bimorphe peut

[27] Ce paramètre est choisi de manière à maximiser l'amplitude des oscillations du microlevier : cette situation a normalement lieu à la résonance si l'amplitude du bimorphe varie peu.

être interpolée par une fonction affine. La relation (VI.54) prend la forme explicite avec l'aide des ajustements de la figure VI.23 :

$$(-1.47 + 0.27)\Delta f_e(G) + 1.47\Delta f_{\text{res}}(G) = \varphi_0' \tag{VI.55}$$

où $\Delta f_e(G) = f_e(G) - f_e(0)$
$f_e(0) = 35881$ Hz est la fréquence de travail de la PLL en l'absence de gradient : dans ces conditions[28] $\varphi_0' = 0$. Les deux grandeurs d'observation sont ainsi reliées par :

$$\Delta f_e(G) = 1.23\Delta f_{\text{res}}(G) \tag{VI.56}$$

en accord[29] avec la mesure (VI.52).

La calibration de la sonde de force réalisée selon la méthode des courbes de niveau isogradients permet ainsi de déterminer un facteur α_{eff} que l'on peut qualifier d'effectif[30], puisqu'il ne s'identifie pas formellement au facteur décrit au début de cette section : $\alpha_{\text{eff}} = -13.8\ SI$. La sensibilité propre au microlevier peut ainsi être évaluée à $\alpha = -17\ SI$. La mise à l'échelle des données expérimentales doit être effectuée avec l'aide de α_{eff}, en revanche la détermination de la raideur k_G repose sur la relation suivante qui met en jeu le facteur de sensibilité du microlevier seul :

$$\alpha = \frac{2k_G}{f_0 R_{\text{s}}} \tag{VI.57}$$

soit $k_G = 6.1\ N/m$ pour $R_{\text{s}} = 20\ \mu m$.
Dans l'exemple développé ci-dessus, l'étendue de la plage de linéarité de la phase du bimorphe ($\approx [35720; 35890]$ Hz) est suffisante pour l'exploration de la force de Casimir qui a été réalisée par la suite. En dehors de cette région, la fréquence d'excitation f_e n'est plus proportionnelle au gradient de force. L'introduction d'une étape supplémentaire dans les procédures de calibration précédentes permet néanmoins de lever cette difficulté.

c Généralisation de la procédure de calibration

Une transformation des données expérimentales, que ce soit pour la phase de calibration ou la phase de mesure, doit si besoin être réalisée en amont des traitements numériques décrits dans le reste de ce chapitre. L'opération

$$L' : \Delta f_e \rightarrow \Delta f_{\text{res}} \tag{VI.58}$$

procure par définition le déplacement de la fréquence de résonance de l'oscillateur sur lequel est bâti l'ensemble du modèle. Les procédures de calibration et les mesures de gradient de force ont un sens une fois que cette transformation a eu lieu. En réalité, seule la connaissance de la relation L' à un facteur de proportionnalité près est nécessaire :

$$L : \Delta f_e \rightarrow \Delta f_L = a \times \Delta f_{\text{res}} \tag{VI.59}$$

a est un facteur numérique proche de l'unité choisi de manière empirique. La grandeur Δf_L est de cette manière proportionnelle au gradient de force.

[28] Pour un gradient nul, les deux déplacements de fréquences s'annulent.
[29] Les incertitudes relatives sur chaque coefficient sont de l'ordre de 5 %.
[30] Dans la suite du manuscrit, cette notation sera abandonnée : la distinction sera rappelée si cela est nécessaire.

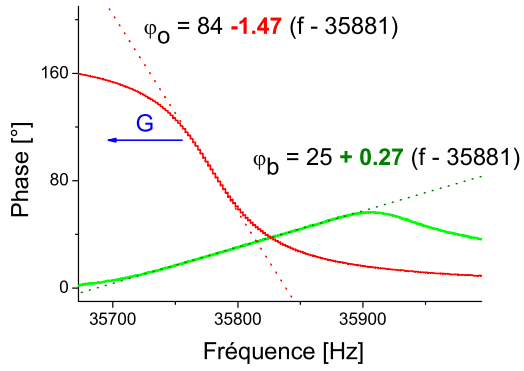


FIG. VI.23 – La phase de l'oscillateur et du bimorphe

La phase de l'excitateur mécanique présente un comportement linéaire au voisinage de la fréquence de résonance naturelle de l'oscillateur. En présence d'un gradient de force la courbe de phase du microlevier glisse en bloc vers la gauche (la force électrostatique est attractive) : la PLL modifie quant à elle la fréquence d'excitation de manière à maintenir constante la somme de ces deux phases. (L'exemple développé ci contre se distingue de celui de la Fig. VI.21)

La détermination de la transformation L s'appuie sur l'utilisation de la force électrostatique. La tension sphère surface permet en effet de produire à distance fixée un gradient de force d'intensité relative connue :

$$G = \beta V^2 \tag{VI.60}$$

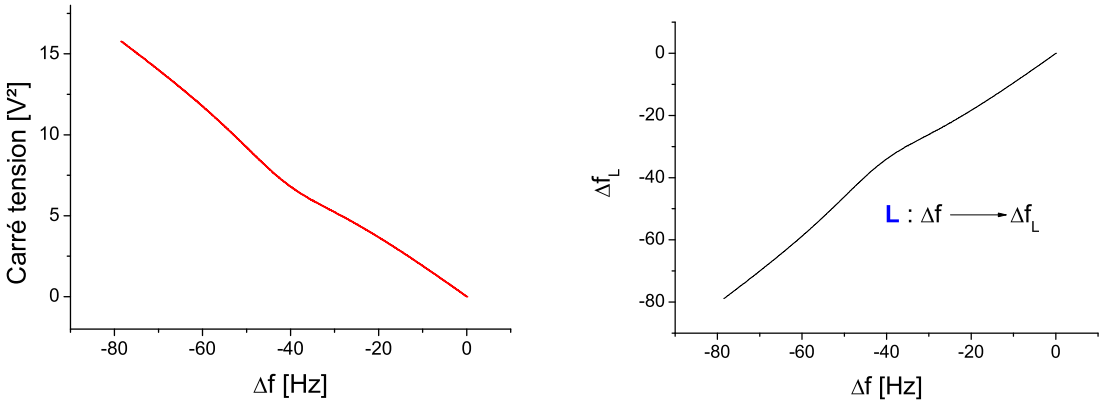
L'opération consiste à relever[31] le carré de la tension de polarisation corrigée du potentiel de surface en fonction de Δf_e (Fig. VI.24). Nous obtenons de cette manière une représentation graphique de la transformation L à partir de laquelle une interpolation peut être réalisée.

Cette étape de prétraitement des données a été effectuée dans le cadre de la seconde méthode de calibration. La figure VI.25a montre l'existence d'un désaccord entre le graphe $p^2(\Delta f)$ et son interpolation linéaire : la poursuite des opérations aboutirait sur un facteur de calibration approximatif pour la mesure de faible gradient, qui plus est serait incapable de corriger la déformation produite par l'appareil sur des fortes valeurs du champ de force[32]. Cet écart est bien produit par la boucle de détection de fréquence {bimorphe+microlevier+PLL} : la transformation L permet de le réduire de manière significative. Le graphe $p^2(\Delta f_L)$ admet un ajustement linéaire satisfaisant accompagné d'un niveau d'erreur compatible avec celui attendu (< 1 %). Le facteur de calibration est évalué dans cet exemple à $\alpha = -20.2\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$. La loi de conversion suivante donne enfin accès à un gradient de force calibrée :

$$\frac{G}{R_s} = \alpha L(\Delta f) \tag{VI.61}$$

[31] Un redimensionnement de l'échelle verticale peut éventuellement être effectué.

[32] Dans l'exemple présenté dans cette partie, la non linéarité apparaît autour de -40 Hz, *ie* pour une pression de Casimir voisine de $\frac{600}{2\pi}$ Pa, qui a lieu en dessous de 50 nm.



(a) Le balayage de la tension sphère-surface produit un gradient de force proportionnel à V^2 : cette opération permet de tester la linéarité du déplacement de fréquence Δf.

(b) L s'obtient en multipliant la fonction précédente par un facteur numérique arbitraire afin de retrouver un rapport de transformation proche de 1.

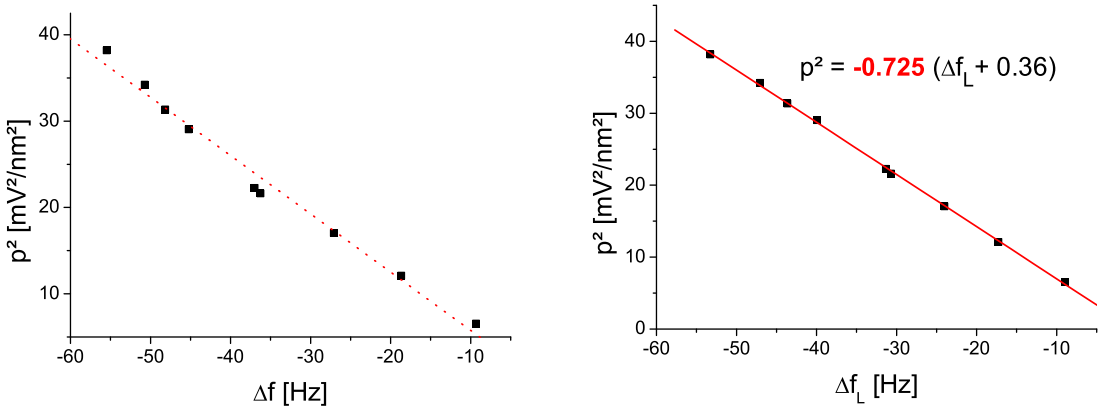
FIG. VI.24 – Transformation L de la fréquence f_e

Il est souvent possible de s'affranchir de la transformation L, si l'on restreint la plage d'étude dans une zone où le comportement de la chaîne de détection est linéaire : dans l'exemple précédent, cette approximation est acceptable pour l'intervalle $[-30 : 0]$ Hz. L'utilisation de la loi de conversion ainsi obtenue n'est alors correcte que pour des gradients de force de même intensité.

La fréquence de résonance de l'oscillateur ne dépend que du gradient de force. En revanche la fréquence d'excitation imposée par la PLL est définie à la fois par cette dernière et par les caractéristiques des réponses mécaniques du bimorphe et du microlevier. Lors de l'approche de la sonde vers la surface, une augmentation du taux de dissipation du système mécanique peut avoir lieu[33] dans certaines conditions[34]. Le cas échéant, la mesure de gradient est biaisée, ce qui constitue une limite importante de cette technique de mesure.

La boucle de détection de fréquence impose une difficulté d'ordre technique qu'il est possible de corriger. Il en résulte une procédure de calibration plus complexe, dont la validité dans le temps dépend directement de la stabilité de l'ensemble de la boucle ouverte bimorphe-microlevier. Une dérive thermique de l'oscillateur doit en toute rigueur être traitée de la même manière que le déplacement de fréquence produit par un gradient de force : la relation de conversion L garde en effet toute sa généralité entre la fréquence d'excitation et la fréquence de résonance pour une consigne de phase fixée. En revanche une modification de la réponse du bimorphe exige la reprise de l'ensemble de la procédure de calibration : les facteurs extérieurs responsables d'une telle perturbation doivent par conséquent être identifiés.

[33] Les mécanismes mis en jeu ne sont pour le moment pas clairement identifiés.
[34] Ces conditions ne sont pas également clairement connues.



(a) Le carré de la pente p^2 des courbes isogradients présente une relation non linéaire avec le déplacement de fréquence f_e mesuré à travers la PLL.

(b) La transformation $L : \Delta f \rightarrow \Delta f_L$ permet de retrouver un accord satisfaisant avec un ajustement linéaire.

FIG. VI.25 – Application de la transformation L

2.6 Stabilité du facteur de calibration

a Variation journalière de la sensibilité de l'appareil

La mesure d'un gradient de force à travers une méthode dynamique est au final essentiellement limitée par la stabilité de la réponse de l'excitateur mécanique. Durant une campagne de mesure, celle-ci est le plus souvent assurée. Nous avons cependant observé des variations significatives, mais pas nécessairement systématiques, du facteur de calibration d'un jour à l'autre. Les deux premiers exemples d'évaluation du facteur α présentés dans les sections 2.4 et 2.5 reposent sur le même microlevier et le même bimorphe ; deux jours séparent ces deux procédures d'étalonnage. L'étude des spectres de mouvement brownien montre que la réponse mécanique de l'oscillateur n'est pas responsable du changement observé, puisqu'elle demeure identique[35] dans les deux cas. Le tableau VI.1 rassemble l'ensemble des caractéristiques de mesures notées A, B et C. L'analyse complète de la réponse du système révèle que la sensibilité du microlevier au gradient de force est la même : $\alpha = -17 \pm\ 5\ \%\ SI$. La stabilité de l'excitateur mécanique exige ainsi une attention particulière pour être conservée le temps d'une séance de mesures : quelques conditions pour l'assurer sont examinées dans la suite de l'exposé.

b Perturbation mécanique du bimorphe

Le système d'excitation est sensible aux perturbations mécaniques extérieures ; cette sensibilité est plus ou moins importante selon la zone de fréquence considérée. La phase d'un microlevier excité à fréquence constante est représentée sur la figure VI.26 : il s'agit d'une situation particulière observée durant une séance de mesures. L'activation du moteur inertiel signe le départ d'un saut de phase qui relaxe ensuite vers une valeur proche de la valeur ini-

[35] La modification de la fréquence de résonance est compatible avec un changement de température de la pièce de 1 K.

mesure	A	B	C
f_{res} [Hz]	35764	35784	35782
γ' [Hz]	74	71	72
α_{eff} $[N.m^{-2}.\text{Hz}^{-1}]$	-16.7	-18.6	-13.6
α $[N.m^{-2}.\text{Hz}^{-1}]$ ($\pm$ 5 %)	-17	-17.2	-17

Tab. VI.1 – Facteurs de calibration

Ce tableau rassemble les facteurs de calibration des trois campagnes de mesures présentées au prochain chapitre, effectuées sur trois journées différentes avec une même sonde de force. Deux jours d'intervalle séparent les évaluations B et C. L'écart s'explique par une modification de la réponse mécanique du bimorphe (B : Fig. VI.21, C : Fig. VI.23). Dans les deux cas, les estimations de la sensibilité α du microlevier seul donnent aux incertitudes près la même valeur. Dans la situation A, la phase du bimorphe était sensiblement constante autour de la fréquence de travail de la PLL, ce qui explique la proximité des deux facteurs α_{eff} et α. Quant à la fréquence de résonance, elle se détache nettement des deux autres : en raison d'un problème de climatisation, la température de la pièce dépassait de 7 K la valeur habituelle.

tiale. L'origine de ce comportement est vraisemblablement mécanique puisqu'une secousse du bâti avec un marteau produit le même phénomène.

Le comportement dynamique d'un actionneur piézoélectrique dépend en particulier de la charge qui lui est appliquée. Une vibration mécanique peut déplacer le support du microlevier, modifiant la distribution des contraintes sur le bimorphe et par conséquent l'ensemble de sa réponse : un décalage de seulement quelques Hertz de ses pics de résonance est compatible avec le déplacement de phase observé. Quant au phénomène de relaxation, il caractérise certainement une mise en équilibre mécanique de l'ensemble des éléments bimorphe, support du microlevier et ressort de maintien. Le cas échéant, différentes solutions pourraient être mises en œuvre : maintien plus ferme, collage du support sur le bimorphe, éloignement des résonances du bimorphe, *etc.*

Une étude plus approfondie serait nécessaire pour déterminer si ce comportement est systématique et quelles sont les conditions qui le favorisent. L'approche grossière de la sonde vers la surface de l'échantillon avec les moteurs inertiels produit de nombreuses secousses qui peuvent être à l'origine de la modification de la réponse mécanique du bimorphe observée sur différents jours de mesure.

3 Mesure du gradient de force de Casimir

Cette section décrit l'une des premières mesures de gradient de force de Casimir réalisée avec notre montage expérimental. L'objectif de l'expérience était de tester les performances de l'appareil en optimisant les paramètres d'acquisition : la plage de distance sondée, pour laquelle le rapport signal sur bruit est supérieur à 1, s'étend de 70 nm à environ 550 nm. Il ressort de cette étude que le mouvement brownien de la sonde constitue bien la limite de la borne supérieure de la région visitée. A courte distance en revanche, la force de Casimir est responsable du comportement non linéaire de l'oscillateur mécanique : l'interprétation de la mesure étant plus difficile dans ces conditions, ce phénomène instaure également une limite pour la plage de distance explorée.

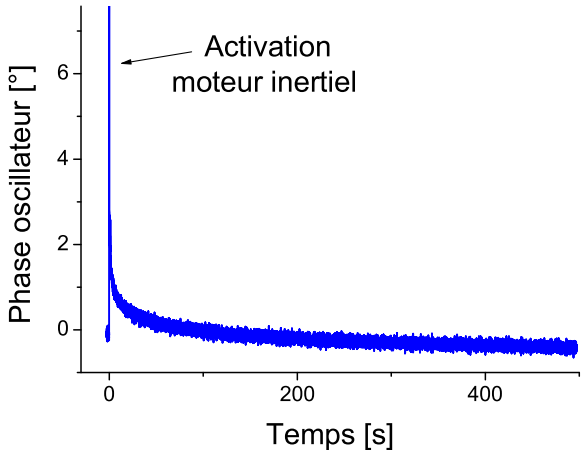


FIG. VI.26 – Perturbation mécanique du bimorphe

Le microlevier est excité à fréquence constante : une secousse mécanique du cadre du microscope produit un saut de la phase qui est mesurée avec l'aide d'une détection synchrone. Cette dernière relaxe sur plusieurs minutes vers une valeur proche de la valeur initiale : l'écart de 0.3° *peut provenir d'une dérive thermique de l'oscillateur mécanique ou d'une modification irréversible de la réponse mécanique de l'excitateur bimorphe.*

La technique employée pour mesurer un gradient de force repose sur l'observation de la phase de l'oscillateur excité à une fréquence fixe. Pour une bonne compréhension des détails du traitement des données expérimentales, il peut être préférable de lire au préalable la partie 1 dans laquelle les corrections des dérives de la phase et de la position sont expliquées.

3.1 Mesure de la phase de l'oscillateur

Dans cette expérience, le microlevier est excité à sa fréquence de résonance naturelle. Un gradient de force G produit un déphasage ϕ de sa réponse mécanique par rapport à la force excitatrice :

$$\tan\phi = \frac{QR_\mathrm{s}}{k}\frac{G}{R_\mathrm{s}} \tag{VI.62}$$

L'évaluation de ϕ s'appuie sur l'utilisation d'une détection synchrone. Cette technique se distingue de celle décrite dans la partie précédente par quelques avantages mais aussi par un certain nombre d'inconvénients :

- Les variations de la réponse du bimorphe avec la fréquence ne perturbent pas ici les résultats expérimentaux.
- La stabilité de l'excitateur mécanique ne doit être assurée que durant le temps d'une acquisition : cette condition est systématiquement vérifiée.

En revanche,

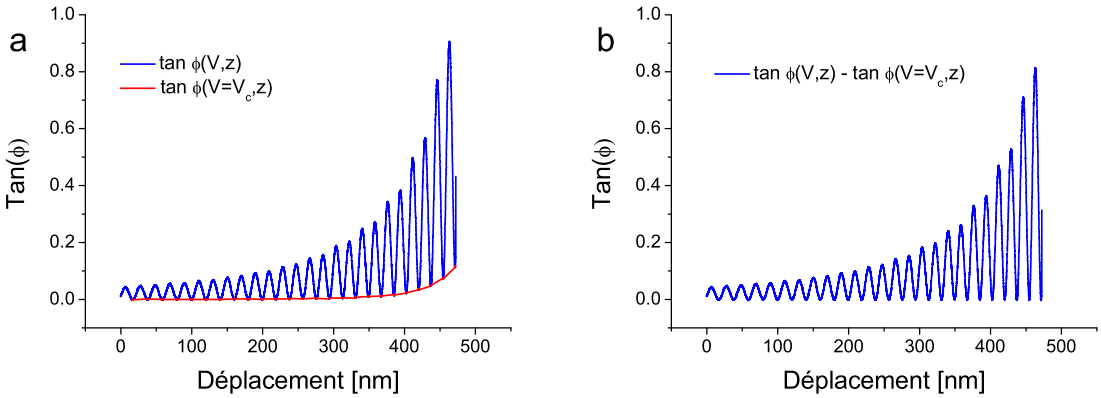
- Le temps de réponse τ_m de la mesure est déterminé en premier lieu par le temps de remise à l'équilibre de l'oscillateur : il s'établit ici à $\tau = 10\ ms$. La réduction du niveau de résolution nécessite par ailleurs l'utilisation d'un filtre passe bas : les mesures présentées dans la suite de l'exposé ont été réalisées avec des constantes de temps de 50 ms et

500 ms qui fixent en pratique le temps de réponse τ_m de la mesure.

- Ces temps de réponses élevés exigent un balayage plus lent du gradient de force avec la distance. La superposition des courbes d'approche et de retrait permet de tester le choix de la fréquence de balayage : si celle-ci est trop élevée, le signal est déformé et présente un retard. Les cycles de mesure durent 500 s, et sont par conséquent plus sensibles aux phénomènes de dérives. Malgré les corrections apportées, l'incertitude sur la position du point de contact microsphère-échantillon est important, de l'ordre de 1 à 3 nm. Cependant à longue distance, l'erreur sur ce paramètre joue un rôle secondaire : le bruit de mesure est dominant.
- L'oscillateur ne présente une bonne sensibilité de mesure que pour de faibles gradients de force, *ie* qui induisent un déplacement de fréquence de résonance inférieur à la largeur de sa réponse.
- Une mauvaise détermination de l'origine de la phase produit une erreur systématique qui croît avec l'intensité du gradient dans la formule (VI.62) : cette méthode est plutôt adaptée pour la mesure de faibles gradients de force. Dans la gamme $\phi \in [-15^\circ; 15^\circ]$, l'erreur produite est néanmoins estimée au plus à 2 % : la procédure de calibration[36] et les deux mesures qui sont présentées dans la suite sont pour cette raison bornées dans cette plage.

3.2 Calibration de la sonde de force

a Le facteur de calibration α_ϕ



(a) La projection de la surface de gradient sur le plan $(\tan\phi, z)$ permet de visualiser la composante de gradient de force de Casimir. Elle correspond à l'enveloppe inférieure du graphe a.

(b) La soustraction de cette enveloppe à l'ensemble des données expérimentales permet d'extraire la composante de force électrostatique.

FIG. VI.27 – Soustraction de la composante de force de Casimir

La procédure de calibration de la sonde repose sur une méthode très proche de celle décrite dans la section VI.2.3 pour la fréquence de résonance. Elle consiste à déterminer le facteur de

[36] Les données qui ne respectent pas la condition $|\phi| < 15^\circ$ sont exclues de l'ajustement.

conversion[37] α_ϕ phase gradient :

$$\frac{G}{R_\mathrm{s}} = \alpha_\phi \tan\phi \tag{VI.63}$$

Un balayage simultané en distance et en tension permet de construire la surface de gradient de force électrostatique qui se superpose au gradient de force de Casimir. L'amplitude de la tension sphère surface est de 1 V avec une fréquence de 20 mHz, la plage de distance explorée s'étend quant à elle à 471.5 nm avec une fréquence de balayage de 2 mHz. L'analyse de cette surface se fait en deux temps :

1. La suppression de la composante de Casimir (Fig. VI.27).
   Une interpolation $\tan\phi_C$ des données pour $V = V_\mathrm{c}$ permet d'extraire la composante électrostatique suivant l'opération ($V_\mathrm{c} = 75\ mV$) :

$$\tan\phi(V,z) - \tan\phi(V = V_\mathrm{c}, z) = \frac{1}{\alpha_\phi}\left(\frac{G_\mathrm{e}}{R_\mathrm{s}} + \frac{G_\mathrm{C}}{R_\mathrm{s}}\right) - \frac{1}{\alpha_\phi}\frac{G_\mathrm{C}}{R_\mathrm{s}} = \frac{1}{\alpha_\phi}\frac{G_\mathrm{e}}{R_\mathrm{s}} \tag{VI.64}$$

2. L'ajustement de la surface de gradient de force électrostatique sur le modèle d'une capacité sphère-plan.
   Les phases d'approche et de retrait bénéficient d'une correction de la dérive en position estimée à 1 nm/min. Dans ces conditions l'évaluation du facteur de conversion α_ϕ selon ces deux phases donnent deux valeurs en accord à moins de 1 % près : $\alpha_\phi = 175\ N/m^2$

b Une référence pour le positionnement des courbes de gradient de force

L'interpolation de la composante de gradient de force de Casimir $\tan\phi_C$ bénéficie d'un positionnement absolu suite à l'ajustement précédent sur la composante électrostatique : ce dernier nous permet d'évaluer son origine d_0 à 588.5 nm. La courbe de gradient de force de Casimir ainsi obtenue constitue une courbe de référence pour déterminer l'origine du point de contact microsphère-échantillon des acquisitions spécifiques de force de Casimir qui ont suivi : la superposition des courbes de mesures avec cette courbe de référence est assurée avec une incertitude voisine de $\pm 0.5\ nm$ qui se rajoute à l'incertitude de positionnement de la courbe de référence évaluée à quelques nanomètres ($\pm 2nm$).

3.3 L'effet Casimir entre 100 nm et 550 nm

a Deux mesures de gradient de force de Casimir

Les figures VI.29 et VI.30 présentent deux mesures de gradient de force de Casimir réalisées dans une plage de distance comprise entre 100 et 550 nm.

1. Les cycles de mesure sont effectués à 2 mHz, à la même fréquence que le cycle de calibration de la sonde : les courses des translateurs piézoélectriques sont ainsi identiques. Les erreurs induites par un défaut de positionnement sont de cette manière partiellement compensées (section VII.3.1). La course totale est par ailleurs estimée à $471.5 \pm\ 2\ nm$ pour cette fréquence de travail (chapitre III).
2. Chaque acquisition superpose les mesures associées aux phases d'approche et de retrait : le désaccord entre les courbes peut provenir soit d'un défaut de correction du cycle d'hystérésis, soit d'un temps de réponse de mesure τ_m trop élevé. Il est ici de 50 ms

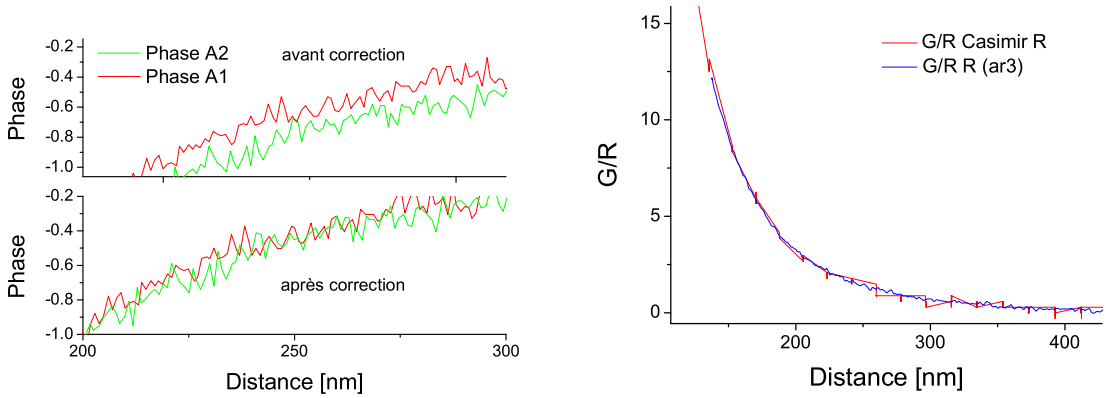
[37] La phase de l'oscillateur est reliée à la fréquence à travers la relation : $\tan\phi = \frac{2(\omega-\omega_\mathrm{res})}{\gamma}$

puis de 500 ms, et ne semble pas constituer une limite. La vitesse de balayage s'élève à 1.9 nm/s, ce qui revient à convoluer la courbe expérimentale de gradient de force avec un filtre passe bas de longueur $\delta d = 1$ nm dans la situation la plus défavorable. La déformation induite est négligeable si :

$$\frac{\Delta G}{G} = \frac{\partial G}{\partial z}\frac{\delta d}{G} << 1 \tag{VI.65}$$

Dans la plage de distance considérée ($[140; 500]$ nm), ce terme est évalué au plus à 0.03 : la condition (VI.65) est donc respectée. La superposition des courbes d'approche et de retrait confirme également ce test.

3. Les données expérimentales bénéficient d'une correction des dérives en position et en phase suivant les méthodes exposées à la section VII.1. Celles-ci sont en particulier supposées constantes durant le temps de mesure. La correction de la dérive en phase est essentielle pour réaliser des mesures de faibles gradients (Fig. VI.28).
4. La détermination de l'origine de l'axe des distances est réalisée avec l'aide de la courbe de référence de Casimir obtenue dans la partie précédente (Fig. VI.28).



(a) L'hypothèse de dérive en phase constante permet d'apporter une correction au signal de gradient de force. Pour la mesure 1, elle est estimée à 2.2 $10^{-4\circ}/s$: elle assure ainsi les superpositions des deux phases d'approche et de retrait du cycle de mesure.

(b) L'interpolation du gradient de force de Casimir lors de la procédure de calibration constitue une courbe de référence pour le positionnement des mesures 1 et 2. L'incertitude s'établit de 1 à 2 nm.

Fig. VI.28 – Correction de la dérive et positionnement

b Accord théorie expérience

Les résultats expérimentaux peuvent être comparés au modèle théorique de gradient de force de Casimir. Ce dernier dépend cependant de la constante diélectrique de l'or qui d'un échantillon à l'autre peut varier de manière significative selon les conditions de préparation. La dispersion sur les simulations de courbes de gradient est ainsi estimée à près de 5 % [38]. Une source non négligeable de l'écart expérience-théorie peut ainsi provenir d'un défaut dans la modélisation de la configuration expérimentale.

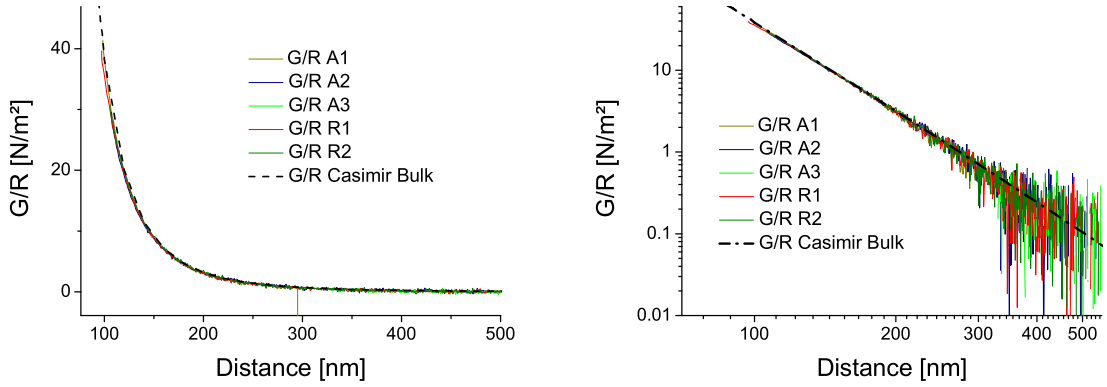


FIG. VI.29 – Mesure de Gradient de force de Casimir : mesure 1

Les deux graphes ci-dessus présentent une mesure de gradient de force réalisée avec un temps de filtrage de 50 ms. La vitesse de balayage étant de 1.9 nm/s, le gradient de force expérimental est dans ces conditions lissé sur 0.1 nm environ. La figure se compose de trois courbes d'approche (G/R_s A), deux courbes de retrait (G/R_s R) et du modèle théorique (G/R_s Casimir Bulk).

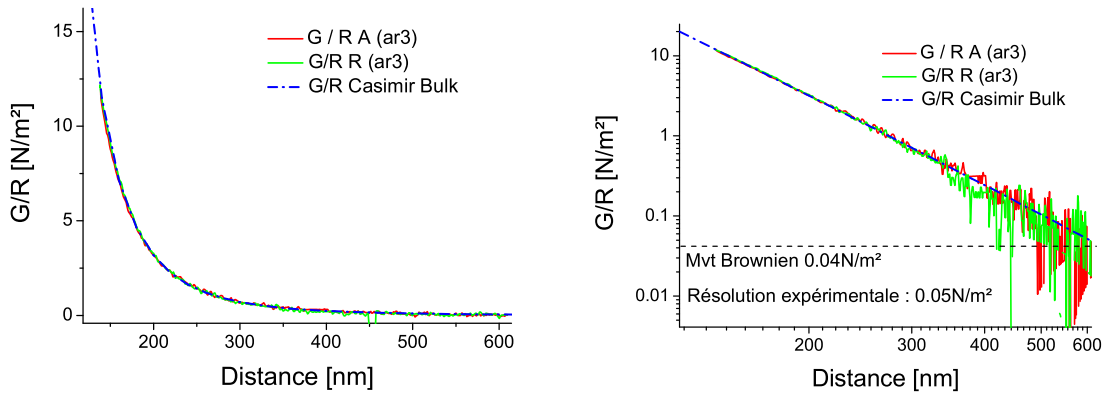
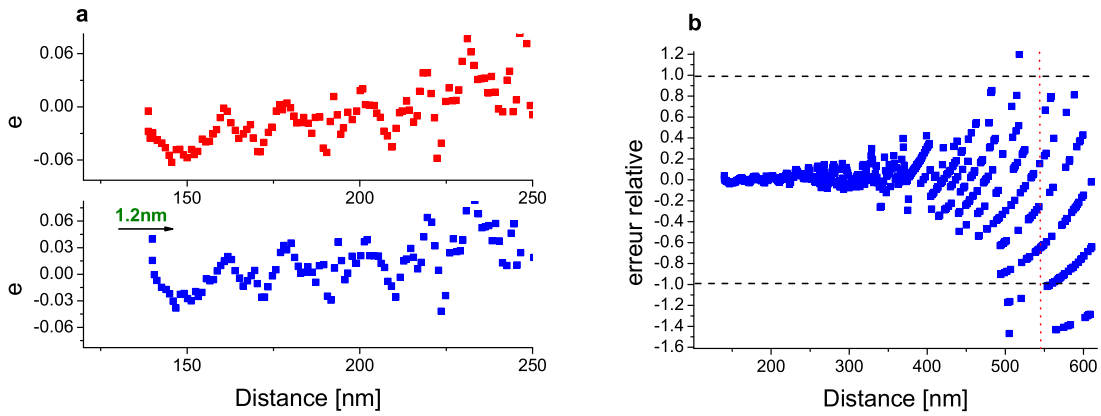


FIG. VI.30 – Mesure de Gradient de force de Casimir : mesure 2

Les deux graphes ci-dessus présentent une mesure de gradient de force réalisée avec un temps de filtrage de 500 ms. La vitesse de balayage étant de 1.9 nm/s, le gradient de force expérimental est dans ces conditions lissé sur 1 nm environ : la figure se compose d'une courbe d'approche (G/R_s A), d'une courbe de retrait (G/R_s R) et du modèle théorique (G/R_s Casimir Bulk).

La confrontation des courbes expérimentales avec une simulation particulière de gradient de force permet néanmoins de rendre compte du degré de précision de l'expérience et du modèle théorique : les deux éléments en comparaison peuvent être considérés comme deux évaluations indépendantes de nature différente du gradient de force réel. La figure VI.31a présente l'écart relatif d'une mesure avec le modèle : pour les plus faibles distances celui-ci est borné en dessous de 6 % et présente un caractère systématique. Ce désaccord systématique



(a) L'écart relatif entre le modèle théorique et l'expérience présente un caractère systématique (courbe du haut). Une translation de l'ensemble des données de 1.2 nm permet de le recentrer (courbe du bas). Une diminution du facteur de calibration de 3 % produit également le même effet. Les deux corrections proposées sont compatibles avec les niveaux de résolution expérimentaux sur α_ϕ et z_0.

(b) L'écart relatif se dégrade à mesure que la microsphère s'éloigne. Le rapport signal sur bruit atteint la valeur 1 au voisinage de 550 nm.

FIG. VI.31 – Ecart avec le modèle théorique

peut s'interpréter par un défaut de positionnement : une translation de 1.2 nm permet dans l'exemple précédent d'équilibrer l'écart relatif entre -3 % et 3 % (Fig. VI.31). Deux degrés de liberté peuvent de fait être remis en cause lors du traitement des données :

- La détermination de l'origine z_0 à 2 nm près, voire 3 nm dans le cas de cette expérience et de la méthode utilisée.
- La détermination du facteur de calibration α_ϕ à 3 % : l'écart systématique précédent peut également s'interpréter comme une erreur sur ce facteur.

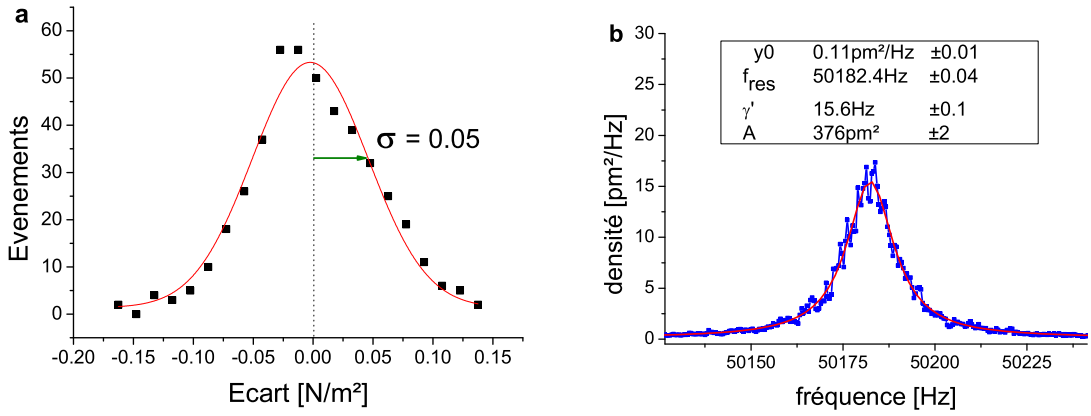
La section VII.3 poursuit l'analyse sur la précision des résultats expérimentaux indépendamment de tout modèle théorique : la problématique est centrée sur la capacité de l'appareil à discerner deux courbes de gradients de force issues de deux configurations expérimentales différentes.

Compte tenu du niveau de précision expérimental, les mesures présentées ici ne révèlent pas de contradiction avec le modèle théorique proposé par l'équipe d'Astrid Lambrecht et Serge Reynaud. La prise en compte de la conductivité finie de l'or se révèle très efficace : il s'agit de la correction majeure apportée par le modèle par rapport à l'expression d'origine calculée par Casimir. A 100 nm, le modèle propose en effet un facteur de correction de 0.5 environ, qui a été par ailleurs confirmé par d'autres expériences à travers le monde.

c Résolution en gradient de force

Le niveau de résolution permet quant à lui de fixer la barre d'incertitude de nature aléatoire autour de l'estimation de gradient de force. Indépendamment de toute procédure de calibration, il fournit un critère expérimental pour séparer deux points de mesure : il détermine le

plus petit signal détectable par le microscope, et par conséquent la borne supérieure de la plage de distance sonde-échantillon pour laquelle le rapport signal sur bruit est supérieur à 1. Les chapitres IV et V analysent l'origine et la dépendance du bruit de mesure : en mode dynamique, il est dominé par le mouvement brownien, *ie* par le couplage avec le bain thermique à 300 K. Les deux mesures présentées dans cette partie se heurtent bien à cette limite[38].



(a) Distribution de l'écart des données expérimentales de la mesure 2 avec sa courbe d'interpolation.

(b) Densité spectrale de bruit de position du microlevier.

FIG. VI.32 – Résolution expérimentale et théorique

La figure VI.32a fournit la distribution expérimentale de l'écart de la seconde mesure de gradient de force (Fig. VI.30) avec sa courbe d'interpolation. Elle possède un profil gaussien de variance $\delta G/R_s = 0.05\ N/m^2$. La résolution en gradient peut être estimée par ailleurs avec l'aide de l'expression suivante :

$$\delta\left(\frac{G}{R_s}\right) = \frac{\sqrt{S_{FF}B}}{R_s a_0} \tag{VI.66}$$

Le graphe VI.32b propose quant à lui la densité spectrale de bruit de position du microlevier : au voisinage de la fréquence de résonance, elle s'élève à $S_{XX} = 16\ pm^2/\text{Hz}$. La raideur[39] $k_G/(QR_s)$ qui doit être pris en compte a été évaluée à 175 N/m^2 lors de l'étalonnage de la sonde. L'amplitude des oscillations était fixée à $a_0 = 10\ nm$ grâce au détecteur interférométrique à fibre optique. La notice de la détection synchrone fournit enfin la valeur de la bande passante équivalente pour le filtre utilisé : $B = 0.33$ Hz pour $\tau = 500\ ms$. Le niveau de bruit de force est estimé à :

$$\sqrt{S_{FF}} = \frac{k_G}{R_s Q} R_s \sqrt{S_{XX}} \tag{VI.67}$$

La résolution théorique s'établit ainsi à 0.04 N/m^2 ($\sqrt{S_{FF}} = 14\ fN/\sqrt{\text{Hz}}$). Elle se confond de manière satisfaisante avec l'écart quadratique moyen obtenu précédemment : la bande passante équivalente B utilisée est certainement approximative.

[38] Ceci n'est pas toujours le cas : les mesures du prochain chapitre sont optimisées pour des intensités de gradient plus élevées. La carte de numérisation impose dans ces conditions un niveau de résolution supérieure fixée par le pas d'échantillonnage.

[39] $k_G = 10.8\ N/m$, pour $Q = 3200$ et $R_s = 20\ \mu m$.

La distance maximale en dessous de laquelle l'appareil est capable de résoudre un gradient de force se situe ainsi autour de 550 nm (Fig. VI.30 et VI.31b). La dérive en phase convertie en unité de gradient s'élève de son coté à 6.7 10^{-4} $N/m^2/s$: la séquence de mesure ayant une durée de 250 s, sa correction commence a être appréciable et est efficace tant qu'elle est constante dans le temps.

3.4 Effets non linéaires de l'oscillateur à courte distance

La mesure de gradients de force à plus courtes distances est assez difficile avec cette méthode : le déplacement de la phase doit être mesuré exactement à la fréquence de résonance libre de l'oscillateur. L'erreur induite diverge en effet lorsqu'elle tend vers 90°. Les mesures précédentes sont pour cette raison volontairement restreintes à des déphasages[40] de l'oscillateur inférieurs à 15°.

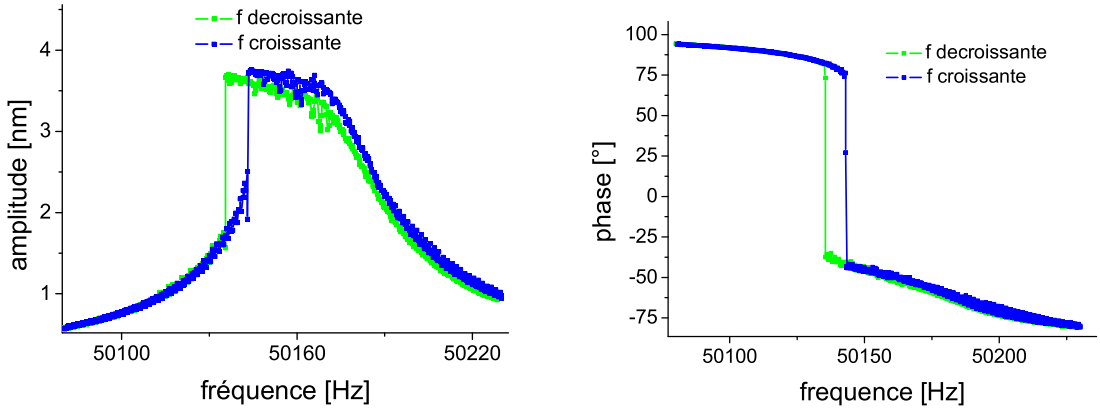


FIG. VI.33 – Réponse du microlevier en présence d'un potentiel non linéaire

La mesure peut également être perturbée par le comportement non linéaire de l'oscillateur produit par les variations rapides de la force de Casimir à courte distance. La figure VI.33 présente un exemple de réponse mécanique du microlevier pour ce type de situation. Elle montre l'existence d'un cycle d'hystérésis de l'amplitude et de la phase : dans un intervalle de fréquence de 3 Hz environ, le système est bistable. Selon le sens de balayage de la fréquence, l'oscillateur suit préférentiellement une branche par rapport à l'autre. La réduction de l'amplitude de la force excitatrice permet de pallier ce problème : les termes anharmoniques de l'énergie potentielle redeviennent peu à peu négligeables. Le niveau de résolution en gradient diminue en contre partie : ce problème est néanmoins secondaire. Quelle que soit la méthode de mesure adoptée, phase ou fréquence, il faut s'assurer en priorité d'une réponse de l'ensemble de l'appareil qui entre dans le cadre du modèle décrit dans le reste de cette thèse.

[40] Pour les mesures 1 et 2, elles ne dépassent pas 13°. Pour la calibration de la sonde, les données supérieures à 15° sont exclues.

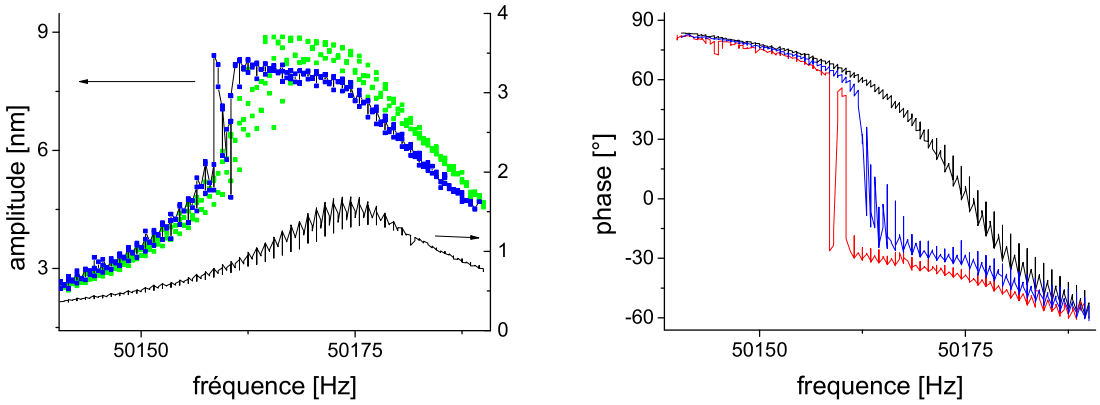


FIG. VI.34 – Réduction de l'amplitude d'excitation

L'amplitude (rms) est réduite dans l'exemple ci-dessus d'un facteur 6 *: l'oscillateur retrouve un comportement linéaire*

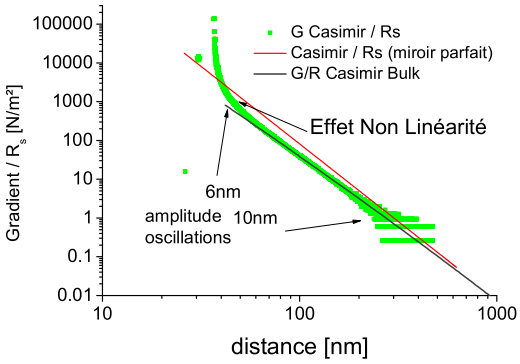


FIG. VI.35 – Régime de mesure non linéaire

A courte distance, le microlevier fonctionne dans un régime non linéaire : en dessous de 60 *nm, le profil de la réponse est semblable à celui de la figure VI.33. Le gradient de force varie fortement sur une distance égale à l'amplitude d'oscillation. L'interprétation de la mesure est dans ces conditions plus difficile. La réduction de la force excitatrice permet de retrouver un régime linéaire : une mesure correcte est à nouveau possible.*

Chapitre VII

L'effet Casimir sur des couches minces métalliques

Sommaire

1 Test de la sonde de mesure dans la configuration « classique » : mesure A 211

1.1 La séquence de mesure 211

1.2 Evaluation des dérives 213

a Dérive de la fréquence de résonance de l'oscillateur 213

b Dérive de la distance sonde-échantillon 214

1.3 Détermination de la distance de séparation sonde-échantillon 215

1.4 Mise à l'échelle du gradient de force 216

2 L'effet Casimir pour des couches minces métalliques 218

2.1 Effet de couche mince : mesure B 219

2.2 Une contre mesure ? (mesure C) 221

3 Comparaison et analyse des résultats expérimentaux 222

3.1 Validité des résultats expérimentaux 222

a Le positionnement 224

b Calibration de la sonde de force 224

c Quels degrés de liberté expérimentaux ? 225

3.2 Contrôle de l'échantillon 226

La présentation détaillée d'une mesure de gradient de force de Casimir est essentielle pour estimer le niveau de précision expérimentale que l'on peut lui accorder. L'exemple développé ci-dessous met en jeu le même microlevier que celui utilisé pour décrire la procédure de calibration de la sonde (section VI.2, tableau VI.1). Une première mesure est réalisée dans la configuration « classique » des miroirs de Casimir : ils sont en or et considérés comme massifs[1]. Ayant déjà été étudiée par ailleurs, elle a pour objectif de fournir une référence expérimentale pour les courbes de gradient de force que nous obtiendrons dans la suite de l'étude : elle assure ainsi la validation de l'ensemble du microscope, échantillons inclus.

La même sonde est ensuite utilisée pour mener l'étude expérimentale de l'effet Casimir sur des films minces métalliques. Durant les différentes campagnes de mesure, un soin particulier a été apporté pour éviter le contact entre la sphère et la surface de l'échantillon. La confrontation des courbes de gradient de force pour ces deux configurations expérimentales exige en effet la préservation de l'état de surface de la microsphère. Ces règles de mesures (même sonde, contact interdit, *etc.*) peuvent paraître au premier abord contraignantes, mais elles ont simplement l'ambition de se conformer à la rigueur de l'opération de comparaison :

1. En l'absence de modèle théorique, la mesure seule du gradient pour des miroirs minces aurait peu de sens puisqu'aucune référence ne serait disponible pour souligner un changement de comportement.

2. L'objectif de cette mesure est de tester un modèle de force de Casimir prenant en compte l'épaisseur réelle des miroirs. La validité d'un tel test passe par un excellent contrôle de l'ensemble des paramètres qui caractérisent le système, ce qui est assez difficile à réaliser expérimentalement. La mesure préalable de l'effet Casimir pour des miroirs épais constitue donc en ce sens une étape nécessaire, à défaut de suffisante.

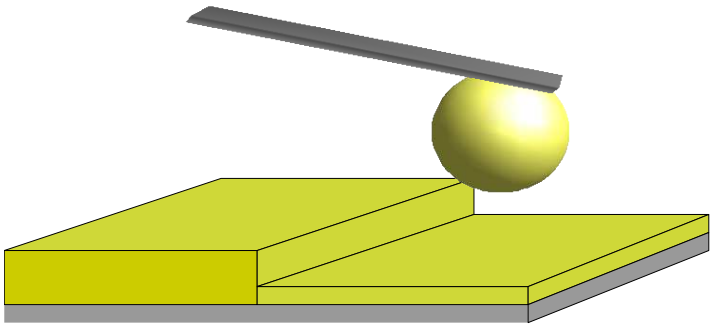


Fig. VII.1 – Échantillon mis en place pour l'étude de l'effet de couche mince

L'échantillon présente deux plateaux en or d'épaisseurs différentes. Le premier, à gauche du schéma, constitue un miroir d'or d'épaisseur 300 nm, que l'on peut considérer comme infini du point de vue de l'effet Casimir. Le second, à droite, possède une épaisseur de 10 nm selon les paramètres expérimentaux utilisés lors de la préparation dans le bâti d'évaporation.

[1]Leur épaisseur est largement supérieure à la longueur plasmon de l'or : $e >> \frac{130}{2\pi}\ nm$.

1 Test de la sonde de mesure dans la configuration « classique » : mesure A

L'étude quantitative de la force de Casimir exige en premier lieu la préparation de deux miroirs métalliques de faible rugosité dans la configuration géométrique sphère-plan : le modèle et l'expérience doivent converger l'un vers l'autre pour assurer un niveau de comparaison significatif. La précision du positionnement absolu des points de mesure repose en grande partie sur l'attention apportée aux opérations de calibration du translateur piézoélectrique et de la sonde de force, le microlevier. Les dérives de la fréquence de résonance et de la distance sphère-échantillon, l'évaluation de la position du point de contact forment au final les principales difficultés qui interviennent durant la phase de mesure de la force de Casimir. Le contrôle en temps réel des dérives constitue une voie en cours d'exploration. En attendant, leur prise en compte requiert une adaptation de la procédure d'acquisition des points expérimentaux. La constitution d'un cycle de mesure a ainsi pour but de déterminer de manière objective les paramètres qui les caractérisent. Leurs corrections partielles sont alors envisageables durant la phase de traitement des données moyennant quelques hypothèses raisonnables.

1.1 La séquence de mesure

Le phénomène de dérive est d'autant plus gênant que la durée de mesure d'une courbe de force est importante. Son temps caractéristique d'évolution est néanmoins le plus souvent supérieur à cette dernière. L'hypothèse de dérive constante permet ainsi d'apporter une correction appréciable sur les résultats finals : différents tests seront effectués tout au long de cette section afin de vérifier le bien fondé de celle-ci. La position absolue de la microsphère par rapport à l'échantillon doit quant à elle être évaluée simultanément : le besoin de précision sur ce paramètre est aussi important que pour le facteur de calibration α discuté au chapitre précédent.

La figure VII.2 présente l'ensemble des signaux expérimentaux qui composent la séquence de mesure du gradient de force de Casimir. Le nanopositionneur réalise deux cycles d'approche-retrait en direction de la surface :

- Les phases 1 et 4 balayent deux courbes de niveau isogradients de la force électrostatique.
- Les phases 2 et 3 explorent le gradient de force de Casimir : le potentiel de surface est compensé ($V_s = V_c$).

Le déplacement de la sonde s'inscrit dans un cycle d'approche-retrait du translateur piézoélectrique de caractéristiques :

Fréquence : $f = 10$ mHz	Amplitude : $A = 10\ V$	Signal triangulaire

Dans ces conditions, l'hystérésis et l'extension totale du moteur piézoélectrique (461 nm) sont reproductibles et connus suite à la procédure de calibration décrites au chapitre III. L'acquisition de deux phases d'approche et de deux phases de retrait permet d'évaluer les dérives des signaux de mesures, partant du principe que seul ce phénomène les distingue d'un point de vue physique, toutes choses étant égales par ailleurs. Enfin la force électrostatique se montre utile, en premier lieu pour déterminer l'origine du point de contact sphère-échantillon, puis pour contrôler la stabilité du facteur de calibration α de la sonde de mesure.

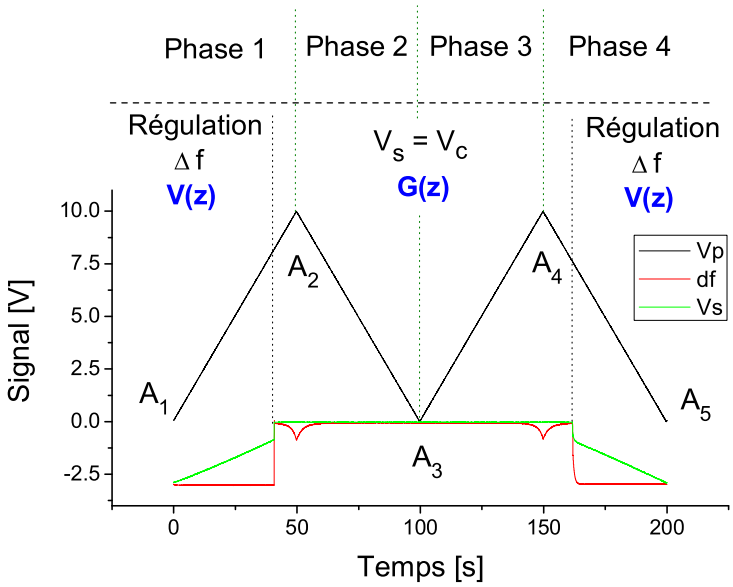


FIG. VII.2 – Le cycle de mesure

La séquence de mesure se compose de deux cycles d'approche-retrait : le gradient de force de Casimir est évalué ainsi sur quatre phases successives. L'expérimentateur dispose principalement de 3 signaux pour mener le traitement numérique des données : V_{p} *est la tension de commande du moteur piézoélectrique,* df *est le signal fourni par la boucle à verrouillage de phase (*$s_{PLL} = 18.31$ Hz$/V$*, filtre* $f_c = 10$ Hz*),* V_s *correspond au potentiel entre les deux surfaces appliqué par un générateur.*

1.2 Evaluation des dérives

a Dérive de la fréquence de résonance de l'oscillateur

L'ordre de grandeur de la vitesse de dérive de la fréquence de résonance a été évalué au préalable à environ 2 10^{-3} Hz.s^{-1}. Compte tenu de la durée d'un cycle d'approche-retrait (100 s), la perturbation engendrée ne devrait pas dépasser 0.2 Hz. La figure VII.3 superpose les signaux de fréquence des phases 1 et 4 sur une plage de distance pour laquelle l'effet de la dérive en position[2] n'est pas perceptible : le décalage vertical des deux courbes n'excède pas 0.2 Hz pour des points de mesure distants de plus de 100 s.

Le cycle de mesure présenté ici privilégie l'acquisition de forts gradients de force qui apparaissent à courte distance. La carte de conversion analogique numérique (C.A.N.) fonctionne dans sa gamme de tension maximale (10 V) : elle impose au final un niveau de résolution[3] en fréquence de 0.1 Hz. Dans ces conditions, le mouvement brownien de la sonde ne constitue pas la limite de résolution en gradient de force. La prise en compte de cette dérive n'est finalement pas nécessaire pour cette acquisition.

La calibration de la sonde avait eu lieu environ 20 minutes plus tôt : un décalage systématique de 1 ± 0.1 Hz est observé au niveau du point A_3 de la figure VII.2. Le gradient auquel est soumis la sonde doit être nul ou plus exactement inférieur au niveau de résolution de l'appareil pour cette position : la soustraction de cet écart à l'ensemble des données permet de redéfinir l'origine de l'axe des ordonnées, le gradient de force.

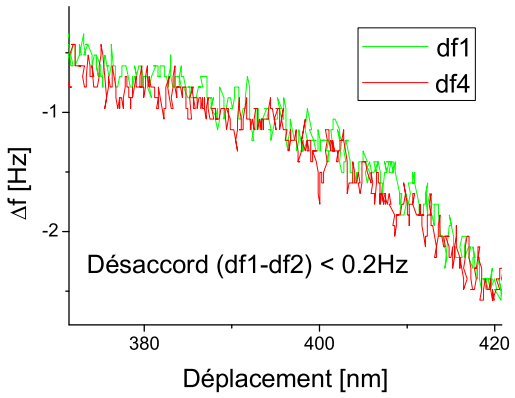


FIG. VII.3 – Dérive de la fréquence de résonance du microlevier
La superposition des courbes de gradient des phases 1 *et* 4 *montre que la dérive en fréquence n'est pas un facteur limitant lorsqu'on la compare au niveau de résolution de l'appareil (*0.1 Hz *fixé par la carte d'acquisition).*

[2]Nous montrons dans la suite du manuscrit qu'elle est inférieure à 2 nm.
[3]La sensibilité s'établit à 18.31 Hz/V.

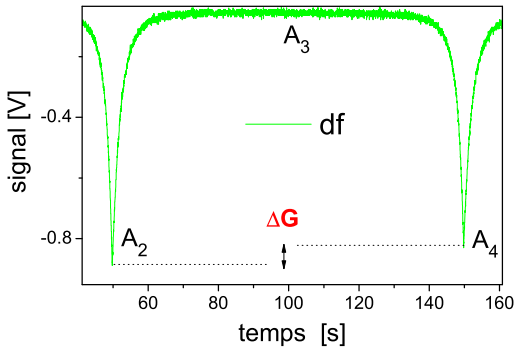


FIG. VII.4 – La dérive de la distance microsphère-échantillon

Le graphe ci-dessus présente le signal de gradient de force lors de deux séquences successives d'approche-retrait. La réduction de la hauteur du second pic de gradient s'explique par un recul global du support de la sonde par rapport à l'échantillon.

b Dérive de la distance sonde-échantillon

La mise à l'échelle du déplacement z_{p} de la sonde[4] est différente selon qu'il s'agit d'une phase d'approche ou de retrait. L'hystérésis du translateur piézoélectrique est globalement supprimée durant cette seconde transformation des données. La dérive en position se manifeste clairement quant à elle sur le signal de fréquence Δf (Fig. VII.4) au niveau des positions A_2 et A_4. La réduction de la hauteur du pic de gradient de force constitue la signature de l'éloignement de la microsphère par rapport à l'échantillon :

– L'extension de la phase d'approche est ainsi compressée :

$$Z_A = Z_{\mathrm{p}} - Z_d \tag{VII.1}$$

où $Z_{\mathrm{p}} = 461\ nm$, Z_d correspond au décalage produit par la dérive sur la durée de l'approche $T = 50\ s$.

– La phase de retrait est quant à elle dilatée :

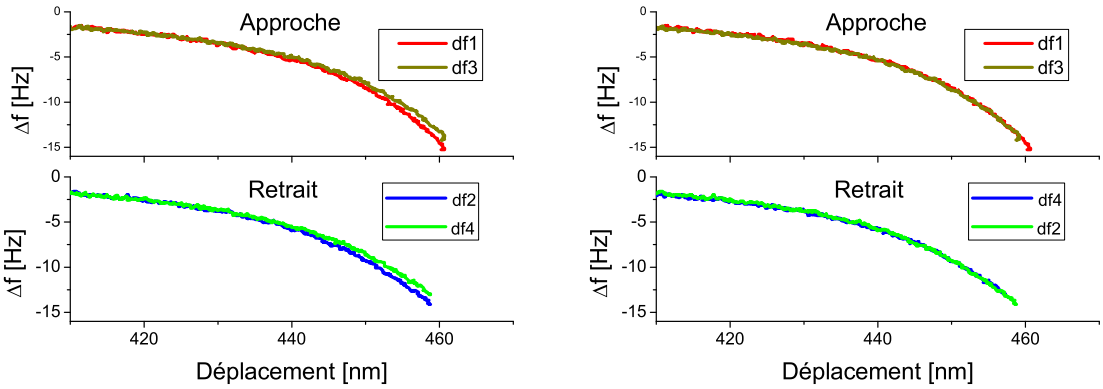
$$Z_R = Z_{\mathrm{p}} + Z_d \tag{VII.2}$$

Le déplacement de la sonde par rapport à l'échantillon est représenté sur la figure VII.7 : le schéma prend notamment en compte le mouvement supplémentaire produit par la dérive.

Les courbes de gradient de force associées aux deux phases d'approche et aux deux phases de retraits se superposent pour une translation[5] horizontale d'environ $2Z_d = 1.4 \pm\ 0.3\ nm$ (Fig. VII.5). La comparaison par type de phase (retrait ou approche) est légitime, puisque les conditions expérimentales qui caractérisent leur acquisition (hystérésis du moteur, filtre de mesure, dérive,*etc.*) sont rigoureusement identiques. La confrontation de deux courbes de mesure issues de deux types de séquences différentes (approche et retrait) peut révéler en revanche un écart à courtes distances, lorsque le gradient est extrêmement sensible à la position (Fig. VII.6) : une erreur de correction de l'hystérésis, l'intégration du signal de mesure par le

[4]Par conception de l'appareil, la sonde est solidaire au bâti : c'est en réalité l'échantillon qui se déplace.
[5]Cette évaluation de la dérive ne tient pas compte des effets de la dilatation.

filtre passe bas ($f_c = 10$ Hz) placé en amont du C.A.N. peuvent être à l'origine de ce désaccord, qui forme alors une incertitude expérimentale pour le résultat final.



(a) La confrontation de courbes de gradient de force associées à un même type de phase (approche ou retrait) montre l'existence d'un décalage des plages de distance explorées.

(b) La translation des courbes $df3$ et $df4$ de $1.4 \pm 0.3\ nm$ vers la gauche permet de corriger l'écart précédent qui trouve son origine dans la dérive en position de la sonde de mesure.

FIG. VII.5 – Estimation de la dérive en position

La troisième opération de transformation des données expérimentales consiste à réaliser la dilatation ou la compression des plages de distance associées aux phases 1 à 4 sur la base d'une vitesse de dérive évaluée grossièrement à 0.014 nm/s.

1.3 Détermination de la distance de séparation sonde-échantillon

A courte distance, la force de Casimir présente des variations très importantes sur quelques nanomètres : le positionnement des courbes selon l'axe des abscisses est pour cette raison très critique. Il s'agit en pratique de la principale source d'incertitude, qui rend secondaire le bruit de mesure discuté dans les chapitres précédents. A plus grande distance, l'erreur commise lors de l'évaluation de l'abscisse du point de contact est en revanche négligeable. Compte tenue de la résolution verticale, un décalage de la courbe expérimentale sur un nanomètre ne produit pas d'effet visible : par exemple au-delà de 150 nm, la variation n'excède pas quelques pour-cent.

La force électrostatique constitue le seul support expérimental pour déterminer la distance de séparation entre la microsphère et l'échantillon : le contact physique n'est pas autorisé dans le cahier des charges de l'expérience. Le cycle de mesure VII.2 possède en son sein deux courbes de niveau isogradients : leur paramètre d'ajustement fournit entre autres la position du point de départ de la séquence. Les phases[6] d'approche 1 et de retrait 4, repérées par les points A_1 et A_5 (Fig. VII.2), démarrent respectivement à 519.7 nm et 522 nm de la surface, en accord[7] avec une dérive de $2.8 \pm 0.6\ nm$ sur 200 s. L'incertitude sur le potentiel compensé $\delta V_c = \pm 3\ mV$ produit une erreur systématique de l'ordre de $\delta d_0 = \pm 0.5\ nm$ sur le

[6] La dilatation et la compression de leur plage de distance est réalisée au préalable.
[7] Il s'agit de l'estimation réalisée dans la section 1.2.b selon une autre méthode.

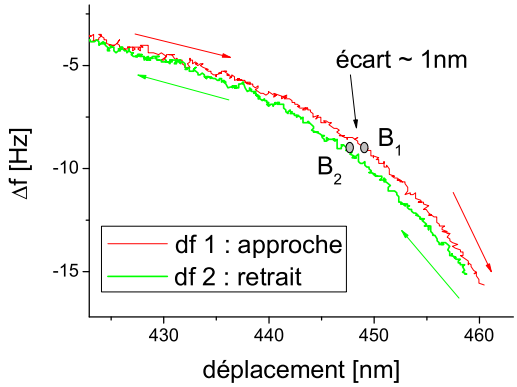


FIG. VII.6 – Comparaison des phases d'approche et de retrait

Le graphe présente deux courbes de gradient de force issues de deux phases d'approche et de retrait qui se succèdent. Aucune correction de la dérive n'est réalisée : cette dernière évaluée à $1.4\ 10^{-2}\ nm/s$ *ne peut de toute façon pas expliquer l'écart observé entre les points* B_1 *et* B_2 *distants dans le temps d'environ* $2\ s$ *(vitesse de balayage* $\approx 10\ nm/s$*). Un défaut de calibration des moteurs piézoélectriques, une déformation du cycle produit par les filtres de mesures peuvent constituer deux origines plausibles de ce désaccord.*

positionnement précédent. La dispersion des paramètres de l'ajustement s'établit quant à elle à environ 1 nm. La figure VII.7 résume la trajectoire de la sonde de force dans le référentiel de l'échantillon : la quatrième opération de transformation des données s'appuie sur le schéma proposé pour définir la position de chaque point de mesure.

1.4 Mise à l'échelle du gradient de force

La dernière opération de transformation consiste à multiplier le décalage de fréquence par le facteur de conversion α. Une campagne de calibration avait été menée peu de temps avant la présente acquisition. Le comportement de l'ensemble de la chaîne de détection de gradient est linéaire dans la plage $[-40; 0]$ Hz (Fig. VII.8) : au-delà, la réponse propre du bimorphe est certainement à l'origine du désaccord observé. La procédure de calibration est donc restreint à cet intervalle afin de suivre la méthode d'ajustement linéaire qui est plus simple à mettre en œuvre : ce choix se justifie par le fait que les décalages de fréquence mesurés par la suite ne sortent pas de cette zone d'étude.

α est évalué à $-16.7\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$. Cependant l'étude des courbes de niveau isogradient du cycle de mesure précédent suggère une légère modification de celui-ci par un facteur multiplicatif de 0.95 (points en rouge Fig. VII.8). Différents scénarios sont de fait envisageables. La modification ne peut avoir eu lieu qu'au voisinage de la zone de travail de -50 Hz : dans ce cas aucune correction ne serait nécessaire. L'ensemble de la réponse du système peut aussi avoir été affecté de manière différente : nous supposons néanmoins ici que la perturbation est uniforme. Une seconde évaluation du facteur de calibration réalisée par la suite donne également $\alpha = -16.7\ SI$: nous considérons finalement ce problème comme une incertitude de mesure. Les graphes de la figure VII.9 correspondent aux courbes de gradient de force que nous obtenons au final pour les deux facteurs de calibration $\alpha_1 = -16.7\ SI$ et $\alpha_2 = -15.7\ SI$.

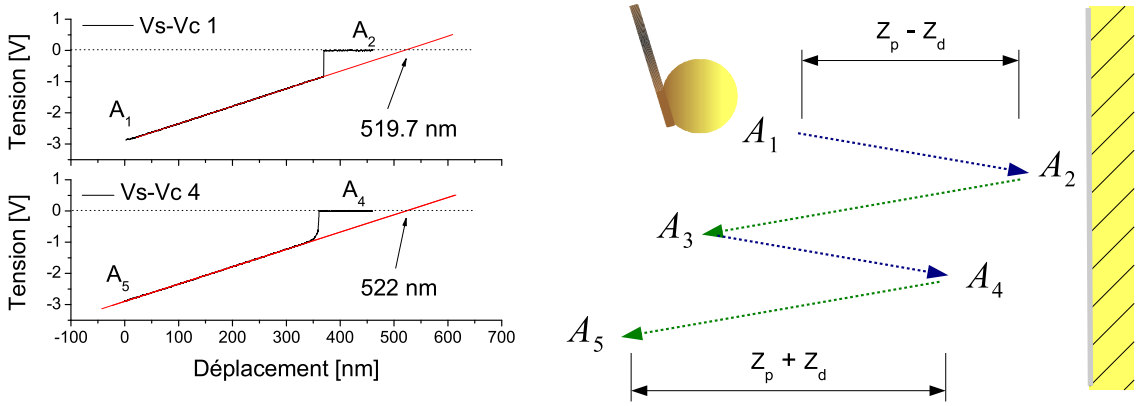


FIG. VII.7 – Trajectoire de la séquence de mesure

La microsphère effectue deux cycles d'approche-retrait en direction de la surface de l'échantillon. Une dérive de $1.4\ 10^{-2}$ *nm/min dans la direction opposée se superpose au mouvement précédent. L'ajustement des courbes isogradients sur les portions* $[A_1A_2]$ *et* $[A_4A_5]$ *permettent d'évaluer les distances de séparation sonde-échantillon pour les positions* A_1 *et* A_5.

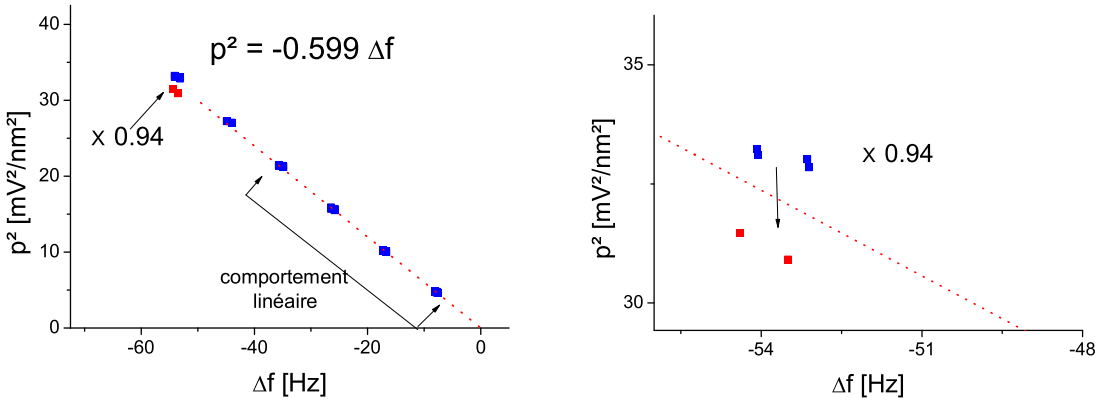


FIG. VII.8 – Test du facteur de calibration

La boucle de détection de fréquence présente un comportement linéaire dans la plage comprise entre -40 Hz *et* 0 Hz *:* α *est évalué à* $-16.7\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$. *Sur le second graphe, un agrandissement permet de tester la stabilité du facteur de conversion* α *durant la séquence de mesure : une modification de la réponse du système a lieu autour de* -54 Hz. *Une seconde campagne de calibration semble indiquer que seule cette zone ait été perturbée. Cette incertitude est néanmoins prise en compte pour la suite de la comparaison entre les deux configurations expérimentales.*

Elles possèdent toutes une barre d'erreur horizontale de 1 *nm*. La précision de la mesure est relativement moyenne : il s'agit de définir avec certitude la région du graphe dans laquelle se situe le gradient de force de Casimir. La comparaison expérimentale avec la configuration des miroirs étroits est à ce prix : toutes incertitudes sur le positionnement relatif des deux courbes

devront être levées. Les résultats expérimentaux ne mettent pas en tout cas à défaut le modèle théorique pour la situation des miroirs épais.

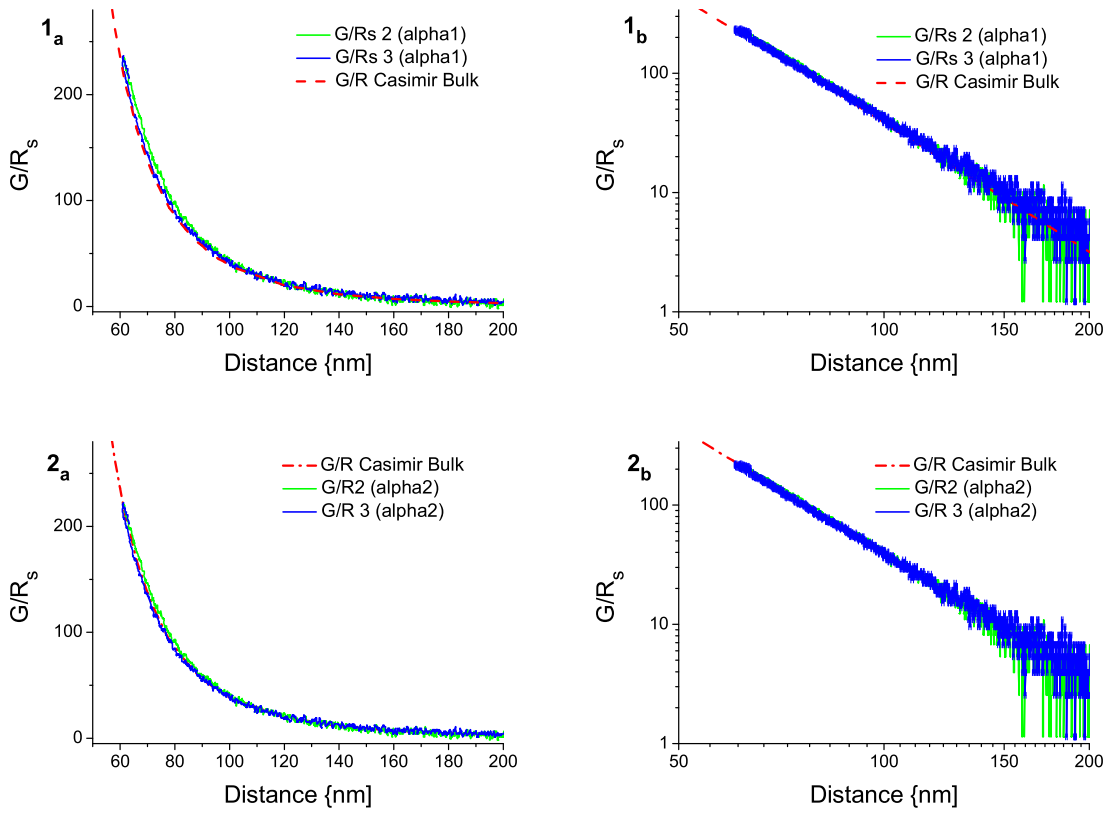


FIG. VII.9 – Gradient de force de Casimir

Chaque graphe se compose des courbes de retrait G/R_s 2, d'approche G/R_s 3 et du modèle théorique. Les figures (1a, 1b) et (2a, 2b) s'obtiennent respectivement avec les facteurs de calibration $\alpha_1 = -16.7$ SI et $\alpha_2 = -15.7$ SI. Sur les graphes en échelle logarithmique, des barres d'erreur horizontales de largeur 1 nm ont été ajoutées.

2 L'effet Casimir pour des couches minces métalliques

La sonde de force est désormais positionnée au-dessus de la portion de l'échantillon dont l'épaisseur du film d'or est de 10 *nm*. Deux séances de mesure ont été réalisées à quelques millimètres d'intervalle. La première met en évidence un effet de couche mince. La seconde ne se détache pas en revanche du modèle de miroir épais aux incertitudes près. Dans cette section, les courbes de forces que nous obtenons au final sont argumentées afin d'éliminer l'incertitude liée à la procédure de mesure. Une analyse sur les causes possibles du désaccord observé sera ensuite proposée. Celui-ci peut trouver son origine au niveau de l'acquisition et du traitement des données. Une remise en cause de la configuration expérimentale de l'échantillon ne peut cependant être exclue.

2.1 Effet de couche mince : mesure B

fichier	GradZ4	GradZ6	GradZ7
potentiel de contact V_c	$-83 \pm 2\ mV$	$-83 \pm 2\ mV$	$-83 \pm 2\ mV$
dérive fréquence	2.7 mHz.s^{-1}	-1.8 mHz.s^{-1}	2.4 mHz.s^{-1}
dérive position	3.3 $nm.min^{-1}$	1.2 $nm.min^{-1}$	imperceptible
z_0 (phase 1)	564.8 nm	526.7 nm	537 nm
z_0 (phases 2 et 3)	567.6 nm	527.7 nm	537 nm
z_0 (phase 4)	570.4 nm	528.7 nm	537 nm

TAB. VII.1 – Paramètres expérimentaux des trois séries de mesures (mesure B)
L'ensemble des paramètres utilisés pour positionner les courbes de forces sont résumés dans le tableau ci-dessus. Le translateur piézoélectrique est commandé par une tension triangulaire d'amplitude 10 V *et de fréquence* 10 mHz, *comme pour l'expérience précédente. Le facteur de calibration* α *s'élève de son coté à* $-18.7\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$. *La correction de la dérive en fréquence n'est seulement importante qu'à longue distance, pour de faibles gradients de force. En revanche la prise en compte de la dérive sonde-échantillon est essentielle pour le positionnement des 4 phases (2 cycles d'approche-retrait) composant chaque campagne de mesure : elle permet de rendre compte du décalage de position entre les deux ajustements de courbes de niveau.*

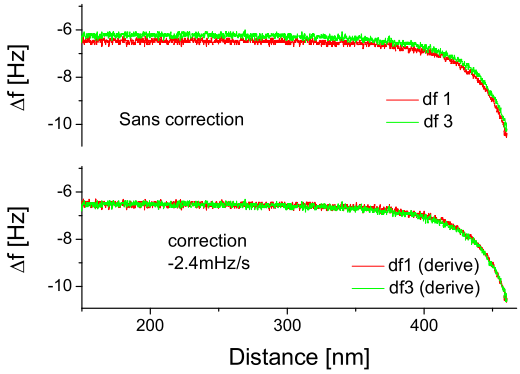


FIG. VII.10 – Correction de la dérive en fréquence
L'hypothèse d'une dérive en fréquence constante est raisonnable : elle permet la superposition des courbes d'approche et de retrait à longue distance, où les effets de dérives de position sont négligeables.

La calibration de la sonde de force et le traitement des données ont été réalisés en suivant les mêmes protocoles que l'expérience précédente en configuration de miroirs épais. Trois mesures de gradient de force sont présentées : les principaux paramètres expérimentaux sont rassemblés dans le tableau VII.1. Chaque campagne de mesure bénéficie d'une analyse indépendante : le recouvrement des troix jeux de courbes (Fig. VII.12) rend en particulier significative la procédure de positionnement utilisée. Ces trois séries partagent le même coefficient de calibration $\alpha = -18.6\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$: la présentation de la méthode d'évaluation de α au chapitre VI s'appuie d'ailleurs sur cet exemple. La figure VII.11 compare les pentes p associées aux courbes

de niveau de gradient de force électrostatique avec celles mesurées durant la campagne de calibration afin de valider l'utilisation du facteur de conversion α. Un écart de 1 % ou 2 % pourrait éventuellement être considéré : sa prise en compte tendrait cependant à éloigner un peu plus les courbes de force de Casimir du modèle de miroir épais. Etant donné son faible niveau, la correction est négligée afin de ne pas introduire d'erreurs systématiques en faveur de la mise en évidence d'un effet de couches minces.

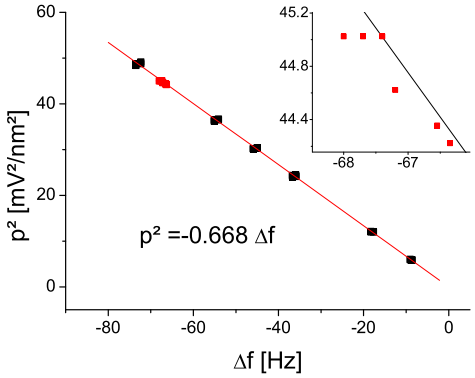


FIG. VII.11 – Test du facteur de calibration α

La pente p issue de l'ajustement des courbes de niveau isogradients se positionne correctement sur la courbe de calibration : le facteur de conversion α est stable.

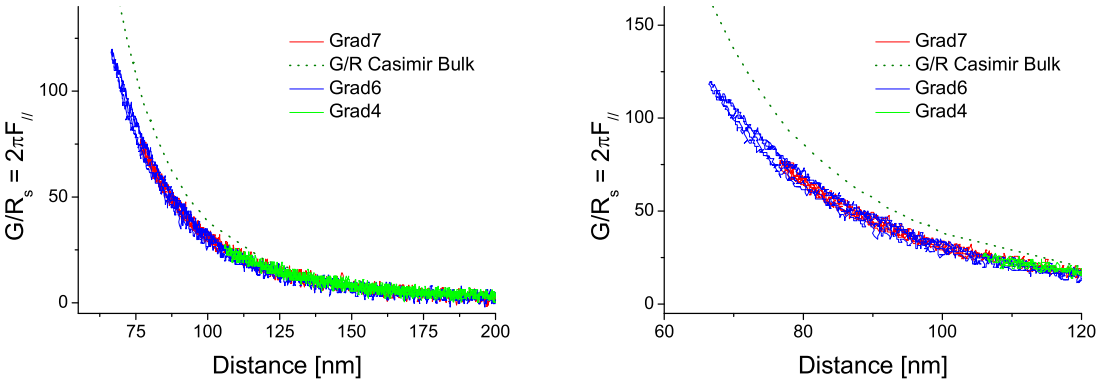


FIG. VII.12 – Gradient de force de Casimir : effet de couche mince (mesure B)

Les trois séries de mesure sont rassemblées sur le même graphe : leur recouvrement montre entre autres que la méthode de positionnement est fiable aux incertitudes systématiques près. L'écart entre les courbes d'approche et de retrait au sein de chaque série est d'autant plus grand que la distance sonde-échantillon est petite : ce phénomène est vraisemblablement dû à l'hystérésis résiduelle du scanner non corrigée. A courte distance le gradient est très sensible à un écart de position : un désaccord de 1 nm permet de rendre compte des faits observés.

Les résultats expérimentaux obtenus durant cette campagne de mesure établissent un écart par rapport à ceux de l'expérience précédente en configuration de miroirs épais : le gradient de force mesuré est plus faible. D'un point de vue qualitatif, ces observations sont en accord avec le modèle de force de Casimir pour des couches minces or silicium.

2.2 Une contre mesure ? (mesure C)

fichier	GC6
α	$-13.6\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$
potentiel de contact V_c	$-115 \pm\ 2\ mV$
dérive fréquence	imperceptible
dérive position	$2.4\ nm.min^{-1}$
z_0 (phase 1) z_0 (phases 2 et 3) z_0 (phase 4)	$543\ nm$ $545\ nm$ $547\ nm$

Tab. VII.2 – Paramètres expérimentaux de la mesure C

La même expérience est répétée à quelques millimètres de la position précédente : il s'agit d'établir la reproductibilité ou la dépendance de l'effet observé sur différentes portions de l'échantillon. Les paramètres expérimentaux de la courbe VII.13 sont reportés dans le tableau VII.2. Les caractéristiques du cycle de balayage sont conservées (10 mHz, 10 V, triangulaire) par souci de comparaison. Le facteur de calibration α de la sonde de force atteint son niveau le plus bas : $-13.6\ N.m^{-2}.\mathrm{Hz}^{-1}$. Les paramètres d'ajustement des courbes de niveau obtenues lors de la séquence d'acquisition confirme cette valeur. Le gradient de force mesuré ne dépasse pas dans ces conditions la valeur limite imposée par la configuration de miroirs épais en or en accord avec le modèle théorique des couches d'épaisseurs finies or silicium.

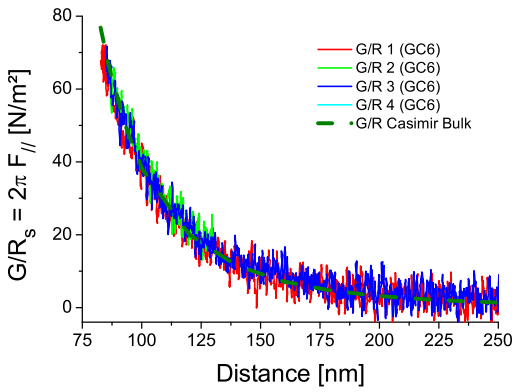


Fig. VII.13 – Mesure de gradient de force (mesure C)
La figure superpose les graphes des quatre phases successives d'approche-retrait : G/R 1 à G/R 4. La courbe en tiret correspond au modèle de force de Casimir pour des miroirs épais.

Les résultats expérimentaux se détachent de ceux de l'expérience précédente et rejoignent ceux de la mesure test en configuration de miroirs épais. La figure VII.14 superpose les différents jeux de données associés aux trois expériences : la section suivante propose une analyse sur l'origine des différents comportements observés.

3 Comparaison et analyse des résultats expérimentaux

Les deux dernières expériences, qui ont été réalisées sur des couches minces, soulèvent de nombreuses interrogations : comment la différence de comportement observée peut-elle s'interpréter ? Étant donné le faible écart obtenu au regard de la difficulté de la mesure, il est légitime de remettre en cause en premier lieu l'analyse des données brutes expérimentales. La présentation d'un état des lieux des problèmes expérimentaux a pour ambition d'établir un regard critique sur l'ensemble des opérations qui composent l'étude du gradient de force de Casimir. La démonstration d'un effet de couche mince requiert par ailleurs une bonne maîtrise de la préparation des échantillons : l'épaisseur du film métallique constitue certainement un paramètre critique de l'expérience. Ses fluctuations d'un point à l'autre de l'échantillon peuvent être une source plausible de l'écart entre les courbes de gradient de force.

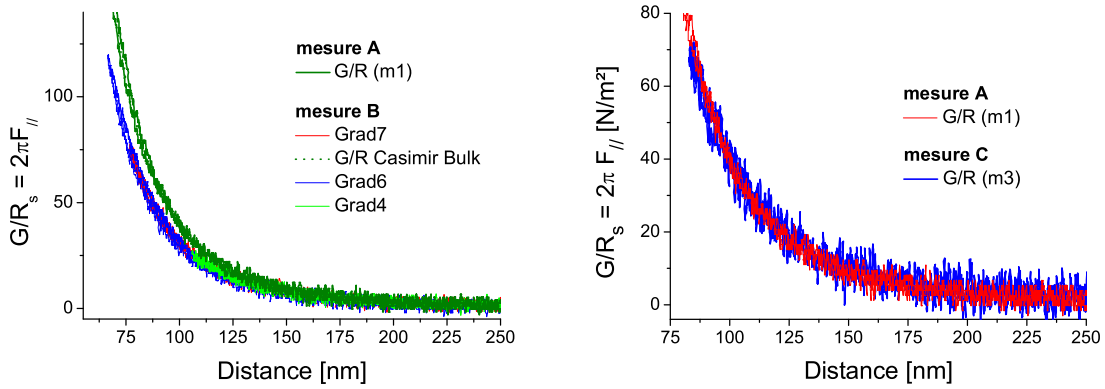


FIG. VII.14 – Comparaison des trois campagnes de mesure de gradient de force

3.1 Validité des résultats expérimentaux

La comparaison des mesures A, B et C exige un positionnement précis des données sur l'axe des distances et des gradients de force. D'un point de vue pratique, compte tenu des comportements asymptotiques de la force à courte et longue distance deux sources d'incertitude peuvent être considérées que ce soit pour confronter deux courbes expérimentales ou une courbe avec un modèle théorique :

1. A courte distance, la source principale d'incertitude est attachée à la détermination de la position de l'origine du point de contact z_0 : une petite erreur sur ce paramètre crée un écart important de gradient de force. La précision (quelques pour-cent) sur le facteur de calibration α rend négligeable l'erreur d'estimation du gradient.

2. A longue distance, en revanche, la précision du facteur de conversion α est essentielle. le paramètre z_0 tolère plus facilement une incertitude de 1 ou 2 nm. Cependant le bruit de gradient de force produit par le mouvement brownien de la sonde constitue au final la limite principale.

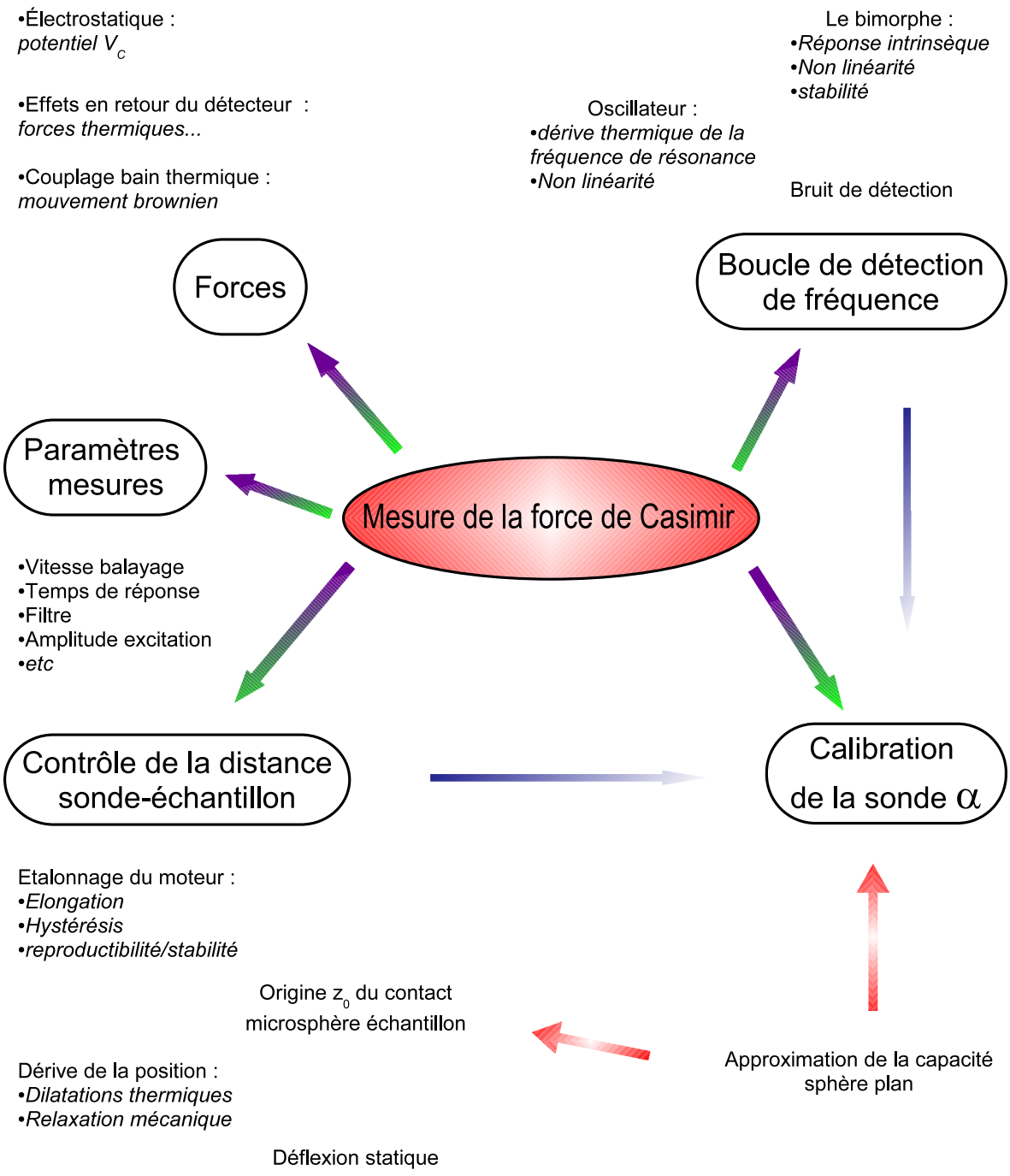


FIG. VII.15 – Bilan des difficultés expérimentales de l'étude du gradient de force de Casimir

La figure VII.15 rappelle l'ensemble des problèmes expérimentaux associés à la mesure de force de Casimir : à défaut de leur prise en compte, une estimation des conséquences qu'elles induisent est essentielle pour mener à bien le projet. La plupart de ces difficultés sont traitées dans les différents chapitres de la thèse. Le positionnement et l'évaluation du facteur de conversion α sont, au stade de la mesure, deux points clés de l'étude.

a Le positionnement

La barre d'erreur sur le paramètre z_0 s'établit entre 1 et 2 nm selon les conditions d'acquisition. Cette valeur est vraisemblable : elle est compatible avec la dispersion des résultats expérimentaux obtenus pour différents couples sonde-échantillon en configuration classique de miroir épais.

La superposition des mesures A et B nécessite une translation des courbes comprise entre 6 et 10 nm selon l'axe des abscisses : cet écart est significatif, il exclu *a priori* l'erreur de positionnement comme source de désaccord. Leurs formes semblent par ailleurs différentes, cependant une meilleure résolution serait nécessaire pour trancher sur ce point. L'utilisation du même cycle de déplacement permet par ailleurs de réduire les problèmes d'hystérésis et d'élongation introduit par le scanner piézoélectrique : il semble ainsi raisonnable de les exclure dans le cas présent. Enfin le recouvrement des 3 séries de courbes de la mesure B, analysées de manière indépendante, fournit un argument crédible sur le bien fondé de la procédure de positionnement. Dans ces conditions l'écart observé entre les deux mesures A et B constitue vraisemblablement une signature d'un effet de couche mince.

Les mesures A et C fournissent de leur côté les mêmes résultats : le recouvrement des données est assuré dans un intervalle d'incertitude de 1 nm. Les protocoles d'acquisition et d'analyse sont sur de nombreux points identiques à la situation précédente : le même crédit peut être ainsi accordé à cette seconde mesure en configuration de couche mince. L'origine de ce comportement peut être recherchée du côté de l'échantillon.

b Calibration de la sonde de force

La précision du facteur de calibration α est essentielle pour comparer les mesures B et C. Un gain de 33 % de α_B permet en effet le recouvrement des résultats des deux expériences. L'incertitude[8] relative sur ce facteur est inférieure en pratique à 5 % , ce qui écarte l'hypothèse d'une erreur de calibration. Son évaluation systématique avant chaque mesure apparaît dans ce contexte nécessaire. La dispersion d'un jour à l'autre atteint en effet largement la gamme des 30 %. Cependant dans le cas des mesures B et C, les valeurs utilisées sont plutôt en faveur d'un rapprochement de leurs courbes, puisque $|\alpha_B| = 18.6 > |\alpha_C| = 13.6$. Quant à l'évaluation même de ce facteur, il est probable qu'un écart de quelques pour-cent existe avec la valeur exacte suite à l'approximation réalisée pour la capacité sphère-plan. Cependant la plage de distance sur laquelle a lieu la procédure de calibration située entre 100 nm et 600 nm est partagée par les trois expériences : dans ces conditions, un décalage systématique et identique est produit sur le facteur de conversion. Celui-ci affecte peu l'opération de comparaison entre les données expérimentales, seule la confrontation avec des modèles théoriques peut être perturbée par cet effet de dilatation de l'axe des ordonnées. En considérant le modèle de force pour

[8] De type aléatoire.

des miroirs épais comme une référence, l'erreur systématique introduite par l'approximation de la capacité est compatible avec la gamme du pour-cent.

c Quels degrés de liberté expérimentaux ?

L'étalonnage précis du translateur piézoélectrique est essentiel pour réaliser une mesure absolue de gradient de force. Les données issues des mesures et du modèle doivent être exprimées dans les mêmes unités pour pouvoir être comparées. Le travail expérimental réalisé durant la thèse ne peut prétendre à une précision métrologique. Dans ces conditions, il peut paraître étonnant d'observer un accord satisfaisant pour la configuration « classique »des miroirs épais. Cet accord exige en effet un positionnement au nanomètre des données expérimentales. Par ailleurs, il paraît peu probable que la course réelle du scanner piézoélectrique soit exactement de 461 nm : quels degrés de liberté dispose t-on en réalité pour sa calibration ? Si la prise en compte du phénomène d'hystérésis ne constitue pas au final un problème majeur, l'estimation de l'élongation Z_{p} du moteur en unité SI soulève de nombreuses difficultés pratiques.

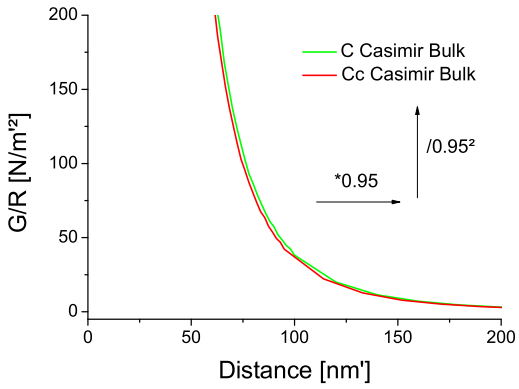


FIG. VII.16 – Position de la courbe de force de Casimir

Les résultats de l'expérience sont reportés sur le graphe gradué en $[nm']$ et en $[N/m'^2]$. Ils sont comparés à la courbe C : cependant la courbe test sur laquelle devrait avoir lieu la confrontation est C'. L'exemple ci-dessus s'appuie sur un facteur $\eta = 0.95$.

L'utilisation de la force électrostatique comme référence permet de pallier en partie le problème. La procédure d'évaluation du facteur α compense en effet partiellement l'erreur sur le paramètre Z_{p}. Une expérience de mesure de force s'appuie sur la manipulation de données exprimées en Hertz, en Volt et en Mètre : le CAN et la PLL bénéficient de leur côté d'un bon niveau de calibration assuré par leur constructeur, ce qui n'est pas le cas pour le scanner. Une interprétation des résultats devrait en toute rigueur être réalisée dans un système d'unité de longueur $[m']$ dans lequel la course du translateur s'élève exactement à 461 nm' : un facteur de dilatation η permet de basculer d'un système à l'autre.

$$z'[m'] = \eta z[m] \tag{VII.3}$$

L'unité de l'axe des ordonnées est ainsi en N/m'^2. De fait, l'introduction de la courbe théorique C de Casimir sur le graphe n'est pas réalisée dans le bon système d'unité. La courbe correcte sur

laquelle la comparaison devrait avoir lieu est nommée C_c : le niveau de résolution expérimental de l'expérience précédente ne peut vraisemblablement pas les distinguer. En effet C est décrite par :

$$M_C : (x', f_c(x')) \tag{VII.4}$$

où f_c est une fonction mathématique attachée au modèle théorique de force de Casimir. C_c se déduit de C par une transformation qui consiste à la dilater d'un facteur η selon l'axe x, et d'un facteur $1/\eta^2$ selon l'axe y.

$$M_{C_c} : (x' = \eta x, y' = \frac{f_c(x)}{\eta^2}) \tag{VII.5}$$

Le comportement de la force de Casimir dans la région explorée est par ailleurs proche d'une loi de puissance :

$$f_c(x) \approx \frac{a}{x^b} \tag{VII.6}$$

où $3 < b < 4$.
Dans ces conditions, la courbe C_c est décrite par :

$$M_{C_c} : (x', \eta^{b-2} f_c(x')) \tag{VII.7}$$

Elle se déduit finalement de C par une dilatation d'un facteur η^{b-2} selon l'axe des ordonnées. Si l'on considère qu'un niveau de résolution expérimentale de 5 % ne peut distinguer C de C_c, alors η peut atteindre 1 ± 0.03 : la course réelle du scanner peut se situer en pratique autour de 461 $nm \pm$ 14 nm. L'incertitude sur Z_p est inférieure, au plus de 10 nm pour des hypothèses pessimistes : l'évaluation de Z_p n'est pas par conséquent pour le moment un point critique de l'expérience. Dans la démonstration précédente, l'utilisation du même cycle d'approche-retrait lors des calibrations de la sonde et durant les différentes mesures de gradient de force de Casimir est essentielle pour optimiser l'opération de comparaison.

3.2 Contrôle de l'échantillon

L'analyse des résultats expérimentaux réalisée dans la partie précédente accorde ainsi le même crédit aux deux mesures de gradient de force obtenues en configuration de couche mince. L'homogénéité de l'épaisseur de la couche métallique est un point que l'on peut remettre désormais en cause. Les conditions de préparation et la maîtrise de la configuration finale de l'échantillon devraient faire l'objet de plus d'attention : a t-on réellement une couche de 10 nm d'or sur un substrat de silicium ? quelle est en pratique la dispersion sur ce paramètre ? 1 nm ? 5 nm ? plus ? Les simulations numériques montrent de leur côté que le comportement classique des miroirs massifs réapparaît dès que la couche d'or dépasse 25 nm ou 30 nm. Une épaisseur nominale de 20 nm accompagnée d'une dispersion d'un point à l'autre de l'échantillon de quelques nanomètres pourrait fournir une explication plausible des faits expérimentaux observés. Cette hypothèse est également cohérente avec l'obtention d'un décalage plus faible de la courbe de force par rapport au modèle dont nous disposons : de manière grossière, il s'établit entre 6 et 10 nm alors que les simulations numériques le situent plutôt entre 15 et 20 nm pour un paramètre d'épaisseur de 10 nm. La connaissance de l'échantillon est pour le moment insuffisante pour valider ou invalider le modèle de force pour des couches minces. Dans tous les cas, que ce soit du côté de l'échantillon ou du côté du modèle, le problème reste ouvert : l'étude quantitative de l'effet de couche mince constitue la suite logique de ce travail de thèse.

Pour terminer, nous pouvons noter que la sonde de mesure devrait se montrer extrêmement sensible à l'épaisseur d'un revêtement métallique nanométrique : elle devrait ainsi offrir un outil d'analyse intéressant pour caractériser des objets nanostructurés.

Chapitre VIII

Conclusion

L'ensemble du travail expérimental réalisé durant cette thèse a permis le développement et la caractérisation d'un prototype de microscope de force de Casimir. L'objectif principal de l'appareil est de tester la force de Casimir pour différentes configurations de surface. Cette activité nécessite de nombreux degrés de liberté qui sont difficilement disponibles simultanément sur un microscope AFM commercial. La possibilité de positionner deux surfaces de taille micrométrique indépendantes l'une de l'autre sur plusieurs millimètres, avec une résolution de quelques dizaines de nanomètres, le tout sous vide, constitue la ligne directrice et l'un des principaux atouts du projet.

Le montage a permis de mettre en évidence l'existence d'un effet de couche mince métallique sur l'un des miroirs de Casimir. Cette expérience ne fournit pas en soi un résultat nouveau : elle ouvre cependant la voie vers des mesures quantitatives en lien avec des modèles théoriques. Elle souligne en particulier les principales difficultés inhérentes à la comparaison théorie-expérience de la force de Casimir. La calibration absolue de la sonde de mesure est une opération difficile qui exige un certain nombre de précautions pour pallier les artefacts internes de la méthode de mesure. La maîtrise de la configuration géométrique des surfaces constitue quant à elle un autre aspect des difficultés potentielles. Le microscope que nous avons construit a permis en particulier d'assurer le contrôle de la géométrie sphère-plan pour le test du film mince : la sonde de mesure utilisée offre un accord satisfaisant avec le modèle dans la configuration classique des miroirs massifs. La dernière mesure rappelle toutefois qu'un nouvel effort doit être porté sur la préparation des échantillons de couches minces. L'épaisseur doit en particulier être homogène sur une large étendue et connue avec une précision nano-

métrique. L'expérience montre néanmoins la sensibilité de l'appareil à la structuration interne de la surface d'un échantillon : l'altération de la force de Casimir par cette dernière laisse éventuellement entrevoir un nouveau mode d'imagerie non contact AFM d'analyse de surface.

L'étude de la force de Casimir intervient comme l'aboutissement d'un travail expérimental important, situé en amont, qui avait pour objectif la familiarisation de l'appareil en vue de mesures absolues. La prise en main du microscope qui en résulte constitue en ce sens une étape préalable vers l'objectif initial. La figure VIII.1 résume les trois principales étapes qui précèdent au final la mesure quantitative d'une force. Elles s'accompagnent de nombreuses difficultés expérimentales que nous avons détaillées tout au long du manuscrit et qui sont rappelées sur ce schéma. La calibration de la sonde de mesure se situe au cœur du projet de comparaison théorie-expérience : elle constitue avec la préparation de l'échantillon et de la sonde deux points essentiels qui ont exigé beaucoup d'attention durant cette thèse. Le comportement dynamique de la sonde de force et, plus généralement, le fonctionnement de l'ensemble du microscope ont également fait l'objet d'un grand intérêt : leurs études nous ont conduit à l'identification des limites physiques et technologiques de l'appareil. La compréhension de ces limites constitue une étape incontournable vers la réalisation de nouveaux montages offrant des performances supérieures. Deux microscopes sont actuellement en cours de réalisation et intègrent d'ores et déjà des propositions qui découlent de la caractérisation du prototype sur lequel nous avons travaillé : un à basse température, l'autre à température ambiante. Le déplacement des miroirs de Casimir l'un par rapport à l'autre devrait être réalisé dorénavant par un translateur asservi en position de résolution subnanométrique. La stabilité de la distance de séparation devrait quant à elle être assurée par une boucle de régulation qui nécessite la mise en place d'un capteur sensible à un déplacement nanométrique sonde-échantillon. A basse température, le phénomène de dérive thermique est largement atténué : ce système reste donc *a priori* réservé au second montage. De plus nous avons montré que la limite de résolution de gradient de force est produite par le mouvement brownien de la sonde : autour de 4 K, nous pouvons nous attendre à un gain d'un facteur dix sur la précision de mesure. Ce progrès devrait être appréciable pour l'étude de la force de Casimir entre des surfaces nanostructurées, mais devrait s'obtenir au prix de nombreux efforts expérimentaux : les basses températures imposent de nouvelles contraintes sur l'ensemble de l'appareil (Le positionnement assisté par une caméra n'est par exemple plus possible dans un tel environnement).

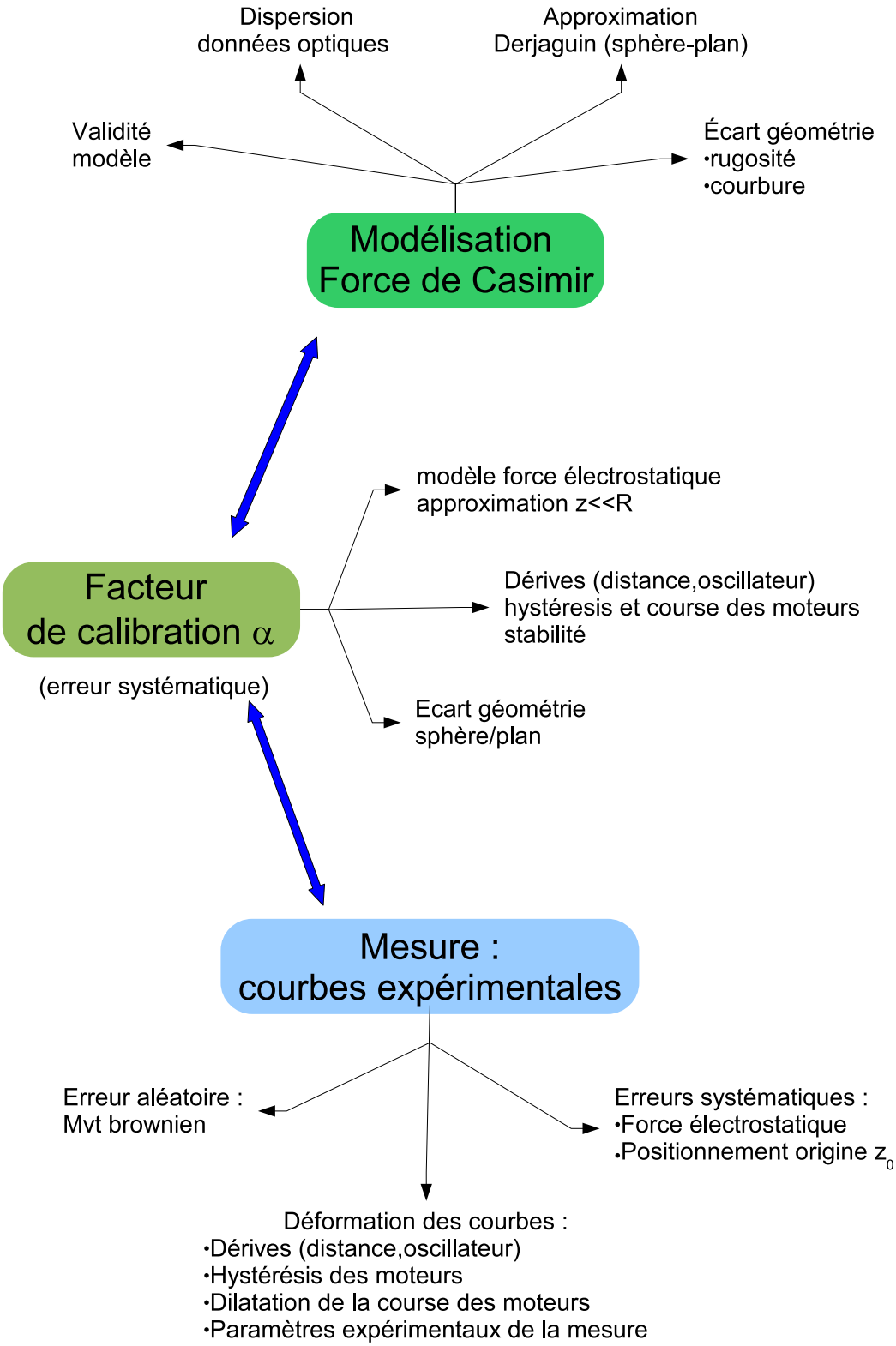


FIG. VIII.1 – Comparaison théorie-expérience de la force de Casimir

Bibliographie

[1] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop, and Federico Capasso. Quantum Mechanical Actuation of Microelectromechanical Systems by the Casimir Force. *Science*, 291(5510) :1941–1944, 2001.

[2] E. Buks and M. L. Roukes. Metastability and the Casimir Effect in Micromechanical Systems, 2000.

[3] Ronald J. Adler, Brendan Casey, and Ovid C. Jacob. Vacuum catastrophe : An elementary exposition of the cosmological constant problem. *American Journal of Physics*, 63(7) :620–626, 1995.

[4] E. Fischbach, D. E. Krause, V. M. Mostepanenko, and M. Novello. New constraints on ultrashort-ranged Yukawa interactions from atomic force microscopy. *Physical Review D*, 64 :075010, 2001.

[5] Roberto Onofrio. Casimir forces and non-Newtonian gravitation. *New Journal of Physics*, 8 :237, 2006.

[6] Roberto Onofrio and Lorenza Viola. Gravitation at the mesoscopic scale. *Mod. Phys. Lett. A*, 12 :1411, 1997.

[7] R. S. Decca, D. Lopez, E. Fischbach, G. L. Klimchitskaya, D. E. Krause, and V. M. Mostepanenko. Tests of new physics from precise measurements of the Casimir pressure between two gold-coated plates. *Physical Review D*, 75 :077101, 2007.

[8] M. L. Roukes. Nanoelectromechanical Systems, 2000.

[9] Mickael Roukes. Plenty of room indeed. *Scientific american*, 285 :48–57, 2001.

[10] Keith C. Schwab and Michael L. Roukes. Putting Mechanics into Quantum Mechanics. *Physics Today*, 58(7) :36–42, 2005.

[11] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop, and Federico Capasso. Nonlinear Micromechanical Casimir Oscillator. *Physical Review Letters*, 87 :211801, 2001.

[12] Francesco Intravaia. *Effet Casimir et interaction entre plasmons de surface*. PhD thesis, Université Paris VI Pierre et Marie Curie, 2005.

[13] F. Intravaia and A. Lambrecht. Surface plasmon modes and the Casimir energy. *Physical Review Letters*, 94 :110404, 2005.

[14] F. Intravaia and A. Lambrecht. The role of surface plasmon modes in the casimir effect. *OPEN SYS.AND INFORMATION DYN.*, 14 :159, 2007.

[15] F. Intravaia, C. Henkel, and A. Lambrecht. The role of surface plasmons in the casimir effect. *Physical Review A*, 76 :033820, 2007.

[16] I. G. Pirozhenko and A. Lambrecht. Casimir repulsion and metamaterials, 2008.

[17] Mariangela Lisanti, Davide Iannuzzi, and Federico Capasso. Observation of the skin-depth effect on the Casimir force between metallic surfaces. *Proc. Nat. Ac. Sci. USA*, 102 :11989, 2005.

[18] M. J. Sparnaay. Measurements of attractive forces between flat plates. *Physica*, 24 :751–764, 1958.

[19] Peter H. G. M. van Blokland and J. Theodoor G. Overbeek. Van der Waals forces between objects covered with a chromium layer. *J. Chem. Soc., Faraday Trans. 1*, 74 :2637 – 2651, 1978.

[20] W. Black, J.G.V. De Jongh, J.Th.G. Overbeek, and M.J. Sparnaay. *Trans. Faraday Soc.*, 56 :1597, 1960.

[21] D. Tabor and R.H.S. Winterton. *Nature*, 219 :1120, 1968.

[22] E.S. Sabisky and C.H. Anderson. *Phys. Rev. A*, 7 :790, 1973.

[23] S. K. Lamoreaux. Demonstration of the Casimir Force in the 0.6 to $6\mu m$ Range. *Phys. Rev. Lett.*, 78(1) :5–8, Jan 1997.

[24] U. Mohideen and Anushree Roy. Precision Measurement of the Casimir Force from 0.1 to $0.9\mu m$. *Phys. Rev. Lett.*, 81(21) :4549–4552, Nov 1998.

[25] Thomas Ederth. Template-stripped gold surfaces with 0.4 nm rms roughness suitable for force measurements : Application to the Casimir force in the 20–100-nm range. *Phys. Rev. A*, 62(6) :062104, Nov 2000.

[26] G. Bressi, G. Carugno, R. Onofrio, and G. Ruoso. Measurement of the Casimir Force between Parallel Metallic Surfaces. *Phys. Rev. Lett.*, 88(4) :041804, Jan 2002.

[27] R. S. Decca, D. López, E. Fischbach, and D. E. Krause. Measurement of the Casimir Force between Dissimilar Metals. *Phys. Rev. Lett.*, 91(5) :050402, Jul 2003.

[28] Simon Ledenmat. Rapport de stage de DUT, Grenoble I. 2007.

[29] Gauthier Torricelli. *Caractérisation des Interactions entre une Microsphère et une Surface Métalliques aux Echelles Nanométriques.* PhD thesis, Université Joseph Fourier, 2005.

[30] Cyriaque Genet, Astrid Lambrecht, and Serge Reynaud. The Casimir force and the quantum theory of lossy optical cavities. *Physical Review A*, 67 :043811, 2003.

[31] H. B. G. Casimir. On the attraction between two perfectly conducting plates. *Proc. K. Ned. Akad. Wet.*, 60 :793–795, 1948.

[32] E.M Lifshitz. *Sov. Phys. JETP 2*, 73, 1956.

[33] A. Lambrecht, P. A. Maia Neto, and S. Reynaud. The casimir effect within scattering theory. *New Journal of Physics*, 8 :243, 2006.

[34] A. Lambrecht, M. T. Jaekel, and S. Reynaud. The Casimir force for passive mirrors. *Physics Letters A*, 225 :188, 1997.

[35] E.J.W. Verweey and J.Th.G. Overbeek. *Theory of the Stability of Lyophobic Colloids.* 1948.

[36] H. B. G. Casimir and D. Polder. The influence of retardation on the London-van der Waals forces. *Physical Review*, 73 :360–372, 1948.

[37] Cyriaque Genet. *La Force de Casimir entre deux miroirs métallique à température non nulle.* PhD thesis, Université Paris VI Pierre et Marie Curie, 2002.

[38] I. Pirozhenko, A. Lambrecht, and V. B. Svetovoy. Sample dependence of the Casimir forces. *New Journal of Physics*, 8 :238, 2006.

[39] B.V. Derjaguin, I.I. Abrikosova, and E.M. Lifshitz. *Quart. Rev.*, 10 :295, 1968.

[40] Cyriaque Genet, Astrid Lambrecht, Paulo Maia Neto, and Serge Reynaud. The Casimir force between rough metallic plates. *Europhysics Letters*, 62 :484, 2003.

[41] Paulo A. Maia Neto, Astrid Lambrecht, and Serge Reynaud. Roughness correction to the Casimir force : Beyond the Proximity Force Approximation. *Europhysics Letters*, 69 :924, 2005.

[42] Serge Reynaud, Paulo A. Maia Neto, and Astrid Lambrecht. Casimir energy and geometry : beyond the proximity force approximation, 2007.

[43] Astrid Lambrecht P A Maia Neto and Serge Reynaud. Roughness correction in the casimir effect with metallic plates. *Journal of Physics A : Mathematical and General*, 39(21) :6517–6523, 2006.

[44] Paulo A. Maia Neto, Astrid Lambrecht, and Serge Reynaud. Casimir effect with rough metallic mirrors. *Physical Review A*, 72 :012115, 2005.

[45] Cyriaque Genet, Astrid Lambrecht, and Serge Reynaud. Temperature dependence of the Casimir effect between metallic mirrors. *Phys. Rev. A*, 62(1) :012110, Jun 2000.

[46] A. Lambrecht, I. Pirozhenko, L. Duraffourg, and Ph. Andreucci. The Casimir effect for silicon and gold slabs. *Europhysics Letters (EPL)*, 77(4) :44006 (5pp), 2007.

[47] I. G. Pirozhenko and A. Lambrecht. Influence of slab thickness on the casimir force. *Physical Review A*, 77 :013811, 2008.

[48] Eric R.I. Abraham and Eric A. Cornell. Teflon Feedthrough for Coupling Optical Fibers Into Ultrahigh Vacuum Systems. *Appl. Opt.*, 37(10) :1762–1763, 1998.

[49] Mischa Hoogeman. *Surfaces in motion : a variable temperature scanning tunneling microscopy study.* PhD thesis, Leiden University, 1998.

[50] PI. *Designing with Piezoelectric Transducers : Nanopositioning Fundamentals.*

[51] piezosystem jena GmbH. *Piezoline.*

[52] O. Arcizet, P.-F. Cohadon, T. Briant, M. Pinard, and A. Heidmann. Radiation-pressure cooling and optomechanical instability of a micromirror. *Nature*, 444 :71–74, November 2006.

[53] D. Rugar, H. J. Mamin, and P. Guethner. Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 55(25) :2588–2590, 1989.

[54] H. J. Mamin and D. Rugar. Sub-attonewton force detection at millikelvin temperatures. *Applied Physics Letters*, 79(20) :3358–3360, 2001.

[55] T. D. Stowe, K. Yasumura, T. W. Kenny, D. Botkin, K. Wago, and D. Rugar. Attonewton force detection using ultrathin silicon cantilevers. *Applied Physics Letters*, 71(2) :288–290, 1997.

[56] John A. Sidles and Daniel Rugar. Signal-to-noise ratios in inductive and mechanical detection of magnetic resonance. *Phys. Rev. Lett.*, 70(22) :3506–3509, May 1993.

[57] T. R. Albrecht, P. Grutter, D. Horne, and D. Rugar. Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal of Applied Physics*, 69(2) :668–673, 1991.

[58] Claude Cohen-Tannoudji. Cours du collège de France. 1977-1978.

[59] Noëlle Pottier. Physique statistique hors d'équilibre : équation de Boltzmann, réponse linéaire. 2000.

[60] Morikazu Toda, Ryogo Kubo, and Nobuhiko Saito. *Statistical Physics I : Equilibrium Statistical Mechanics (Springer Series in Solid-State Sciences)*. Springer, 3 2004.

[61] U. Gysin, S. Rast, P. Ruff, E. Meyer, D. W. Lee, P. Vettiger, and C. Gerber. Temperature dependence of the force sensitivity of silicon cantilevers. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 69(4) :045403, 2004.

[62] Ron Lifshitz and M. L. Roukes. Thermoelastic damping in micro- and nanomechanical systems. *Phys. Rev. B*, 61(8) :5600–5609, Feb 2000.

[63] A. N. Cleland and M. L. Roukes. Noise processes in nanomechanical resonators. *Journal of Applied Physics*, 92(5) :2758–2769, 2002.

[64] Z. Hao, A. Erbil, and F. Ayazi. An analytical model for support loss in micromachined beam resonators with in-plane flexural vibrations. *Sensors and Actuators A : Physical*, 109 :156–164(9), 1 December 2003.

[65] Neil E. Jenkins, Lauren P. DeFlores, Jack Allen, Tse Nga Ng, Sean R. Garner, Seppe Kuehn, Jahan M. Dawlaty, and John A. Marohn. Batch fabrication and characterization of ultrasensitive cantilevers with submicron magnetic tips. *Journal of Vacuum Science Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, 22(3) :909–915, 2004.

[66] Andrew N. Cleland. *Foundations of Nanomechanics*. Springer, 1 edition, 8 2004.

[67] P. F. Cohadon, A. Heidmann, and M. Pinard. Cooling of a mirror by radiation pressure. *Physical Review Letters*, 83 :3174, 1999.

[68] M. Pinard, P. F. Cohadon, T. Briant, and A. Heidmann. Full mechanical characterization of a cold damped mirror. *Physical Review A*, 63 :013808, 2000.

[69] Asa Hopkins, Kurt Jacobs, Salman Habib, and Keith Schwab. Feedback cooling of a nanomechanical resonator. *Physical Review B*, 68 :235328, 2003.

[70] C. Bradaschia, R. del Fabbro, A. di Virgilio, A. Giazotto, H. Kautzky, V. Montelatici, D. Passuello, A. Brillet, O. Cregut, P. Hello, C. N. Man, P. T. Manh, A. Marraud, D. Shoemaker, J. Y. Vinet, F. Barone, L. di Fiore, L. Milano, G. Russo, J. M. Aguirregabiria, H. Bel, J. P. Duruisseau, G. Le Denmat, P. Tourrenc, M. Capozzi, M. Longo, M. Lops, I. Pinto, G. Rotoli, T. Damour, S. Bonazzola, J. A. Marck, Y. Gourghoulon, L. E. Holloway, F. Fuligni, V. Iafolla, and G. Natale. The VIRGO Project : A wide band antenna for gravitational wave detection. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 289 :518–525, April 1990.

[71] A. Abramovici, W. E. Althouse, R. W. P. Drever, Y. Gursel, S. Kawamura, F. J. Raab, D. Shoemaker, L. Sievers, R. E. Spero, and K. S. Thorne. LIGO - The Laser Interferometer Gravitational-Wave Observatory. *Science*, 256 :325–333, April 1992.

[72] K. C. Schwab and M. L. Roukes. Putting Mechanics into Quantum Mechanics. *Physics Today*, 58 :36–42, July 2005.

[73] M. D. LaHaye, O. Buu, B. Camarota, and K. C. Schwab. Approaching the Quantum Limit of a Nanomechanical Resonator. *Science*, 304 :74–78, April 2004.

[74] D. Kleckner and D. Bouwmeester. Sub-kelvin optical cooling of a micromechanical resonator. *Nature*, 444 :75–78, November 2006.

[75] S. Gigan, H. R. Böhm, M. Paternostro, F. Blaser, G. Langer, J. B. Hertzberg, K. C. Schwab, D. Bäuerle, M. Aspelmeyer, and A. Zeilinger. Self-cooling of a micromirror by radiation pressure. *Nature*, 444 :67–70, November 2006.

[76] M. Li, H. X. Tang, and M. L. Roukes. Ultra-sensitive NEMS-based cantilevers for sensing, scanned probe and very high-frequency applications. *Nature Nanotechnology, Volume 2, Issue 2, pp. 114-120 (2007).*, 2 :114–120, February 2007.

[77] K. L. Ekinci and M. L. Roukes. Nanoelectromechanical systems. *Review of Scientific Instruments*, 76 :1101–+, June 2005.

[78] K. L. Ekinci, Y. T. Yang, and M. L. Roukes. Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems. *Journal of Applied Physics*, 95(5) :2682–2689, 2004.

[79] S. Rast, C. Wattinger, U. Gysin, and E. Meyer. Dynamics of damped cantilevers. *Review of Scientific Instruments*, 71(7) :2772–2775, 2000.

[80] Clarence Zener. *Elasticity and anelasticity of metals.* Univ. of Chicago Press, 1948.

[81] Franz J. Giessibl. Advances in atomic force microscopy. *Reviews of Modern Physics*, 75 :949, 2003.

[82] M. Pinard, Y. Hadjar, and A. Heidmann. Effective mass in quantum effects of radiation pressure. *Eur. Phys. J. D*, 7 :107, 1999.

[83] D Kleckner and D Bouwmeester. Sub-kelvin optical cooling of a micromechanical resonator. *Nature*, 444 :75–78, nov 2006.

[84] C. H. Metzger and K. Karrai. Cavity cooling of a microlever. *Nature*, 432 :1002–1005, December 2004.

[85] Glenn C. Ratcliff, Dorothy A. Erie, and Richard Superfine. Photothermal modulation for oscillating mode atomic force microscopy in solution. *Applied Physics Letters*, 72(15) :1911–1913, 1998.

[86] Steve P. Beeby, Graham Ensel, and Michael Kraft. *MEMS Mechanical Sensors.* Artech House Publishers, 5 2004.

[87] Astrid Lambrecht and Serge Reynaud. Casimir force between metallic mirrors. *European Physical Journal D*, 8 :309, 2000.

[88] Emile Durand. *Electrostatique (tomes I, II et III).* 1966.

[89] Sylvain Hudlet. *Etude des propriétés électrostatiques de surface par Microscopie à Force Atomique : L'exemple de la triboélectricité.* PhD thesis, Université Paris VII Denis Diderot, 1997.

[90] F. Chen, U. Mohideen, G. L. Klimchitskaya, and V. M. Mostepanenko. Experimental test for the conductivity properties from the Casimir force between metal and semiconductor. *Physical Review A*, 74 :022103, 2006.

[91] D. Rugar and P. Grütter. Mechanical parametric amplification and thermomechanical noise squeezing. *Phys. Rev. Lett.*, 67(6) :699–702, Aug 1991.

[92] U. Rabe, K. Janser, and W. Arnold. Vibrations of free and surface-coupled atomic force microscope cantilevers : Theory and experiment. *Review of Scientific Instruments*, 67(9) :3281–3293, 1996.

[93] Tilman E Schäffer. Calculation of thermal noise in an atomic force microscope with a finite optical spot size. *Nanotechnology*, 16(6) :664–670, 2005.

[94] Serge Reynaud. Introduction à la réduction du bruit quantique. *Ann. Phys. Fr.*, 15 :63–162, 1990.

[95] Alain Aspect and Philippe Grangier. *Optique Quantique 2 : Photons.* Ecole Polytechnique, 2006.

[96] Claude Cohen-Tannoudji, Jacques Dupont-Roc, and Gilbert Grynberg. *Photons et atomes.* EDP Sciences.

[97] Claude Cohen-Tannoudji, Jacques Dupont-Roc, and Gilbert Grynberg. *Processus d'interaction entre photons et atomes.* EDP Sciences, 1 2000.

Table des figures

I.1 Le microscope de force de Casimir 16
I.2 La force de Casimir entre une microsphère et un miroir plan 17
I.3 Images MEB de microsphères 18

II.1 Fluctuations du champ électrique dans l'état du vide 22
II.2 Pression de radiation des fluctuations du vide 23
II.3 Pondération de la pression de radiation 24
II.4 Configuration des miroirs parfaits 25
II.5 Facteur correctif η_F pour deux miroirs en or 28
II.6 La force de Casimir en géométrie plan sphère 29
II.7 Gradient de force de Casimir en géométrie sphère-plan 30
II.8 La rugosité des surfaces 31

III.1 Modèles de gradient de force de Casimir 37
III.2 Le cœur du microscope 38
III.3 Le montage expérimental 39
III.4 Introduction de la fibre optique dans la chambre à vide 41
III.5 Dilatation du cadre. 42
III.6 Dérive en position. 44
III.7 Dérive entre la sonde et l'échantillon. 44
III.8 Tour de nanopositionnement XYZ Atto**cube**. 45
III.9 Phases de fonctionnement du moteur inertiel. 46
III.10 Perturbations mécaniques des moteurs inertiels 47
III.11 Déplacement du moteur inertiel en fonction du nombre de pas réalisés. 47
III.12 Cycle d'hystérésis d'une céramique piézoélectrique 49
III.13 Fluage. 50
III.14 Orientation de la surface 51
III.15 Balayage du signal de détection 52
III.16 Ajustement des phases d'approche et de retrait. 53
III.17 Extension du scanner 54
III.18 Cycle d'approche retrait et dérive 55
III.19 Position absolue du scanner 55
III.20 Banc de détection optique 57
III.21 Propagation du faisceau laser dans le circuit fibré 58
III.22 Points de fonctionnement du détecteur 59
III.23 Couplage du faisceau retour S_2 avec la fibre optique 61

III.24 Réponse du convertisseur courant-tension FEMTO DLCPA 200 63
III.25 Stabilisation du système de détection 64
III.26 Introduction du bruit dans la chaîne de détection 65
III.27 Etude du bruit d'intensité laser 67
III.28 Densité spectrale de bruit d'intensité laser 67
III.29 Niveau de bruit du faisceau laser à 50kHz 68
III.30 Résolution du détecteur en fonction de la puissance laser 69
III.31 Visibilité des franges : r normalisé 70
III.32 Résolutions S_{XX} et S_{VV} du détecteur lors de la réduction de la longueur de la cavité 71
III.33 Réduction du bruit S_{VV} par suppression des réflexions internes 72
III.34 Configuration expérimentale : soustraction du bruit d'intensité 73
III.35 Suppression du bruit d'intensité laser à 50 kHz 74
III.36 Réduction du bruit du signal d'intensité laser I1 75
III.37 Réduction du bruit d'intensité du détecteur de position 76
III.38 Réduction du bruit sur le signal de position 78

IV.1 Domaine d'étude de la force de Casimir 81
IV.2 Modélisation du microlevier 82
IV.3 Modélisation de l'action de l'environnement 84
IV.4 Echange d'énergie avec le bain thermique à l'équilibre 86
IV.5 Réponse $|H(\omega)|$ du microlevier 87
IV.6 Le phénomène de résonance 87
IV.7 Réponse à un échelon de force 88
IV.8 Réponse $|H(\omega)|^2$ du microlevier 89
IV.9 Oscillations libres du microlevier 90
IV.10 Densité spectrale de bruit de position 91
IV.11 Composition du bruit de position 92
IV.12 Estimation de l'incertitude de mesure 96
IV.13 Energie potentielle de l'oscillateur plongé dans un champ de force 99
IV.14 L'oscillateur intégré dans une boucle de rétroaction : H_G 100
IV.15 Plan de Fresnel 101
IV.16 bruit de fréquence 103
IV.17 Distribution de probabilité $P(x_G)$ 104
IV.18 Trajectoires de l'oscillateur dans le plan de phase 107
IV.19 Application d'une force d'amortissement 110
IV.20 Modification de la réponse mécanique $|H(\omega)|^2$ 111
IV.21 Amortissement du mouvement brownien 113
IV.22 Flux d'énergie 114
IV.23 Introduction de bruits de position 116
IV.24 Observations des effets du bruit de détection 117
IV.25 Localisation des sources de bruit 117
IV.26 Température limite de refroidissement 118
IV.27 Efficacité du processus de refroidissement 119
IV.28 Instabilités induites par l'actuateur bimorphe 121
IV.29 Densités spectrales $S_{X_\mathrm{m}X_\mathrm{m}}$ et $S_{X_tX_t}$ 121

V.1 La sonde de force . . . 125
V.2 Modélisation du microlevier . . . 126
V.3 Contraintes internes : force et moment . . . 127
V.4 Approximation de la masse ponctuelle . . . 128
V.5 Recherche des modes propres . . . 130
V.6 Profil des modes propres 0 et 1 . . . 131
V.7 Le mode fondamental d'oscillation . . . 132
V.8 Configuration expérimentale . . . 134
V.9 Densité spectrale de bruit de position . . . 139
V.10 Profils du mouvement brownien des modes 0 et 1 . . . 140
V.11 Profils du mouvement brownien en présence d'une microsphère . . . 141
V.12 Variation de la fréquence de résonance avec la température du laboratoire . . . 149
V.13 Dérive thermique de la fréquence de résonance . . . 150
V.14 Action en retour de la cavité optique . . . 152
V.15 Actionnement thermique . . . 154
V.16 Excitation d'un microlevier par un faisceau laser . . . 155
V.17 Echange d'énergie thermique . . . 156
V.18 Modification de la réponse mécanique du microlevier . . . 157
V.19 Fréquence de résonance en fonction de la distance fibre-microlevier . . . 158
V.20 Génération de la force thermique . . . 158
V.21 Paramètres γ et f_{res} du mode fondamental en fonction de la puissance laser . 159
V.22 Paramètres de la réponse mécanique du mode 1 d'oscillation . . . 160
V.23 Le coefficient de dissipation en fonction de la fréquence de résonance . . . 161
V.24 Densité spectrale de bruit de position . . . 162
V.25 Le mouvement brownien du mode fondamental . . . 163

VI.1 L'effet Casimir . . . 167
VI.2 Distribution des efforts sur le microlevier . . . 168
VI.3 La force capacitive . . . 170
VI.4 Test de l'approximation de la force et du gradient de force électrostatique . . . 172
VI.5 Estimation des calottes électrostatique et de Casimir . . . 173
VI.6 Potentiel de contact entre deux métaux . . . 174
VI.7 Balayage de la tension sonde échantillon . . . 175
VI.8 Force électrostatique résiduelle . . . 175
VI.9 Le potentiel de contact V_c . . . 176
VI.10 Configuration expérimentale . . . 178
VI.11 Balayage de la surface de gradient de force . . . 180
VI.12 Calibration : cycle d'approche-retrait . . . 181
VI.13 Surface de gradient de force électrostatique . . . 183
VI.14 Courbes de niveau isogradients . . . 184
VI.15 Dérive de la distance sonde-échantillon . . . 185
VI.16 Correction de la dérive sur le paramètre z_0 . . . 187
VI.17 Analyse quantitative des courbes isogradients . . . 188
VI.18 Distribution des points de mesure . . . 189
VI.19 Ecart avec le modèle d'ajustement . . . 190
VI.20 Réponse mécanique de l'oscillateur couplé au bimorphe . . . 191
VI.21 Réponse de l'excitateur bimorphe . . . 192

VI.22 Fréquences d'excitation et de résonance 193
VI.23 La phase de l'oscillateur et du bimorphe 195
VI.24 Transformation L de la fréquence f_e 196
VI.25 Application de la transformation L 197
VI.26 Perturbation mécanique du bimorphe 199
VI.27 Soustraction de la composante de force de Casimir 200
VI.28 Correction de la dérive et positionnement 202
VI.29 Mesure de Gradient de force de Casimir : mesure 1 203
VI.30 Mesure de Gradient de force de Casimir : mesure 2 203
VI.31 Ecart avec le modèle théorique 204
VI.32 Résolution expérimentale et théorique 205
VI.33 Réponse du microlevier en présence d'un potentiel non linéaire 206
VI.34 Réduction de l'amplitude d'excitation 207
VI.35 Régime de mesure non linéaire 207

VII.1 Échantillon mis en place pour l'étude de l'effet de couche mince 210
VII.2 Le cycle de mesure 212
VII.3 Dérive de la fréquence de résonance du microlevier 213
VII.4 La dérive de la distance microsphère-échantillon 214
VII.5 Estimation de la dérive en position 215
VII.6 Comparaison des phases d'approche et de retrait 216
VII.7 Trajectoire de la séquence de mesure 217
VII.8 Test du facteur de calibration 217
VII.9 Gradient de force de Casimir 218
VII.10 Correction de la dérive en fréquence 219
VII.11 Test du facteur de calibration α 220
VII.12 Gradient de force de Casimir : effet de couche mince (mesure B) 220
VII.13 Mesure de gradient de force (mesure C) 221
VII.14 Comparaison des trois campagnes de mesure de gradient de force 222
VII.15 Bilan des difficultés expérimentales de l'étude du gradient de force de Casimir 223
VII.16 Position de la courbe de force de Casimir 225

VIII.1 Comparaison théorie-expérience de la force de Casimir 231

A.1 Bruit quantique de deux photodiodes 248

B.1 Scheme of the experimental setup up. The XYZ positioning system attocube, on which the sample stage is mounted and the optical fiber based interferometer above the end of the microlever are not shown for simplicity. 254

B.2 Noise spectrum density of the microlever oscillations around its resonance frequency. The Brownian motion peak exhibits a Lorentzian shape profile that is consistent with an harmonic oscillator model. Fit parameters characterize the mechanical response as follows : $f_0 = 50182.4$ Hz, $\gamma = 98$ rad.s^{-1}, position standard deviation generated by thermal bath coupling $< \zeta^2 >= 376 \pm 30$ pm^2. The detection noise at 0.11 pm^2/Hz is negligible in vicinity of the resonance frequency. Force noise analysis sets the force resolution at 13 fN/$\sqrt{\text{Hz}}$, when working in dynamic mode. As a result, the smallest force gradient that can be detected is 1.3 10^{-6} N.m^{-1} when the oscillation amplitude a_0 is set to 10.2 nm. 255

B.3 The Casimir force gradient measurement in the 100-600 nm range. The graph displays experimental data sets associated to the retract and approach phases as lines. The dashed line corresponds to the Casimir force theoretical model that takes into account the finite conductivity of gold, whereas the dotted line indicates the perfect behavior of the force derived in 1948 by Casimir himself. 257

B.4 Discrepancy between the force gradient measurement and the theoretical model. At short distance, systematic uncertainty dominates over the experimental statistical uncertainty and the theoretical assessment uncertainty. Here a 3% deviation is observed with a specific theoretical curve, therefore it is consistent with the experimental error analysis. 258

C.1 The optical fiber based interferometer is sensitive to oscillator motion. A microsphere is glued on the lever, thus placing mode 1 node almost at the end of the structure. The back of the lever and the optical fiber end are forming a poor finesse cavity : as indicated in the inset, intracavity intensity is cavity length dependent with period $\lambda/2$, where $\lambda_L = 670$ nm is the laser wavelength. Modulation is nevertheless expected to be very weak. 268

C.2 In graph (a) and (b), dissipation rates for mode 0 and 1 are plotted against Laser intensity in arbitrary unit, at each cavity detuning z_{+0} and z_{-0}. At 2000 a.u. optical power is in the order of 500 μW. Graph (c) and (d) display resonance frequency shift generated by thermal force and lever heating : for mode 1, latest process appears to be the dominant one, since frequency shift is decreasing in both case whatever the cavity detuning. Graph (d) reveals change of resonant frequency produced by heating through the dotted line : as a result, it accounts for slope difference between the two branchs z_{+0} and z_{-0}. Hatched area is related to instability behavior we observed on mode 0 for z_{-0}, when making γ_0 negative. Mechanical parameters for mode 0 and 1 are acquired simultaneously through thermal mechanical noise analysis : Brownian motion peaks are fitted with Lorentzian shape curve, whose parameters are ω_i, γ_i, curve area $< z_i^2 >$ and pedestal y_i. 268

C.3 In graphs (a) and (b), Brownian motion of mode i, $i = 0, 1$, $< z_i^2 >$ is plotted against laser intensity, which is proportional to damping rate γ_i. For each cavity position (z_{+0} and z_{-0}), mechanical noise suits relation $T_{eff} = k < z_i^2 > /k_B = \gamma_i/(\gamma_i + \Delta\gamma_i)$. Graph (c) displays noise spectrum density around fundamental resonant frequency, when increasing laser intensity. According to cavity detuning, Brownian motion is damped (z_{+0}) or enhanced (z_{-0}). $< z_i^2 >$ is measured as the area under the Lorentzian shape curve without the pedestal which is related to detection noise around 0.5 pm^2/Hz depending on laser intensity. 269

Liste des tableaux

I.1 Etudes expérimentales de l'effet Casimir 15

III.1 Estimations des bruits de grenaille produits au niveau de chaque photodiode 75

V.1 Le microlevier 139
V.2 Mouvement brownien des modes 0 et 1 140
V.3 Mouvement brownien des modes 0 et 1 140

VI.1 Facteurs de calibration 198

VII.1 Paramètres expérimentaux des trois séries de mesures (mesure B) 219
VII.2 Paramètres expérimentaux de la mesure C 221

Annexe A

Corrélation de signaux de photodétection

1 Observation d'un bruit de photon

Cette annexe propose une analyse de l'expérience de soustraction de deux signaux de photodétection réalisée avec l'aide d'un coupleur de fibres optiques X 50/50 (chapitre III). Un faisceau laser est introduit dans une fibre optique puis est partagé par le coupleur selon deux branches pour atteindre enfin deux photodiodes phd_3 et phd_4 (numérotation associée à la Fig. A.1). La soustraction I des deux signaux de détection I_3 et I_4 présente des propriétés intéressantes :

$$< I >=< I_3 - I_4 >= 0 \tag{A.1}$$

A 50 kHz, nous avons constaté que sa densité spectrale de bruit vérifiait :

$$S_{II} = 4I\text{e} \tag{A.2}$$

Ce bruit d'origine quantique s'identifie au bruit de photon du faisceau laser.

2 Cas de la lame séparatrice

Une interprétation de ce résultat peut être menée sur la base d'un système plus simple constitué d'une lame séparatrice 50/50 qui partage en deux un faisceau optique dans un état quasi-classique (figure A.1). Le formalisme utilisé pour traiter ce problème est basé sur l'optique quantique [94, 95, 96, 97]. L'ensemble des propriétés des faisceaux optiques se calcule à partir d'opérateurs de champ dont l'évolution dans le cadre de notre problème est proche de celle de l'électrodynamique classique. Dans ces conditions, le mode monochromatique $(\omega_l, \mathbf{k}_l)$ est décrit par l'opérateur champ électrique :

$$\widehat{\mathbf{E}}(\mathbf{r}, t) = i\varepsilon_\omega \widehat{a}_l e^{i(\mathbf{k}_l \cdot \mathbf{r} - \omega t)} - i\varepsilon_\omega \widehat{a}_l{}^+ e^{-i(\mathbf{k}_l \cdot \mathbf{r} - \omega t)} \tag{A.3}$$

Pour simplifier l'analyse quantitative du problème, le raisonnement est mené sur la base de l'opérateur « nombre de photon » $\widehat{N}_l = \widehat{a}_l{}^+ \widehat{a}_l$ construit à partir des opérateurs « création » et « destruction de photons ».

Il s'agit de déterminer les résultats de mesure d'une expérience dans laquelle un état de champ entrant composé d'un produit tensoriel d'un état quasiclassique $|1 : \alpha >$ et du

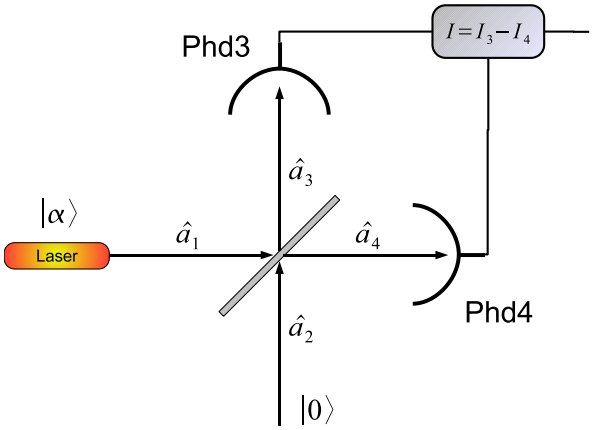


FIG. A.1 – Bruit quantique de deux photodiodes

vide $|2:0>$ traverse une lame séparatrice avant d'être détecté par deux photodiodes. Les descriptions du processus de diffusion d'un champ quantique par une lame et du processus de photodétection permettent d'accéder aux grandeurs d'intérêt. Nous pouvons dès à présent noter que l'originalité des résultats obtenus par rapport à un traitement d'optique classique repose en grande partie par la prise en compte des fluctuations de point zéro du champ électromagnétique qui se couplent à l'état quasiclassique $|1:\alpha>$.

2.1 Diffusion par une lame séparatrice 50/50

La lame séparatrice réalise une diffusion unitaire 50/50 des champs entrants E_1 et E_2. Les transformations des opérateurs « champ électrique » au niveau de la lame suivent les mêmes lois que celles de l'optique classique :

$$\widehat{a_3} = \frac{1}{\sqrt{2}}\widehat{a_1} + \frac{1}{\sqrt{2}}\widehat{a_2} \tag{A.4}$$

$$\widehat{a_4} = \frac{1}{\sqrt{2}}\widehat{a_1} - \frac{1}{\sqrt{2}}\widehat{a_2} \tag{A.5}$$

L'introduction d'un signe moins permet d'assurer entre autres l'unitarité de la transformation entrée-sortie.

2.2 Signal de photodétection

Le photodétecteur réalise une mesure de l'intensité lumineuse associée à l'état du champ électromagnétique. La description au niveau quantique d'une telle mesure nécessite l'introduction d'un opérateur de photodétection I qui permet de calculer le courant produit par le faisceau optique :

$$I = \beta\, \widehat{E}^{-}\widehat{E}^{+} = \beta'\, \widehat{a}^{+}\widehat{a} \tag{A.6}$$

Les photodiodes utilisées possèdent une efficacité quantique proche de 1 pour un faisceau monochromatique de longueur d'onde $\lambda = 670$ nm. La détection d'un photon génère ainsi un électron. Nous considérerons, pour la suite, la mesure du nombre d'électrons produits par le processus de photodétection pendant un temps T et décrit par l'opérateur $\widehat{N} = \widehat{a}^{+}\widehat{a}$.

2.3 Description d'un état quasiclassique

Les états du champ électromagnétique $|n>$ correspondent aux états de Fock et vérifient :

$$\widehat{a}|0>=0 \qquad \widehat{a}^{+}|0>=|0> \tag{A.7}$$

De même,

$$<0|\widehat{a}^{+}=0 \qquad <0|\widehat{a}=<0| \tag{A.8}$$

Enfin,

$$\left[\widehat{a}_i,\widehat{a}_j^{+}\right]=\delta_{ij} \tag{A.9}$$

$$[\widehat{a}_i,\widehat{a}_j]=0 \tag{A.10}$$

L'état quasiclassique est défini par :

$$|\alpha>=e^{-\frac{|\alpha|^2}{2}}\sum_{n=0}^{+\infty}\frac{\alpha^n}{\sqrt{n!}}|n> \qquad \widehat{a}|\alpha>=\alpha|\alpha> \tag{A.11}$$

Le nombre de photons $N=\widehat{a}^{+}\widehat{a}$ détectés pendant le temps T admet pour valeur moyenne :

$$<N>=<\alpha|N|\alpha>=|\alpha|^2 \tag{A.12}$$

Son écart quadratique moyen s'évalue à :

$$<(N-<N>)^2> = <\alpha|N^2|\alpha>-(<\alpha|N|\alpha>)^2 \tag{A.13}$$

$$= |\alpha|^2(|\alpha|^2+1)-\left(|\alpha|^2\right)^2 \tag{A.14}$$

$$= |\alpha|^2 \tag{A.15}$$

Le nombre de photons et d'électrons produits lors de leur photodétection pendant un temps T suivent une distribution de Poisson. La probabilité $P(n)$ de détecter n photons ou électrons (Gain quantique de la photodiode de 100 %) est :

$$P(n)=|<n|\alpha>|^2=e^{-|\alpha|^2}\frac{|\alpha^2|^n}{n!} \tag{A.16}$$

$|\alpha|^2$ apparaît ainsi comme le nombre moyen et l'écart quadratique moyen de photons présents dans la rayonnement pendant une période T.

2.4 Bruit quantique des signaux de photodétection

Les propriétés des signaux de mesures peuvent désormais être calculées sur la base des hypothèses précédentes. Le signal au niveau de chaque photodiode est donné par :

$$<N_3>=<1:\alpha|\otimes<2:0|\,\widehat{a_3}^{+}\widehat{a_3}\,|1:\alpha>\otimes|2:0> \tag{A.17}$$

Or,

$$\widehat{a_3}^{+}\widehat{a_3}=\frac{\widehat{a_1}^{+}\widehat{a_1}+\widehat{a_2}^{+}\widehat{a_2}+\widehat{a_2}\widehat{a_1}^{+}+\widehat{a_1}\widehat{a_2}^{+}}{2} \tag{A.18}$$

ainsi :

$$<N_3>=<1:\alpha|\frac{\widehat{a_1}^{+}\widehat{a_1}}{2}|1:\alpha><2:0||2:0> \tag{A.19}$$

enfin :

$$< N_3 >=< N_4 >= \frac{< N_1 >}{2} = \frac{|\alpha|^2}{2} \tag{A.20}$$

La soustraction des intensités des deux photodétecteurs admet donc pour valeur moyenne :

$$< \Delta >=< N_3 - N_4 >= 0 \tag{A.21}$$

Les fluctuations du nombre de photons s'obtiennent quant à elles avec :

$$\Delta^2 = (N_3 - N_4)(N_3 - N_4) \tag{A.22}$$

Comme

$$\Delta = \widehat{a_1}^+\widehat{a_2} + \widehat{a_2}^+\widehat{a_1} \tag{A.23}$$

cet opérateur adopte la forme :

$$\Delta^2 = (\widehat{a_1}^+)^2(\widehat{a_2})^2 + (\widehat{a_2}^+)^2(\widehat{a_1})^2 + \widehat{a_2}\widehat{a_2}^+\widehat{a_1}^+\widehat{a_1} + \widehat{a_2}^+\widehat{a_2}\widehat{a_1}\widehat{a_1}^+ \tag{A.24}$$

en utilisant les relations de commutations des opérateurs de destruction et de création :

$$\Delta^2 = (\widehat{a_1}^+)^2(\widehat{a_2})^2 + (\widehat{a_2}^+)^2(\widehat{a_1})^2 + \widehat{a_2}^+\widehat{a_2}\widehat{a_1}^+\widehat{a_1} + \widehat{a_2}^+\widehat{a_2}\widehat{a_1}^+\widehat{a_1} + \widehat{a_2}^+\widehat{a_2} + \widehat{a_1}^+\widehat{a_1} \tag{A.25}$$

Finalement seul le dernier terme apporte une contribution non nulle aux fluctuations d'intensité $I = I_3 - I_4$:

$$< \Delta^2 >=< N_1 >= |\alpha|^2 \tag{A.26}$$

Ainsi, si le flux moyen de photons détectés sur la photodiode Phd3 est n, alors le courant moyen I_3 s'élève à :

$$I_3 = ne \tag{A.27}$$

Dans la relation (A.20), on identifie le nombre de photons ou d'électrons générés à $|\alpha^2|/2 = nT$, puisque la mesure a lieu sur un temps T. les fluctuations du nombre de charges détectées $Q = Q_3 - Q_4$ pendant le temps de mesure T vérifient quant à elles :

$$< Q^2 >= 2nTe^2 = 2I_3Te \tag{A.28}$$

Or :

$$< Q^2 >=< \int_0^T I(t)dt \int_0^T I(t')dt' > \tag{A.29}$$

Le processus étant stationnaire :

$$< Q^2 >= \int_0^T \int_0^T < I(t-t')I(0) > dtdt' \tag{A.30}$$

On introduit la fonction d'autocorrélation du courant $C(t-t') =< I(t-t')I(0) >$ puis :

$$H(X,Y) = \int_0^X dt \int_0^Y dt' C(t-t') \tag{A.31}$$

En $X = T$ et $Y = T$, on dérive H par rapport à T. Selon l'équation (A.28), nous avons d'une part :

$$\frac{dH}{dT} = 2eI_3 \tag{A.32}$$

d'autre part :

$$\frac{dH}{dT} = \frac{\partial H}{\partial X} + \frac{\partial H}{\partial Y} \tag{A.33}$$

soit :

$$\frac{dH}{dT} = \int_0^T C(t-T)dt + \int_0^T C(T-t')dt' \tag{A.34}$$

qui se reécrit :

$$\frac{dH}{dT} = \int_{-T}^T C(\tau)d\tau \tag{A.35}$$

Ainsi :

$$\int_{-T}^T C(\tau)d\tau = 2eI_3 \tag{A.36}$$

quel que soit le temps de mesure T. La fonction de corrélation est piquée en T=0 : elle s'identifie à une distribution de Dirac.

$$C(\tau) = 2eI_3\delta(\tau) \tag{A.37}$$

Expérimentalement la densité spectrale de bruit de courant que nous avons mesurée à 50 kHz doit être comparée à :

$$S_{II}(f) = 2\int_{-\infty}^{+\infty} C(\tau)e^{i2\pi f\tau}d\tau = 4eI_3 \tag{A.38}$$

L'analyseur de spectre calcule en effet la densité spectrale unilatérale, *ie* seulement pour des fréquences positives. La densité spectrale d'un signal réel étant paire, le spectre unilatéral se déduit du spectre bilatéral par un facteur multiplicatif égal à 2 sur l'ensemble des fréquences positives.

Ce calcul fournit un élément de comparaison pour le niveau de bruit du signal $I = I_3 - I_4$ sur la base d'un état particulier du champ électromagnétique. Nous constatons ainsi que le bruit sur la différence d'intensité entre les deux voies de sortie correspond au niveau du bruit quantique standard. Ce résultat est en fait indépendant de la statistique du faisceau incident [94] et s'étend par conséquent à la situation expérimentale étudiée dans la dernière partie du chapitre III. L'hypothèse d'un rayonnement composé d'un mélange statistique d'états quasiclassiques permet de rendre compte de cette généralisation.

2.5 Bruit d'intensité pour un mélange statistique d'états quasiclassiques

Nous nous intéressons dans cette partie à un faisceau lumineux, présent à l'entrée 1 de la lame séparatrice (Fig. A.1), décrit par un mélange d'états quasiclassiques $|\alpha>$ pondéré[1] par $(P_\alpha)_\alpha$. Dans ces conditions, la matrice densité adopte l'expression :

$$\widehat{\rho} = \sum P_\alpha |1:\alpha> |2:0><2:0| <1:\alpha| \tag{A.39}$$

Elle décrit l'état du champ électromagnétique provenant des entrées 1 et 2 de la lame séparatrice. A partir de celle-ci, nous pouvons déduire l'ensemble des résultats de mesure des

[1]La distribution des probabilités est indicée en fonction de α qui définit entre autres l'intensité. En réalité, l'ensemble des indices qui caractérisent l'état du champ devraient être considérées : fréquence ω, polarisation.

différentes observables. Le nombre d'électrons mesurés sur la photodiode 3 ou 4 se calcule à partir de l'Eq. (A.18) :

$$
\begin{aligned}
< N_3 > &= Tr\,(\widehat{\rho} N_3) && \text{(A.40)}\\
&= \sum P_\alpha < 2:0| < 1:\alpha|N_3|1:\alpha > |2:0 > && \text{(A.41)}\\
&= \sum P_\alpha \frac{|\alpha|^2}{2} && \text{(A.42)}
\end{aligned}
$$

L'écart quadratique moyen s'écrit quant à lui :

$$
\begin{aligned}
< (N_3 - < N_3 >)^2 > &= < (N_3)^2 > - (< N_3 >)^2 && \text{(A.43)}\\
&= \sum P_\alpha < 2:0| < 1:\alpha|N_3^2|1:\alpha > |2:0 > - (< N_3 >)^2 && \text{(A.44)}\\
&= \sum P_\alpha \left(\frac{|\alpha|^4}{4} + \frac{|\alpha|^2}{2}\right) - \left(\sum P_\alpha \frac{|\alpha|^2}{2}\right)^2 && \text{(A.45)}\\
&= < N_3 > + \sum P_\alpha \frac{|\alpha|^4}{4} - \left(\sum P_\alpha \frac{|\alpha|^2}{2}\right)^2 && \text{(A.46)}
\end{aligned}
$$

puisque $N_3^2 = \widehat{a_3}^+\widehat{a_3}^+\widehat{a_3}\widehat{a_3} + \widehat{a_3}^+\widehat{a_3}$. Dans le développement de N_3^2, seuls interviennent les termes :

$$\frac{\widehat{a_1}^+\widehat{a_1}^+\widehat{a_1}\widehat{a_1}}{4} + \frac{\widehat{a_1}^+\widehat{a_1}}{2}$$

Dans le cas d'un état pur, les deux derniers termes de la relation (A.46) s'annulent. Pour un mélange statistique, ils sont responsables d'un élargissement de l'écart quadratique moyen. Ce dernier se distingue alors du bruit quantique standard de photon.

En revanche, la moyenne et l'écart quadratique de la différence des flux de photons entre les sorties 3 et 4 vérifient les mêmes propriétés que pour un état pur. Nous avons en effet :

$$< N_3 - N_4 >= 0 \qquad \text{(A.47)}$$

Puis à partir de l'Eq. (A.25),

$$
\begin{aligned}
< \Delta^2 > &= \sum P_\alpha < 2:0| < 1:\alpha|\Delta^2|1:\alpha > |2:0 > && \text{(A.48)}\\
&= \sum P_\alpha |\alpha|^2 && \text{(A.49)}\\
&= 2 < N_3 > && \text{(A.50)}
\end{aligned}
$$

Finalement, en suivant le même raisonnement que celui de la partie précédente, nous déduisons une puissance spectrale de bruit $S_{II} = 4eI_3$ pour $I = I_3 - I_4$, en accord avec les résultats expérimentaux.

Annexe B

Quantitative non contact dynamic Casimir force measurements

G. Jourdan, A. Lambrecht, F. Comin, J. Chevrier

We show that the Casimir force gradient can be quantitatively measured with no contact involved. Results of the Casimir force measurement with systematic uncertainty of 3% are presented for the distance range of 100-600 nm. The statistical uncertainty is shown to be due to the thermal fluctuations of the force probe. The corresponding signal to noise ratio equals unity at the distance of 600 nm. Direct contact between surfaces used in most previous studies to determine absolute distance separation is here precluded. Use of direct contact to identify the origin of distances is a severe limitation for studies of the Casimir forces on structured surfaces as it deteriorates irreversibly the studied surface and the probe. This force machine uses a dynamical method with an inserted gold sphere probe glued to a lever. The lever is mechanically excited at resonant frequency in front of a chosen sample. The absolute distance determination is achieved to be possible, without any direct probe/sample contact, using an electrostatic method associated to a real time correction of the mechanical drift. The positioning shift uncertainty is as low as 2 nm.

hal-00195915, arXiv-0712.1767

Quantum electromagnetic field fluctuations of the vacuum are the source of a quantum mechanical effect, the Casimir force, which is defined by the electron/photon coupling between two mirrors. Boundary conditions imposed on quantum electromagnetic field account for spatial dependence of this force [1]. Tailoring the mirrors shape and material may consequently result in an efficient way of monitoring this quantum phenomenon. In addition to a better understanding of the vacuum field fluctuations, study of the Casimir force aims at raising numerous issues related to MEMS/NEMS designs, since it was shown that the Casimir effect has a profound influence on the oscillatory behavior of such devices [2]. Nowadays, experimental and theoretical works are more particularly concerned with thin film effects [3, 4] and optical properties of surface associated to materials [5, 6]. In this context, nanostructured surface, metamaterials could also provide unusual force behavior as suggested by recent studies on plasmon surface polaritons [7, 8].

Since the effect of boundary on vacuum fluctuations is of primary importance, any expe-

rimental studies need to rely on a versatile instrument capable of accepting different surface samples with a defined probe. Quantitative measurements should be carried out avoiding any direct contact between a sphere and surface to prevent any irreversible damages to the surfaces. We call this a non-contact measurement. In this way one could ensure a reliable comparison between force curves measured at various surface points thanks to a XYZ positioning system that moves the sample stage over several millimeters. Thus, it becomes possible to compare directly the force curves measured for structured surfaces. Beside lateral positioning, the force calibration and z positioning control issues turn out to be major limitations to be addressed in order to carry out experimental program.

As shown in Fig. B.1, a microsphere with a radius R_s of about 20 μm is glued to the end of an AFM microlever (NSC 18 MikroMasch), thus forming the Casimir microscope force probe. The overall probe is then coated with a 30 nm thick titanium layer followed by a 300 nm thick gold layer. The Casimir effect in the present experiment arises between the bottom part of the microsphere and a flat gold surface. Roughness of the two interacting surfaces are respectively lower than 3 and 2 nm rms as measured by AFM. AFM image analysis of the microsphere have also shown that the radius dispersion is smaller than ± 20 nm over a 25 μm^2 cap, which is relevant for the Casimir study. The probe turns the force signal into lever motion detected with an optical fiber based interferometer.

In this experiment the force probe, that can be considered as an harmonic oscillator, is mechanically excited at its free resonance frequency $\omega_0 = 2\pi \times 50182$ rad.s^{-1} with an amplitude $a_0 = 10.2$ nm measured at the far end of the lever. The Casimir force exhibits a spatial dependence $F_C(z)$ that modifies the natural stiffness k_0 of the oscillator by the force gradient $F'_C(z)$ in the linear regime $k_{\text{eff}} = k_0 - F'_C$ [6, 9]. A lock-in demodulates the motion signal at the frequency ω_0 and provides its phase change $\Delta\phi$ disturbed by the force gradient :

$$\tan \Delta\phi = \frac{\omega_0}{\gamma} \frac{1}{k_0} F' \tag{B.1}$$

The damping rate of the oscillator related to the friction coefficient $\Gamma = \gamma/m$ is measured to be $\gamma = 98$ rad.s^{-1} (Fig. B.2). This method is simple, its main advantage consists in the fact that gradient measurement is not affected by dither piezo response.

Force calibration and piezo extension controls are the key points that determine the quality of the here presented measurements. Sample positioning precision and stability at the level

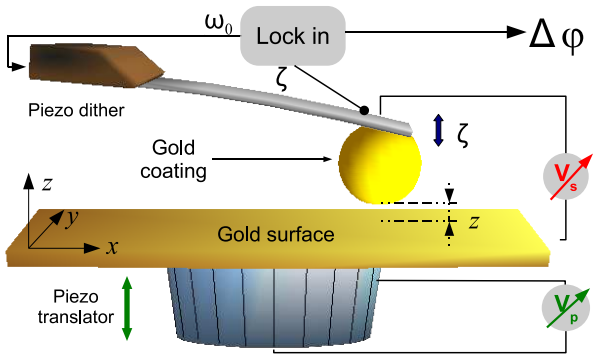


FIG. B.1 – Scheme of the experimental setup up. The XYZ positioning system attocube, on which the sample stage is mounted and the optical fiber based interferometer above the end of the microlever are not shown for simplicity.

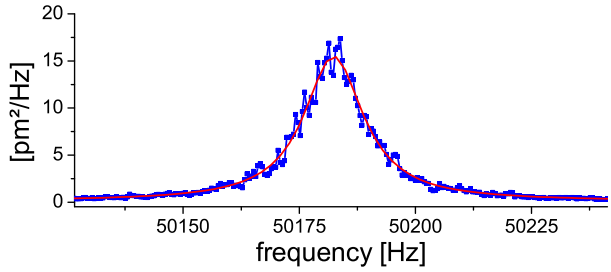


FIG. B.2 – Noise spectrum density of the microlever oscillations around its resonance frequency. The Brownian motion peak exhibits a Lorentzian shape profile that is consistent with an harmonic oscillator model. Fit parameters characterize the mechanical response as follows : $f_0 = 50182.4$ Hz, $\gamma = 98$ rad.s^{-1}, position standard deviation generated by thermal bath coupling $< \zeta^2 >= 376 \pm 30$ pm^2. The detection noise at 0.11 pm^2/Hz is negligible in vicinity of the resonance frequency. Force noise analysis sets the force resolution at 13 fN/$\sqrt{\text{Hz}}$, when working in dynamic mode. As a result, the smallest force gradient that can be detected is 1.3 10^{-6} N.m^{-1} when the oscillation amplitude a_0 is set to 10.2 nm.

required for the Casimir force measurement in the open loop are controlled by quality of z piezo calibration and affected by mechanical drift. The sphere-plate motion can actually be broken down into two components. First, the piezo extension can be accurately enough controlled during a force approach-retract curve. A triangular shape voltage V_p with an amplitude of 10 V at a frequency of 2 mHz is continuously applied on the fine piezoelectric translator, the z piezo. Displacements are calibrated using the optical fiber based interferometer. The calibration is then valid only for these 3 parameters : triangular shape, the maximum extension of 10 V, the scan speed of 2 mHz. Non-linear fits enable us to account for the hysteresis between the approach and withdrawal motions. The second point is the drift with the usual range of 1 nm.min^{-1}. It is related to the mechanical stability. This undesirable motion could originate from the thermal instability of the set up. Change in temperature of the overall frame as small as 0.01 K.min^{-1} can account for this drift for the standard dilatation coefficient of $\alpha \approx 10^{-6}$ K^{-1} and a mechanical loop length of ≈ 10 cm. In the presence of this drift the Non-Contact requirement raises a major challenge in determining the absolute separation distance. However mechanical drift rate appears to be constant in time during a few scans and we have been able to correct it safely when processing data. In this way we eliminated the drift effects (dilatation and contraction) during the cycle phases.

Force gradient measurements and the absolute distance determination are ensured by the use of the electrostatic force. This can be safely done as its mechanical stresses on the sphere are geometrically identical to the one associated to Casimir force. Applying a bias voltage V_s between the microsphere and the flat surface sets up an attractive force. Its gradient can be described by sphere-plate capacitance second order derivative C'', the residual potential V_0 associated to the two surfaces [2, 6] and is given by $F'_e = \frac{1}{2}C''(z)(V_s - V_0)^2$. Although an exact expression of C'' could be used [10], using its asymptotic form appears more convenient and precise enough :

$$F'_e = \frac{\pi \epsilon_0 R_s}{z^2}(V_s - V_0)^2 \tag{B.2}$$

The discrepancy are estimated to be lower than 1% for the distances $z < 500$ nm and the radius $R_s = 20$ μm. The Casimir force is evaluated within the framework of the proximity

force approximation [11, 12]. As a result, gradient force measurement can be compared directly to the Casimir pressure model between two parallel plates [6] : $P_{//} = F'_C(z)/(2\pi R_s)$. As in relation (B.2) the force gradient is proportional to R_s, it turns out to be more relevant to calibrate the probe through sensitivity β :

$$\frac{F'_e}{2\pi R_s} = \beta \tan \Delta\phi \tag{B.3}$$

The sphere radius R_s is actually not required for the experiment to theory comparison.

The residual potential V_0 is found to be equal to 75 ± 3 mV and it remains stable below the distance of 1 μm during experimental sessions. When sweeping simultaneously the bias voltage $V_s \in [-1; 1]$ V at 20 mHz and the sphere-plate distance in the 100-600 nm separation range (conditions are described above), the force gradient surface $P = \tan[\Delta\phi(V_s, V_p)]$ is mapped and includes both forces : the electrostatic force superimposed to the Casimir force. For better accuracy during electrostatic calibration, phase shifts greater than 15° are removed, since small error in phase origin generates an large error for evaluating $\tan \Delta\phi$ that could be prejudicial for β assessment. Dilatation of z axis can then be taken into account with a mechanical drift of 1.0 nm.min^{-1} estimated by comparing two successive approach-retract cycles : this correction turns out to automatically ensure a good agreement between values of β coefficient evaluated for the retract and the withdrawal. Without any corrections, the drift effect takes away the values of the fit parameters, since it produces a contraction and an extension or vice versa of the runs associated to these two successive phases. In order to evaluate β, Casimir component obtained by interpolating selected data with $V_s = V_0$ is subtracted over the total surface. This curve is called P_C and will be used below. In this way, the resulting electrostatic component $P_e(z, V_s)$ can be fitted using Eqs. (B.2) and (B.3), thus providing $\beta = 27.9 \pm 0.3$ N.m^2 and $z_0 = 588.5 \pm 2$ nm the position of contact.

At that stage using Eqs. (B.1), (B.2) and (B.3), the lever stiffness can be written as $k_0 = 2\pi R_s \omega_0 \beta/\gamma$. Therefore k_0 is estimated to 11.3 N.m^{-1} and is consistent with the value 11.8 N.m^{-1} evaluated within the equipartition theorem $\frac{1}{2}k_{\mathrm{B}}T = \frac{1}{2}k' < \zeta^2 >$, where $k_0 \cos^2\theta = k'$ takes into account the 15° tilt of the lever with respect to the surface. The uncertainty of evaluating k_0 using this method is partially related to the lever motion detection position, ie the optical fiber position. The stiffness is larger than indicated by the manufacturer (3.5 ± 2 N.m^{-1}) and can be explained by the metallic coating on both sides of the lever and by the position of the sphere center 30 μm away from the end of the microlever. We have checked that cantilever static deflection generated by Casimir force is negligible in the studied separation range ($z > 100$ nm).

The Casimir force measurement then consists in setting up the bias voltage V_s equal to the residual potential V_0 and in carrying out sphere-plate distance sweeping according to the previous piezo extension cycle. Great attention has again been paid to measuring successively several cycles and to correcting for mechanical drift when processing data. After scaling the force gradient using β, overlapping the new data sets with the Casimir curve reference P_C obtained during the previous calibration enables us to determine the absolute position within ± 0.5 nm.

Finally two significant issues have still to be raised before performing a close comparison with theory. First, drift in the oscillator resonance frequency is also observed and can be explained by change in temperature mainly through its Young modulus thermal sensitivity. For silicon cantilever sensitivity is found to be $(\partial f_{res}/\partial T)/f_{res} = -5.2\ 10^{-5}$ K^{-1} [14, 15]. Resulting phase drift appears also to be constant for a few scan cycles and is evaluated to

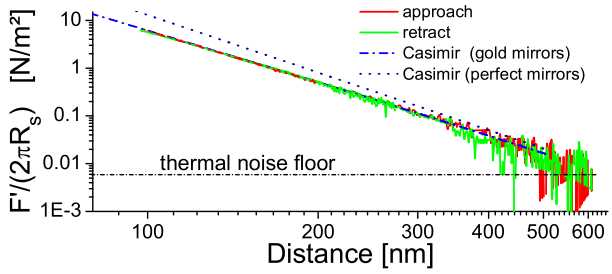


FIG. B.3 – The Casimir force gradient measurement in the 100-600 nm range. The graph displays experimental data sets associated to the retract and approach phases as lines. The dashed line corresponds to the Casimir force theoretical model that takes into account the finite conductivity of gold, whereas the dotted line indicates the perfect behavior of the force derived in 1948 by Casimir himself.

3.1 10^{-6} rad.s^{-1} when comparing successive curves at long distance where force gradient is not sensitive to mechanical drift. A thermal drift of only 10^{-3} K.min^{-1} can account for this observed rate and is consistent with the one estimated before for mechanical drift. Error generated over one cycle period $\delta\phi_d = 7.9\ 10^{-4}$ rad ($T/2 = 250$ s) is larger than the phase thermal noise $\delta\phi_n = 2.3\ 10^{-4}$ rad. We applied a subtraction to this drift in order to perform weak force gradient measurement at long range. Secondly, a 500 ms constant time low pass is implemented at the output of the lock-in in order to improve gradient force resolution. Given the scanning velocity $v = 1.9$ nm.s^{-1}, it results in averaging gradient force curve over 1 nm, which can therefore disturb sharp variation measurement. Signal filtering requires slow sweeping and consequently high set up stability : in this context drifts appear as the major limitations for this experiment. Here the filtering effect proved to be negligible for the chosen experimental parameters since the approach-retract curves independently processed completely overlap. Moreover it means that drifts and hysteresis corrections are efficient and consistent.

Fig. B.3 displays two gradient force measurements $F'/(2\pi R_s)$ in pressure unit [Pa] associated to the approach and the retract phases. The dashed line corresponds to the Casimir pressure between two parallel plates computed within the framework of quantum optical scattering theory using only optical data as free parameters to decsribe the material properties [15]. Recent computations [16] have emphasised sample dependence on evaluating theoretical Casimir pressure $P_{//}$. For gold mirrors the intrinsic uncertainty has been estimated of the order of 5% and therefore it limits the present experiment to theory comparison. Nevertheless, our experiment demonstrates again the finite conductivity effects on real Casimir force, which can be compared with the ideal one in dotted line in the graph. Regarding the PFA validity, which is the second major concern in the theoretical assessment, recent studies [17] suggested that a discrepancy should be smaller than 1% in our configuration at least at distances below $z < 200$ nm. In this context, as shown in Fig. B.4, the experiment to theory comparison does not reveal any disagreement, since the discrepancy is around 3% at the shortest distance for this particular theoretical curve.

Actually systematic uncertainties dominate over theoretical assessment as well as experimental data. This is particularly true in the second case at short distance. Shift in the distance origin as small as 1.2 nm or a drop by 3% of β can indeed turn the systematic discrepancy in Fig. B.4 into random discrepancy. It shows that previous experimental error analysis is

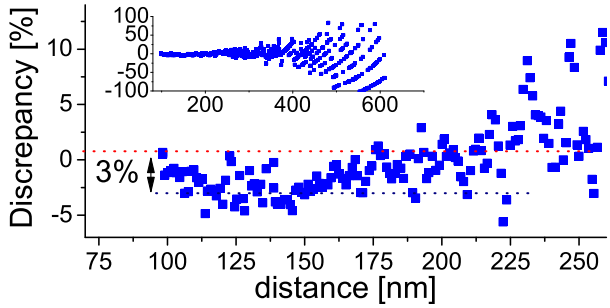


FIG. B.4 – Discrepancy between the force gradient measurement and the theoretical model. At short distance, systematic uncertainty dominates over the experimental statistical uncertainty and the theoretical assessment uncertainty. Here a 3% deviation is observed with a specific theoretical curve, therefore it is consistent with the experimental error analysis.

consistent in assessing β and z_0 respectively at a few percent level (electrostatic model and calibration uncertainty) and at ± 2.1 nm (± 2 nm for the Casimir reference curve and ± 0.5 nm for second positioning). Further experiments with this set up have reduced this uncertainty down to about ± 1 nm.

As shown in Fig. B.2, the Brownian motion turns out to be the dominant noise source of the cantilever motion signal around the resonance frequency and it goes up to $S_X = 15$ pm^2.Hz^{-1} under vacuum ($P = 10^{-6}$ torr) and at room temperature. The oscillator is undergoing white noise of $S_F = 4k_BT\Gamma$, that can be experimentally estimated at 13 fN/$\sqrt{\text{Hz}}$ through $S_F(\omega_{res}) = (k_0/Q)^2 S_X(\omega_{res})$, where Q is the quality factor. The probe cannot make out force gradient smaller than $\sqrt{S_{F'}} = \sqrt{S_F}/a_0$: in the present experiment, it therefore amounts to 1.3 10^{-6} N.m$^{-1}/\sqrt{\text{Hz}}$. Given a 0.33 Hz estimated bandwidth associated to the lock-in low pass, the theoretical measurement noise of 0.006 Pa is consistent with the 0.008 Pa standard deviation of data, which admit a Gaussian distribution. It generates a random error that is relevant at long range when compared to previously mentioned systematic error. As Casimir force decreases when moving away the two mirrors, the Brownian motion appears to set the upper boundary of the measurement range at 600 nm. This error analysis suggests that significant resolution improvements could be drawn, when working at low temperature. At 4 K, at least a factor of 10 of gain could be achieved in reducing thermal noise.

In conclusion, in this paper, emphasis is placed on analysing the main experimental issues associated to the realization of a Casimir microscope, aimed at comparing force behaviors between different sample configurations. Mechanical and frequency resonance drifts determine the main limitations of our present set-up. However, we have shown that methods used to correct these issues are efficient. Furthermore on the basis of the here presented experiences, a specific set-up used at liquid Helium temperature is currently designed in order to reduce the mechanical drift : at low temperature, this phenomenon will be very much reduced. At room temperature, current effort is applied towards implementing a distance separation optical sensor between the probe and the sample. Despite the severe constrain of no contact, which is here applied to the whole experimental process, we have shown that repeated quantitative Casimir force measurements can be carried out at different locations of the same sample with no irreversible change in the probe. A direct contact is not a prerequisite for Casimir force measurement ; when combined with large X and Y displacement, this fact opens the way to quantitative and well characterized observations of new properties of fluctuation forces such

as the Casimir force using structured surfaces at different scales.

We are grateful to Serge Reynaud and Valery Nesvizhevsky for fruitful discussions. We thank Simon Le Denmat for sphere lever system preparation. Gold coating was performed in the Nanofab facilities (Institut Néel clean room).

Bibliographie

[1] R. B. Rodrigues, P. A. Maia Neto, A. Lambrecht, and S. Reynaud, Phys. Rev. A **75**, 062108 (2007)

[2] H. B. Chan et al, Science **291** , 1941 (2001)

[3] M. Lisanti, D. Iannuzzi, and F. Capasso, PNAS **102**, 11989 (2005)

[4] A. Lambrecht, I. Pirozhenko, L. Duraffourg and Ph. Andreucci, EPL **77**, 44006 (2007)

[5] F. Chen, U. Mohideen, G. L. Klimchitskaya, and V. M. Mostepanenko, Phys. Rev. A **74**, 022103 (2006)

[6] R. S. Decca, D. López, E. Fischbach, and D. E. Krause, Phys. Rev. Lett. **91**, 050402 (2003)

[7] F. Intravaia and A. Lambrecht, Phys. Rev. Lett. **94**, 110404 (2005)

[8] C. Henkel, K. Joulain, J.-Ph. Mulet, and J.-J. Greffet, Phys. Rev. A **69**, 023808 (2004)

[9] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop, and F. Capasso, Phys. Rev. Lett. **87**, 211801 (2001)

[10] E. Durand, Electrostatique (tome I, II et III), Paris Masson (1966)

[11] B. V. Derjaguin, I. I. Abrikosova and E. M. Lifshitz, Q. Rev. Chem. Soc. **10**, 295 - 329(1956)

[12] Bordag M., Mohideen U. and Mostepanenko V. M., Phys. Rep. **353**, 1 (2001)

[13] A. N. Cleland and M. Roukes, Journal of Applied Physics **92**, 2758-2769 (2002)

[14] F. J. Giessibl, Reviews of Modern Physics **75**, 949 (2003)

[15] C. Genet, A. Lambrecht and S. Reynaud, PRA **67**, 043811 (2003)

[16] I. Pirozhenko, A. Lambrecht and V. B. Svetovoy, New Journal of Physics **8**, 238 (2006)

[17] T. Emig, N. Graham, R. L. Jaffe and M. Kardar, PRL **99**, 170403 (2007)

Annexe C

Optical cavity back action on an AFM microlever

Labelannexe :selfcooling G. Jourdan, F. Comin, J. Chevrier

Two back action processes generated by an optical cavity based detection device can deeply transform the dynamical behavior of an AFM microlever : the photothermal force or the radiation pressure. Whereas noise damping or amplifying depends only on the detuning inside the cavity for radiation pressure back action, we present experimental results carried out under vacuum and at room temperature on the photothermal back action process which appears to be much more complex. We show for the first time that it can simultaneously act on two vibration modes in opposite direction : noise on one mode is amplified whereas it is damped on another mode. Modelisation of this effect leads us to conclude that indeed it is specific to photothermal back action and cannot be observed in case of radiation pressure back action.

hal-00257633, arXiv : 0802.2763

Cooling down the main degree of freedom of a micro mechanical resonator has been the recent focus of numerous studies aimed at reaching its quantum ground state [1, 2, 4, 5, 6]. Besides such an experimental challenge, the prospect of building entangled quantum state between macroscopic object and photon, spin or electron opens new ways towards quantum information and to some extent towards classical to quantum behavior boundary study [7, 8]. Highly sensitive measurement of small displacement is limited by quantum back action [9]. For instance it sets the standard quantum limit of interferometer developed for gravitational wave detectors through Heisenberg relationship, that links phase measurement and radiation pressure. Some research aimed at getting around such a major limitation are considering detuned cavity to reach the ultimate quantum limit only related to mechanical dissipation of mirrors [9].

Here we present self cooling of an AFM lever by means of photothermal force : as quoted in [2], such force can participate to cooling of an oscillator even at high frequency (larger than 100 kHz). Moreover in [3] possibility of photothermal back action to cool down a mechanical oscillator to its quantum ground state is discussed. It is important to note that radiation pressure back action damps or amplifies simultaneously all modes of a mechanical system, depending only on intracavity intensity peak side : however cooling efficiencies are modulated

by their mechanical features and further detailed. In case of photothermal process, optomechanical coupling prove to be more complicated, since final effect on system involves material structuring of oscillator, temperature field distribution related to laser beam position with respect to mode shape. In the here presented experiment, mode 1 is warming up, while mode 0 is cooling down and vice versa. Such behavior could be prejudicial for mode cooling efficiency, since modes are actually coupled weakly to each other through back action process [1].

In our experiment, the mechanical resonator consists of an AFM 300 nm thick gold coated microlever [1] with a 40 μm radius sphere glued at its end, dedicated to Casimir force study [10]. The first two resonance frequencies amount to $f_0 = 3943.5$ Hz and $f_1 = 38443.5$ Hz. Under vacuum ($P \approx 10^{-6}$ Torr) and at room temperature, dissipation rates related to thermal bath coupling are respectively $\gamma_0 = 12.3$ rad.s^{-1} and $\gamma_1 = 95$ rad.s^{-1}. An optical fiber based interferometer is implemented in order to measure the oscillator motion (Fig. C.1). A laser beam led by an optical fiber is reflected off the microlever and then coupled back to the same optical fiber to generate a two waves interference signal at the photodiode level. However intracavity intensity modulation is nevertheless expected even if it is very weak. this is essentially due to laser losses associated to successive reflections that increasingly arise as a result of beam section enlargement. Therefore inside the cavity defined by the microlever and the optical fiber end, intensity is affected by mirror distance. Spatial shape of intensity distribution can therefore be rather complex as suggested by cavity detuning study : it exhibits a $\lambda_L/2$ period along z axes. When collecting the optical motion signal, the cavity length is classically set at its maximum motion sensitiveness ($z_{\pm 0}$) and then stabilized against mechanical drift by means of a piezo transducer associated to the fiber, fed back by the low frequency part (< 1 Hz) of the motion signal. It ensures position sensitiveness and mechanical response of oscillator, as described below, to remain the same.

Depending on working position inside optical cavity ($z_{\pm 0}$ in Fig. C.1), lever mechanical response exhibits two opposite behaviors. As indicated in Fig. C.2, dissipation rates and resonance frequencies of mode 0 and 1 depend linearly on laser beam intensity : the stronger the field, the larger the discrepancy with respect to the undisturbed lever response. Changes in mechanical parameters are caused by thermal force that is sensitive to intracavity intensity variation when the lever is moving : this back action process has been reported for the first time in [12] and then observed in [2]. It should be noted that such a process had been previously observed in [13] by means of external feedback loop that modulated intensity of a laser hitting a lever. Here, for position z_{+0}, we can notice in Fig. C.2 (a and b) that mode 0 dissipation rate is going up while mode 1 dissipation rate is decreasing. As a result, in Fig. C.3, Brownian motion of mode 0 is damped while simultaneously it is enhanced for mode 1. Conversely, for position z_{-0}, opposite observation can be made. So far, opposite effects on various modes have not been shown to our knowledge. It actually derives from a more comprehensive context : unlike pressure radiation, thermal force is generated through a process that takes place on the whole mechanical structure. Local and non local force generating account for this major distinctness.

Thermal activation of mechanical system arises as a result of thermoelastic expansion of solid lattice when changing temperature. Laser beam used to probe microlever motion is partially absorbed with rate A. It induces local temperature increase that then takes place on the whole system through thermal energy diffusion. As thermal force is mainly defined by structure material and temperature field distribution $\Delta T(x, z)$, delay in temperature propa-

[1] MikroMasch CSC17 : $L \times w \times t = 450 \times 50 \times 2\ \mu m^3$

gation may result in delay in force with respect to laser intensity change. Complementary experiments performed in air on same microlever model consisted in irradiating the oscillator with a modulated intensity laser beam at frequency ω. Mechanical response analysis showed that thermal force exhibits a first order low pass behavior at least for the first two modes of the lever (slope -20 dB/dec) :

$$G(\omega) = \frac{F_{th}}{A\Delta I_L} = \frac{\beta}{1 - j\omega\tau_c} \tag{C.1}$$

Temperature distribution can be estimated within the heat equation framework. If one considers a homogeneous material for whole lever, temperature is qualitatively expected to decrease exponentially and to oscillate along the beam with length scale $\lambda_t = \sqrt{2\gamma_t/\omega c_t}$, where γ_t and c_t are thermal conductivity and heat capacity. Moreover, temperature profile should be proportional to λ_t, because energy flux input is here imposed. At that stage, it can be noticed that temperature disturbance along the lever is weakening as modulation ω is increasing, which is at basis of the low pass behavior observed for thermal force. This qualitative model also suggests that propagation effect is negligible over length scale λ_t : it means that thermal force is not delayed if $\lambda_t(\omega) > L$, the lever length, *ie* $\omega < 2\gamma_t/(L^2 c_t) = 1/\tau_t$. For silicon or gold material [2] [3], τ_t is evaluated at 2.2 ms and 1.6 ms, which is in good agreement with order of magnitude of the response time $\tau_c = 1.6$ ms associated to cut frequency $f_c \approx 100$ Hz we observed in the experiment above.

When oscillating at frequency ω, the lever experiences power absorption proportional to its motion Z : $A\Delta I_L = \pm sAZ$ for cavity position $z_{\pm 0}$ (see inset in Fig. C.1 : $\pm s$ is intracavity intensity slope against cavity length). Therefore it generates a thermal force as described by Eq. (C.1). Around resonance frequency ω_i of mode $i = 0, 1$:

$$F_{th} = \frac{\pm sA\beta}{1 + (\omega_i\tau_c)^2}(Z - \tau_c\dot{Z}) = \pm(\Delta k Z + \Delta\Gamma\dot{Z}) \tag{C.2}$$

It induces change in damping rate $\Delta\Gamma = m\Delta\gamma$ as well as in oscillator stiffness $\Delta k = 2m\omega_{res}\Delta\omega_{res}$. Since slope $\pm s$ is expected to be proportional to laser intensity, Eq. (C.2) accounts for damping rate shift in Fig. C.2 : for both modes, $\Delta\gamma(z_{+0}) = -\Delta\gamma(z_{-0})$. However, Eq. (C.2) does not take fully into account resonance frequency shifts observed in Fig. C.2 for mode 0 and 1 : lever temperature is increasing, thus causing resonance frequency to drop, mainly because of Young modulus thermal sensitivity. For silicon cantilever, shift is expected to be $(\partial f_{res}/\partial T)/f_{res} = -5.2\ 10^{-5} K^{-1}$ [14, 15]. In Fig. C.2c and C.2d, major feature of the mode 0 and 1 behaviors have completely different origin. For mode 1, independent of cavity state ($z_{\pm 0}$), the resonance frequency decreases : this is due to lever temperature. For mode 0, resonance frequency increases (z_{-0}) or decreases (z_{+0}) depending on cavity state. Mode 0 is first sensitive to self cooling effect. A detailed analysis in Fig. C.2d (dotted green line) however shows a residual thermal effect. At maximum intensity, for mode 1, heating is estimated around 1 K, which is consistent in order of magnitude with intensity absorption around 30 μW, given thermal parameters of the structure. By subtracting heating effect in data for mode 0, one can evaluate delay time $\tau_c = 0.1$ ms in Eq. (C.2), since $\Delta\gamma_0 = -2\omega_0\tau_c\Delta\omega_0$ with $2\omega_0\tau_c = 5.5$. It appears to be in good agreement with previous estimation or evaluation ($\tau_t, \tau_c \approx 1$ ms), given simplicity of model Eq. (C.1).

[2] Si : $\gamma_t = 148$ W/m/K, $c_t = 1.63\ 10^6$ J/m^3/K
[3] Au : $\gamma_t = 317$ W/m/K, $c_t = 2.47\ 10^6$ J/m^3/K

A simple model for thermal activation is now developed. Mechanical stress σ is locally defined by deformation ε and temperature $T + \Delta T$ within the thermoelastic Hookes law : $\sigma = E(\varepsilon - \alpha\Delta T)$ where E is the Young's modulus and α the thermal expansion coefficient. Following the standard derivation procedure, the equation of motion of thermoelastic beam can be drawn [11]. Transverse vibration mode equation for a_n results from the projection of beam deformation $Z(x,t) = \sum U_n(x)a_n(t)$ on mode shape $U_n(x)$:

$$m\ddot{a_n} + \Gamma_n\dot{a_n} + m\omega_n^2 a_n = F_{th,n} = -\int_0^L E\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2} I_T dx \tag{C.3}$$

m, ω_n^2 and Γ_n are effective mass, resonance frequency and damping rate associated to mode n. The force is generated all along the beam with lenght L through thermal contribution to moment of inertia integrated over cross section $I_T = \int z\alpha(z)\Delta T(x,y,z)dydz$. Here thermal bimorph effect is roughly taken into account through the z dependence of α : I_T is made non zero for homogeneous temperature distribution over the cross section. For simplicity, Young's modulus is assumed to be the same over the whole section. In one material made microlever, thermal actuation of transverse mode is mainly explained by temperature gradient along z axis. Flexural and longitudinal mode, excited through the same thermal process described above, are uncoupled for small motion of naked beam. We neglected the coupling generated by the out of beam deported mass of the microsphere at the end of lever, since resonances are expected to be away from each other. Temperature distribution can be described as $\Delta T(x,z,t) = D_l(x,z,t) \otimes A\Delta I(t)$, where l denotes the laser ray position on the lever and $D_l(x,z,t)$ is the Green's function associated to heat equation. Power absorption $A\Delta I(t)$ is equal to $\pm sA\sum U_{n'}(l)a_{n'}(t)$. Thermal force on mode n is then evaluated through Eq. (C.3) : it generates changes in mechanical parameters of oscillator n and coupling between modes n and n'.

$$F_{th,n} = \pm sAG_l^n(t) \otimes \left(U_n(l)a_n + \sum_{n\neq n'} U_{n'}(l)a_{n'} \right) \tag{C.4}$$

where $G_l^n(t) = -\int E\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2} z\alpha D_l(x,z,t)dxdydz$. Not surprisingly we observe in second term of Eq. (C.4) that self cooling inherently introduces mode coupling that has experimentally limited effects. Damping or enhancing of mode n is directly related to sign of Eq. (C.4) with respect to a_n, which is defined by $\pm sU_n(l)G_l(t)$. When crossing a vibration node, $U_n(l)$ changes sign, whereas $G_l(t)$ should not in most case, since temperature distribution should remain almost the same inside the lever. This clearly shows that back action effect on mechanical responses can be different simultaneously on modes 0 and 1. In our experiment, laser spot was located between the lever basis and node of mode 1, since associated noise was decreasing when the spot was shifted to the end of the lever. Because the sphere mass put the node almost at the extremity, we were unable to cross it and observe opposite back action effect. Regarding back action process related to radiation pressure, effect on various modes is only defined by cavity detuning through slope $\pm s$. Force density on the lever is indeed described by $F(x) = 2\delta(x-l)\Delta I(t)/c$, thus exerting on mode n (without mode coupling components) :

$$F_n = \int F(x)U_n(x)dx = \pm sU_n^2(l)R(t)/c \otimes a_n \tag{C.5}$$

$\pm sR(\omega) = \Delta I(\omega)/Z(\omega)$ determines intracavity intensity against mirror motion, c is light velocity. Such description remains nevertheless valid as long as laser spot size is smaller than

mode n deformation length λ_n associated to U_n. F_n proportional to U_n^2 can be zero but cannot change sign.

Back action generated by thermal force is not only laser spot position dependent : Eq. (C.4) suggests also that damping rate variation depends on frequency ω through G_l^n. Two extreme cases can be considered : first, at low frequency, when $\lambda_t(\omega) >> L$, temperature field is almost homogeneous on the lever, thus producing force proportional to $\pm sU_n(l)\frac{\partial U_n}{\partial x}(L)$. When working between lever basis and node of mode 1, it shows that back action effects are opposite on modes 0 and 1. At higher frequency, ie when $\lambda_n >> \lambda_t(\omega) >> w$, temperature disturbance is concentrated around laser spot position l with extension λ_t along the beam, but should remains homogeneous across the beam section w. Thermal force is expected to be proportional to $\pm sU_n(l)\frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2}(l)$. As a result, sign of damping rate shift can be opposite to previous case. Finally, it clearly shows that first order low pass description of photothermal process given by Eq. (C.1) is too simple to account for the phenomenon.

As a conclusion, starting from the model here described, using a response function $G_l^n(\omega)$, we can emphasize that thermal force back action on mode n is laser spot position dependent as well as frequency dependent. Such a behavior can raise major issue in the prospect of mode cooling. Thermal force may indeed introduce instability on a specific mode, when cooling down another one. As mentioned above, back action generates coupling between various modes. In case of radiation pressure process, in [1] it is shown that cooling efficiency is better when taking into account mechanical noise background generated by other modes. In case of photothermal process, enhancement of mechanical noise background, produced by mode instability, could impose a severe limitation to oscillator cooling, beside heat absorption issue mentioned in [3].

Temperatures achieved for the two modes in our setup are asking for comments. $T_{eff} = T/2$ is obtained for mode 0 : temperature drop is limited by maximum intensity of the laser. Back action process turns out to be much less efficient for mode 1, since temperature shift achieved is only 15% with respect to room temperature. Photothermal effect emphasizes once more how much self cooling depends on details of opto mechanical coupling. More important than this quantitative difference is the central result presented in this paper : photothermal back action can act in opposite directions on various vibration modes.[4]

Support for this work was provided by the European contract STRP 505634-1 X-Tip.

[4]Finally we make comments on Self cooling relative efficiency to decrease the temperature as intrinsic dissipative coefficient is changed. Effective temperature is expected to be $T_{eff} = T/\ \ 1 + \frac{\Delta\Gamma}{\Gamma}$, where $\Gamma = m\gamma$ is the coupling rate between oscillator and thermal bath. The relevant parameter for effective mode cooling or conversely mode enhancing is essentially the ratio $\Delta\Gamma/\Gamma$. Quantitatively force resolution $S = 4k_{\mathrm{B}}T\Gamma$ is here estimated at 12 fN/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ for mode 0 in vacuum at room temperature. Use of high force sensitive oscillator with low damping rate Γ is preferable to cool down by means of self cooling, as described here, or cold damping [4]. When using optical fiber based interferometer, subattonewton force probe [16], that exhibits very low damping rate, could be deeply affected by self cooling or self enhancing since such systems usually operate at low frequency around 10 kHz.

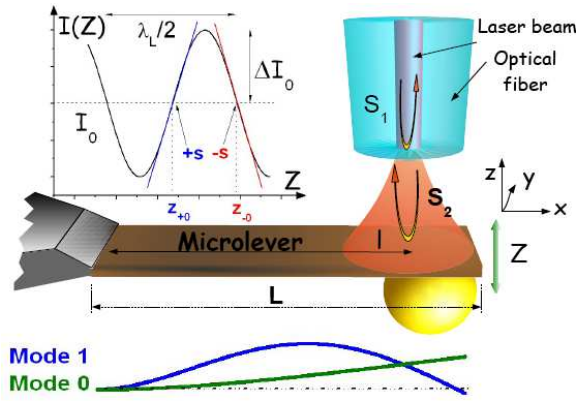


FIG. C.1 – The optical fiber based interferometer is sensitive to oscillator motion. A microsphere is glued on the lever, thus placing mode 1 node almost at the end of the structure. The back of the lever and the optical fiber end are forming a poor finesse cavity : as indicated in the inset, intracavity intensity is cavity length dependent with period $\lambda/2$, where $\lambda_L = 670$ nm is the laser wavelength. Modulation is nevertheless expected to be very weak.

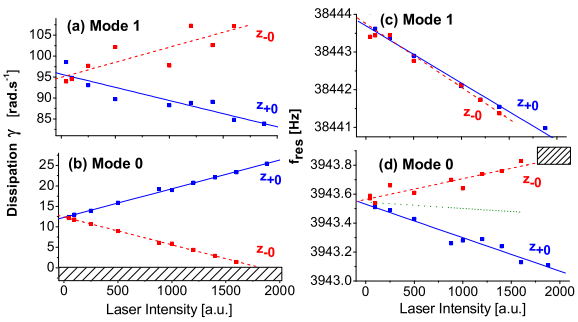


FIG. C.2 – In graph (a) and (b), dissipation rates for mode 0 and 1 are plotted against Laser intensity in arbitrary unit, at each cavity detuning z_{+0} and z_{-0}. At 2000 a.u. optical power is in the order of 500 μW. Graph (c) and (d) display resonance frequency shift generated by thermal force and lever heating : for mode 1, latest process appears to be the dominant one, since frequency shift is decreasing in both case whatever the cavity detuning. Graph (d) reveals change of resonant frequency produced by heating through the dotted line : as a result, it accounts for slope difference between the two branchs z_{+0} and z_{-0}. Hatched area is related to instability behavior we observed on mode 0 for z_{-0}, when making γ_0 negative. Mechanical parameters for mode 0 and 1 are acquired simultaneously through thermal mechanical noise analysis : Brownian motion peaks are fitted with Lorentzian shape curve, whose parameters are ω_i, γ_i, curve area $< z_i^2 >$ and pedestal y_i.

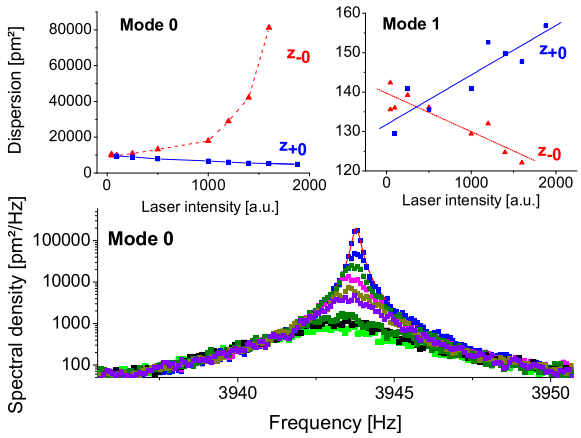


FIG. C.3 – In graphs (a) and (b), Brownian motion of mode i, $i = 0, 1$, $< z_i^2 >$ is plotted against laser intensity, which is proportional to damping rate γ_i. For each cavity position (z_{+0} and z_{-0}), mechanical noise suits relation $T_{eff} = k < z_i^2 > /k_B = \gamma_i/(\gamma_i + \Delta\gamma_i)$. Graph (c) displays noise spectrum density around fundamental resonant frequency, when increasing laser intensity. According to cavity detuning, Brownian motion is damped (z_{+0}) or enhanced (z_{-0}). $< z_i^2 >$ is measured as the area under the Lorentzian shape curve without the pedestal which is related to detection noise around 0.5 $\mathrm{pm}^2/\mathrm{Hz}$ depending on laser intensity.

Bibliographie

[1] O. Arcizet al, Nature **444**, 71 (2006)

[2] S. Gigan et al, Nature **444**, 67 (2006)

[3] C. Metzger et al, arXiv :0707.4153v2

[4] D. Kleckner and D. Bouwmeester, Nature **444**, 75 (2006)

[5] A. Schliesser, Phys. Rev. Lett. **97**, 243905 (2006)

[6] A. Naik et al, Nature **443**, 193 (2006)

[7] K.C Schwab and M.L. Roukes, Physics Today (2005)

[8] W. Marshall et al, Phys. Rev. Lett. **91**, 130401 (2003)

[9] O. Arcizet et al, Phys. Rev. A **73**, 033819 (2006)

[10] G. Jourdan et al, arxiv :0712.1767

[11] R. Lifshitz and M. Roukes, Phys. rev. B **61**, 5600 (1999)

[12] C. H. Metzger, K. Karrai, Nature **432**, 1002-1005 (2004)

[13] J. Mertz et al, Appl. Phys. Lett. **62**, 2344 (1993)

[14] A. N. Cleland et al, J. of Appl. Phys. **92**, 2758 (2002)

[15] F. J. Giessibl, Reviews of Modern Physics **75**, 949 (2003)

[16] H. J. Mamin, D. Rugar, Apll. Phys. Lett. **79**, 3358 (2001)

Résumé

Les fluctuations quantiques de point zéro du champ électromagnétique (EM) produisent un effet mécanique remarquable entre deux objets macroscopiques, quelles que soient la forme et la nature de leurs matériaux : la force de Casimir, du nom du physicien hollandais qui en 1948 prédit l'existence d'une force attractive dans la configuration idéale de deux miroirs plans parfaits, neutres et parallèles. Depuis sa mise en évidence théorique, cet effet attire l'intérêt de communautés scientifiques d'horizons tous azimuts, des cosmologistes aux concepteurs de micro/nanosystèmes mécaniques en passant par les physiciens de la théorie quantique des champs et de la gravitation. Cette force qui se situe au coeur de nombreux problèmes actuels de physique théoriques, à l'interface de la physique de la gravitation et de la théorie quantique des champs (divergence de l'énergie du vide), joue en effet un rôle majeur dans le fonctionnement de nanosystèmes mécaniques en cours de développement, qui sont appelés dans les années futures à révolutionner toute l'industrie de la microélectronique. Les effets des conditions aux limites imposées au champ EM soulèvent en particulier de nombreuses interrogations sur le comportement de ce phénomène quantique. Son contrôle, par ce biais, constitue ainsi l'une des principales motivations du travail expérimental développé durant cette thèse : la conception d'un appareil de mesure de forces faibles entre deux surfaces de tailles micrométriques présentant une structuration à l'échelle du nanomètre en vue de l'étude de la force de Casimir. La sonde de force, développée au cours de la thèse de Gauthier Torricelli qui a lancé cette activité dans l'équipe Piconewton, est constituée d'une micropoutre au bout de laquelle est collée une sphère de quelques dizaines de micromètres de rayon et recouverte d'or. Cette thèse propose tout d'abord une caractérisation expérimentale et théorique de son comportement mécanique en présence de son environnement et des appareils de mesure qui l'entourent. La mise au point d'une procédure de calibration de force constitue ensuite une étape incontournable pour obtenir des mesures de forces absolues et ainsi réaliser des comparaisons théorie/expérience significatives.