HAL
open science

Bruit thermique et dissipation d'un microlevier

Pierdomenico Paolino

To cite this version:

Pierdomenico Paolino. Bruit thermique et dissipation d'un microlevier. Physique [physics]. Ecole normale supérieure de lyon - ENS LYON, 2008. Français. NNT : . tel-00423692

HAL Id: tel-00423692

https://theses.hal.science/tel-00423692v1

Submitted on 12 Oct 2009

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.

Numéro d'ordre : 493 Année 2008
Numéro attribué par la bibliothèque : 07ENSL0 493

École Normale Supérieure de Lyon
Laboratoire de Physique

en vue d'obtenir le grade de :
Docteur de l'Université de Lyon, École Normale Supérieure de Lyon

Specialité : **Physique**
École doctorale de Physique et Astrophysique de Lyon

Bruit thermique et dissipation d'un microlevier

Thèse présentée et soutenue publiquement le 24 novembre 2008 par

Pierdomenico PAOLINO

Sous la direction de :
Ludovic BELLON

Devant la commission d'examen formée de :

Elisabeth CHARLAIX	Présidente du jury
François BERTIN	Rapporteur
Christian FRETIGNY	Rapporteur
Sergio CILIBERTO	Examinateur
Ludovic BELLON	Directeur de thèse

À Camillà,
À ma famille

Remerciements

Cette thèse s'est déroulée au sein du laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon, UMR CNRS 5672. Je tient à remercier les membres du jury. J'adresse ma vive reconnaissance à Fraçois Bertin, Animateur Scientifique (CEA LETI MINATEC) à Grenoble et Christian Fretigny, Directeur de Recherche (ESPCI) à Paris, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en me faisant l'honneur d'être rapporteurs. François Bertin, de plus, pour les échanges, les critiques et les copieux conseils qui ont sûrement rendu le manuscrit plus clair et précis. Je remercie tout particulièrement Elisabeth Charlaix, professeur (LPMCN) à Lyon, pour avoir accepté de faire partie du jury de ma thèse en tant que présidente et pour tout l'intérêt qu'elle a montré à ce travail.

Mon plus grand remerciement va sans doute à mon directeur de thèse, Ludovic Bellon. J'ai beaucoup appris par ses démarches scientifiques et également par l'état d'esprit avec lequel il aborde les difficultés de la recherche. Il a montré une très forte disponibilité et patience et a tout mis en oeuvre pour la réussite de ce travail. Non seulement j'ai eu le plaisir de travailler avec lui mais aussi j'ai trouvé en lui bien plus qu'un directeur de thèse, un ami. Je remercie également Sergio Ciliberto, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire et pour la richesse des discussions scientifiques. Et puis Artyom Petroysan, toujours disponible, mais surtout je le remercie pour son âme très sensible et son enthousiasme qui ont animés plusieurs moments le long des trois dernières années. Je remercie tous les membres du laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon pour avoir créer une ambiance vivace, simplement agréable et accueillante.

Je tiens également à remercier Bruno Tiribilli, Professeur invité, avec lequel je me suis fais grand plaisir à travailler et apprendre.

Mon expérience de recherche n'aurait pu se révélée autant agréable sans la rencontre de Louis Gostiaux, François Cailler, Mathieux Creyssel, Nicolas Malick, et tous les autres doctorants et post-doctorants du laboratoire. J'ai partagé avec certains d'entre eux des moments mémorables en préparant le TP pour les étudiants de l'Agrégation de Physique et également en faisant la fête en plusieurs occasions.

Je tient finalement à préciser qu'au delà des aspects scientifiques, cette expérience s'est révélée une aventure humaine enrichissante et grandiose grâce à tous les chemins que j'ai croisé sur mon passage à Lyon.

Merci à tous.

≻ ∘ ∼ ∘ ♣ ∘ ∽ ∘ ≺

Table des matières

1 Introduction **3**
1.1 Microscopie à force atomique 3
1.2 Interaction pointe surface 4
1.3 Mesure de déflexion 6
1.3.1 Mesures “in situ” 6
1.3.2 Détection 4 quadrants 7
1.3.3 Interféromètre à fibre optique 8
1.3.4 Interféromètre différentiel 9
1.3.5 Comparaison entre les méthodes optiques 11
1.4 Le manuscrit 12

2 Détection interférométrique à quadrature de phase **15**
2.1 Choix du laser 15
2.2 Zone de mesure 16
2.3 Séparation du faisceau 17
2.3.1 Double lame de calcite 18
2.3.2 Double trajet 19
2.3.3 Prisme de Wollaston 21
2.3.4 Comparaison des techniques de séparation 23
2.4 Zone d’analyse 24
2.5 L’imagerie AFM 28
2.6 Shot noise 30
2.7 Réalisation expérimentale 32

3 Mécanique statistique et mécanique d’une poutre **35**
3.1 Eléments de mécanique statistique 35
3.1.1 Mouvement brownien 35
3.1.2 Théorème Fluctuation-Dissipation 37
3.1.3 Relations de Kramers-Krönig 38
3.2 Fluctuations thermiques d’un oscillateur harmonique 39

3.2.1 Oscillateur harmonique avec couplage visqueux (OHV) . . . 40
3.2.2 Oscillateur harmonique avec dissipation viscoélastique (κ^* et **OHV***) . . . 41
3.3 Dynamique du levier : modèle de poutre . . . 44
3.3.1 L'approximation de Euler-Bernoulli . . . 44
3.3.2 Théorème d'équipartition de l'énergie appliqué à la poutre . 47
3.3.3 Un modèle dissipatif : la fonction hydrodynamique de Sader 48
3.4 Conclusions . . . 51

4 Profil spatial des modes propres et raideur d'un levier 53
4.1 Mesure de raideurs . . . 53
4.2 Description de la mesure . . . 56
4.3 Analyse . . . 59
4.4 Dissipation visqueuse . . . 61

5 Viscoélasticité des leviers 65
5.1 DSP des fluctuations thermiques d'un levier en silicium . . . 65
5.2 Influence du revêtement sur le bruit à basse fréquence . . . 67
5.3 Mesures dans le vide . . . 70
5.4 Comparaison des fonction de réponse mécaniques G . . . 72
5.5 Conclusions . . . 77

6 Conclusions et perspectives 79

A Table des constantes 83

B Analyse des données 85

C Dépendance en fréquence de la viscoélasticité 89

D Algorithme de Kramers-Krönig 91

Bibliographie 106

Chapitre 1

Introduction

1.1 Microscopie à force atomique

Le microscope à force atomique (AFM) a été introduit en 1986 par Binnig, Quate et Geber comme méthode d'étude de surface à l'échelle atomique [1]. Depuis son invention plusieurs variantes ont été apportées à l'idée originale, avec des débouchés qui couvrent un vaste domaine d'applications : science des matériaux, chimie, biologie, médecine, applications industrielles dans la fabrication de composants micro-électroniques comme les dispositifs de mémoire ou les MEMS (Micro Electro Mechanical Systems).

Toutes les différentes variantes de fonctionnement de l'AFM reposent sur un même principe : mesurer la force d'interaction entre une pointe ayant un rayon de courbure nanométrique (de quelques unités à quelques dizaines de nanomètres) et l'échantillon. Le capteur de force de l'AFM est un levier, avec une extrémité encastrée et l'autre, libre, munie de la pointe "sonde".

Dans les premières années de cette technique, la conception et réalisation du levier faisait partie des tâches de l'expérimentateur. Aujourd'hui, mis à part quelques applications spécifiques, les micro-leviers AFM sont fabriqués industriellement sur des processus issus de la micro-électronique. Les formes de levier les plus répandues sont la forme rectangulaire et celle en "V" [2]. La nécessité de fréquences de résonance grandes devant les fréquences d'acquisition typiques des images et de faibles raideurs pour être sensible aux forces d'interaction, ont imposé des tailles micrométriques aux leviers. Le matériau de composition est principalement le silicium, avec éventuellement un recouvrement métallique pour augmenter le coefficient de réflexion optique ou pour rendre le levier conducteur.

L'information sur la force d'interaction est récupérée en mesurant et interprétant la déflexion (et/ou la torsion) du levier. Pour obtenir la "carte" d'une propriété de l'échantillon, telle que la topographie, la friction, l'adhésion, la charge

électrostatique, la température, la présence d'une molécule ou autre, la pointe est déplacée latéralement de façon contrôlée sur l'échantillon. On travaille en général à interaction constante avec un boucle de rétroaction qui ajuste la distance pointe-échantillon pour respecter la consigne fixée par l'utilisateur. Selon que la pointe est en contact avec l'échantillon ou non, que le levier est excité à la fréquence de résonance ou non, on définit les modes d'imagerie suivants :

Contact (ou mode DC) : c'est le premier mode de fonctionnement conçu. Le levier en contact avec la surface est maintenu à déflexion constante, par la boucle d'asservissement en hauteur, lors du déplacement horizontal sur la surface. Le signal de la boucle fournit la carte topographique de la surface d'échantillon explorée. La mesure simultanée de la torsion du levier fournit des informations sur la dissipation engendrée par le frottement.

Dynamique : le levier loin de la surface, sa déflexion est excitée à la fréquence de résonance. À l'approche de l'échantillon, sans parvenir au contact, la fréquence de résonance, l'amplitude et la phase de la vibration sont modulées par le gradient de force de l'interaction. La boucle d'asservissement en hauteur est réglée pour exploiter de façon appropriée les décalages observés.

Tapping (ou contact intermittent) : le levier est également excité au voisinage de sa fréquence propre de résonance, mais à chaque cycle d'oscillation la pointe vient en contact avec la surface. Les forces appliquées sur l'échantillon peuvent être très faibles et le temps de contact très court, ce qui permet d'éviter la déformation et l'usure de l'échantillon et de la pointe. Cette technique permet d'imager les échantillons plus mous (fréquents en biologie).

Pulsé : Dans ce cas c'est la position de l'échantillon à être modulée et portée périodiquement en contact avec le levier. Ce mode révèle des informations sur la force d'adhésion pointe-échantillon.

La liste précédente ne propose évidemment qu'un panorama incomplet des différents modes de fonctionnement de l'AFM, pour plus de détails voir [3, 4].

1.2 Interaction pointe surface

Le coeur de la microscopie à force atomique est le dispositif de mesure de la force pointe-échantillon, et donc de la déflexion du levier qui supporte la pointe. Les boucles d'asservissement dans les modes dynamiques et intermittent, demandent notamment pour être implémentées un bon rapport signal sur bruit au voisinage de la résonance excitée du levier. Les méthodes de mesures de la déflexion que nous présentons dans les prochains paragraphes sont globalement suffisamment précises pour les applications d'imagerie.

Toutefois, au delà de ces applications, il peut être intéressant d'étudier avec précision la force d'interaction entre la pointe et la surface en un point, pour en

déduire des propriétés physiques de l'échantillon. Les techniques de spectroscopie de force, notamment, étudient la variation d'interaction en fonction de la distance sonde échantillon, qui donne une signature des forces en présence : interaction électrostatique, magnétique, de van der Waals, liaisons chimiques ou biologiques, capillarité, etc.

Au laboratoire de physique de l'ENS-Lyon, un sujet de recherche très vif, dans l'approche expérimentale autant que théorique, est l'étude des propriété des systèmes "vitreux" : en dessous d'une température de transition vitreuse T_g, les relaxations dans ces systèmes sont si lentes qu'ils ne peuvent trouver leur équilibre thermodynamique sur des temps accessibles expérimentalement. Les fluctuations de ces systèmes hors d'équilibre sont riches d'enseignements pour leur compréhension. Plusieurs expériences ont déjà été réalisées et/ou sont actuellement en cours [5], toutefois elles mesurent toutes les effets moyennés sur des volumes de taille macroscopique. L'idée est donc de mettre en place des expériences qui révèlent le comportement de ces systèmes à l'échelle micro- voire nanométrique, au plus proche des échelles spatiales pertinentes dans la transition vitreuse. A titre d'exemple nous citons les mesures de fluctuation de la constante diélectrique dans un polymère vieillissant menées par Israeloff [6, 7] : une pointe conductrice d'un AFM réalise une des deux électrodes d'un condensateur, l'autre étant la surface métallisée du porte-échantillon. L'échantillon est dans ce cas une couche de polymère vitreux "vieillissant". Les fluctuations de la constante électrique, en particulier, produisent des fluctuations de force mesurables avec la technique AFM. On obtient ainsi des informations inédites sur les relaxations diélectriques de ce système vitreux. La réalisation d'une expérience similaire n'a pas abouti dans cette thèse ; toutefois, le chemin pour y arriver s'est révélé riche en surprises.

La partie principale de ce travail concerne le développement d'une nouvelle méthode performante de mesure de la déflexion. Pour tester la performance de notre approche, il nous a semblé naturel de sonder les fluctuations thermiquement excitées de déflexion d'un levier libre à l'équilibre.

Cette nouvelle méthode nous a ouvert l'accès à une partie du spectre inexplorée auparavant : le bruit de fond est de l'ordre de $10^{-14}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ sur presque toute la gamme de fréquence disponible par nos cartes d'acquisition et remonte doucement à quelques $10^{-13}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ à la fréquence de 1 Hz. Les observations que nous en avons tirées sont inattendues, ce qui a détourné notre attention dans le but d'interpréter les phénomènes physiques en jeux. Pour cette raison, la motivation initiale ne laisse pas de trace autre que dans cette introduction et dans les perspectives.

Nous notons de plus, que bien d'autres domaines de recherche pourraient tirer un avantage d'une amélioration de la résolution dans les mesures de déflexion : les techniques de spectroscopie de force notamment, verraient leur précision largement accrue par notre approche. En sortant du cadre strictement AFM, dans le domaine des MEMS par exemple, la caractérisation et compréhension de la dynamique et

des sources de dissipation mécanique est un problème non complètement résolu où nos mesures ne sont pas sans résonance.

1.3 Mesure de déflexion

La ligne conductrice de cette thèse sera donc le développement d'une technique de mesure de déflexion. Afin de la mettre en perspective, nous exposons brièvement l'état de l'art sur les techniques existantes qui nous paraissent les plus pertinentes.

Mentionnons tout d'abord pour des raisons historiques la première réalisation : Binnig et al. [8] mesuraient la déflexion à l'aide d'un microscope à effet tunnel[1] (STM) positionné sur le levier, la variation du courant tunnel étant en relation avec la déflexion. Depuis, d'autres techniques de mesure de la déflexion locale ont été développées. Nous mentionons brièvement ces méthodes dans les prochains paragraphes [4, 9].

1.3.1 Mesures "in situ"

Mesure capacitive : le levier, rendu conducteur, représente une armure oscillante d'un condensateur. La capacité de ce condensateur est donc en relation avec le profil de déflexion du levier.

Mesure piézo-résistive : un circuit aux propriétés piézo-résistives est déposé sur le levier. La déformation du circuit induite par la déflexion du levier, produit une variation de résistance qui peut être mesurée et mise en relation avec la déflexion même. Cette technique présente un désavantage parfois non négligeable, le courant qui circule dans la piézo-resistance produit un échauffement de la structure.

Mesure piézo-électrique : une couche piézo-électrique est déposée sur le levier. Dans ce cas on mesure la variation de tension aux bornes de la couche induite par la déformation.

Ces techniques permettent de mesurer l'effet intégré de la déformation le long du levier. Elles offrent l'avantage d'être "in situ", ce qui leur a valu un large emploi dans le domaine des MEMS. Elles sont toutefois loin d'être aussi sensibles que les techniques optiques, que nous détaillons dans les lignes qui suivent.

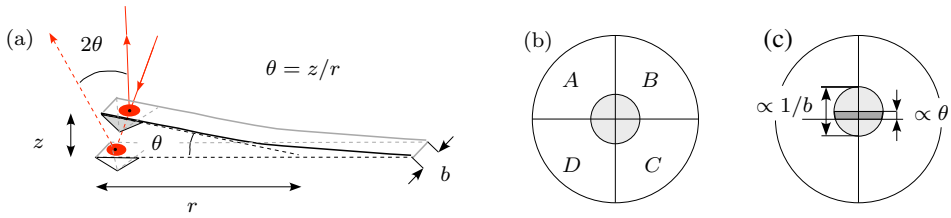

FIGURE 1.1 – En (a) est représenté un levier rectangulaire. Une déflexion du levier de z induit une déviation du faisceau réfléchi d'un angle $2\theta = 2z/r$. Notons que pour une poutre "encastrée/libre" on a $r = 2L/3$ avec L la longueur du levier [10]. En (b) et (c) sont représentés les quatre quadrants A, B, C et D de la photodiode segmentée. Le réglage "zéro", en (b), correspond à la tache laser centrée à l'intersection des quadrants. La figure (c) montre que, à cause de la diffraction, l'ouverture angulaire du faisceau sur les quadrants est proportionnelle à l'inverse de la largeur b du levier.

1.3.2 Détection 4 quadrants

La technique la plus courante de mesure, implémentée sur la plupart des AFM commerciaux, est basée sur la déviation d'un faisceau laser focalisé sur l'extrémité libre du levier. La déflexion du levier induit une déviation du faisceau réfléchi, qui est collectée sur une photodiode segmentée en quatre quadrants (cf. fig. 1.1). Selon la représentation de la fig. 1.1, on règle l'orientation de la photodiode segmentée de façon à avoir un déplacement vertical sur les quadrants en correspondance d'une déflexion et un déplacement horizontal en correspondance d'une torsion du levier. La différence des intensités mesurées $I_A + I_B - (I_C + I_D)$, normalisée par l'intensité totale, est donc proportionnelle à la déflexion angulaire du levier, tandis que la différence $I_A + I_D - (I_B + I_C)$ est reliée à l'angle de torsion du levier.

Pour une même déflexion z la déviation angulaire du faisceau est inversement proportionnelle à la longueur du levier : $\theta = 3z/(2L)$. La longueur du levier représente donc un paramètre pertinent pour l'estimation de la sensibilité de la mesure. Un deuxième facteur qui influence davantage la sensibilité est la divergence du faisceau réfléchi ou de façon équivalente sa taille sur le capteur : la sensibilité sera d'autant plus grande que la divergence du faisceau est faible. Le faisceau étant focalisé sur le levier micrométrique, sa taille minimale sur le capteur est limitée par diffraction, elle sera en particulier proportionnel à l'inverse de la largeur b du levier.

Gustafsson et Clarke [11] montrent, finalement, que le seul paramètre qui in-

1. Cette technique avait été développé quatre ans auparavant par Binnig, Rohrer et al. [8], salués en 1986 par l'obtention du prix Nobel pour la physique.

tervient pour définir la sensibilité du montage est le rapport entre la déviation angulaire et l'ouverture du faisceau qui se résume dans le facteur b/L. Nous exposons en annexe **??** une dérivation détaillée du maximum de sensibilité de la technique de déflexion d'un faisceau lumineux. Nous calculons notamment la fonction de contraste optimale C_{2Q} qui exprime la dépendance en déflexion du signal mesuré :

$$C_{2Q} = \frac{I_A + I_B - (I_C + I_D)}{I_A + I_B + I_C + I_D} = erf\left(\frac{\sqrt{2}\pi}{\lambda} b \sin(2\theta)\right) \tag{1.1}$$

avec θ la déflexion angulaire du levier (cf. fig. 1.1) et λ la longueur d'onde du laser. La sensibilité maximale σ_{2Q} s'obtient linéarizant l'équation précédente autour de la position $\theta = 0$ (spot laser centré à l'intersection des cadrants) :

$$\sigma_{2Q} = \left(\frac{dC_{2Q}}{dz}\right)_{\delta z=0} = \left(\frac{dC_{2Q}}{d\theta}\frac{d\theta}{dz}\right)_{\theta=0} = \frac{3\sqrt{2\pi}}{\lambda}\frac{b}{L} \tag{1.2}$$

Notons que dans l'expression σ_{2Q} apparaît encore une fois le rapport b/L comme seul paramètre pertinent.

1.3.3 Interféromètre à fibre optique

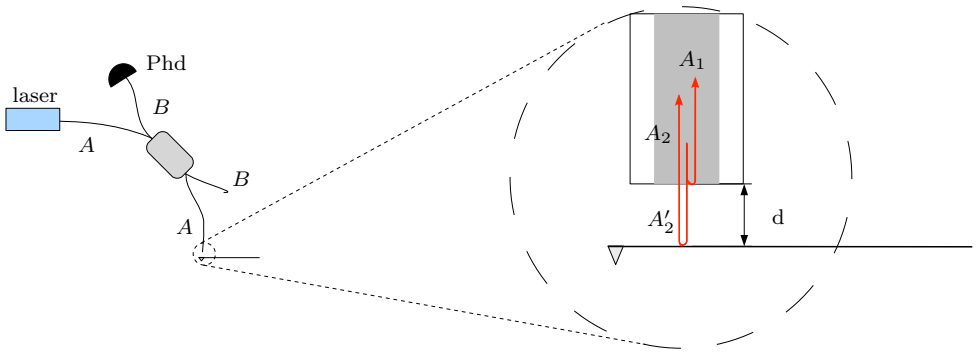

FIGURE 1.2 – Schéma du montage de détection interférométrique de Rugar [12]. L'interférence a lieu entre le faisceau A_1 réfléchi par l'interface fibre/air et le faisceau A_2 qui retourne en fibre après réflexion sur le levier.

Rugar et al. [12–14] ont adapté à l'AFM une technique interférométrique qui utilise une fibre optique comme détecteur de déflexion [15]. La fig. 1.2 présente la configuration du système de détection. Une source laser est injectée dans la fibre optique A. Une deuxième fibre B couplée prélève 50% de l'intensité lumineuse. La

sortie de la fibre B est laissée libre ou éventuellement fermée sur un photodétecteur pour mesurer les fluctuations d'intensité du laser. La sortie de la fibre A est positionnée, avec un contrôleur de position piézoélectrique, à proximité du levier. Le rayon lumineux qui se propage dans la fibre A rencontre deux surfaces réfléchissantes : la face clivée de l'extrémité de la fibre et le levier lui même. L'interférence a lieu dans la fibre entre le faisceau A_1 réfléchi par l'interface fibre/air, et la fraction A_2 qui retourne en fibre du faisceau A' réfléchi par le levier. Le coefficient de réflexion au niveau de l'interface fibre-air (4% dans le cas d'une fibre en silice) rend négligeable l'effet d'éventuelles réflexions multiples dans la cavité interface fibre-levier. Après passage dans le coupleur, l'interférence est enregistrée par une photodiode en sortie de la fibre B.

Dans ce cas on peut mesurer la fonction de contraste suivante :

$$C_{fi} = P \sin\left(\frac{4\pi(z+d)}{\lambda}\right) \tag{1.3}$$

où $P < 1$ est un facteur qui tient compte du déséquilibre des intensités des faisceaux A_1 et A_2 à cause du faible facteur de réflexion de la surface de la fibre, d est la distance entre la fibre et le levier à l'équilibre et δz la déflexion du levier. Un réglage de d à un multiple de $\lambda/4$ permet de linéariser le contraste et d'avoir la sensibilité maximale σ_{fi} :

$$\sigma_{fi} = \frac{dC_{fi}}{dz} = P\left(\frac{4\pi}{\lambda}\right) \tag{1.4}$$

Hug [16] a amélioré cette technique en interposant entre la fibre et le levier une lentille plano-convexe qui réalise une cavité Fabry-Perot entre la surface convexe de la lentille et le levier [2]. Ce montage permet de récupérer une grande partie du faisceau réfléchi par le levier qui, à cause de sa divergence, ne rentrerait plus dans la fibre. De plus, cette amélioration rend les réglages optiques plus souples et permet de travailler avec la fibre à une distance millimétrique du levier. La finesse de la cavité obtenue augmente la sensibilité mais limite toutefois drastiquement la plage linéaire de mesure de la déflexion.

1.3.4 Interféromètre différentiel

Un dernier exemple de technique interférométrique est représenté sur la fig. 1.3 [17, 18]. Il s'agit d'une technique d'interférométrie à faisceaux polarisés. Un faisceau laser est séparé spatialement à l'aide d'un élément biréfringent (une lame de calcite par exemple) en deux faisceaux parallèles avec polarisation orthogonale

2. Nous renvoyons le lecteur à l'article original de Hug pour la définition de la fonction de contraste dans le cas des réflexions multiples dans la cavité.

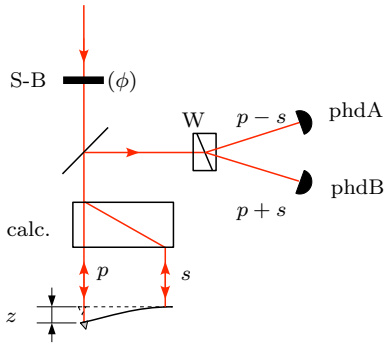

FIGURE 1.3 – Montage interférométrique d'Alvarado [17]. Un faisceau laser polarisé linéairement est séparé au moyen d'une lame de calcite (calc.) en deux faisceaux parallèles de polarisation croisée (p et s). La déflexion z du levier produit un déphasage entre les deux faisceaux réfléchis. Une projection de la polarisation à 45°, par moyen d'un prisme de Wollaston (W), mélange les polarisations produisant ainsi l'interférence. Les intensités A et B mesurées par les deux photodiodes permettent de reconstruire le déphasage optique et, donc, la déflexion du levier. Le point de travail (l'interfrange) est ajusté rajoutant une phase (ϕ) grâce à un compensateur de Soleil Babinet (S-B).

(p et s). Lors de la réflexion, l'un sur la base (que l'on suppose immobile), l'autre sur l'extrémité libre du levier, la déflexion produit un déphasage optique entre les deux faisceaux. Un nouveau passage dans la lame de calcite permet la superposition spatiale des faisceaux réfléchis. Nous notons que, à ce stade, aucune interférence n'a lieu, car les faisceaux gardent leurs polarisations orthogonales. Le passage dans un second élément biréfringent (prisme de Wollaston) avec axe de polarisation orienté à 45° par rapport aux polarisations p et s permet finalement de mélanger les états de polarisation. En sortie du prisme on obtient ainsi deux faisceaux avec polarisation $p+s$ et $p-s$. En mesurant l'intensité de chacun des deux faisceaux par les photodiodes A et B, on reconstruit le déphasage optique et donc la déflexion du levier. Le contraste C_{dif} est cette fois défini par la suivante relation :

$$C_{dif} = \frac{I_A - I_B}{I_A + I_B} = \sin\left(\frac{4\pi z}{\lambda} + \phi\right) \tag{1.5}$$

où ϕ est le déphasage intrinsèque des faisceaux lorsque le levier est à l'équilibre. Pour avoir le maximum de sensibilité il est encore une fois nécessaire de se placer à l'interfrange, où on linéarise la fonction de contraste C_{dif}. Pour cette raison Alvarado introduit un compensateur de Soleil Babinet dans le trajet optique, qui permet d'ajuster ϕ. Après ce réglage on retrouve comme valeur maximale de sen-

sibilité σ_{fi}

$$\sigma_{dif} = \frac{dC_{dif}}{dz} = \left(\frac{4\pi}{\lambda}\right) \tag{1.6}$$

1.3.5 Comparaison entre les méthodes optiques

Nous disposons, désormais, des éléments pour établir un bilan entre les différentes méthodes de détection mentionnées. Comparons les sensibilités maximales (dans le cas idéal) de ces trois techniques :

$$\sigma_{dif} = 1.67\frac{L}{b}\sigma_{4Q} \geqslant \sigma_{fib} \tag{1.7}$$

Pour des leviers classiques où la largeur est petite devant la longueur ($L \gg b$), la méthode d'interférométrie différentielle apparaît donc comme la plus sensible.

La seule source de bruit incontournable qui affecte les mesures est le "shot noise"[3] lors de la conversion du faisceau laser en courant dans les photodétecteurs. Ce bruit étant proportionnel à la racine carré de l'intensité lumineuse, son impact peut être réduit en augmentant la puissance injectée, dans la limite où l'échauffement du levier n'est pas prohibitif.

Dans le cas de la technique en "fibre optique", nous notons que l'égalité dans l'éq. (1.7) s'obtient sous l'hypothèse que les intensités de A_1 et A_2 (cf. partie 1.3.3) soient égales. Le coefficient de réflexion à l'interface fibre/air étant de l'ordre de 4%, cette hypothèse est vérifiée si, à cause de la divergence du faisceau en sortie de fibre, on perd une fraction importante du faisceau A_2' réfléchi par le levier. Cela revient à dire que, à parité de puissance lumineuse sur le levier, la technique en "fibre optique" présente un bruit de shot noise bien plus grand que celui de l'interférométrie différentielle. Nous notons que cet argument n'est plus pertinent dans le cas de la méthode améliorée de Hug [16], pour laquelle les pertes due à la divergence du faisceau sont idéalement éliminées. Il faut néanmoins que la surface du levier soit très réfléchissante pour que la cavité fonctionne correctement. A titre indicatif nous mentionnons que la limite de résolution atteinte expérimentalement par Hug est de $6 \times 10^{-14}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ entre 3 kHz et 1 MHz avec une puissance du faisceau laser de 1 mW (pour des mesures dans l'air).

Bien que moins sensible dans l'absolu, la détection 4 quadrants reste la technique plus appropriée pour la grande majorité des utilisations de l'AFM. Le rapport signal sur bruit est en effet suffisant et son implémentation simple rendent cette technique séduisante pour réaliser les boucles de rétroactions d'imagerie en modes dynamique, intermittent et contact. De plus, en mode contact, cette technique offre

3. Pour une définition du shot noise cf. partie 2.6.

la possibilité de mesurer en même temps la torsion du levier avec une excellente sensibilité[4].

La limite de la détection 4 quadrants se manifeste lors de la mesure de faibles fluctuations de force. On atteint typiquement une limite de résolution de l'ordre de $10^{-12}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ autour de quelques dizaine de kHz, sachant que cette limite peut être améliorée d'un ordre de grandeur par une optimisation des réglages et par la maîtrise des différentes sources de bruit. Un autre désavantage de cette technique, sur lequel nous reviendrons à plusieurs reprises dans le manuscrit, est la nécessité d'une calibration pour mesurer le facteur de conversion dz/dV entre le signal en Volt des photodiodes et la déflexion du levier. Ce facteur de conversion introduit une incertitude supplémentaire sur la déflexion mesurée. Il dépend de plus du mode d'oscillation observé.

Les techniques interférométriques poussées à leur limite de sensibilité, permettent d'obtenir des résolutions jusqu'à $10^{-14}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ [17]. Elles offrent de plus la possibilité d'avoir une mesure déjà calibrée de la déflexion (en hauteur plutôt qu'en angle) du levier. Cet aspect n'est pas anodin si on envisage de développer des mesures quantitatives des propriétés de surface, par des techniques de spectroscopie de force par exemple.

1.4 Le manuscrit

La plus grande partie de ce travail de thèse a été consacrée au développement d'un nouveau microscope à force atomique [19] : au sein du Laboratoire de Physique de l'ENS-Lyon Ludovic Bellon a conçu et réalisé un AFM avec un système de détection fortement inspiré du montage interférentiel de Alvarado [17].

Dans le chap. 2 nous détaillerons les différents aspects du montage, avec une attention particulière aux deux principaux points d'innovation par rapport à la technique de Alvarado : l'utilisation de la quadrature de phase [20] pour l'analyse du signal optique qui contient le déphasage dû à la déflexion ; le développement de trois méthodes alternatives de séparation du faisceau adaptées aux différentes exigences expérimentales [19]. Nous montrerons également comment tirer un signal analogique de fluctuation de déflexion qui permet l'emploi des méthodes traditionnelles d'asservissement pour l'imagerie.

Le chap. 3 fournira le cadre théorique d'analyse des mesures qui seront présentées aux chapitres suivants. Nous définirons tout d'abord la notion de fonction de réponse d'un système mécanique et le Théorème Fluctuation-Dissipation (TFD). Avec ces simples outils nous montrerons qu'il est possible estimer les densités

4. Dans le cas d'une mesure de torsion le terme L/b de l'éq. (1.7) devient proche de 1 et donc l'avantage des techniques interférométriques disparaît.

spectrales de puissance (DSP) pour les différents modèles nécessaires à décrire la dynamique du levier : oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse et/ou viscoélastique, modèle d'Euler-Bernoulli de poutre encastrée-libre, fonction hydrodynamique de Sader pour décrire le couplage hydrodynamique entre la poutre et le fluide environnant.

Au chap. 4 nous testerons le modèle d'Euler-Bernoulli en mesurant la DSP des fluctuations thermiques le long du levier. Le déplacement du point de mesure sur le levier est un des avantages de notre technique. Nous montrerons deux aspects intéressants de cette mesure : elle se présente comme une technique assez fiable de mesure de la raideur du levier et permet une comparaison avec le modèle de Sader.

Au chap. 5 nous montrerons une étude du premier pic de résonance thermiquement excité. Les DSP des leviers en silicium avec et sans revêtement métallique sont très différentes en dessous de la résonance, dans une région du spectre qui est typiquement inaccessible pour les autres techniques de mesure de la déflexion. L'allure du spectre des leviers avec revêtement en or est en $1/f$, tandis que les leviers sans revêtement ont un comportement faiblement décroissant pour $f \to 0$. Nous montrerons qu'en combinant les modèles du chap. 3 entre eux il sera possible d'interpréter fiablement les spectre mesurés tant dans l'air que dans le vide.

Nous conclurons ce manuscrit par une une récapitulation des résultats obtenus et l'identification de quelques perspectives de ce travail.

Chapitre 2

Détection interférométrique à quadrature de phase

Dans ce chapitre nous détaillerons la technique de mesure de déflexion du levier que nous avons mise en oeuvre. Elle est inspirée par la technique de Schonenberger et Alvarado [17] et se base sur l'interférence de deux faisceaux lumineux avec polarisation orthogonales. La limite de résolution du montage que nous avons réalisé est de $1 \times 10^{-14}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ sur un plage de fréquence qui va du continu à 1 MHz.

2.1 Choix du laser

Nous avons utilisé un laser He-Ne (Melles Griot 25-LHP-691) de 2.5 mW de puissance et longueur d'onde $\lambda = 632.8\,\mathrm{nm}$. Toutefois ce choix n'a pas été immédiat. Dans un premier temps nous avons essayé d'utiliser une diode laser stabilisée en température et intensité du courant. Cette solution s'est révélée inadéquate : nous avons observé des corrélations entre la dérive en température de la pièce et la sensibilité de mesure du montage interférométrique. Nous sommes donc passés aux lasers He-Ne. Une comparaison entre différents modèles a mis en évidence que la caractéristique déterminante pour nos applications est la taille de la cavité laser et son intensité : les "tubes" He-Ne plus longs non stabilisés en fréquence, produisent un bruit aléatoire qui se déplace le long du spectre d'intensité. Ce bruit disparaît lorsqu'on se sert de cavités plus courtes : l'écartement en fréquence entre deux modes proches d'une cavité est inversement proportionnel à la longueur de la cavité, ainsi dans les cavités les plus courtes seul un mode peut exister.

2.2 Zone de mesure

Le faisceau laser He-Ne polarisé linéairement est injecté dans une fibre optique monomode à maintien de polarisation. Afin d'éviter toute déstabilisation du laser par une réflexion parasite dans sa cavité optique, nous avons minimisé toute réflexion dans le sens du retour par le choix d'une fibre avec extrémité biseautée et en interposant entre le laser et l'optique d'injection en fibre un isolateur de Faraday.

À la sortie de la fibre, après une collimation du faisceau à laide d'une lentille convergente (qui produit un faisceau d'environ 2 mm de diamètre), un polariseur (Glan Taylor) vient fixer une polarisation linéaire du faisceau lumineux dans la direction $\mathbf{z}+\mathbf{y}$, de sorte que son champ électrique s'écrit $\mathbf{E} = E_0(\mathbf{z}+\mathbf{y})$.

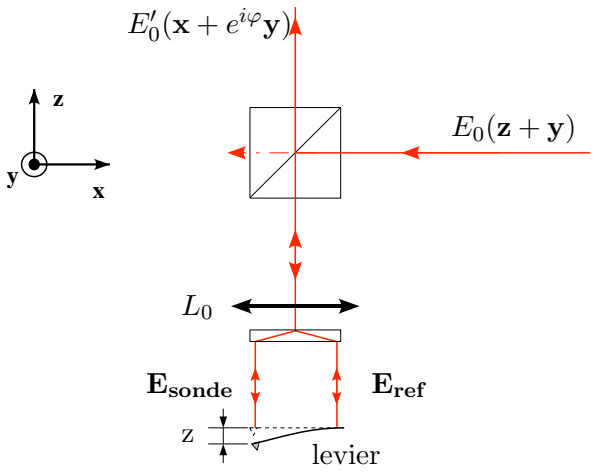

FIGURE 2.1 – Le faisceau, avec polarisation dans la direction $\mathbf{x}+\mathbf{y}$, après reflexion sur un cube séparateur entre dans la région de mesure. Il est focalisé ici (lentille L_0) et séparé spatialement en deux faisceaux $\mathbf{E_{ref}}$ et $\mathbf{E_{sonde}}$ avec polarisation orthogonale (détails fig. 2.2 à 2.4). Une déflexion z du levier se traduira en un déphasage optique $\varphi \propto z$ entre les faisceau réfléchis. Ces derniers sont recombinés lors du trajet retour et renvoyés dans la partie d'analyse pour mesurer, par interférence, le déphasage.

Après passage dans un séparateur de faisceau (Melles Griot 03 BSL 046, $\approx 50\%$ d'intensité lumineuse sur chaque branche en sortie), la partie utile de la lumière est transformée en deux faisceaux parallèles de polarisations orthogonales et séparés d'une distance qui varie entre 140 μm et 1 mm (cf. fig. 2.1). Nous avons développé trois techniques de séparations du faisceau qui seront détaillées dans la prochaine partie.

Les deux faisceaux sont focalisés sur le levier[1], un sur l'extrémité encastrée ($\mathbf{E_{ref}} = E_0\mathbf{x}$) qui est insensible à la flexion du levier, et l'autre du coté de l'extrémité libre ($\mathbf{E_{sonde}} = E_0\mathbf{y}$). Soit z le déplacement vertical du point du levier illuminé par $\mathbf{E_{sonde}}$ lors d'une déflexion par rapport à sa position d'équilibre. Une fois réfléchi par le levier, le chemin optique de chaque rayon étant différent, il apparaît une différence de marche $2z$ entre $\mathbf{E_{ref}}$ et $\mathbf{E_{sonde}}$ avant qu'ils soient recombinés spatialement. En supposant qu'il n'y a pas eu d'atténuation, le champ lumineux réfléchi s'écrit $\mathbf{E} = E_0(\mathbf{x} + e^{i2kz}\mathbf{y}) = E_0(\mathbf{x} + e^{i\varphi}\mathbf{y})$, $k = 2\pi n/\lambda$ désigne le module du vecteur d'onde et n l'indice optique du milieux traversé par les faisceaux (en l'approximant unitaire il sera omis par la suite). Nous avons donc une relation linéaire entre le déphasage optique φ et la déflexion z :

$$\varphi = 4\pi z/\lambda \tag{2.1}$$

Notons que à ce stade aucune interférence n'est encore visible, puisque la différence de marche intervient sur deux faisceaux de polarisations orthogonales.

Nous soulignons aussi une différence remarquable entre cette technique et la technique quatre quadrants : dans la technique quatre quadrants on mesure la déflexion angulaire ou inclinaison du levier au point illuminé par le faisceau, il faut donc effectuer une conversion pour obtenir la déflexion verticale. Le facteur de conversion s'estime avec une mesure en contact avec une surface dure. En revanche, avec cette technique interférométrique on a accès directement à la déflexion verticale, c'est de plus une mesure calibrée car le déphasage optique et la déflexion sont reliés par une relation linéaire dans laquelle intervient seulement la longueur d'onde du laser.

2.3 Séparation du faisceau

Nous avons mis au point trois techniques différentes de séparation du faisceau. Nous les détaillons dans les lignes qui suivent avant de comparer leurs avantages et inconvénients.

1. La focale de la lentille est de 30 mm, ce qui produit une tâche focale d'environ 10 μm. Pour les mesures que nous avons réalisées cette taille est parfaitement adaptée (levier rectangulaire large de 50 μm et long de 450 μm). Toutefois, si l'on envisage une application de cette technique dans le plus vaste domaine des MEMS et des NEMS (Micro et Nano Electro-Mechanical Systems), il faut réduire le plus possible la tâche focale diminuant notamment la longueur d'onde du laser et la focale de la lentille.

2.3.1 Double lame de calcite

Pour la première méthode nous utilisons des lames de calcite, comme proposé dans le montage de Alvarado [17]. Dans cette configuration, la lame de calcite [2] produit deux faisceaux parallèles de polarisations croisées. Comme illustré sur la fig. 2.2, le faisceau lumineux traverse deux lames de calcite après être focalisé par une lentille. Les axes optiques des deux lames sont perpendiculaires entre eux, par conséquent chaque polarisation du faisceau incident est ordinaire pour l'une et extraordinaire pour l'autre. Ainsi, les chemins optiques qu'ils ont parcourus dans les lames calcites sont les mêmes, ce qui permet de minimiser l'effet des fluctuations de longueur d'onde du laser. En effet les variations de φ s'écrivent en différentiant l'éq. (2.1) :

$$\delta\varphi = 4\pi\frac{\delta z}{\lambda} - 4\pi z_0\frac{\delta L}{\lambda^2} = 4\pi\frac{\delta z}{\lambda} - \varphi_0\frac{\delta\lambda}{\lambda} \tag{2.2}$$

On voit donc qu'en annulant φ_0 (frange centrale), en s'affranchit des fluctuations de λ.

Pour la réalisation de ce montage nous avons utilisé deux lames de 1 mm d'épaisseur. Chaque lame déplace le rayon extraordinaire de 100 μm par rapport au rayon ordinaire, donc les deux faisceaux sortent avec environ 140 μm d'écart du *bilame de calcite*. Evidemment l'écartement des faisceaux fixe la limite inférieure de longueur des leviers que nous pouvons tester avec cette technique.

Il faut aussi noter que si la longueur du levier dépasse 140 μm (dans les mesures présentées dans les prochains chapitres nous avons utilisé de 450 μm de longueur), le positionnement des deux faisceaux ne correspond pas exactement à la fig. 2.2. Si $\mathbf{E_{sonde}}$ est focalisé sur l'extrémité libre du levier, alors l'hypothèse que le chemin optique parcouru par $\mathbf{E_{ref}}$ est insensible à la déflexion du levier n'est plus valable. Nous pouvons estimer dans ce cas un facteur de correction théorique à l'aide du modèle de poutre encastrée - libre ou expérimentalement en portant le levier en contact avec une surface dure. Les deux méthodes sont en bon accord. Le profil fléchi du levier en contact avec la surface est une bonne approximation du profil spatial du premier mode de flexion du levier libre (modèle de poutre encastrée - libre), par conséquent ce facteur de correction est également valable pour corriger l'amplitude d'oscillation de la première résonance. Cette technique pour estimer le facteur de correction est la même que pour la détection quatre quadrants. Toutefois dans ce dernier cas on recherche un facteur de conversion (V/m) qui dépend de la géométrie du levier et de la focalisation du faisceau (paramètres délicats à mesurer), alors que nous pouvons valider notre calibration expérimentale avec des paramètres simples d'accès.

2. La calcite est une matériau biréfringent. Si son axe optique forme un angle de 45° avec la direction de propagation du faisceau, celui-ci sera divisé spatialement en deux faisceaux parallèles avec polarisations orthogonales.

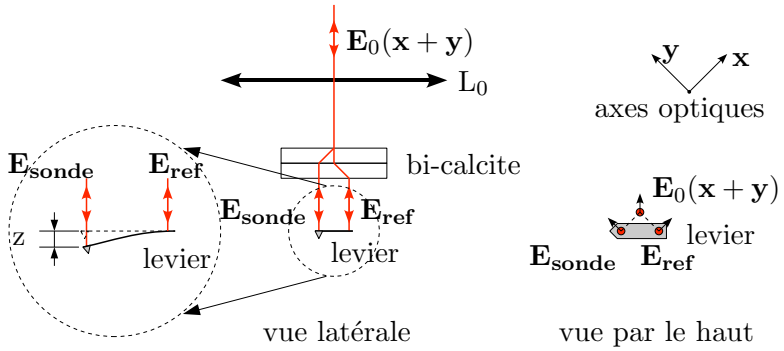

FIGURE 2.2 – Le faisceau incident (champ électrique $\mathbf{E}_0(\mathbf{x}+\mathbf{y})$) est focalisé sur le levier avec la lentille L_0. Les axes optiques des lames de calcite $\mathbf{x}$ and $\mathbf{y}$ étant orthogonaux, le faisceau incident en sort séparé spatialement en deux faisceaux parallèles avec polarisations croisées (champs $\mathbf{E}_{\mathbf{ref}}$ and $\mathbf{E}_{\mathbf{sonde}}$). La déflexion z du levier produit une différence des chemins optiques des faisceaux réfléchis $\delta L = 2z$. Dans la vue par dessus, la flèche indique la direction de polarisation de chaque faisceau.

2.3.2 Double trajet

Nous avons parfois eu un problème expérimental avec la courbure intrinsèque de certains leviers. Les techniques de mesure de la déflexion à un seul faisceaux lumineux (4 quadrants par exemple) ne sont pas gênées par cette courbure, tandis que notre technique exige que les deux faisceaux réfléchis soient recombinés spatialement pour mesurer le déphasage optique φ. Une courbure de l'ordre de 2° (tolérance typique de certaines marques de leviers AFM commerciaux, notamment si un revêtement métallique est présent d'un seul côté) porte à 2 mm l'écartement des deux faisceaux réfléchis après le passage dans la lentille de focalisation (focale 30 mm). Une première stratégie[3] que nous avons adoptée pour limiter ce problème a été la suivante : nous avons élargi le diamètre du faisceau incident à 7 mm (au lieu des 2 mm initiaux), afin que les faisceaux réfléchis se superposent partiellement. Avec un diaphragme nous avons ensuite récupéré seulement cette partie superposée pour maximiser le contraste. Même si cette méthode a permis d'augmenter la tolérance de notre appareil aux effets de la courbure intrinsèque des leviers, elle

3. Dans la quête d'une solution à ce problème, en plus des stratégies qui seront exposées dans la suite, nous sommes parvenus à une technique de mesure de déflexion angulaire à un seul faisceau. Cette technique, qui a fait objet d'une publication [21], est assez sensible (résolution de 6.8×10^{-10} rad), mais demande une surface réfléchissante de taille macroscopique. Elle est donc inappropriée à la détection du mouvement d'un microlevier. Pour cette raison il ne nous a pas paru pertinent de détailler cette méthode dans le manuscrit et l'avons reportée en annexe **??**.

n'est pas toujours pertinente (à cause de la forte diminution d'intensité du signal diaphragmé).

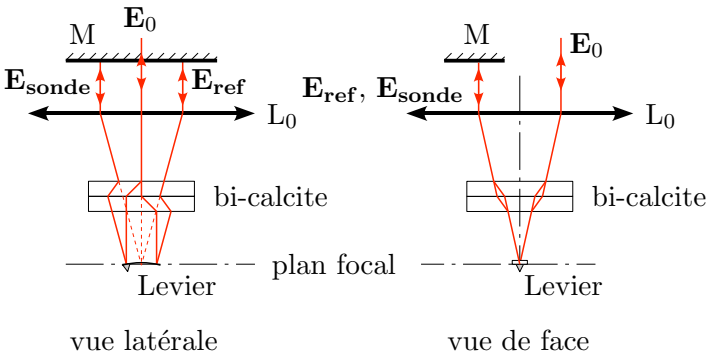

FIGURE 2.3 – Le rayon incident (champ électrique $\mathbf{E}_0$) est focalisé sur le levier grâce à la lentille L_0 et séparé spatialement en deux faisceaux à l'aide du bilame de calcite. Après réflexion sur la surface courbée du levier, les deux faisceaux sortent de la lentille avec une distance spatiale qui est reliée à la courbure du levier. Le positionnement d'un miroir plan M orthogonalement aux faisceaux permet de retrouver un recouvrement parfait après une deuxième réflexion sur le levier. Cela est possible en exploitant les trois dimensions de l'espace : le faisceau incident est légèrement désaxé sur la vue de face pour laisser la place au miroir. Avec cette configuration la différence de chemin optique δL est 4 fois la déflexion z.

Nous avons donc élaboré une seconde méthode, illustrée par la fig. 2.3. Dans la vue latérale de la fig. 2.3 on voit clairement l'effet de la courbure : après réflexion sur le levier les faisceaux ne suivent pas le même chemin qu'à l'aller. Néanmoins, les faisceaux provenants virtuellement du foyer de la lentille, en sortie de celle-ci ils sont à nouveau parallèles. A ce point, un miroir plan placé en amont de la lentille oblige chaque faisceau à reparcourir en sens inverse son propre chemin, réalisant ainsi une deuxième réflexion sur le levier. La vue de face de la fig. 2.3 montre comment cela a été possible sans couper le faisceau incident $\mathbf{E}_0$: lors du premier passage nous avons décalé ce dernier par rapport à l'axe passant par le centre de la lentille, en conséquence nous avons ajouté un angle de réflexion sur le levier dans la vue de face, créant ainsi la place pour positionner le miroir. La double réflexion sur le miroir a aussi pour effet de doubler la différence de chemin optique et donc la sensibilité de l'appareil. Par contre le réglage optique est cette fois plus délicat, il faut positionner le miroir plan orthogonalement à la direction du faisceau et surtout le réglage la distance levier lentille requiert 4 fois plus de précision (le double trajet amplifie les effets d'une légère défocalisation). De plus,

ce double trajet diminue l'intensité lumineuse du signal collecté, notamment pour des leviers sans revêtement réflecteur. La principale source de bruit pour cette technique interférométrique est le bruit de grenaille (*shot noise* en Anglais) dans les photodiodes (cf. partie 2.6), qui est proportionnel à la racine carrée de l'intensité lumineuse. Finalement, même si la sensibilité double, le niveau du bruit de fond augmente et le gain en rapport signal sur bruit est inférieur à deux.

2.3.3 Prisme de Wollaston

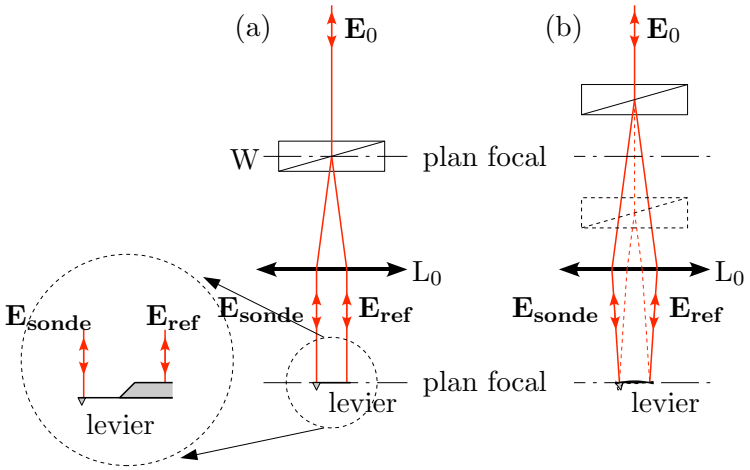

FIGURE 2.4 – (a) Le prisme de Wollaston W sépare le rayon incident $\mathbf{E}_0$ en deux faisceaux de polarisation orthogonales ($\mathbf{E}_{\mathbf{ref}}$ et $\mathbf{E}_{\mathbf{sonde}}$). Suite au passage dans la lentille de focalisation L_0 et au positionnement du prisme de Wollaston à la distance focale de la lentille, on obtient $\mathbf{E}_{\mathbf{ref}}$ et $\mathbf{E}_{\mathbf{sonde}}$ parallèles, avec une distance relative de 1 mm (lentille L_0 de focale 30 mm et prisme de Wollaston W de divergence 2°). (b) Le réglage de la distance entre le Wollaston et la lentille permet de compenser une faible courbure du levier.

Une dernière technique est illustrée sur la fig. 2.4. Dans ce cas la séparation spatiale du faisceau incident est réalisée avant la focalisation mise en œuvre par la lentille. Le séparateur de faisceau est toujours réalisé à l'aide d'un élément optique biréfringent : un prisme de Wollaston [22]. Son effet est de séparer spatialement les deux composantes de polarisations, mais de directions divergentes plutôt que parallèles. En plaçant le point de séparation des faisceaux à la distance focale de la lentille on obtient à nouveau en sortie deux faisceaux parallèles. Cette fois la distance entre $\mathbf{E}_{\mathbf{ref}}$ and $\mathbf{E}_{\mathbf{sonde}}$ est d'environ 1 mm (lentille de focale 30 mm pour L_0 et prisme de Wollaston de divergence 2°). On dépasse donc la longueur caractéristique d'un levier AFM, mais nous avons constaté qu'en positionnant le faisceau de

référence $\mathbf{E_{ref}}$ sur le support du levier le contraste reste de bonne qualité. La hauteur du support par rapport à la surface supérieure du levier est d'environ $300\,\mu$m, ce qui produit une légère défocalisation de $\mathbf{E_{ref}}$ qui est peux contraignante pour le réglage de l'appareil. Avec ce montage nous arrivons à compenser la courbure du levier en déplaçant le Wollaston dans la direction du faisceau incident, car les faisceaux en sortie de la lentille perdent le parallélisme de façon adéquate.

2.3.4 Comparaison des techniques de séparation

Les trois montages que nous venons de décrire ont chacun des avantages et des inconvénients :

	Avantages	Inconvénients
bicalcite	• très robuste aux perturbations extérieures car les deux faisceaux ont presque toujours des trajectoires superposées (la bilame de calcite est à quelques mm du levier) • peu sensible aux fluctuations de longueur d'onde du laser car les deux chemins optiques sont égaux pour le levier en position de repos	• inadaptée aux fortes courbures statiques • oblige à travailler avec leviers rectangulaire de longueur supérieure à $140\,\mu$m • facteur de correction dépendant du mode d'oscillation pour des leviers de longueur supérieure à $140\,\mu$m : seule l'amplitude de la première résonance est fiable, les autres étant biaisées par le positionnement du faisceau $\mathbf{E_{ref}}$ sur le levier
double trajet	• adapté aux leviers ayant une courbure intrinsèque importante • précision accrue (d'un facteur < 2)	• plus sensible aux perturbations externes (vibrations et fluctuations de longueur d'onde du laser) à cause du long trajet des rayons séparés • réglage plus délicat • mêmes désavantages que la bicalcite pour levier de longueur supérieure à $140\,\mu$m
Wollaston	• adapté aux leviers de n'importe quelle forme (y compris les leviers en forme de V) • adapté aux leviers ayant une courbure intrinsèque • aucun facteur géométrique de conversion n'est nécessaire • le faisceau sonde peut être déplacé le long du levier	• sensible aux perturbations externes (vibrations et fluctuations de longueur d'onde du laser), notamment à basse fréquence

2.4 Zone d'analyse

Pour les différentes méthodes de séparation du faisceau la technique d'analyse est commune. Comme nous l'avons montré, en sortie des différents montages on recombine les deux faisceaux de polarisations croisées déphasés. Pour mesurer ce déphasage nous utilisons une technique interférométrique à quadrature de phase ([20] et [21], illustrée sur la fig. 2.5). Le faisceau, après être séparé par un cube séparateur non polariseur, se propage en deux bras d'analyse équivalents (indiqués par l'index $n = 1, 2$). Dans le premier bras (horizontal dans la figure) le faisceau rencontre une lentille de focalisation et une lame de calcite qui le sépare ultérieurement en deux faisceaux détectés chacun par une photodiode. L'axe optique de la calcite est orienté à 45° par rapport aux axes de l'élément biréfringent de la zone de mesure, permettant ainsi d'avoir sur chaque photodiode un signal d'interférence. Sur le deuxième bras d'analyse nous avons placé en amont une lame quart d'onde qui ajoute $\pi/2$ au déphasage φ du à la déflexion. L'intérêt de ce deuxième bras sera exposé par la suite.

L'intensité du courant dans les quatre photodiodes est la suivante :

$$\begin{aligned} A_n &= I_0(1 + \cos(\varphi + \psi_n)) \\ B_n &= I_0(1 - \cos(\varphi + \psi_n)) \end{aligned} \tag{2.3}$$

où I_0 est l'intensité totale des faisceaux incidents[4], $\varphi = 2\pi\delta L/\lambda$ ($\delta L = 2z, 4z$ en fonction de la technique de séparation des faisceaux), $\psi_1 = 0$ (premier bras d'analyse, sans la lame au quart d'onde) et $\psi_2 = -\pi/2$ (deuxième bras, avec la lame). Pour chaque bras nous avons défini une fonction de contraste[5] C_n de la manière suivante :

$$C_n = \frac{A_n - B_n}{A_n + B_n} = \cos(\varphi + \psi_n) \tag{2.4}$$

La normalisation avec la somme des intensités assure que la mesure ne soit pas affectée par des fluctuations de puissance du laser. Cette relation permet aussi d'apprécier l'avantage du deuxième bras d'analyse : avec un seul bras les photodiodes fournissent un signal d'intensité qui dépend sinusoïdalement de la phase optique à mesurer, ce qui veut dire qu'on a un maximum de sensibilité lorsque le contraste est proche de zéro et une perte de sensibilité lorsqu'il vaut ± 1. Le second bras d'analyse prend alors le relais pour garder une sensibilité optimale. Dans le schéma de Alvarado [17] le contraste est ajusté à zéro à l'aide d'un compensateur de Soleil-Babinet avant chaque mesure (cf. partie 1.3.4). De lentes dérives thermiques

4. I_0 est l'intensité électrique définie par $I_0 = SP$, où P est la puissance du faisceau incident (en W) et S est la réponse des photodiodes (en A/W).

5. Que l'on appelle aussi visibilité des franges.

peuvent produire un déplacement de déflexion au repos du levier, obligeant tant avec la technique interférométrique sans quadrature de phase qu'avec la détection 4 quadrants ou l'interférométrie par fibre optique, à opérer un ajustement systématique du zéro pour maximiser le contraste. Le deuxième bras d'analyse rend notre montage insensible à ce problème.

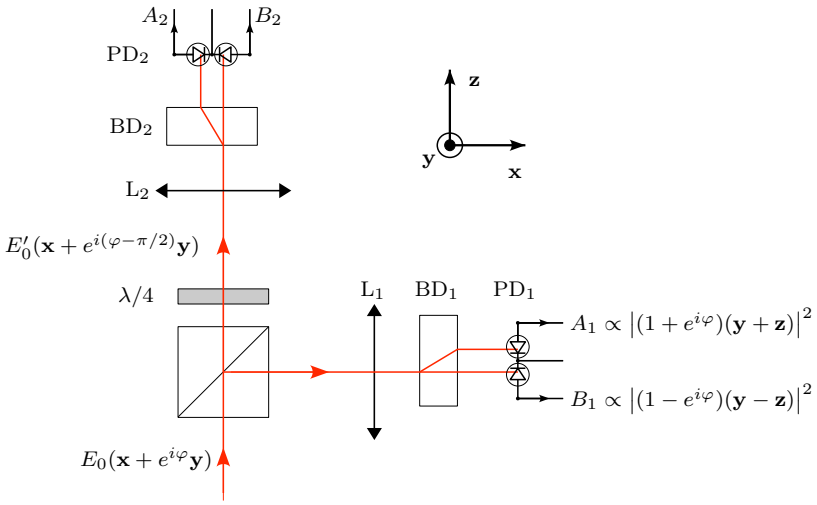

FIGURE 2.5 – Le faisceau lumineux provenant de le région de mesure est séparé en deux par un cube séparateur non polarisant. Dans chaque bras d'analyse une lame de calcite de 5 mm d'épaisseur (BD_1 et BD_2) projette les composantes de la polarisation à 45° afin d'obtenir les interférences. Chaque composante est focalisée (lentilles L_1 et L_2) sur une photodiode (PD_1 et PD_2) pour en enregistrer l'intensité (A_1, A_2, B_1 et B_2). Dans le deuxième bras d'analyse une lame au quart d'onde ($\lambda/4$) ajoute une phase $\psi_2 = -\pi/2$ à la phase initiale φ.

Nous définissons le *contraste complexe* par :

$$C = C_1 + i\,C_2 = \cos(\varphi) + i\sin(\varphi) = e^{i\varphi} \tag{2.5}$$

Cette formulation permet d'avoir une détermination complète de la phase φ (modulo 2π). Dans le plan (C_1, C_2), φ correspond à l'angle polaire du point de mesure sur le cercle unitaire[6]. De plus, la sensibilité à mesurer des petites variations de

6. Dans les techniques d'interférométrie classique le plus souvent la mesure se fait comptant le nombre de franges d'interférence, ce qui fixe une sensibilité de l'ordre de la longueur d'onde du laser utilisé. Dans la technique présentée, et dans la technique interférentielle par fibre optique (cf. partie 1.3.3), on linéarise l'évolution de l'intensité lumineuse à l'intérieur d'une seule frange, ce qui permet davoir une sensibilité sub-longueur d'onde. De plus, grâce au *contraste complexe*,

déflexion est constante sur le cercle ($|\partial C/\partial\varphi| = 1$) : aucun réglage du zéro n'est nécessaire.

La mesure des contrastes est réalisée au moyen d'une électronique de conditionnement adaptée, qui transforme les courants délivrés par les photodiodes en tensions $V_{n\pm}$ avec un gain modulable, et réalise la somme $S_n = V_{n+} + V_{n-}$ et la différence $D_n = V_{n+} - V_{n-}$. Les signaux de somme et différence sont numérisés par des cartes d'acquisition[7]. Le reste de l'analyse sur le signal est réalisée en temps réel sur l'ordinateur avec un logiciel programmé avec Labview et Matlab.

Ajoutons que l'électronique de conditionnement fournit aussi les signaux analogiques $C_i = D_i/S_i$. Toutefois, la réponse fréquentielle de cette opération ne s'est pas révélée plate, nous avons donc préféré effectuer les rapports après numérisation. Le signal analogique des contrastes est quand même très utile lors du réglage : un oscilloscope connecté en mode XY permet de visualiser le cercle du contraste complexe et de régler l'appareil en optimisant ce dernier.

Pour obtenir la différence de marche $\delta L = \frac{\lambda}{2\pi}\varphi$ il suffit d'inverser la relation (2.5) :

$$\varphi = \arg(C) = \arctan(C_2/C_1) \tag{2.6}$$

Dans la réalisation expérimentale, à cause d'intensités parasites et d'imperfection d'alignement, de focalisation, etc., le contraste complexe se manifeste plutôt comme une ellipse inscrite dans le cercle unitaire. En notant C_1^m et C_2^m les contrastes mesurés, nous réalisons un fit elliptique de ce contraste avec la formule suivante :

$$C^m = C_1^m + i\,C_2^m = \mathcal{C}_1\cos(\varphi) + c_1 + i\mathcal{C}_2\sin(\varphi+\psi) + ic_2 \tag{2.7}$$

où $\mathcal{C}_n < 1$ sont les amplitudes du contraste dans chaque bras d'analyse, c_n les offsets, et ψ un déphasage résiduel à la quadrature parfaite [20]. Ces 5 paramètres peuvent être aisément estimés par un réglage de l'interféromètre : en excitant l'oscillation du levier libre avec une céramique piézoélectrique nous réalisons un fit elliptique sur la mesure des contrastes (un exemple sur la fig. 2.6).

---

nous pouvons encore suivre les variations de chemin optique de plusieurs longueurs d'ondes sans dégrader la sensibilité. Il suffit pour celà de compter le nombre de tours que le point de mesure parcourt dans le plan (C_1, C_2).

7. Nous avons dédié pour cette tâche deux cartes PXI National Instrument : une première (PXI 4462) avec 4 entrés analogiques qui effectue une conversion en 24 bit de la tension avec une fréquence d'acquisition de 200 kHz, une deuxième (deux cartes PXI 5922 avec 2 entrés chacunes) qui réalise une conversion entre 24 et 16 bit de la tension en fonction de la fréquence d'acquisition qui peut être choisie entre 500 kHz et 15 MHz. Le choix entre l'une et l'autre est dictée par la plage de fréquence qui nous intéresse.

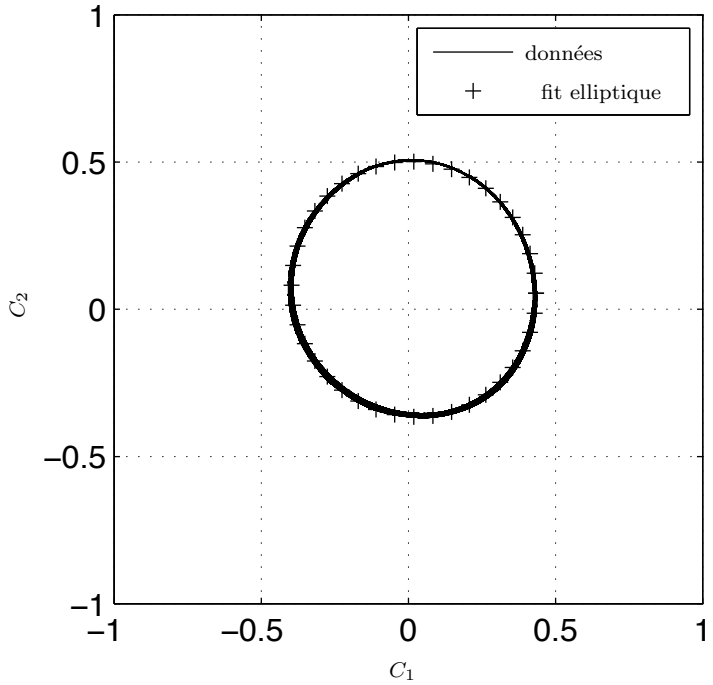

FIGURE 2.6 – Cercle du contraste C_{mes} obtenu en mesurant la déflexion du levier excitée à l'aide d'un piézo. Le fit elliptique est réalisé avec la fonction (2.7). Une fois déterminés les paramètres $\mathcal{C}_n$, c_n et ψ, la déflexion du levier est $z = \delta L/2 = \lambda \arg(C)/(4\pi)$.

Un traitement sur les données permet ensuite de projeter le contraste complexe mesuré sur le cercle unitaire et d'en tirer la déflexion (schéma dans la fig. 2.7) :

$$C = C_1 + i\,C_2 = \frac{C_1^m - c_1}{\mathcal{C}_1} + i\left[\frac{C_2^m - c_2}{\mathcal{C}_2} - \frac{(C_1^m - c_1)\sin(\psi)}{\mathcal{C}_1}\right]\frac{1}{\cos(\psi)} \qquad (2.8)$$

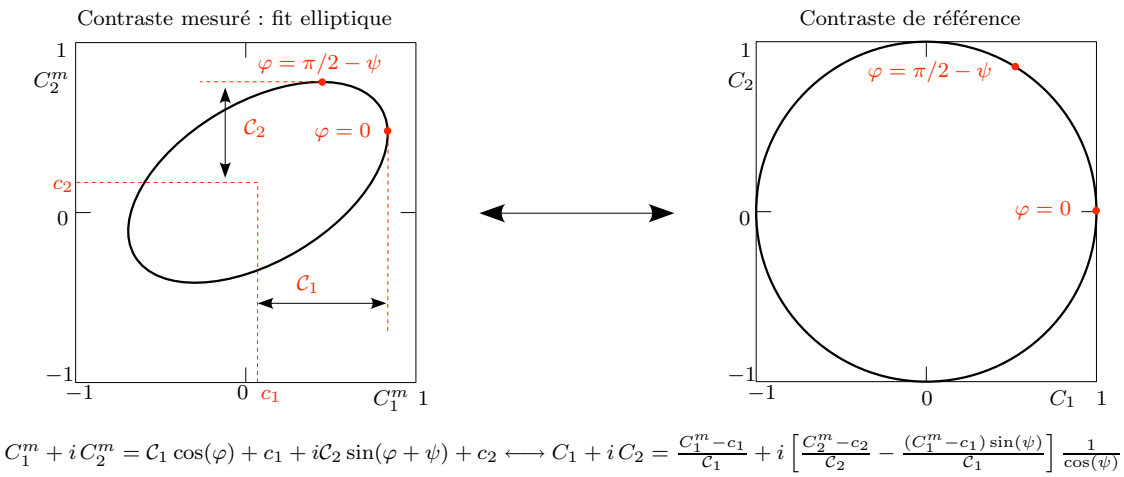

FIGURE 2.7 – Schémas descriptif des éq. (2.8) et (2.7).

2.5 L'imagerie AFM

Dans la description précédente du montage nous avons illustré comment mesurer la déflexion du levier après numérisation des signaux S_n et D_n. Toutefois, si on veut employer l'interférométrie à quadrature de phase pour faire de l'imagerie, il est nécessaire de produire un signal analogique de la déflexion pour pouvoir l'injecter dans une boucle de rétroaction. Avec la détection 4 quadrants le signal de déflexion est réalisé au moyen d'un ensemble d'opérations élémentaires (somme, différence et rapport) sur les signaux délivrés par les photodiodes. Dans notre technique interférométrique la déflexion est reconstruite avec des opérations trigonométriques (éq. (2.6)) qui ne sont pas réalisables fidèlement en électronique analogique. Une possibilité serait de choisir le signal d'un seul bras d'analyse pour la rétroaction, retrouvant ainsi les désavantages déjà mentionnés : ajustement à zéro du contraste avant chaque mesure ; sensibilité dépendante de l'amplitude d'oscillation. Nous avons donc développé une stratégie pour réaliser un signal analogique de déflexion tout en utilisant les deux bras d'analyse.

L'idée est de linéariser les fluctuations de phase φ autour d'un point de travail $\bar{\varphi}$: $\varphi = \bar{\varphi} + \delta\varphi$ et $C_n = \bar{C}_n + \delta C_n$. A partir de l'éq. (2.5) on obtient :

$$\delta C_1 + i\,\delta C_2 = i\delta\varphi e^{i\bar{\varphi}} = i\delta\varphi(\bar{C}_1 + i\,\bar{C}_2) \tag{2.9}$$

Donc, étant dans le cas idéal $|\bar{C}_1 + i\,\bar{C}_2| = |e^{i\bar{\varphi}}| = 1$,

$$\begin{aligned} \delta\varphi &= \bar{C}_1\delta C_2 - \bar{C}_2\delta C_1 && (2.10)\\ &= \bar{C}_1 C_2 - \bar{C}_2 C_1 && (2.11) \end{aligned}$$

Désormais, dans l'équation précédente figurent des opérations facilement implémentables en électronique analogique. Dans la réalisation expérimentale il est nécessaire de prendre en compte les imperfections que nous avons quantifiées avec les paramètres $\mathcal{C}_n$, c_n et ψ. Les paramètres c_n sont compensés avec des offset électroniques réglables. Substituant l'éq. (2.7) dans l'éq. (2.10) on obtient :

$$\begin{aligned} U &= \bar{C}_1^m C_2^m - \bar{C}_2^m C_1^m && (2.12)\\ &= \mathcal{C}_1\mathcal{C}_2\cos(\psi)\sin(\varphi - \bar{\varphi}) && (2.13) \end{aligned}$$

A ce point de l'analyse il faut faire la distinction, selon que l'on cherche un signal à utiliser en mode contact ou dynamique (cf. partie 1.1). Les deux sont facilement implémentables et très similaires.

Dans le cas du mode contact on recueille à un instant donné les valeurs $\bar{C}_1^m$ et $\bar{C}_2^m$ avec un échantillonneur - bloqueur numérique, par exemple quand le levier n'interagit pas avec la surface. Une électronique analogique simple à réaliser évalue ainsi l'éq. (2.12).

Pour des amplitudes de déflexion plus petites que la longueur d'onde du laser on est dans la région linéaire du sinus, on peut donc injecter le signal U dans les systèmes de rétroaction conçus pour la technique quatre quadrants. Le réglage électronique du point de travail est plus simple que celui optique d'autres détections. De plus, on élimine une pièce mécanique qui peut être source de bruit ou dérive thermiques.

Pour réaliser un asservissement en mode dynamique le point de travail est obtenu filtrant le signal du contraste avec un filtre passe-bas pour éliminer la composante oscillante. Si on dénote $\langle\ldots\rangle$ l'opération de filtrage, alors on peut écrire la phase optique dans la forme $\varphi = \bar{\varphi} + \delta\varphi$ avec $\bar{\varphi} = \langle\varphi\rangle$ la valeur moyenne (ou DC) de la phase et $\delta\varphi$ la partie oscillante. De même, on a $\bar{C}_1^m = \langle C_1^m\rangle$ et $\bar{C}_2^m = \langle C_2^m\rangle$. L'éq. 2.12 se réécrit dans la forme suivante :

$$U = \langle C_1^m\rangle C_2^m - \langle C_2^m\rangle C_1^m = \mathcal{C}_1\mathcal{C}_2\cos(\psi)\delta\varphi \qquad (2.14)$$

Dans ce cas également, on peut injecter le signal U ainsi calculé dans les boucles de rétroaction conçus pour la détection 4 quadrants. La sensibilité est indépendante du point de travail et insensible à une éventuelle dérive de celui-ci : le filtre passe-bas est capable de suivre des lentes variations de $\bar{\varphi}$.

2.6 Shot noise

Le bruit de shot noise ("bruit de grenaille") manifeste la nature quantique de la lumière : l'acte de mesure de la photodiode impose aux photons de manifester leur aspect corpusculaire. Pour une source laser et un photodétecteur idéaux, la statistique du nombre de photons mesurés suit la loi de Poisson [23] . Soit I l'intensité moyenne du photocourant délivré par les photodiodes, si on mesure le nombre moyen d'électrons $\bar{N}$ photoémis dans un intervalle de temps Δt donné, on a :

$$\bar{N} = \frac{I}{e}\Delta t \tag{2.15}$$

où e désigne la charge élémentaire de l'électron (1.6×10^{-19} C). La variance caractéristique d'une statistique poissonienne étant égale à sa propre valeur moyenne, nous avons :

$$\langle \delta I^2 \rangle = \langle \delta N^2 \rangle \frac{e^2}{\Delta t^2} = \frac{eI}{\Delta t} = 2eI\Delta f \tag{2.16}$$

avec $\Delta f = 1/(2\Delta t)$, le coefficient 2 provenant du fait qu'on considère les fréquences positives uniquement. En pratique, nous mesurons la densité spectrale de puissance (DSP) du photocourant [8] :

$$\langle \delta I^2 \rangle_{DSP} = 2eI \tag{2.17}$$

Prenons maintenant en compte l'effet qu'une fluctuation d'intensité produit sur les contrastes définis par l'éq. (2.4) :

$$\begin{aligned} \delta C_n^{m2} &= \frac{\delta A_n - \delta B_n}{A_n + B_n} - \frac{A_n - B_n}{(A_n + B_n)^2}(\delta A_n + \delta B_n) \\ &= \frac{2B_n \delta A_n - 2A_n \delta B_n}{(A_n + B_n)^2} \end{aligned} \tag{2.18}$$

Notant que $\langle \delta A_n \delta B_n \rangle_{DSP} = 0$, les fluctuations d'intensité due au shot noise étant décorrélées sur les différentes photodiodes, la DSP s'écrit :

$$\langle \delta C_n^{m2} \rangle_{DSP} = 4\frac{B_n^2 \langle \delta A_n^2 \rangle_{DSP} + A_n^2 \langle \delta B_n^2 \rangle_{DSP}}{(A_n + B_n)^4} \tag{2.19}$$

En substituant dans l'expression précédente la fluctuation d'intensité dû au shot noise (éq. (2.17)), on obtient :

$$\langle \delta C_n^{m2} \rangle_{DSP} = \frac{8eA_nB_n}{(A_n + B_n)^3} \tag{2.20}$$

8. Pour la définition de la densité spectrale de puissance, se reporter au par. 3.1.2, p 37.

Si nous l'exprimons en fonction des sommes S_n et différences D_n :

$$\langle \delta C_n^{m2} \rangle_{DSP} = 2e \frac{S_n^2 - D_n^2}{S_n^3} = \frac{2e}{S_n}(1 - C_n^{m2}) \tag{2.21}$$

D'autre part, toute fluctuation du contraste est interprétée comme une fluctuation du signal de déflexion. D'après l'éq. (2.10), une fluctuation de déflexion s'écrit

$$\delta z = \frac{\lambda}{4\pi}\delta\varphi = \frac{\lambda}{4\pi}(C_1 \delta C_2 - C_2 \delta C_1) \tag{2.22}$$

En exprimant C_1 et C_2 sur la base des contrastes mesurés[9] :

$$\begin{aligned} C_1 &= \frac{C_1^m}{\mathcal{C}_1} \\ C_2 &= \left(\frac{C_2^m}{\mathcal{C}_2} - \frac{C_1^m}{\mathcal{C}_1} \sin(\psi) \right) \frac{1}{\cos(\psi)} \end{aligned} \tag{2.23}$$

on obtient pour δz :

$$\delta z = \frac{\lambda}{4\pi} \frac{1}{\mathcal{C}_1 \mathcal{C}_2 \cos(\psi)} (C_1^m \delta C_2^m - C_2^m \delta C_1^m) \tag{2.24}$$

Les fluctuations de déflexion apparentes produites par le shot noise s'obtiennent à l'aide de l'éq. (2.21) et (2.24) (en notant que δC_1^m et δC_2^m sont décorrélées) :

$$\begin{aligned} \langle \delta z^2 \rangle_{DSP} &= \left(\frac{\lambda}{4\pi \mathcal{C}_1 \mathcal{C}_2 \cos(\psi)} \right)^2 \left(C_2^{m2} \langle \delta C_1^{m2} \rangle_{DSP} + C_1^{m2} \langle \delta C_2^{m2} \rangle_{DSP} \right) \\ &= \left(\frac{\lambda}{4\pi \mathcal{C}_1 \mathcal{C}_2 \cos(\psi)} \right)^2 \times \\ &\quad \left(C_2^{m2} \frac{2e}{S_1}(1 - C_1^{m2}) + C_1^{m2} \frac{2e}{S_2}(1 - C_2^{m2}) \right) \end{aligned} \tag{2.25}$$

Une fois le réglage effectué (fit elliptique du contraste complexe), l'éq. (2.25) permet de calculer pour chaque point de mesure sur l'ellipse la contribution théorique du shot noise à la limite de résolution de l'appareil.

Pour des valeurs de réglages typiques : $\mathcal{C}_1 = \mathcal{C}_2 = 0.5$, $\psi = 0$, $S_1 = S_2 = 4 \times 10^{-6}$ A, on obtient $\langle \delta z^2 \rangle_{DSP}^{1/2} = 7 \times 10^{-15}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$.

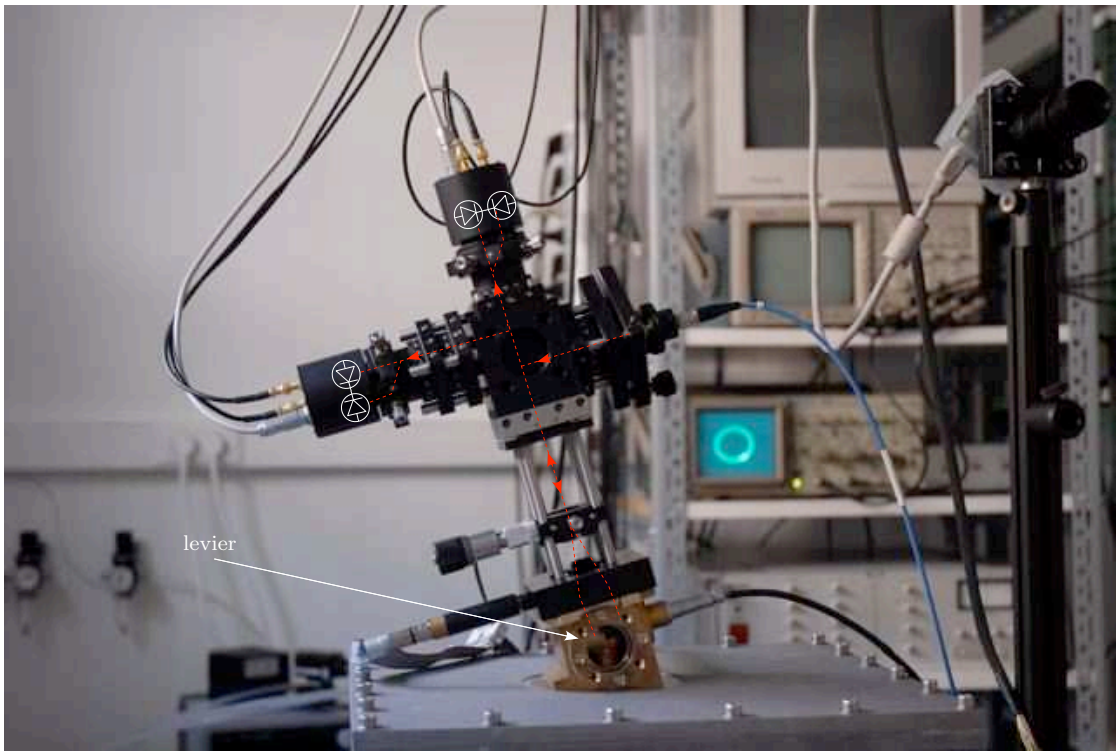

FIGURE 2.8 – Photographie du montage interférométrique de mesure de la déflexion (avec le prisme de Wollaston comme séparateur de faisceau). Le parcours du faisceau laser a été mis en évidence (couleur rouge).

2.7 Réalisation expérimentale

La fig. 2.8 présente une photographie de la partie principale de l'instrument. Pour atteindre une isolation mécanique adéquate nous avons développé le montage sur une table optique qui dispose d'un système pneumatique d'isolation des vibrations du sol (Thorlabs PFA52508, fréquence de coupure 2 Hz). Le levier et le porte-échantillon sont positionnés dans une boîte métallique qui permet de faire des mesures sous atmosphère contrôlée ou sous vide. Une fenêtre en BK7 permet notamment l'accès du faisceau laser.

Pour illustrer les performances de l'appareil nous avons mesuré (fig. 2.9) la densité spectrale de puissance d'un levier AFM libre (loin de toute surface). Aucune excitation externe n'est présente, seule l'excitation thermique est à l'origine des fluctuations de déflexion mesurées et elle suffit à exciter les modes propres de

9. Le calcul est développé dans l'hypothèse $c_1 = c_2 = 0$ pour rendre plus fluide la lecture.

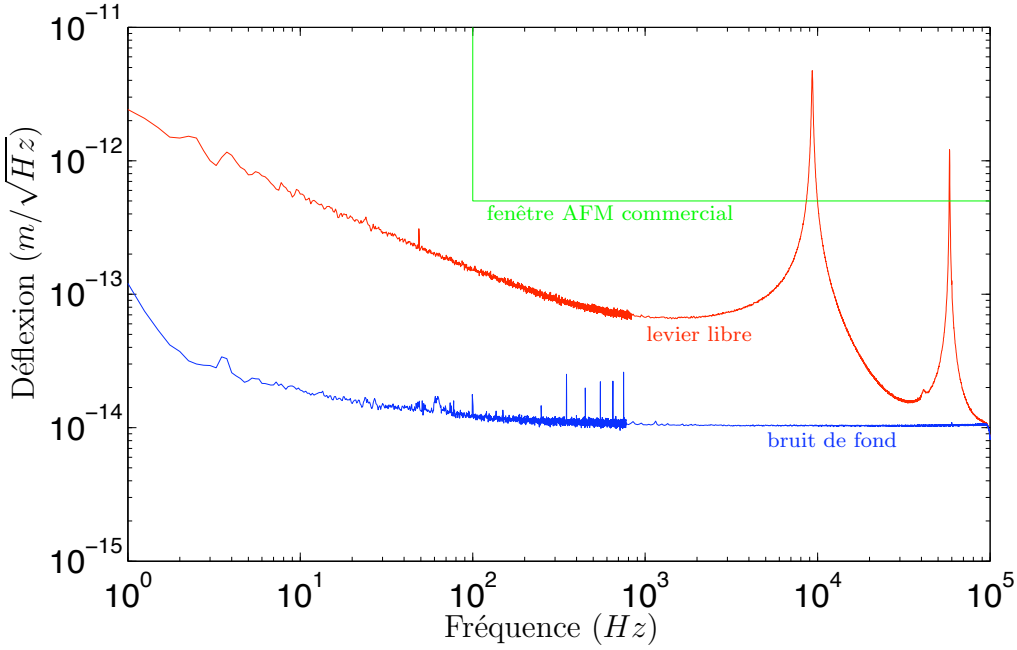

FIGURE 2.9 – En rouge : spectre de puissance des fluctuations thermiques d'un levier AFM (BS-Cont Gold). Pour séparer le faisceau nous avons employé la double-lame de calcite. En bleu : mesure réalisée sur un miroir rigide avec même réflectivité pour évaluer le bruit de fond de l'appareil.

flexion du levier. Dans la gamme de fréquence de la mesure sur la fig. 2.9 on voit apparaître les deux premières résonances.

Le bruit de fond du montage a été mesuré en focalisant les deux faisceaux sur le support du levier. Celui-ci agit comme un miroir rigide avec même réflectivité que le levier. Le bruit croit légèrement aux basses fréquences, on remarque qu'au dessus d'environ 200 Hz la mesure s'établit sur un plateau à $10^{-14}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$: c'est la limite de résolution de notre appareil. À partir des intensités électriques mesurées par les photodiodes, nous avons estimé le bruit de shot noise. Le bruit de fond mesuré, correspond à un facteur 3 près, au shot noise. Les autres contributions sont dues à l'électronique d'amplification et de conditionnement.

Nous avons marqué par un rectangle la région du spectre normalement accessible aux AFM commerciaux. Le bruit de fond est indicatif d'un appareil optimisé pour maximiser la sensibilité [11, 21] et sous-entend la conversion des volts en mètres.

Pour les techniques d'imagerie courantes il est suffisant de bien résoudre la résonance. Néanmoins la question que l'on peut naturellement se poser est de savoir

si dans la région “inexplorée” du spectre sont contenues des informations intéressantes. La partie originale de la thèse est une tentative de répondre au mieux à cette question. Nous anticipons les conclusions auxquelles nous sommes parvenus :

- La partie à basse fréquence met en évidence des différences substantielles dans les fluctuations thermiques d'un levier avec ou sans revêtement métallique. Dans le cas de leviers avec revêtement le modèle d'oscillateur harmonique avec couplage visqueux se révèle insuffisant pour interpréter les mesures. Nous proposons une correction “viscoélastique” à ce modèle.
- Avec une série de mesures effectuées en différentes positions le long du levier nous avons reconstruit le profil spatial de déflexion en accord avec la théorie de Euler-Bernoulli. De plus, cette mesure représente une méthode de mesure de la raideur du levier.
- Nous avons testé la validité du modèle de Sader de la dynamique du levier en présence de fluide.

Chapitre 3

Mécanique statistique et mécanique d'une poutre

Le but de ce chapitre est d'introduire le cadre théorique pour la compréhension et l'interprétation de la densité spectrale de puissance (DSP) des fluctuations thermiques de déflexion du levier.

Dans la première partie nous introduisons les concepts clefs de force stochastique, fonction de réponse mécanique et un théorème de mécanique statistique : le Théorème Fluctuation-Dissipation. Avec ces outils nous analysons deux modèles simples : l'oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse et/ou viscoélastique. Ces modèles seront fortement utiles au chap. 5.

La suite du chapitre est dédiée à l'étude du modèle de poutre encastrée-libre dans l'approche de Euler-Bernoulli. Une vérification expérimentale de ce modèle à l'aide du bruit thermique fera l'objet du chap. 4.

Dans la dernière partie nous décrivons l'approche de Sader pour prendre en compte l'effet hydrodynamique du fluide qui entoure le levier. Dans les chapitres suivants nous montrerons expérimentalement (le fluide sera dans ce cas de l'air) à plusieurs reprises qu'il faut intégrer cette contribution pour modéliser le comportement fréquentiel des fluctuations thermiques hors résonance.

3.1 Eléments de mécanique statistique

3.1.1 Mouvement brownien

L'interprétation statistique du deuxième principe de la thermodynamique conduit à admettre qu'un système en équilibre thermodynamique n'est pas au repos, mais fluctue perpétuellement autour de son état d'équilibre. Ces *fluctuations thermiques* sont toujours présentes pour les systèmes à température absolue non nulle.

Un exemple typique est le *mouvement brownien* d'une particule immergée dans un fluide. Pour avoir la solution exacte du mouvement de la particule il faudrait connaître position et vitesse de chaque molécule de fluide à un instant donné, ce qui est impossible. Si la masse m de la particule en question est grande devant celle des molécules de fluide, alors il est possible d'approcher son mouvement en considérant un effet moyen d'interaction avec le fluide : une *force visqueuse* $-\gamma\dot{x}$, $\dot{x}$ étant la vitesse de la particule. Toutefois, si cette hypothèse sur les masses n'est pas vérifiée (la particule est par exemple une des molécules du fluide) alors sa trajectoire apparaîtra aléatoire et non prévisible à cause des chocs avec les molécules. On parle dans ce cas de *mouvement brownien*.

En 1908 Langevin proposa une solution analytique du problème introduisant le concept d'équation du mouvement pour une variable aléatoire et fondant en même temps une nouvelle branche des mathématiques : les équations différentielles stochastiques. L'équation du mouvement de la particule brownienne, dans le formalisme proposé par Langevin, s'écrit toujours en accord avec les lois de Newton :

$$m\ddot{x}(t) = -\gamma\dot{x}(t) + \xi(t) \qquad \text{équation de Langevin} \tag{3.1}$$

$\xi(t)$ est la *force stochastique* qui exprime les chocs avec les molécules de fluide et est définie que par ses propriétés statistiques :

1. $\xi(t)$ est indépendante de la position et de moyenne nulle[1]

$$\langle \xi(t) \rangle = 0 \tag{3.2}$$

2. $\xi(t)$ est extrêmement rapide comparée à $x(t)$, ce qui traduit l'hypothèse que les chocs sont pratiquement instantanés. Cette variation rapide s'exprime avec la fonction de autocorrelation

$$\langle \xi(t)\xi(t') \rangle = 2\gamma\, k_B\, T\delta(t - t') \tag{3.3}$$

avec $\delta(t - t')$ la fonction delta de Dirac, k_B la constante de Boltzmann. La transformé de Fourier de la fonction d'autocorrelation est la densité spectrale de puissance (DSP) [24]. Dans ce cas donc, la DSP de la force stochastique correspond à une constante, d'où l'appellation de *bruit blanc* pour la force stochastique de ce système physique.

La solution complète du mouvement de tout le système macroscopique demande de résoudre l'éq. (3.1) pour chaque particule de fluide, ce qui reste impossible. La contribution de l'approche de Langevin est qu'elle rend possible une approche statistique : on peut poser et résoudre l'équation pour le mouvement moyen. En particulier, les fluctuations thermiques de la position sont définies comme la variation

1. La notation $\langle\cdot\rangle$ désigne la moyenne temporelle.

quadratique moyenne de la position [25] :

$$< x^2(t) >= \frac{2\,k_B\,T}{\gamma} t \tag{3.4}$$

Le coeur du résultat de Langevin est que les fluctuations d'origine thermique sont reliées à la température et à la dissipation du système. Cette interdépendance n'est pas nouvelle : en 1905 Einstein étudia l'évolution de la densité de probabilité de position de la particule brownienne, établissant la formule qui porte son nom : $D = \mu\, k_B\, T$ reliant le coefficient de diffusion D d'une particule dans un fluide à sa mobilité $\mu = 1/\gamma$. Dans les paragraphes suivants nous introduisons une formulation plus récente (Callen, 1951 [26, 27]) qui traduit cette correspondance dans l'espace de Fourier : le Théorème Fluctuation-Dissipation.

3.1.2 Théorème Fluctuation-Dissipation

Soit un système mécanique macroscopique en équilibre thermodynamique avec un thermostat à température T et duquel on observe la position x. Le système est supposé linéaire et, dans l'espace de Fourier, nous avons :

$$Z(\omega) = \frac{F_{ext}(\omega)}{v(\omega)} \tag{3.5}$$

où $Z(\omega)$ désigne l'impédance mécanique, $F_{ext}(\omega)$ est la transformé de Fourier de la force appliquée sur le système, $v(\omega)$ l'amplitude de la transformé de la vitesse $\dot{x}$ du système et $\omega = 2pif$ où f est la fréquence dans l'espace de Fourier.

Sous ces hypothèses on s'attend donc à la présence de fluctuations thermiques. Nous introduisons la définition de densité spectrale de puissance (DSP) de la force stochastique F_{therm} dans la forme suivante[2] :

$$S_F(f) = \langle F^2_{therm} \rangle_{DSP} = \lim_{T \to +\infty} \frac{1}{2T} \left| \int_{-T}^{+T} F_{therm}(t) e^{i\omega t} dt \right|^2 \tag{3.6}$$

Le théorème de Fluctuation-Dissipation (TFD), dans la formulation de Callen [26, 27], affirme que la densité spectrale de puissance des fluctuations de la force stochastique F_{therm} caractéristique d'un tel système est

$$S_F(f) = 4\, k_B\, T \cdot \mathrm{Re}\,[Z(\omega)] \tag{3.7}$$

2. Par défaut dans ce manuscrit, la densité spectrale de puissance d'une variable F est donnée en fonction de la fréquence f, elle s'écrit donc en unité de F au carrée par Hz afin que $\langle F^2 \rangle = \int df S_F(f)$. Par abus de notation, nous utiliserons parfois dans les graphes la même notation pour désigner la racine carrée de cette quantité.

où $\mathrm{Re}\,[Z(\omega)]$ est la partie réelle de l'impédance, qui correspond à la partie dissipative du système. Dans le cas de l'équation de Langevin (3.1) on a $Z(\omega) = \gamma$: on retrouve donc la densité spectrale d'un bruit blanc.

Si l'on considère un système électrique, en remplaçant respectivement tension, impédance électrique et courant à F, Z et v, l'éq. (3.5) correspond à la loi d'Ohm généralisée. Dans ce cas l'éq. (3.7) est la formule de Nyquist [28] appliquée à la partie purement résistive (dissipative) de l'impédance. Le TFD est en fait une généralisation des travaux de Nyquist [27].

De l'éq. (3.5) et (3.7) on déduit également la DSP des fluctuations de l'observable x générées par le bruit thermique :

$$\begin{aligned} S_x(f) &= \langle x^2_{therm}\rangle_{DSP} = \frac{\langle v^2_{therm}\rangle_{DSP}}{|i\omega|^2} = \frac{\langle F^2_{therm}\rangle_{DSP}}{|i\omega Z(\omega)|^2} \\ &= \frac{4\,k_B\,T}{\omega^2}\,\mathrm{Re}\left[\frac{1}{Z(\omega)}\right] \end{aligned} \tag{3.8}$$

Pour simplifier l'interprétation des systèmes auxquels nous allons appliquer le TFD, nous introduisons la *fonction de réponse mécanique* $G(\omega)$ par l'équation suivante :

$$G(\omega) = \frac{F(\omega)}{x(\omega)} = i\omega Z(\omega) \tag{3.9}$$

Avec cette notation le spectre du bruit thermique de position devient

$$S_x(f) = -\frac{4\,k_B\,T}{\omega}\,\mathrm{Im}\left[\frac{1}{G(\omega)}\right] \tag{3.10}$$

Nous soulignons le caractère général de cette relation : soient q et p deux observables couplées par l'Hamiltonien d'un système à l'équilibre thermique, la densité spectrale de puissance s'écrit

$$S_q(f) = -\frac{4\,k_B\,T}{\omega}\,\mathrm{Im}\left[\frac{q(\omega)}{p(\omega)}\right] \tag{3.11}$$

3.1.3 Relations de Kramers-Krönig

Pour l'application du TFD nous avons fait l'hypothèse de linéarité du système. Il y a une autre hypothèse sous-jacente, c'est l'hypothèse de causalité. Dans l'espace réel l'éq. (3.5) prend la forme suivante :

$$F(t) = \int_{-\infty}^{\infty} Z(t-t')v(t')dt' \tag{3.12}$$

La causalité se traduit dans ce cas par une propriété de la fonction Z : $Z(t-t') = 0$ pour $t < t'$.

Dans l'espace de Fourier la causalité n'est pas manifeste dans l'éq. (3.5). Néanmoins on la retrouve dans les propriétés de la fonction $Z(\omega)$ (ou $G(\omega)$). On peut démontrer que la propriété de causalité dans l'espace réel implique que les fonctions $Z(\omega)$ et $G(\omega)$ sont analytiques[3] dans le demi-espace complexe supérieur. Cette hypothèse suffit pour introduire les relations de Kramers-Krönig, qui établissent une dépendance entre la partie réelle et la partie imaginaire de la fonction réponse dans l'espace de Fourier :

$$\begin{aligned}
\mathrm{Re}\,[G(\omega)] &= \frac{1}{\pi}\mathcal{PP}\int_{-\infty}^{\infty}\frac{\mathrm{Im}\,[G(\omega')]}{\omega'-\omega}d\omega' = \frac{2}{\pi}\mathcal{PP}\int_{0}^{\infty}\frac{\omega'\,\mathrm{Im}\,[G(\omega')]}{(\omega')^2-\omega^2}d\omega' \\
\mathrm{Im}\,[G(\omega)] &= -\frac{1}{\pi}\mathcal{PP}\int_{-\infty}^{\infty}\frac{\mathrm{Re}\,[G(\omega')]}{\omega'-\omega}d\omega' = -\frac{2\omega}{\pi}\mathcal{PP}\int_{0}^{\infty}\frac{\mathrm{Re}\,[G(\omega')]}{(\omega')^2-\omega^2}d\omega' \quad (3.13)
\end{aligned}$$

où $\mathcal{PP}$ désigne la partie principale de Cauchy [29], et les deuxièmes identités reposent sur la propriété de la transformé de Fourier d'une fonction réelle[4]. Grâce à ces relations il est suffisant de connaître la partie réelle (ou imaginaire) d'une fonction réponse pour en déduire sa partie imaginaire (ou réelle).

Cette propriété bien connue est employée en optique expérimentale : l'indice de réfraction (dépendant de la fréquence) est une fonction analytique, donc sa partie réelle (qui exprime la dispersion) et sa partie imaginaire (appelée *coefficient d'extinction* et exprimant l'atténuation) sont reliées par les relations de Kramers-Krönig. Ceci permet de reconstruire la dépendance en fréquence de la dispersion par des mesures d'absorption, qui sont plus faciles à réaliser. Nous avons employé une approche similaire pour reconstruire la partie réelle de la fonction de réponse mécanique, à partir d'une mesure de sa partie imaginaire (chap. 5).

3.2 Fluctuations thermiques d'un oscillateur harmonique

Nous allons étudier expérimentalement les fluctuations thermiques à l'équilibre d'un microlevier en forme de poutre. Considérant uniquement la première résonance et la déflexion de l'extrémité libre, il est usuel de représenter les fluctuations

3. Une fonction définie dans le plan complexe ($f(x,y)$ avec $x+iy \in \mathbb{C}$) est analytique si elle satisfait les relations de Cauchy : $\partial f/\partial y = i\partial f/\partial x$.

4. Soit $\hat{f}(\omega)$ la transformé de Fourier de la fonction réelle $f(t)$. La partie réelle de $\hat{f}(\omega)$ est une fonction paire ($\mathrm{Re}\left[\hat{f}(\omega)\right] = \mathrm{Re}\left[\hat{f}(-\omega)\right]$), tandis que sa partie imaginaire est une fonction impaire ($\mathrm{Im}\left[\hat{f}(\omega)\right] = -\,\mathrm{Im}\left[\hat{f}(-\omega)\right]$).

de déflexion par un modèle d'oscillateur harmonique amorti par la viscosité du fluide environnant et/ou la viscoélasticité du matériau constituant le levier. Nous traitons ici l'application à ce modèle du TFD.

Sous l'effet des fluctuations thermiques, que nous modélisons par une force stochastique $\xi(t)$, le centre de masse de l'oscillateur fluctue autour de sa position d'équilibre moyenne x_0. Nous notons $x(t)$ ces petits écarts aléatoires à x_0.

3.2.1 Oscillateur harmonique avec couplage visqueux (OHV)

Pour un oscillateur avec dissipation purement visqueuse, l'équation des petits mouvements de $x(t)$ autour de x_0 est une extension de l'équation de Langevin (3.1) :

$$m\ddot{x}(t) = -\kappa x(t) - \gamma\dot{x}(t) - \xi(t) \tag{3.14}$$

$-\kappa x(t)$ est la force de rappel élastique (loi de Hooke), quantifiée par la raideur κ, et γ représente le coefficient de couplage visqueux avec le fluide environnant.

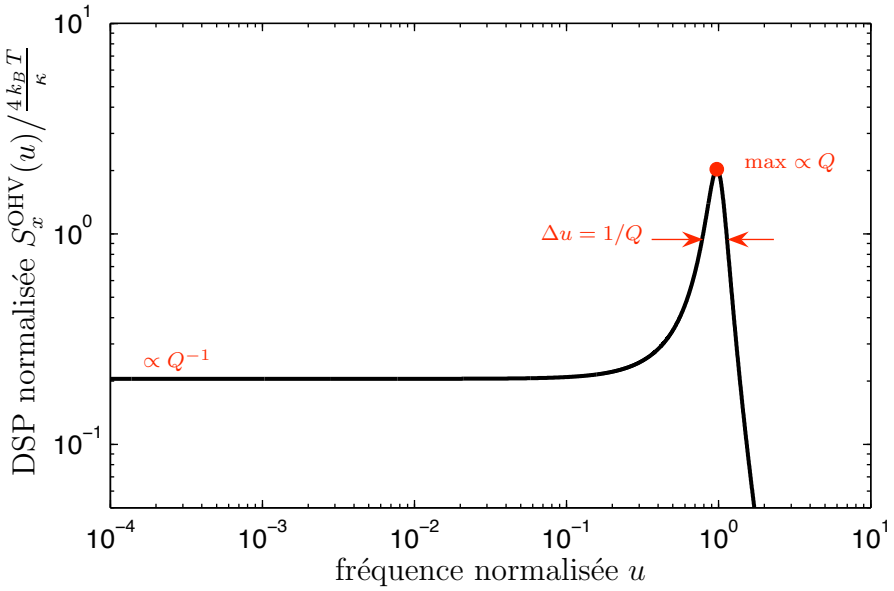

FIGURE 3.1 – Bruit thermique de position (S_x) attendu pour le modèle d'oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse (OHV). Δu est la largeur à demi-hauteur de la résonance.

En passant dans l'espace de Fourier on obtient la réponse mécanique G^{OHV} :

$$G^{\mathrm{OHV}}(\omega) = \kappa \left[1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2} + i \frac{\omega}{Q\omega_0} \right] \tag{3.15}$$

où nous avons introduit la *pulsation de résonance* $\omega_0 = \sqrt{\kappa/m}$ et le *facteur de qualité* $Q = m\omega_0/\gamma$. Dans nos applications expérimentales le fluide environnant le plus visqueux sera de l'air, ce qui nous permet de poser l'hypothèse $Q \gg 1$.

Supposons notre oscillateur à l'équilibre thermique à la température T (du système et du fluide environnant) et invoquons le TFD (3.10) : on obtient pour la densité spectrale de puissance (fig.3.1)

$$S_x^{\mathrm{OHV}}(f) = \frac{4k_B T}{\kappa\omega_0} \frac{1/Q}{(1-u^2)^2 + u^2/Q^2} \tag{3.16}$$

avec $u = \omega/\omega_0$ la fréquence normalisée.

Notons qu'à l'équilibre thermique le théorème d'équipartition de l'énergie s'applique :

$$\frac{1}{2} k_B T = \frac{1}{2}\kappa\langle x^2 \rangle \tag{3.17}$$

En intégrant sur la fréquence le spectre prévu par le TFD (éq. (3.10)) et appliquant les relations de Kramers-Krönig, nous retrouvons ce même résultat :

$$\langle x^2 \rangle = \int_0^\infty S_x^{\mathrm{OHV}}(f) df = k_B T \cdot \mathrm{Re}\left[\frac{1}{G(0)}\right] = \frac{k_B T}{\kappa} \tag{3.18}$$

L'éq. (3.18) exprime l'inclusion dans le TFD du théorème d'équipartition de l'énergie. Une fois définis les paramètres du système, l'énergie associée au bruit thermique est quantifiée de façon équivalente par les deux théorèmes. L'avantage du TFD est qu'il indique également comment cette énergie se distribue dans le domaine des fréquences. De plus les éq. (3.7) et (3.10) manifestent le lien entre les forces qui dissipent l'énergie que le système reçoit de l'extérieur et la force stochastique qui excite le système hors équilibre.

3.2.2 Oscillateur harmonique avec dissipation viscoélastique (κ^* et OHV*)

Le modèle OHV assimile le système physique à une masse ponctuelle soumise à des forces élastiques et visqueuses. En réalité tout oscillateur est un système distribué et il serait plus correct de décrire sa dynamique en terme de *déformation* suite à une variation de la contrainte que de *déplacement* suite à l'application d'une

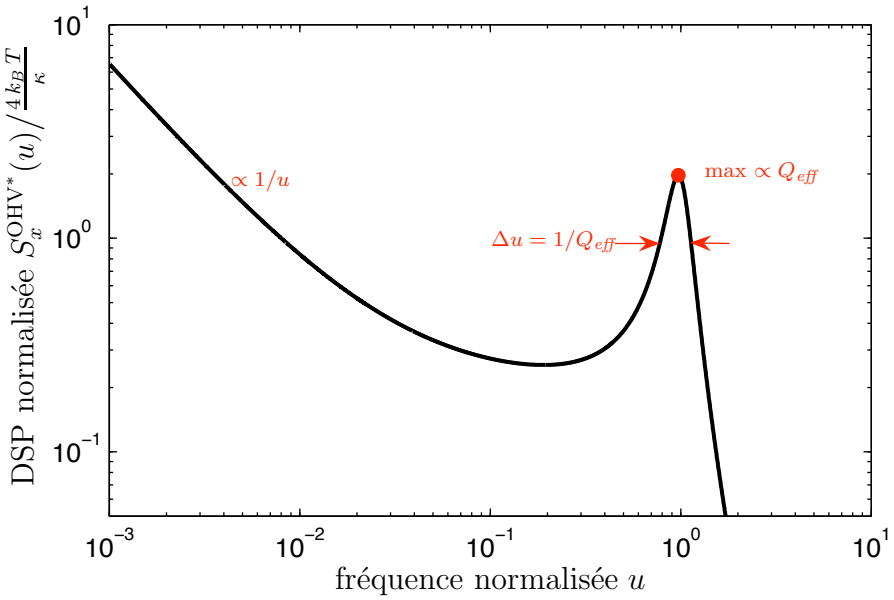

FIGURE 3.2 – DSP attendue pour le modèle d'oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse et viscoélastique (modèle OHV*).

force. Une conséquence possible de la taille étendue du système physique peut être la présence d'un retard entre la variation de contrainte et la déformation induite. Ce comportement prend l'appellation de *viscoélasticité*[5] et sous-entend la présence d'une source de dissipation interne au système.

Il est possible de prendre en compte la viscoélasticité – tout en gardant un formalisme simple de point massif unidimensionnel – en considérant une *force de restitution* sous forme d'un "noyau mémoire" $\check{K}$:

$$m\ddot{x}(t) = -\int_{-\infty}^{t} \check{K}(t-t')x(t')dt' - \xi(t) \tag{3.19}$$

L'expression du noyau peut être assez complexe, mais elle ne pose aucune difficulté dans l'espace de Fourier. En première approximation[6], il suffit d'introduire une raideur complexe [30] $\kappa^* = \kappa(1+i\Phi)$: la partie réelle exprime la raideur purement

5. Il est possible définir de façon bien plus complète la viscoélasticité, mais pour l'interprétation des résultats expérimentaux que nous allons présenter il n'est pas nécessaire d'entrer plus en détail dans le sujet.

6. L'approximation consiste de fait à considérer que la transformée de Fourier de $\check{K}(t-t')$ est indépendante de la fréquence. Cette hypothèse implique une violation du principe de causalité (formalisé par les relations de Kramers-Krönig). Nous montrerons au Chap. 5 les limites de ce modèle et, au delà de cette approche, nous développerons un modèle exact.

élastique, tandis que la partie imaginaire exprime la dissipation viscoélastique sous forme d'un déphasage entre la force appliquée et le déplacement induit de l'oscillateur. Sous cette hypothèse on écrit la réponse mécanique $G^{\kappa^*}(\omega)$ d'un oscillateur harmonique avec dissipation viscoélastique :

$$G^{\kappa^*}(\omega) = \kappa\left(1 - u^2 + i\Phi\right) \tag{3.20}$$

Si l'on impose la condition d'équilibre thermique, le TFD prévoit pour la DSP l'expression suivante (cf. fig. 3.2) :

$$S_x^{\kappa^*}(f) = \frac{4k_BT}{\kappa\omega_0}\frac{\Phi/u}{\left(1-u^2\right)^2 + \Phi^2} \tag{3.21}$$

Si l'on définit à la résonance un *facteur de qualité effectif* Q^* de la manière suivante :

$$\frac{1}{Q^*} = \Phi \tag{3.22}$$

la largeur à demi-hauteur du pic de résonance est proportionnelle à $1/Q^*$.

Finalement on peut considérer un modèle d'oscillateur harmonique soumis à la fois à une dissipation visqueuse et une dissipation viscoélastique (modèle OHV*). La fonction réponse prend la forme suivante :

$$G^{\mathrm{OHV}^*}(\omega) = \kappa\left[1 - u^2 + i\left(\frac{u}{Q} + \Phi\right)\right] \tag{3.23}$$

et à l'équilibre thermique la DSP s'exprime

$$S_x^{\mathrm{OHV}^*}(f) = \frac{4k_BT}{\kappa\omega_0}\frac{1/Q + \Phi/u}{\left(1-u^2\right)^2 + (u/Q + \Phi)^2} \tag{3.24}$$

Nous définissons aussi un facteur de qualité efficace Q_{eff} :

$$\frac{1}{Q_{\mathit{eff}}} = \frac{1}{Q} + \frac{1}{Q^*} \tag{3.25}$$

Dans la limite $Q \to \infty$ le modèle OHV* tend vers le modèle κ^*. Cette remarque soulève un point important : si on réduit à zéro la dissipation visqueuse ($Q \to \infty$), la dissipation viscoélastique impose une limite supérieure au facteur de qualité effectif. Ce comportement sera vérifié expérimentalement au chap. 5.

Nous notons qu'un bon indicateur de la présence d'une dissipation viscoélastique est donné par la partie basse fréquence ($\omega \ll \omega_0 \Leftrightarrow u \to 0$) de la DSP :

$$u \to 0 \begin{cases} S_x^{\mathrm{OHV}} & \propto \quad (Q\kappa\omega_0)^{-1} = \text{constante} \\ \\ S_x^{\kappa^*} \text{ et } S_x^{\mathrm{OHV}^*} & \propto \quad \frac{1}{\kappa}\frac{\Phi}{1+\Phi^2}\frac{1}{\omega} \propto 1/f \end{cases}$$

Dans le chap. 5 nous utiliserons les modèles OHV, κ^* et OHV* pour décrire la DSP de la première résonance d'un microlevier AFM en silicium avec et sans revêtement métallique.

3.3 Dynamique du levier : modèle de poutre

Après cette présentation détaillée du bruit thermique d'un oscillateur harmonique, nous présentons dans les lignes qui suivent la modélisation mécanique d'un levier. Nous montrerons tout d'abord que chaque mode propre d'oscillation se comporte comme un oscillateur harmonique, et analyserons la répartition de l'énergie thermique entre les différents modes. Nous exposerons brièvement pour finir ce chapitre le modèle de Sader, qui permet de décrire la dissipation associée au mouvement du levier dans le fluide, et de calculer le spectre des fluctuations associées.

3.3.1 L'approximation de Euler-Bernoulli

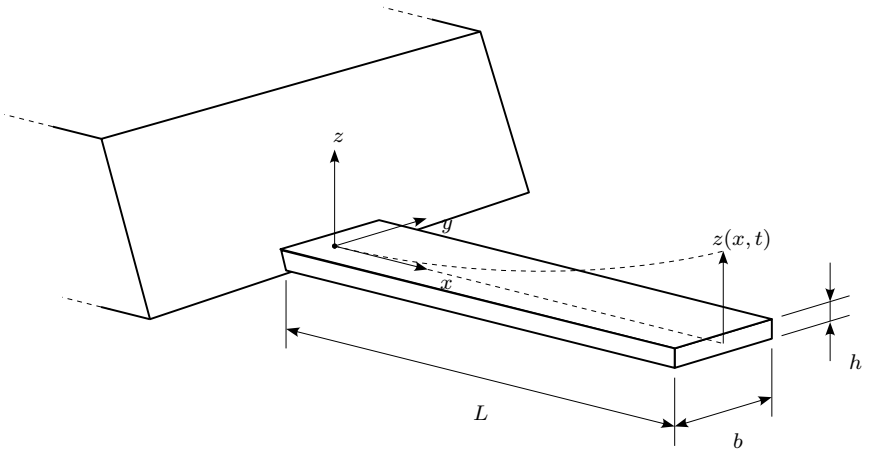

FIGURE 3.3 – Schéma d'un microlevier

Pour de faibles sollicitations mécaniques, les vibrations transverses du levier peuvent être décrites par l'approche simplifiée d'Euler-Bernoulli, dans laquelle la poutre est réduite à un objet unidimensionnel et est soumise à flexion sans cisaillement [7]. C'est une approximation suffisante pour notre étude et d'autant plus

7. Plus précisément les hypothèses du modèle de Euler-Bernoulli s'énoncent de ma manière suivante [31] :

– *Les sections droites sont rigides et sont normales à la ligne centroidale de la poutre, aussi*

valable que $L \gg b, h$, avec L la longueur du levier, b la largeur et h son épaisseur (fig. 3.3). Dans cette formulation une déflexion statique de la poutre dépend linéairement de la force appliquée (sur son extrémité libre), et le facteur de proportionnalité est la *raideur globale* K de la poutre, définie par la relation suivante :

$$K = \frac{3EI}{L^3} \tag{3.26}$$

où E est le module de Young du matériau (qu'on suppose isotrope) et $I = bh^3/12$ le moment quadratique.

La cinématique de la poutre est complètement définie par le déplacement transverse $z(x,t)$ de sa ligne centroidale qui est régie par l'équation suivante [32] :

$$EI\frac{\partial^4 z(x,t)}{\partial x^4} + \mu\frac{\partial^2 z(x,t)}{\partial t^2} = F(x,t) \tag{3.27}$$

avec μ la densité linéique de masse et F la force externe par unité de longueur le long du levier.

En absence de force extérieure, l'équation (3.27) admet des solutions sous forme factorisées $z(x,t) = \phi(x)Y(t)$. Substituant cette forme dans l'éq. (3.27) on parvient au système d'équations différentielles suivant :

$$\ddot{Y} + \alpha^4\varpi^2 Y(t) = 0 \tag{3.28}$$

$$\frac{d^4}{dx^4}\phi(x) - \frac{\alpha^4}{L^4}\phi(x) = 0 \tag{3.29}$$

avec $\varpi^2 = \frac{EI}{\mu L^4}$ et α une constante. Pour résoudre l'éq. spatiale (3.29) il faut imposer les conditions aux limites de poutre encastrée libre[8] :

$$\left[\phi(x) = \frac{d\phi(x)}{dx}\right]_{x=0} = \left[\frac{d^2\phi(x)}{dx^2} = \frac{d^3\phi(x)}{dx^3}\right]_{x=L} = 0 \tag{3.30}$$

qui fixent à zéro, l'amplitude et l'inclinaison du déplacement en $x = 0$, et le moment cinétique et la force externe en $x = L$. On peut démontrer [32] qu'avec ces conditions, les solutions spatiales $\phi_n(x)$ prennent la forme suivante :

$$\begin{aligned}\phi_n(x) &= \left[\cos\left(\alpha_n\frac{x}{L}\right) - \cosh\left(\alpha_n\frac{x}{L}\right)\right] \\ &- \frac{\cos(\alpha_n) + \cosh(\alpha_n)}{\sin(\alpha_n) + \sinh(\alpha_n)}\left[\sin\left(\alpha_n\frac{x}{L}\right) - \sinh\left(\alpha_n\frac{x}{L}\right)\right]\end{aligned} \tag{3.31}$$

bien dans les états déformés que dans l'état initial non déformé.
– *L'inertie en rotation des sections droites est négligeable.*

8. Les conditions aux limites sont à imposer sur la fonction $z(x,t)$, et s'étendent trivialement à $\phi(x)$.

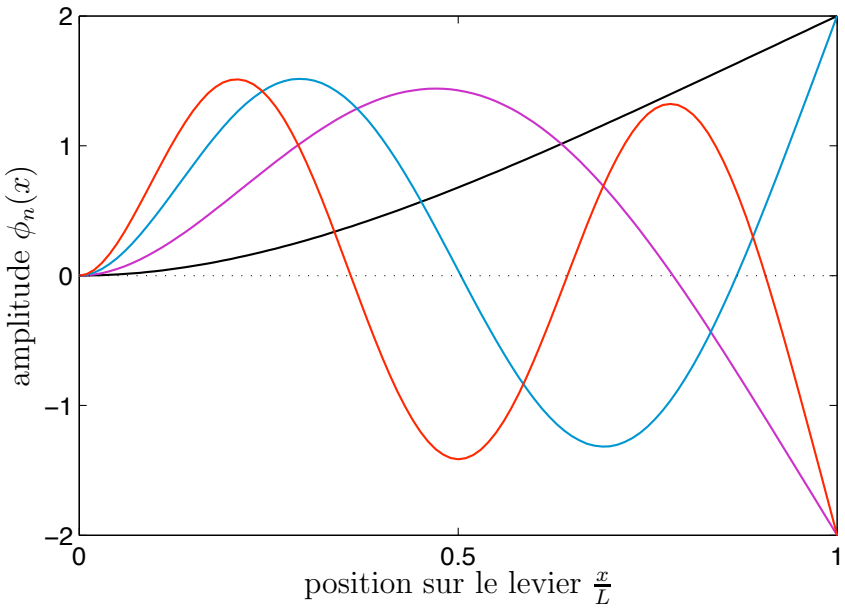

FIGURE 3.4 – Quatre premiers modes spatiaux d'oscillation de la poutre libre/encastrée.

où les valeurs propres spatiales α_n sont fixées par la relation

$$1 + \cos(\alpha_n)\cosh(\alpha_n) = 0 \tag{3.32}$$

qui a pour solutions $\alpha_1 = 1.875$, $\alpha_2 = 4.694$, et pour $n > 2$ $\alpha_n \simeq (n - \pi/2)$. On peut démontrer que les solutions $\phi_n(x)$ forment une base orthonormale de fonctions de x en $[0, L]$:

$$\frac{1}{L}\int_0^L \phi_i(x)\phi_j(x)dx = \delta_{i,j} \tag{3.33}$$

Une solution générique de l'équation de Euler-Bernoulli s'écrit alors de la manière suivante :

$$z(x,t) = \sum_{n=1}^{\infty} \beta_n(t)\phi_n(x) \tag{3.34}$$

Pour la partie temporelle, l'éq. (3.28) prédit une dépendance de type sinusoïdale dans le temps : $\beta_n(t) = A_n \cos(\omega_n t + \theta_n)$. Les *pulsations propres* $\omega_n = 2\pi f_n$ sont

fixées par la relation de dispersion :

$$\omega_n = \alpha_n^2 \varpi = \frac{\alpha_n^2}{L^2}\sqrt{\frac{EI}{\mu}} \tag{3.35}$$

Dans le cadre de cette analyse on peut donc noter que, pour chaque mode propre d'oscillation $\phi_n(x)$, l'amplitude du profil d'oscillation en chaque point x le long du levier se comporte comme un oscillateur harmonique de masse $m_{eff} = m/4$ (avec $m = \mu L$ la masse totale du levier), fréquence de résonance $f_n = \omega_n/(2\pi)$ et raideur k_n :

$$k_n = m_{eff}\omega_n^2 = \frac{\alpha_n^4}{12}K \tag{3.36}$$

3.3.2 Théorème d'équipartition de l'énergie appliqué à la poutre

Si on modélise le levier comme un oscillateur harmonique à l'équilibre thermique avec l'environnement et qu'on mesure la déflexion de son extrémité libre[9], le théorème d'équipartition de l'énergie nous permet de poser l'égalité suivante :

$$\frac{1}{2}\,k_B\,T = \frac{1}{2}K\langle z^2\rangle \tag{3.37}$$

$\langle z^2\rangle$ représente la fluctuation quadratique moyenne de la déflexion induite par la force stochastique.

Du point de vue expérimental on acquiert le signal temporel de déflexion avec une fréquence d'échantillonnage f_{acq}. Soit $S_z(f)$ la DSP du signal temporel de déflexion, alors $\langle z^2\rangle$ et $S_z(f)$ sont reliées par l'identité suivante :

$$\langle z^2\rangle = \int_0^{f_{acq}/2} S_z(f)df + O([f_{acq}/2, \infty]) \tag{3.38}$$

Comment estimer le poids du deuxième terme $O([f_{acq}/2, \infty])$ dans cette égalité ? Nous allons reformuler la question avec un autre point de vue.

Considérant l'interprétation du levier comme poutre, chaque mode de résonance peut être considéré comme un oscillateur harmonique indépendant avec fréquence de résonance f_n, masse m_{eff} et raideur k_n. Le théorème d'équipartition de l'énergie impose alors qu'à chaque degré de liberté soit associée une quantité $k_B\,T/2$ d'énergie thermique :

$$\frac{1}{2}\,k_B\,T = \frac{1}{2}k_n\langle z_n^2\rangle \tag{3.39}$$

9. En l'absence de spécifications, la notation $\langle z^2\rangle$ sous-entend toujours une mesure effectuée sur l'extrémité libre du levier : $z = z(x = L)$.

où $\langle z_n^2 \rangle$ est l'intégrale de la DSP autour de la fréquence de résonance f_n. Si on explicite l'expression de la raideur k_n dans l'équation précédente on obtient

$$\langle z_n^2 \rangle = \frac{k_B T}{k_n} = \frac{12}{\alpha_n^4} \frac{k_B T}{K} \tag{3.40}$$

La relation (3.40) montre comment l'énergie thermique totale disponible pour le système se distribue entre les différents modes. Prenant en compte les valeurs théoriques des paramètres α_n, on peut calculer que dans le premier mode d'oscillation est stockée 97.1% de l'énergie disponible. Cette estimation est à la base d'une technique de mesure de la raideur par bruit thermique [33] qui sera exposé dans le prochain chapitre.

Nous notons que nous avons choisi de façon adéquate les définitions de masse et raideur efficaces afin que la relation (3.40) se déroule naturellement. En réalité cette relation est une partie du travail de Butt et Jaschke [33, 34].

Enfin, l'éq. (3.38) se traduit comme suit :

$$\langle z^2 \rangle = \sum_{n=1}^{N} \langle z_n^2 \rangle + O([f_{acq}/2, \infty]) \tag{3.41}$$

où N est le nombre de résonances présentes dans la bande de fréquence $[0, f_{acq}/2]f$.

3.3.3 Un modèle dissipatif : la fonction hydrodynamique de Sader

Le théorème d'équipartition n'offre pas d'informations sur la dépendance en fréquence du bruit thermique. Cette information est toutefois accessible avec le TFD. Pour appliquer le TFD nous faisons d'abord des hypothèses sur la nature du processus dissipatif qui engendre les fluctuations thermiques.

Modèle de Sader

En pratique le levier est entouré par un fluide, il est donc nécessaire de prendre en compte la dissipation visqueuse induite. Dans l'étude expérimentale des deux prochains chapitres nous montrerons que le modèle OHV décrit bien la dynamique thermique à la résonance. Toutefois nous observerons que le facteur γ de couplage visqueux dépend de l'indice du mode et, de plus, que le modèle OHV ne saisit pas le comportement hors résonance du spectre. Cette partie a pour but d'étendre le cadre théorique afin d'interpréter la dépendance en fréquence du couplage visqueux. Pour cela nous suivons l'approche de Sader [35, 36].

La taille étendue du levier suggère la présence d'effets hydrodynamiques du couplage levier/fluide. Lors du mouvement d'un corps solide dans un fluide, il se

vérifie un transfert d'énergie cinétique entre le corps solide et la masse de fluide déplacée. Il est possible de prendre en compte ce phénomène dans un terme de masse ajoutée à la masse du corps solide (ici le levier). De plus, la présence d'interactions entre les particules de fluides et entre le fluide et le levier (dans le cas réel de fluide non parfait), comportent une dissipation d'énergie qui dépend de la fréquence du mouvement du corps solide. Ces deux effets, couplage visqueux dépendant de la fréquence $\gamma_{\text{Sader}}(\omega)$ et masse ajoutée $m_{\text{Sader}}(\omega)$, sont pris en compte dans une approche unifiée par les équations suivantes :

$$\begin{aligned} m_{\text{Sader}} &= m_f \Gamma_r(\omega) \\ \gamma_{\text{Sader}} &= m_f \omega \Gamma_i(\omega) \end{aligned} \tag{3.42}$$

où $\Gamma(\omega) = \Gamma_r + i\Gamma_i$ est la *fonction hydrodynamique* du levier et m_f est la masse équivalente d'un cylindre de fluide de diamètre b, la largeur du levier, et longueur L. La fonction hydrodynamique est analytiquement définie dans le cas idéal d'un cylindre de longueur infinie qui oscille sans flexion, et Tuck [37] propose une extension au cas d'un cylindre infini de section quelquonque. L'adaptation au cas réel d'un levier encastré avec section rectangulaire est le résultat de l'étude théorique de Sader et n'est valide que pour les premiers modes de résonance [10].

Nous n'écrivons pas la forme explicite de Γ qui est assez complexe. Il est toutefois possible d'exprimer Γ dans une forme approchée qui dépend du rapport entre deux longueurs déterminantes pour la description de cette dynamique [38] : la largeur du levier b et l'épaisseur δ d'une couche de fluide (entourant le levier) qui voit sa propre vitesse réduite d'un facteur $1/e$ [39] :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta_f}{\rho_f \omega}} \tag{3.43}$$

avec ρ_f et η_f la densité et viscosité du fluide. Maali et al. [38] ont montré que la fonction hydrodynamique est bien approximée par les relations suivantes :

$$\begin{aligned} \Gamma_r &= a_1 + a_2 \frac{\delta}{b} \\ \Gamma_i &= b_1 \frac{\delta}{b} + b_2 \left(\frac{\delta}{b}\right)^2 + b_0 \end{aligned} \tag{3.44}$$

Les valeurs des paramètres, dans la limite que l'épaisseur de la poutre tende à zéro, sont $a_1 = 1.0544$, $a_2 = 2.6854$, $b_1 = 2.5616$, $b_2 = 1.4895$ et $b_0 = 0.0229$. Dans le cas où $\delta \ll b$ (bien vérifié dans l'air pour $f \gg 10\,\text{kHz}$) les relations (3.44) montrent pour γ_{Sader} une dépendance linéaire en δ et donc en $\omega^{-1/2}$.

10. En réalité Sader a généralisé son étude au cas d'ordre de résonance arbitraire [36] en considérant les effets hydrodynamiques 3D du fluide qui entoure le levier. Le formalisme que nous présentons est sa première version [35], qui est une limite 2D du formalisme généralisé et suffisante pour décrire les premiers modes de résonances.

Bruit thermique dans l'approche de Sader

Pour résoudre l'équation du mouvement du levier dans le fluide, considérons l'équation d'Euler-Bernoulli (3.27) dans l'espace de Fourier :

$$EI\frac{\partial^4 z(x|\omega)}{\partial x^4} - \mu\omega^2 z(x|\omega) = F(x|\omega) \tag{3.45}$$

Sader propose de considérer la force $F(x|\omega)$ composée de deux contributions :

$$F(x|\omega) = F_{\text{ext}}(x|\omega) + F_{\text{hydro}}(x|\omega) \tag{3.46}$$

où $F_{\text{ext}}(x|\omega)$ désigne la transformé de Fourier de la force externe, tandis que $F_{\text{hydro}}(x|\omega)$ contient la contribution hydrodynamique :

$$F_{\text{hydro}}(x|\omega) = \frac{m_f}{L}\omega^2\Gamma(\omega)z(x|\omega) = \frac{1}{L}\left(m_{\text{Sader}}z(x|\omega)\omega^2 + \gamma_{\text{Sader}}\omega\right)z(x|\omega) \tag{3.47}$$

Considérons maintenant la décomposition de la déflexion $z(x|\omega)$ et de la force externe $F_{\text{ext}}(x|\omega)$ dans la base orthonormale des modes propres ϕ_n :

$$z(x|\omega) = \sum_{n=1}^{\infty}\beta_n(\omega)\phi_n(x) \tag{3.48}$$

$$F_{\text{ext}}(x|\omega) = \frac{1}{L}\sum_{n=1}^{\infty}\eta_n(\omega)\phi_n(x) \tag{3.49}$$

On peut démontrer que les variables $\beta_n(\omega)$ et $\eta_n(\omega)$ sont couplées par l'hamiltonien H du système. Il suffit pour cela de calculer le travail infinitésimal δW de F_{ext} pour une variation de déflexion δw :

$$\delta W = \int_0^L dx F_{\text{ext}}(x,t)\delta z(x,t) \tag{3.50}$$

$$= \sum_{n=1}^{\infty}\eta_n(t)\delta\beta_n(t) \tag{3.51}$$

Pour une transformation réversible, on peut écrire $dH = \delta W$, donc

$$\frac{\partial H}{\partial \beta_n} = \eta_n \tag{3.52}$$

Si l'on ajoute l'hypothèse d'équilibre thermique pour le levier et le fluide, il est légitime d'appliquer le TFD aux variables couplées $\beta_n(\omega)$ et $\eta_n(\omega)$. La densité

spectrale de puissance S_{β_n} des fluctuations thermiques d'amplitude pour chaque mode n s'exprime alors par l'équation suivante :

$$S_{\beta_n}(f) = -\frac{4k_BT}{\omega}\,\mathrm{Im}\left[\frac{\beta_n(\omega)}{\eta_n(\omega)}\right] \tag{3.53}$$

Sur la base de la propriété d'orthonormalization (éq. (3.33)) de la base ϕ_n, on montre que l'éq. (3.45) conduit pour chaque mode à la relation suivante :

$$\left(\frac{K}{3}\alpha_n^4 - (m + m_f\Gamma(\omega))\,\omega^2\right)\beta_n(\omega) = \eta_n(\omega) \tag{3.54}$$

Dans l'hypothèse où $\Gamma(\omega)$ varie doucement avec la fréquence, autour de la résonance l'amplitude β_n de chaque mode est alors régie par une équation du mouvement d'oscillateur harmonique de raideur $K\alpha_n^4/3$, masse $m+m_{\mathrm{Sader}}$ et coefficient de viscosité γ_{Sader}, forcé par η_n. En employant l'expression précédente, l'éq. (3.53) se réécrit ainsi :

$$S_{\beta_n}(f) = -\frac{4k_BT}{\omega}\,\mathrm{Im}\left[\frac{1}{\frac{K}{3}\alpha_n^4 - (m + m_f\Gamma(\omega))\,\omega^2}\right] \tag{3.55}$$

$$= \frac{4k_BT}{m}\frac{\tau\Gamma_i(\omega)\omega}{(\omega_n^2 - (1+\tau\Gamma_r(\omega))\omega^2)^2 + \tau^2\Gamma_i^2(\omega)\omega^4} \tag{3.56}$$

avec $\tau = m_f/m$. Finalement, employant l'éq. (3.48) et notant que les modes sont decorrélés, on parvient à la suivante expression pour la PSD de déflexion :

$$S_z(x,f) = \sum_{n=1}^{\infty} S_{\beta_n}(f)|\phi_n(x)|^2 \tag{3.57}$$

Nous notons que Dorignac et al. [40] sont parvenus au même résultat dans un cadre théorique plus complexe.

En bout de levier ($x = L$), on a $|\phi_n(L)|^2 = 4$. On retrouve donc pour l'expression du bruit thermique mesurée sur l'extrémité libre la somme des bruits thermiques d'oscillateur de masse effective $\frac{m+m_{\mathrm{Sader}}}{4}$, raideur k_n et coefficient de couplage visqueux $\gamma_{\mathrm{Sader}}/4$.

3.4 Conclusions

Dans ce chapitre nous avons détaillé l'estimation du bruit thermique d'un oscillateur harmonique sur la base du Théorème Fluctuation-Dissipation. Nous avons considéré deux sources de dissipation : le frottement visqueux (modèle OHV) et

la viscoélasticité (modèle κ^* [30]). Le modèle OHV* tient compte de deux effets. Ces modèles seront employés au chap. 5 pour interpréter les basses fréquences du spectre de bruit thermique d'un levier en silicium avec et sans revêtement métallique.

Nous avons ensuite introduit la description de la dynamique du levier selon le modèle de poutre encastrée/libre de Euler-Bernoulli. L'amplitude des fluctuations thermiques de chaque mode propre d'oscillation le long du levier a alors été quantifiée à l'aide des travaux de Butt et Jaschke [33].

Enfin, nous avons exposé l'approche de Sader [35] pour décrire le couplage hydrodynamique du levier avec le fluide environnant et le bruit thermique ainsi prédit. Ce modèle sera employé à plusieurs reprises dans les chapitres suivant pour expliquer la dépendance en fréquence de la dissipation mesurée.

Chapitre 4

Profil spatial des modes propres et raideur d'un levier

Dans ce chapitre nous commençons par introduire la problématique de mesure de raideur pour les leviers AFM et la technique de mesure par bruit thermique. Dès ce stade, nous montrons que cette technique prend avantage de l'utilisation du système de détection présenté dans le chap. 2.

Avec l'utilisation du prisme de Wollaston pour séparer les faisceaux, il nous est possible de déplacer le faisceau sonde le long du levier. Nous avons ainsi réalisé une mesure des fluctuations thermiques de déflexion en chaque point du levier. Nous aborderons les conséquences de cette mesure selon les points suivants :

- La reconstruction des profils spatiaux des modes d'oscillation offre une comparaison avec la théorie de Euler-Bernoulli (cf. partie 3.3).
- Cette comparaison apparaît de plus comme une évolution de la technique de mesure de raideur par bruit thermique.
- Sur la base de l'estimation du facteur de qualité à chaque résonance il est possible de tester le modèle de Sader de couplage visqueux dépendant de la fréquence (cf. partie 3.3.3).

4.1 Mesure de raideurs

Dans la pratique expérimentale les propriétés mécaniques d'un levier rectangulaire AFM sont résumées par la raideur globale K et la fréquence de résonance f_0 sous vide. En principe ces deux grandeurs peuvent être estimées à partir des

propriétés mécaniques du matériau de composition du levier et de sa géométrie :

$$\begin{aligned} K &= \frac{Ebh^3}{4L^3} \\ f_0 &= \frac{\alpha_1^2}{4\pi\sqrt{3}}\frac{h}{L^2}\sqrt{\frac{E}{\rho}} \end{aligned} \tag{4.1}$$

E et ρ sont respectivement le module de Young et la densité du matériau, b, h et L les dimensions transverses du levier (cf. fig. 3.3). f_0 correspond en réalité à la première résonance mécanique de la poutre et α_1 est la valeur propre spatiale correspondante (cf. éq. (3.35), partie 3.3).

Les propriétés mécaniques sont bien connues pour la plupart des matériaux de composition des leviers, nous utilisons par exemple des leviers en silicium avec éventuellement un revêtement métallique. L'ajout d'un revêtement métallique, en or notamment, est loin d'être anodin sur le comportement du levier. Les modules de Young de l'or E_{Au} et du silicium E_{Si} sont du même ordre de grandeur ($E_{Au}/E_{Si} \simeq 1$), mais les densités sont très différentes ($\rho_{Au}/\rho_{Si} \simeq 8$). Une couche de 70 nm d'or sur chaque face d'un levier de 2 μm d'épaisseur augmente de 60% sa masse. En ce qui concerne les paramètres géométriques, indépendamment de la présence de la couche métallique, il faut prendre en compte les incertitudes lors de la fabrication : en phase de production il est difficile de maîtriser l'épaisseur h avec précision, ainsi les constructeurs ne peuvent assurer mieux que 50% d'incertitude sur la raideur pour les leviers les plus souples.

Pour les raisons mentionnées, il est donc difficile de connaître précisément la raideur exacte d'un levier. Plusieurs techniques de mesure de K ont ainsi été développées [41–44].

Au chapitre précédent nous avons montré, qu'à l'équilibre thermique, 97.1% de l'énergie thermique disponible est stockée dans le premier mode d'oscillation. (cf. partie 3.3.2). Une technique assez répandue (très souvent implémentée sur les AFM commerciaux) se base sur la mesure du bruit thermique de déflexion de l'extrémité libre du levier [34] : on mesure le bruit thermique de déflexion $S_V(f)$ et le facteur de conversion $\beta = dV/dz$ entre le signal quatre quadrants et la déflexion ; on réalise un fit sur la première résonance avec un modèle d'oscillateur harmonique avec couplage visqueux (OHV), et on intègre cette courbe pour obtenir l'écart quadratique des fluctuations du signal de déflexion $\langle V_1^2 \rangle$. L'énergie contenue dans la première résonance permet, grâce à l'identité (3.40), de remonter à la raideur K du levier :

$$K = \beta^2 \frac{12\, k_B\, T}{\alpha_1^4 \langle V_1^2 \rangle} \tag{4.2}$$

Toutefois cette technique présente plusieurs sources d'incertitude :

Facteur de conversion β La mesure de β par contact avec une surface dure sous-entend que le profil de déflexion statique provoqué par une force en bout de levier soit le même que celui du premier mode d'oscillation du levier libre. En outre, dans les montages AFM le levier forme généralement un angle avec la surface compris entre $7\,^\circ$ et $20\,^\circ$, ce qui implique une correction de 10%-20% sur la raideur estimée [45, 46].

De plus cette mesure n'est pas toujours possible (MEMS par exemple) ou souhaitable (détérioration de la pointe lors du contact). Observons enfin que la raideur ainsi mesurée est affectée par le double de l'incertitude sur β (elle apparait au carré dans l'éq. (4.2)).

Position du contact levier-surface L'analyse théorique présentée fait l'hypothèse qu'on mesure la déflexion de l'extrémité libre du levier. Dans le cas des leviers AFM le point de contact avec la surface est la pointe, si elle ne se trouve pas en bout du levier (en général elle est à quelques microns de l'extrémité), il faut en tenir compte [43].

Positionnement du faisceau Pour la même raison que le point précédent, la mesure est sensible au positionnement du spot laser en bout de pointe [47].

Echauffement du levier Les effets d'échauffement du levier induits par le laser peuvent être non négligeables pour les leviers les plus souples. Pour la technique quatre quadrants on a typiquement une puissance de 1 mW.

Rapport signal sur bruit Le pic de résonance doit être suffisamment résolu pour réaliser le fit.

La technique interférométrique de mesure de la déflexion que nous avons présentée n'est pas sensible à ces sources d'incertitude : la mesure de la déflexion calibrée ne demande pas l'estimation du facteur de conversion β, la faible puissance du faisceau sonde (0.2 mW) réduit les effets éventuels d'échauffement du levier et la sensibilité accrue (cf. fig. 2.9) permet d'avoir un meilleur rapport signal sur bruit.

Grâce à la technique de séparation des faisceaux à l'aide du prisme de Wollaston, nous avons mesuré les fluctuations thermiques de déflexion en plusieurs positions le long du levier. Les prochains paragraphes montreront que cette mesure offre, entre autre, une possibilité pour la mesure de la raideur des leviers. Nous avons mesuré le profil spatial des quatre premiers modes propres d'oscillations transverses du levier $\langle z_n^2(x)\rangle$ et estimé de manière robuste, grâce à un fit simultané, la raideur$K$ du levier.

4.2 Description de la mesure

Pour réaliser la mesure nous avons utilisé le prisme de Wollaston comme séparateur de faisceaux. Avec cette technique l'écartement entre le faisceau de référence et le faisceau sonde est de 1 mm, ainsi en déplaçant la lentille de focalisation nous pouvons explorer la surface du levier avec le faisceau sonde tout en laissant le faisceau de référence sur le support du levier.

Pour mesurer la position du faisceau sonde sur le levier nous avons pris des photos avec une camera CCD (fig. 4.1). Le grandissement du couplage optique camera-levier est égal à 2. La matrice de la caméra est composée de 480 x 640 pixels carrés de 5.6 μm de côté. Sur l'image le maximum d'intensité du spot laser occupe quatre pixels, introduisant une incertitude d'environ 10 μm. Notons qu'avec une matrice CCD plus dense en pixels et des éléments optiques adaptés pour réduire les aberrations, nous pourrions améliorer la mesure de position du spot laser sur le levier.

Afin de garantir une mesure précise, pour chaque positionnement du faisceau sonde sur le levier nous avons ajusté la calibration du contraste (cf. partie 2.4). Le principe du réglage est de réaliser un fit elliptique sur le contraste complexe (cf. fig. 2.7), nous réalisons l'excitation nécessaire au moyen d'une céramique piézoélectrique (sachant qu'un tour de cercle du contraste complexe correspond à une amplitude de déflexion d'une demi longueur d'onde du laser). Toutefois, à proximité de l'encastrement il est impossible d'obtenir une amplitude de déflexion suffisante à cause de la faible déflexion du levier, ce qui fait que le point de mesure le plus proche de l'encastrement a été pris à une distance d'environ 10 μm.

Une fois effectué le réglage du contraste, nous avons mesuré en chaque point du levier la DSP de déflexion induite par excitation thermique. Pour cela nous avons

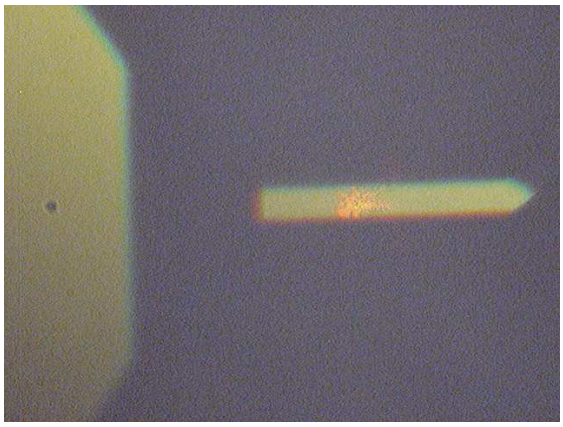

FIGURE 4.1 – Photo du levier prise avec une caméra CCD.

choisi une gamme de fréquence d'acquisition allant du kHz au MHz. Sur la fig. 4.2 est représentée la mesure effectuée sur l'extrémité libre, et sur la fig. 4.3 l'ensemble des mesures effectuées le long du levier est représenté sous forme d'un graphe 3D. L'allure des pics de résonance montre déjà un accord qualitatif avec la théorie : la présence de noeuds et la décroissance de l'amplitude en rapprochant le point de mesure de l'extrémité encastrée rappelle fortement le profil des solutions spatiales de l'équation d'Euler-Bernoulli (cf. fig. 3.4).

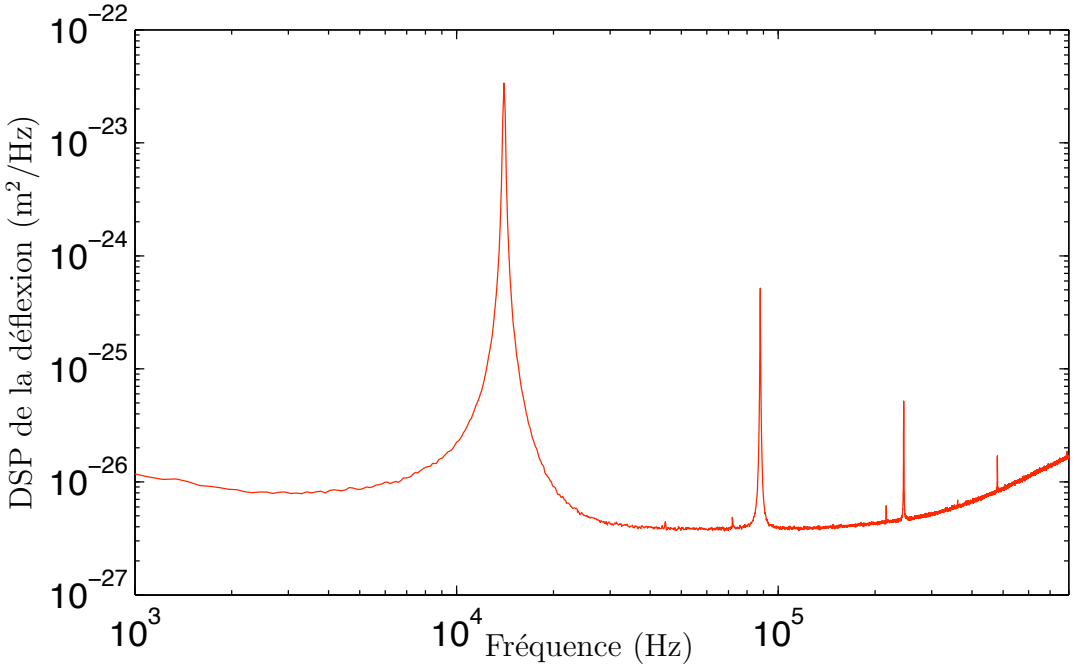

FIGURE 4.2 – Spectre de puissance des fluctuations thermiques d'un levier AFM (BS-Cont Gold) mesuré sur l'extrémité libre du levier.

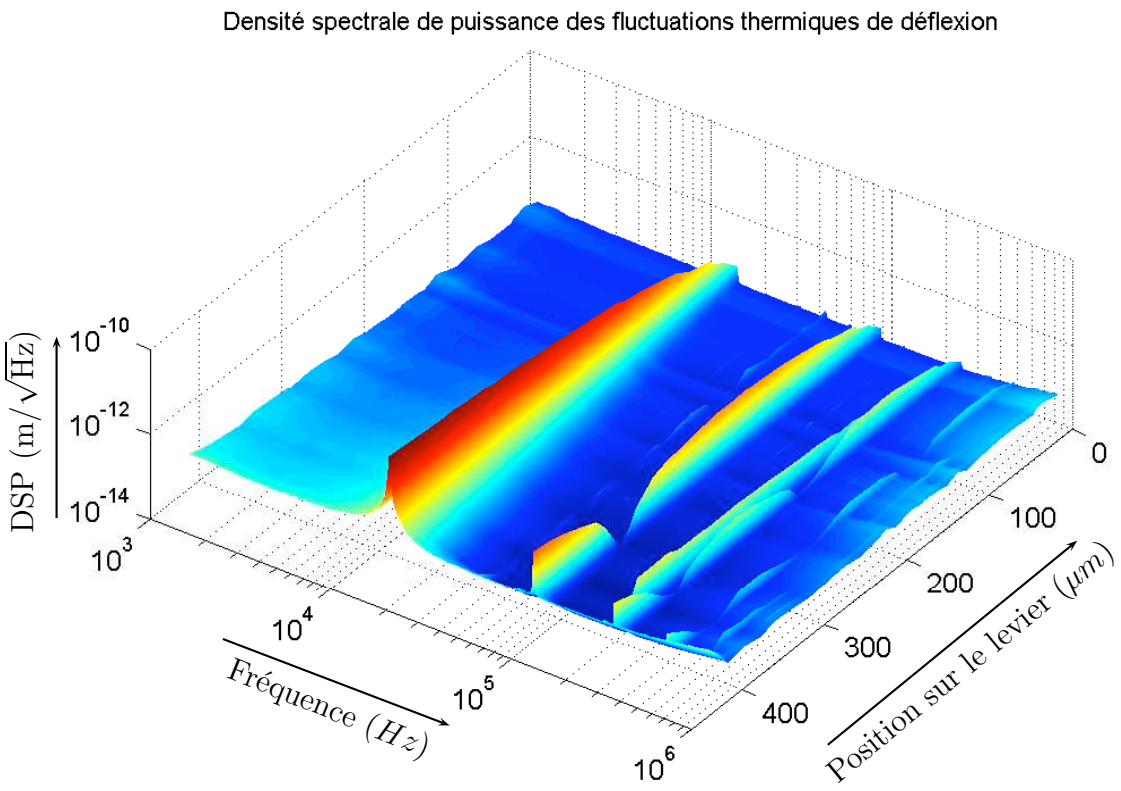

FIGURE 4.3 – Densité spectrale de puissance des fluctuations thermiques d'un levier AFM (BS-Cont Gold) mesuré en différentes positions le long du levier. On peut distinguer les quatre premiers modes d'oscillations transverses du levier avec les noeuds correspondants (à partir du deuxième mode). On remarque aussi la présence de deux autres pics à environ 220 kHz et 790 kHz (celui-ci de très faible amplitude) que l'on attribue aux deux premiers modes de torsion du levier.

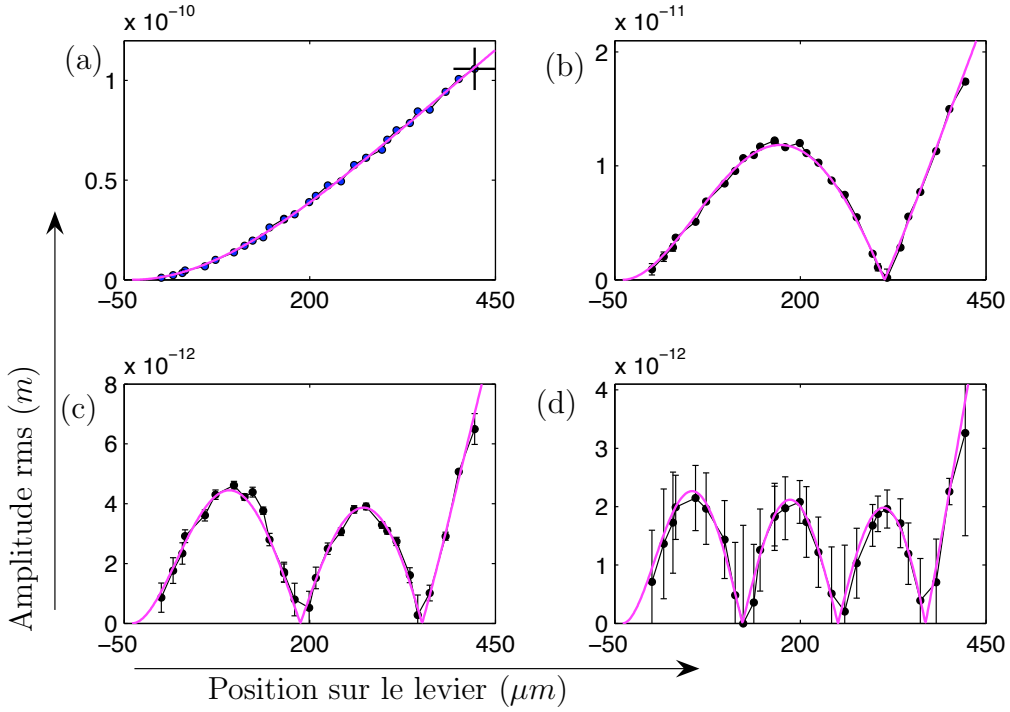

FIGURE 4.4 – Les courbes avec barres d'erreur représentent les amplitudes rms des fluctuations thermiques de déflexion mesurées en fonction de la position sur le levier : $\sqrt{\langle z_n^2(x)\rangle}$. En (a) le mode 1, en (b) le mode 2, en (c) le mode 3 et en (d) le mode 4. Les courbes en rouge représentent un fit simultané sur les quatre mesures, avec comme paramètres libres l'origine x_0, la longueur du levier L' et la raideur globale K'. Dans la figure (a) nous avons marqué par le symbole + l'amplitude rms du premier mode en bout du levier, qui représente la seule mesure d'appui pour la technique standard de mesure de raideur par bruit thermique.

4.3 Analyse

Les mesures présentées ont été réalisées sur un levier avec revêtement réfléchissant en or (BS-Cont gold). Le rapport signal sur bruit est suffisant pour résoudre les quatre premières résonances (cf. fig. 4.4). La relation de dispersion (3.35) établit un rapport de proportion entre fréquences de résonance successives :

$$f_n = \frac{\alpha_n^2}{\alpha_1^2} f_1 \tag{4.3}$$

Par comparaison il est donc légitime de considérer les fréquences correspondantes aux pics dans le spectre en fig. 4.4 comme les résonances des modes propres d'os-

cillations transverses du levier :

	théorie (α_n^2/α_1^2)	**mesures**	**écart** (%)
f_2/f_1	6.22	6.26	0.6
f_3/f_1	17.55	17.48	-0.4
f_4/f_1	34.39	34.17	-0.6

Pour arriver à une comparaison quantitative, nous avons calculé l'amplitude rms de fluctuation de déflexion pour chaque mode en fonction de la position sur le levier. Pour cela, nous avons intégré la DSP autour de chaque résonance. Le résultat est présenté[1] en fig. 4.4.

Il est donc possible de réaliser un fit avec les solutions $\phi_n(x)$ (cf. 3.3) de l'équation d'Euler-Bernoulli en laissant comme paramètres libres l'origine (le point d'encastrement du levier dans le support), la longueur du levier et l'amplitude d'oscillation. L'hypothèse d'équilibre thermique permet en outre d'utiliser l'éq. (3.40) pour l'amplitude d'oscillation de l'extrémité libre. En conclusion nous avons réalisé sur l'amplitude rms de chaque mode un fit avec les fonction suivantes :

$$\sqrt{\langle z_n^2(x)\rangle} = \sqrt{\frac{12}{\alpha_n^4}\frac{k_B\,T}{K'}}\left|\phi_n\left(\frac{x-x_0}{L'}\right)\right| \tag{4.4}$$

x_0, L' et K' sont les paramètres libres qui correspondent à l'origine, la longueur et la raideur globale du levier.

Les courbes en rouge, toujours en fig. 4.4, représentent le résultat du fit réalisé simultanément sur les quatre modes. L'accord est excellent sur les quatre courbes. Les valeurs des paramètres ajustés sont les suivantes : $x_0 = -39.30\,\mu$m, $L' = 450.3\,\mu$m et $K' = 0.37\,$N/m. La longueur et la raideur du levier sont tout à fait compatible avec les données du constructeur : $L = (4\,50 \pm 10)\,\mu$m et une raideur K comprise entre $0.07\,$N/m et $0.4\,$N/m. Le décalage du point d'encastrement s'explique par la taille du spot laser sur le levier et par l'incertitude sur la mesure de sa position (cf. partie 4.2).

En conclusion la mesure de bruit thermique effectuée le long du levier permet de tester la validité du modèle de Euler-Bernoulli pour un microlevier. Elle pourrait être appliquée à la caractérisation mécanique de micro-structures plus complexes : poutres encastrées des deux côtés, membranes et par extension dans le vaste domaine des MEMS (Micro Electro-Mechanical Systems).

Cette technique se propose en plus comme un estimateur robuste de la raideur globale K du levier. En comparaison, la technique standard de mesure de la raideur par bruit thermique fait appel à l'intégrale du premier mode seul, et pour une

1. Les détails de l'analyse des données et notamment l'estimation des barres d'erreur sont détaillés en annexe B.

mesure réalisée en bout de levier (en fig. 4.4 nous l'avons marqué par le symbole +). De plus, avec un système de détection non calibré l'estimation du facteur de conversion β rajoute des sources d'incertitude supplémentaires (cf. Paragraphe précédent).

Notons que, afin de mesurer la raideur, une mesure aussi précise est réalisable avec un fit sur les seules deux premières résonances et avec moins de points de mesure le long du levier. La présence d'un noeud dans le deuxième mode offre notamment une contrainte avantageuse pour la réalisation du fit : l'une des incertitudes majeures dans la mesure en chaque point est la position sur le levier.

4.4 Dissipation visqueuse

L'équation d'Euler-Bernoulli (3.27) ne tient pas compte des effets de dissipation, elle décrit les résonances mécaniques du levier comme des delta de Dirac dans la DSP des fluctuations thermiques de déflexion. Expérimentalement on observe un élargissement des pics de résonances (cf. fig. 4.2) qui est naturellement le résultat d'une dissipation, la source principale étant le couplage visqueux avec le fluide autour du levier (dans notre cas de l'air).

Une modélisation simple consiste donc à considérer chaque mode comme un oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse (OHV) caractérisé par trois paramètres : fréquence de résonance f_n, raideur k_n et facteur de qualité Q_n. Pour le modèle OHV, le théorème de fluctuation-dissipation prévoit une DSP des fluctuations thermiques exprimée par l'équation suivante (cf. partie 3.2.1) :

$$S_{z_n}(f) = \frac{2k_BT}{k_n\pi f_n}\frac{Q_n}{(1-u^2)^2\ Q_n^2+u^2} \tag{4.5}$$

avec $u = f/f_n$ la fréquence normalisée. Cette formule est simplement mise à l'échelle par $|\phi_n(x)|^2$ le long du levier.

Pour chaque mode nous avons réalisé un fit sur les régions du levier correspondantes aux ventres d'oscillations, nous en avons tiré les valeurs de Q_n (cf. fig. 4.5). Ces valeurs dépendent du mode considéré, mais pas de la position du faisceau sonde sur le levier. Notons ici que Q_n est le seul paramètre libre dans ces fit : l'amplitude est fixée par la connaissance précise de K effectuée au paragraphe précédent.

Le fait que le facteur de qualité ait une dépendance non linéaire avec la fréquence de résonance du mode implique forcément que le couplage visqueux dépend de la fréquence. Dans la partie 3.3.3 nous avons exposé l'approche de Sader pour interpréter ce phénomène. Il est donc possible de comparer nos mesures avec ce modèle, le résultat est représenté sur la fig. 4.6. Les valeurs du facteur de qualité

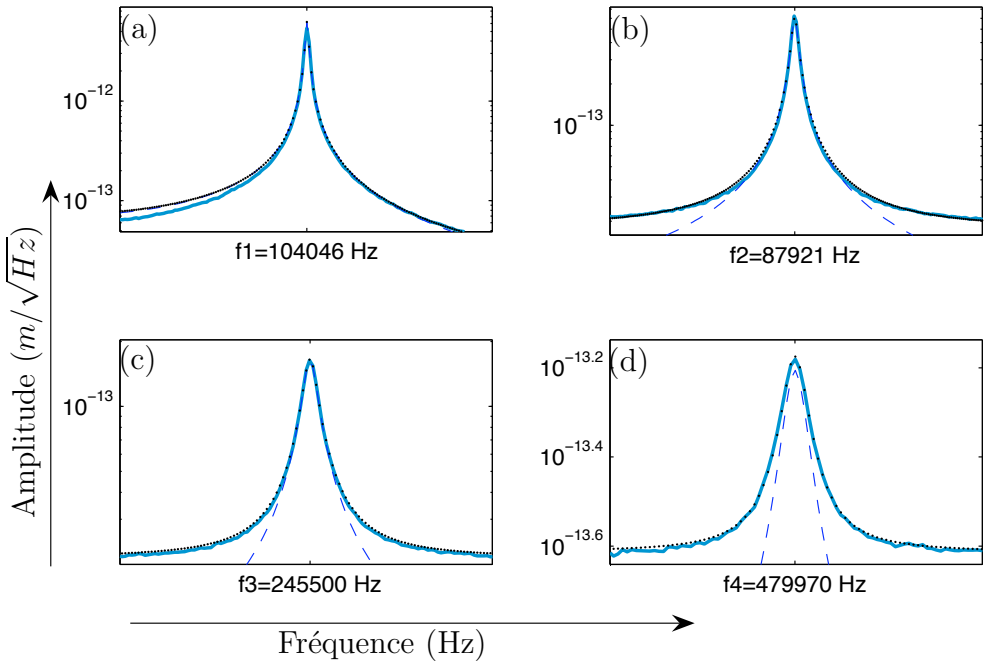

FIGURE 4.5 – Les courbes en trait continu représentent des zooms autour des 4 résonances pour une même mesure de bruit thermique (fig. 4.2). Les courbes en pointillé long représentent les ajustements réalisés avec le modèle OHV. Pour les courbes en pointillé nous avons rajouté au fit le bruit de fond. Dans la fig. (a) (première résonance) on observe un léger écart avant la résonance entre le fit et la mesure. L'écart s'annule si on prend en compte la correction hydrodynamique de Sader (cf. partie 3.3.3 et [48]).

prévues par modèle de Sader ont été calculées sans paramètres ajustables [2]. L'accord entre les mesures et le modèle est très bon pour les trois premières résonances, au delà on constate un écart entre le modèle et l'observation expérimentale. Cette tendance est en accord avec les résultats de Maali et al. [38] qui ont mesuré les huit premières résonances (thermiquement excitées) d'un levier AFM dans air et en milieux liquide. Pour les mesures dans l'air (fig. (a)) ils n'ont observé un accord avec le modèle de Sader que sur les trois premières résonances et un écart à partir de la quatrième qui va dans le même sens que nos mesures : une dissipation plus faible que celle prédite par le modèle de Sader. Cette limitation est toutefois attendue, car le modèle ne tient pas compte de la nature tridimensionnelle de l'écoulement

2. Pour les propriétés mécaniques nous avons considéré une moyenne pondérée avec les paramètres géométriques fournis par le constructeur (épaisseur du levier et de la couche d'or).

autour du levier et l'approximation devient de moins en moins pertinente lorsque l'on considère des modes élevés d'oscillation. Sader a lui même généralisé son modèle en considérant les effets 3D [36] de l'écoulement, toutefois dans la nouvelle formulation, une expression analytique de la fonction hydrodynamique n'est pas disponible, ce qui rend une comparaison quantitative plus difficile à mettre en place. Un travail dans ce sens peut être visé en perpective, notant toutefois que l'écart entre les modèles 3D et 2D va dans le même sens que les mesures que nous venons d'exposer.

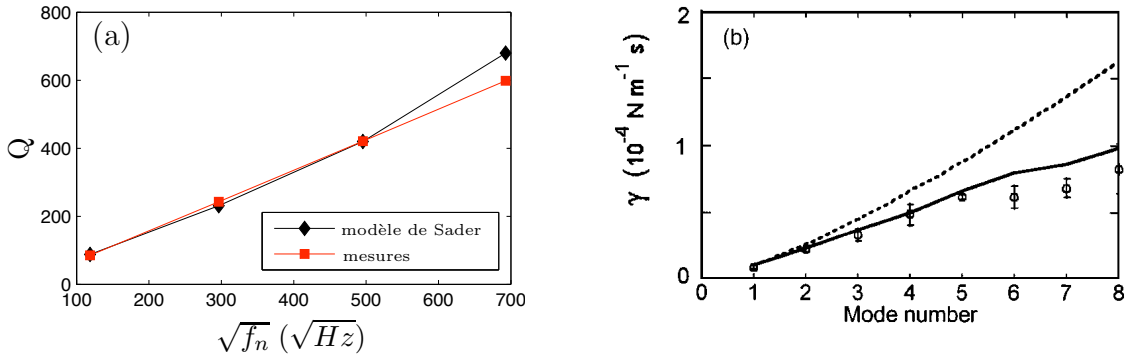

FIGURE 4.6 – Le modèle de Sader prévoit à basse fréquence une dépendance en fréquence du couplage visqueux en $\sqrt{f}$ (cf. partie 3.3.3). (a) : en ■ les facteurs de qualité estimés à partir de nos mesures, en ♦ les prévisions du modèle de Sader (sans paramètres ajustables). (b) : mesures de Maali et Aimé [38] en symbole, modèle de Sader en pointillé. Notons que $Q \propto \omega_n/\gamma$.

En conclusion la mesure présentée est une confirmation supplémentaire de la validité du modèle de Sader pour pour la dissipation des premiers modes. Notons qu'un avantage de notre mesure est la robustesse de l'estimation de la raideur K et du facteur de qualité Q : grâce à la mesure calibrée de déflexion nous pouvons comparer l'amplitude des différentes résonances et relier leur intégrale aux résultats de Butt et Jaschke [33] pour en déduire K. Ensuite, puisque le maximum du pic de résonance est proportionnel à Q/K (cf. partie 3.2.1), nous disposons de deux contraintes sur le fit pour déterminer Q : la largeur à demi hauteur de la résonance et son maximum.

Chapitre 5

Viscoélasticité des leviers

Comme nous l'avons exposé dans le chap. 2, notre technique interférométrique nous permet d'explorer la DSP des fluctuations thermiques de déflexion à très basse fréquence (cf. fig. 2.9). Cette région du spectre révèle que le modèle d'oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse (OHV) n'est plus pertinent en dehors de la résonance. De plus nous observons des différences substantielles entre les leviers avec et sans revêtement métallique.

Pour les leviers en silicium nous montrerons que la correction hydrodynamique de Sader modélise fidèlement la DSP mesurée dans l'air. Pour les leviers avec revêtement métallique une deuxième source de dissipation apparait : la viscoélasticité. Un modèle d'oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse et viscoélastique (OHV*) fournit une interprétation qualitative des observations. Pour obtenir un modèle quantitatif, nous utiliserons les relations de Kramers-Krönig pour reconstruire entièrement la réponse mécanique du système.

5.1 DSP des fluctuations thermiques d'un levier en silicium

Si le bruit thermique des leviers à la résonance est bien décrit par le modèle OHV (cf. partie 3.2.1), notre montage nous permet également d'avoir accès à la partie très basse fréquence des fluctuations thermiques (fig. 5.1). Le modèle OHV prévoit que le spectre tend vers une valeur constante lorsque $f \to 0$. Sur la fig. 5.2 on observe un écart significatif avec ce modèle en dessous de la résonance : en augmentant la plage de fréquence observée l'approximation d'une dissipation visqueuse constante ne tient plus. Une correction du modèle OHV avec la fonction hydrodynamique de Sader (cf. partie 3.3.3) permet de retrouver un accord excellent

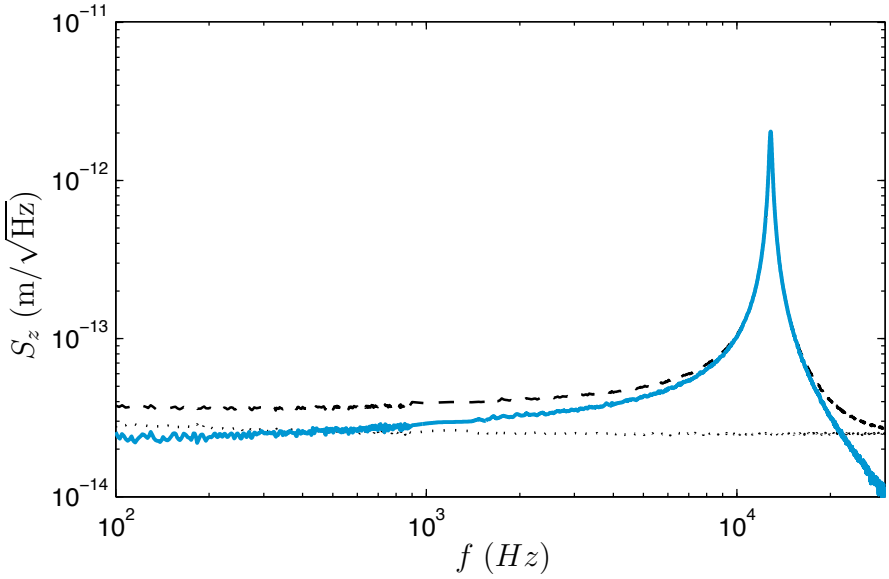

FIGURE 5.1 – En soustrayant à la mesure de la DSP des fluctuations thermiques d'un levier en silicium (- -) le bruit de fond de l'appareil (· · ·), on obtient le spectre du signal thermique sur tout l'intervalle de fréquence représenté (—).

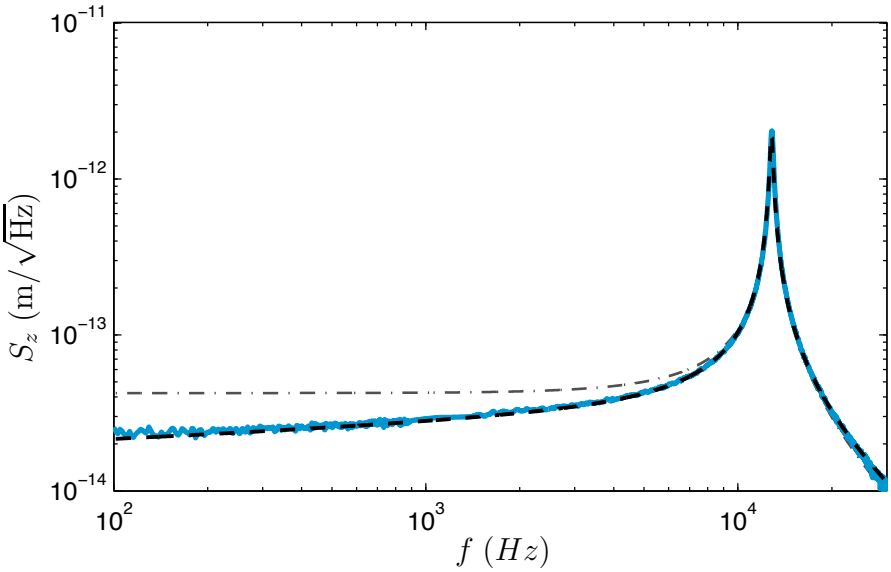

FIGURE 5.2 – En trait continu nous avons reporté le spectre des fluctuations d'un levier en silicium de la fig. 5.1. Le meilleur ajustement à l'aide du modèle OHV (· –) n'est plus pertinent à basse fréquence. L'approche de Sader permet de retrouver un excellent accord (- -).

avec les mesures [1]. Par des mesures analogues Bellon a montré qu'en apportant une correction au modèle de Sader il est possible d'interpréter la DSP sur et entre les deux premières résonances [48]. La mesure présentée ici et la mesure de Bellon représentent les premières validations expérimentales du modèle de Sader hors résonance.

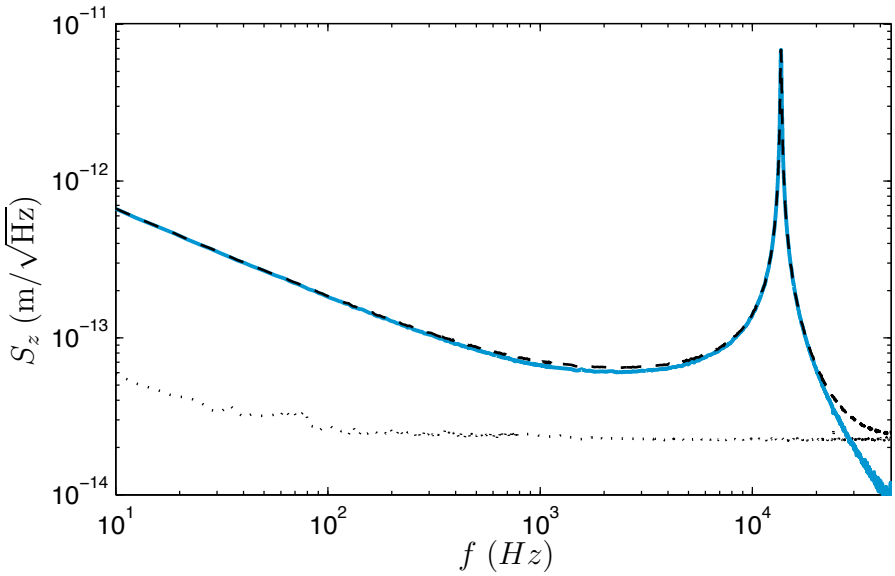

FIGURE 5.3 – En soustrayant à la mesure de la DSP des fluctuations thermiques d'un levier en silicium avec revêtement en or (- -) le bruit de fond de l'appareil ($\cdots$), on obtient le spectre du signal thermique sur tout l'intervalle de fréquence représenté (—). On remarque que la partie basse fréquence du spectre n'est pas affectée par le bruit de fond.

5.2 Influence du revêtement sur le bruit à basse fréquence

Si on observe la DSP d'un levier avec revêtement en or, on constate que même avec la correction de Sader, le modèle OHV n'est plus pertinent : la partie à basse fréquence de la DSP diverge. Etant donné que le bruit de fond est plus d'un ordre

1. La correction hydrodynamique a été calculé en laissant l'épaisseur comme seul paramètre ajustable. Pour les valeurs des paramètres physiques employés faire référence à la table des constantes annexe A.

de grandeur en dessous de la mesure (cf. fig. 5.3), nous pouvons considérer que ce comportement est de nature mécanique.

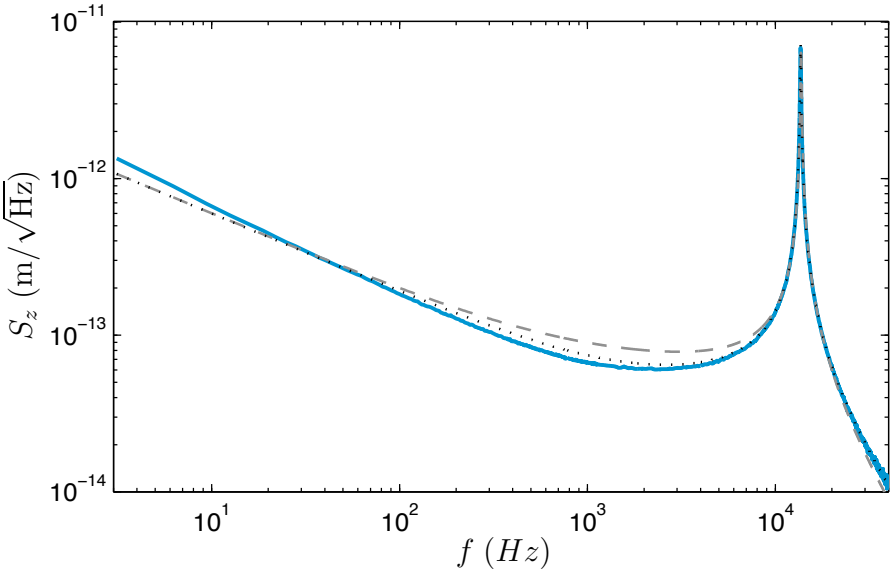

FIGURE 5.4 – La courbe en trait continu représente le spectre des fluctuations thermiques d'un levier avec revêtement en or (cf. fig. 5.3). Un ajustement avec le modèle OHV* (dissipation visqueuse et viscoélastique, - -) présente un accord qualitatif avec la mesure. En pointillé nous avons ajouté au même modèle la correction hydrodynamique de Sader (cf. partie 3.3.3).

Afin de s'assurer que cet effet n'est pas un artefact de mesure, nous avons effectué une batterie de test que nous ne faisons que mentionner brièvement ici :

- **Nature du revêtement :** les mesures présentées dans ce chapitre sont réalisées sur des levier avec revêtement en or. Nous avons observé un comportement équivalent pour des revêtement en aluminium et en platine. La fig. 5.5 montre que pour les leviers avec revêtement en or la divergence de la dissipation à basse fréquence est plus accentuée.
- **Position du revêtement :** nous avons testé des leviers avec revêtement d'un seul côté et effectué des mesures soit sur le côté métallisé que sur celui en silicium, en obtenant exactement les mêmes spectres.
- **Fluctuations en intensité du laser :** en modulant l'intensité du laser à basse fréquence, on mesure la fonction de transfert intensité lumineuse/déflexion du levier. En convoluant ensuite cette fonction de transfert avec les faibles fluctuations d'intensité mesurées à basse fréquence, on peut exclure cette source de bruit du signal observé : elle reste 2 à 3 ordres de grandeur inférieure.

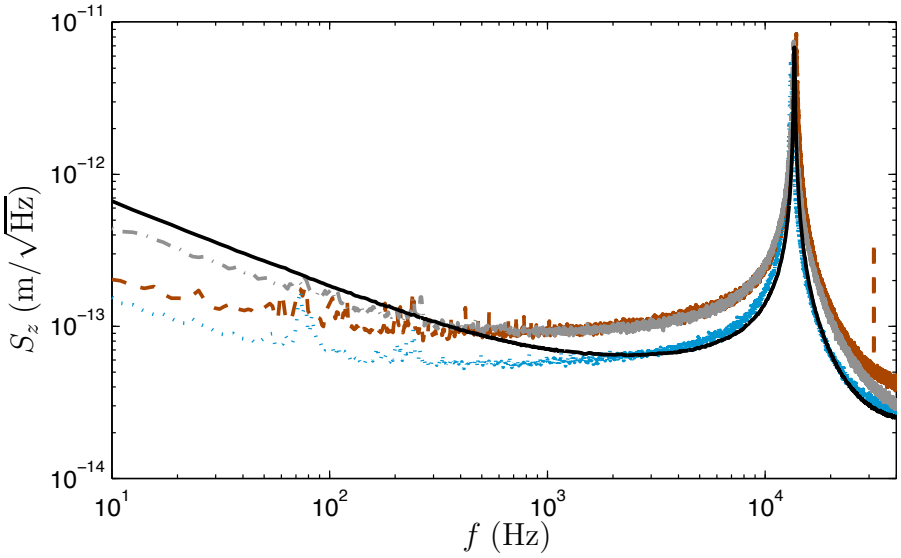

FIGURE 5.5 – DSP des fluctuations thermiques pour différents leviers : levier en silicium ($\cdots$), avec revêtement en platine (- -), avec revêtement en aluminium ($\cdot -$) et avec revêtement en or (trait continu).

L'interprétation physique la plus naturelle consiste à supposer la présence d'une autre source de dissipation en plus du couplage visqueux avec l'air. Pour cela, dans le chap. 2 nous avons détaillé le modèle OHV* (cf. partie 3.2.2) dans lequel nous avons ajouté une dissipation viscoélastique sous forme de la partie imaginaire d'une raideur complexe $\kappa^* = \kappa(1 + i\Phi)$. Rappelons simplement la fonction de réponse mécanique :

$$G^{\text{OHV}^*} = k\left[1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2} + i\left(\frac{\omega}{Q\omega_0} + \Phi\right)\right] \tag{5.1}$$

Le modèle OHV* prévoit à basse fréquence une allure du spectre en $1/f$ qui est en accord qualitatif avec les mesures (fig. 5.4). Néanmoins la pente de la divergence et le minimum des fluctuations avant la résonance ne s'accordent pas. Dans ce cas, la correction hydrodynamique de Sader ne suffit pas à compenser l'écart, elle permet juste de mieux décrire la zone la plus proche de la résonance.

La raison du désaccord est à rechercher dans l'hypothèse que Φ ne dépende pas de la fréquence. En effet la raideur κ^* ainsi définie est incompatible avec les relations de Kramers-Krönig (cf. partie 3.1.3). Pour le vérifier il suffit d'écrire la première relation :

$$\text{Re}[\kappa^*(\omega)] = \frac{2\kappa\Phi}{\pi}\mathcal{PP}\int_0^\infty \frac{x}{x^2 - \omega^2}dx \tag{5.2}$$

cette intégrale diverge quand $x \to \infty$, ce qui implique $\Phi = 0$. Il est donc nécessaire d'imposer une dépendance en fréquence adéquate $\kappa^*(\omega)$ pour satisfaire ces relations.

Avant d'approfondir cette piste, nous montrons dans le prochain paragraphe que le modèle OHV* nous permet déjà de prévoir le comportement qualitatif du levier, notamment l'évolution de la DSP à basse pression.

5.3 Mesures dans le vide

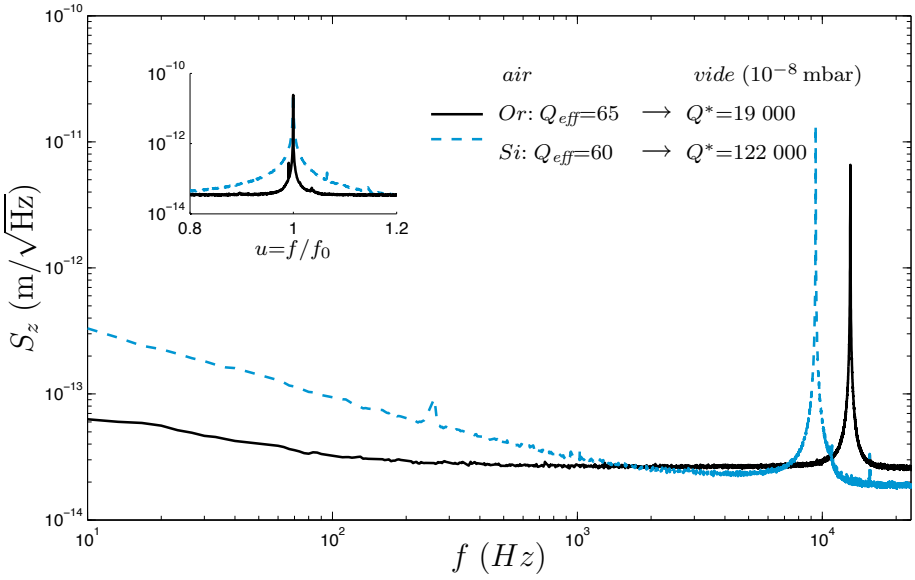

FIGURE 5.6 – Dans la figure principale sont représentées les DSP mesurées pour des leviers sans revêtement (ligne continue) et avec revêtement en or (ligne discontinue) mesurées à 3×10^{-5} mbar de pression. Dans l'insert sont présentées des mesures effectuées à 10^{-8} mbar de pression (vide dynamique) sur les mêmes leviers. Le zoom sur les pics permet d'apprécier la différence d'un ordre de grandeur entre les facteurs de qualité.

Pour mettre en valeur la composante viscoélastique il est nécessaire de minimiser le couplage visqueux. Ceci est possible en diminuant la pression atmosphérique de l'air qui entoure le levier. Nous disposons d'une pompe à vide turbomoléculaire (Leybold P 50) qui nous a permis de descendre à une pression de 10^{-8} mbar avec la pompe en route. Le bruit à basse fréquence de la pompe limite alors la mesure, nous travaillons donc juste après son arrêt en réglant la durée de l'acquisition pour que la pression reste inférieure à 10^{-5} mbar. On se trouve ainsi dans le régime de

Knudsen ou l'influence de l'air est faible : le libre parcours moyen des molécules d'air est grand devant la longueur du levier.

En fig. 5.6 sont présentées les DSP des leviers avec et sans revêtement métallique mesurées dans le vide. Dans les deux cas on observe une forte diminution de largeur du pic de résonance. Toutefois, pour le levier sans revêtement l'augmentation du facteur de qualité est d'un ordre de grandeur plus grand que pour le levier avec revêtement. Ce résultat est bien prévu par le modèle OHV*. À pression atmosphérique, la dissipation viscoélastique à la résonance est négligeable devant la dissipation visqueuse. En réduisant la pression, Q_{eff} augmente et la dissipation viscoélastique prend le dessus, imposant pour le facteur de qualité une valeur maximale Q^* qui ne dépend plus de la pression. Sandberg et al. [49] ont mesuré avec précision la réduction du facteur de qualité dans le vide, en fonction de l'épaisseur de la couche d'or déposée. Yasumura et al. [50] ont également démontré l'influence de l'état de surface des leviers en silicium : en éliminant la couche d'oxyde natif et en recuisant les leviers pour réduire les contraintes résiduelles en surface, ils obtiennent un gain de 3 à 5 sur le facteur de qualité. La dissipation interne parait donc largement pilotée par son état de surface.

Nous remarquons ici un point important. La dissipation viscoélastique produit une très faible redistribution spectrale de l'énergie thermique. A pression atmosphérique l'effet viscoélastique n'est visible qu'à basse fréquence. La modélisation

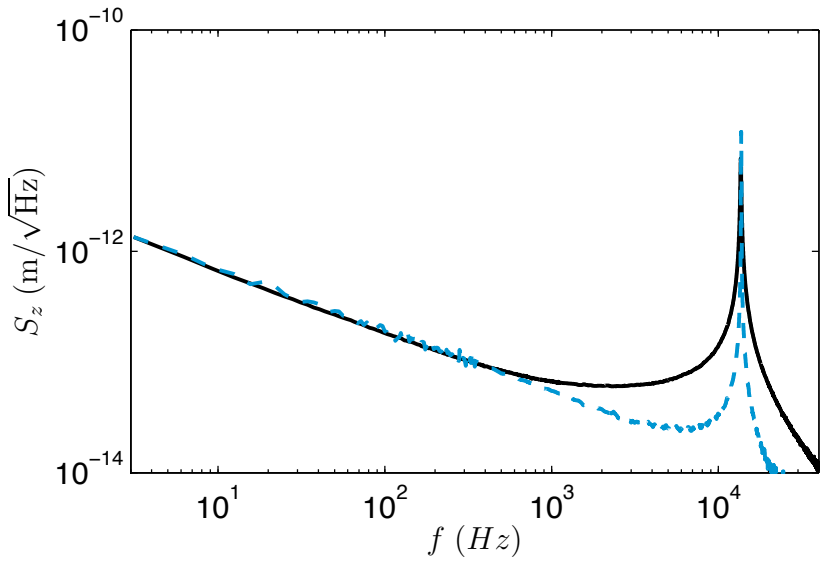

FIGURE 5.7 – **Levier avec revêtement en or** DSP mesurée à pression atmosphérique (ligne continue) et à 3×10^{-5} mbar de pression (ligne en pointillé long).

de la résonance avec le modèle OHV comporte un erreur inférieure à 0.01% dans l'estimation de l'énergie stockée dans le premier mode d'oscillation. Par contre, à basse pression la viscoélasticité modifie le profil de la DSP aussi à la résonance : la largeur du pic de résonance n'est alors imposée que par la dissipation viscoélastique.

Sur la fig. 5.7 est représenté le bruit thermique d'un levier avec revêtement en or pour deux pressions différentes. La partie à basse fréquence des deux mesures est superposée, ce qui implique qu'elle décrit un comportement intrinsèque au levier, indépendant de la pression. Cet aspect est également bien inclus dans le modèle OHV* : le terme visqueux dépend linéairement de la fréquence, il est donc négligeable par rapport à la dissipation viscoélastique dans cette région du spectre.

5.4 Comparaison des fonction de réponse mécaniques G

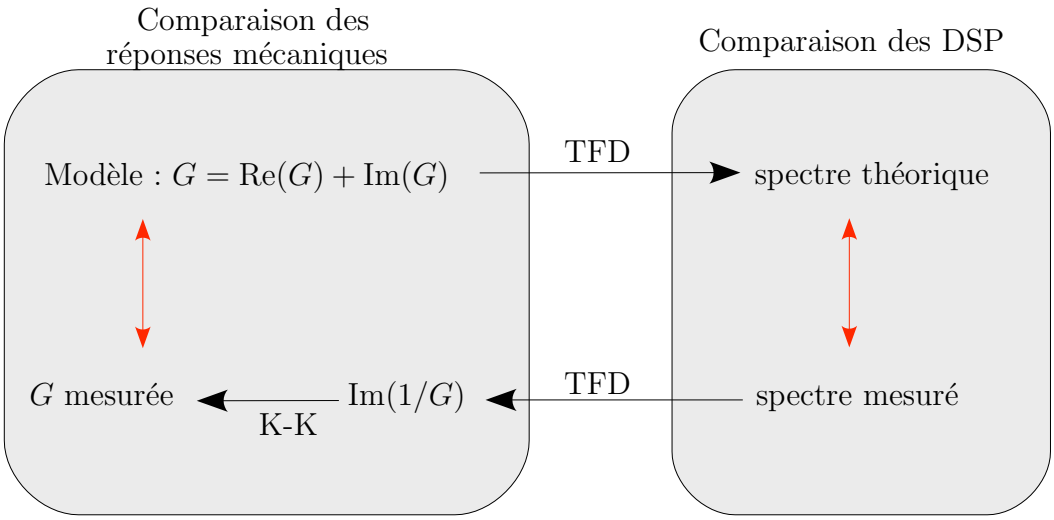

FIGURE 5.8 – Schéma descriptif d'interprétation des données. Un premier chemin consiste à comparer les DSP mesurées avec les modèles de systèmes mécaniques à l'aide du TFD. Le chemin inverse est également possible : à l'aide du TFD et des relations de Kramers-Krönig, on reconstruit une fonction réponse à partir de la DSP mesurée. La comparaison se fait ainsi directement entre les fonctions réponses.

Dans les paragraphes précédents nous avons comparé les DSP mesurées avec les DSP prévues sur la base des modèles OHV, OHV* et du théorème de fluctuation-dissipation. Par la suite nous allons opérer en sens inverse, en présentant une

comparaison des fonctions réponses. La fig. 5.8 illustre notre démarche d'analyse : à partir de la DSP mesurée, nous avons reconstruit la réponse mécanique de la manière suivante :

- En utilisant le TFD en sens inverse, le spectre fournit une mesure de $\mathrm{Im}(1/G)$.
- Avec un algorithme qui implémente les relations de Kramers-Krönig (voir Ann. D) nous calculons $\mathrm{Re}(1/G)$ et reconstruisons donc entièrement la fonction réponse G.

Dans les deux étapes d'analyse décrites il faut opérer une intégration du spectre (du bruit thermique ou de $\mathrm{Im}(1/G)$) sur une large plage de fréquence (du continu à la première résonance). Pour que cette opération soit possible il est nécessaire de disposer d'un très bon rapport signal sur bruit sur toute la plage, c'est le cas du montage que nous avons réalisé.

Par cette méthode il est possible d'estimer les corrections à apporter au modèle OHV*, notamment la dépendance en fréquence de la dissipation visqueuse (correction hydrodynamique) et viscoélastique — $\mathrm{Im}[\kappa^*(\omega)]$.

Sur les fig. 5.9 et fig. 5.10 sont représentées les parties imaginaires et réelles de la fonction de réponse du levier avec revêtement en or reconstruites à partir des mesures de la fig. 5.7. La première remarque concerne la partie imaginaire de la fonction réponse mesurée sous vide. Pour $Q \to \infty$ le modèle OHV* se résume au modèle κ^*, pour lequel $\mathrm{Im}[G^{\kappa^*}(\omega)] = \mathrm{Im}[\kappa^*(\omega)]$. La mesure met donc en évidence une faible dépendance en fréquence de la viscoélasticité. Un fit avec une loi de puissance $\mathrm{Im}[\kappa^*] \propto (1/\omega)^\beta$ s'accorde très bien avec la mesure. Le paramètre ajusté β vaut 0.11.

Il est possible de démontrer à l'aide des relations de Kramers-Krönig (cf. Annexe C) qu'une telle dépendance en fréquence de la partie imaginaire de κ^* impose pour la raideur complexe la forme suivante [51] :

$$\kappa^*(\omega) = \kappa_0 - \left(\frac{iJ}{\omega}\right)^\beta = \kappa_0 \left(1 - J_r \left(\frac{\omega_0}{\omega}\right)^\beta - iJ_i \left(\frac{\omega_0}{\omega}\right)^\beta\right) \tag{5.3}$$

avec J et β deux constantes réelles[2] et

$$\begin{aligned} J_r &= \frac{1}{\kappa_0}\left(\frac{J}{\omega_0}\right)^\beta \cos\left(\frac{\pi}{2}\beta\right) \\ J_i &= \frac{1}{\kappa_0}\left(\frac{J}{\omega_0}\right)^\beta \sin\left(\frac{\pi}{2}\beta\right) \end{aligned}$$

2. Cette forme en loi de puissance est bien connue dans le contexte d'études théoriques et expérimentales de la réponse diélectrique de matériaux différents, nous citons Jonscher [51] qui a donné la plus forte contribution dans ce domaine.

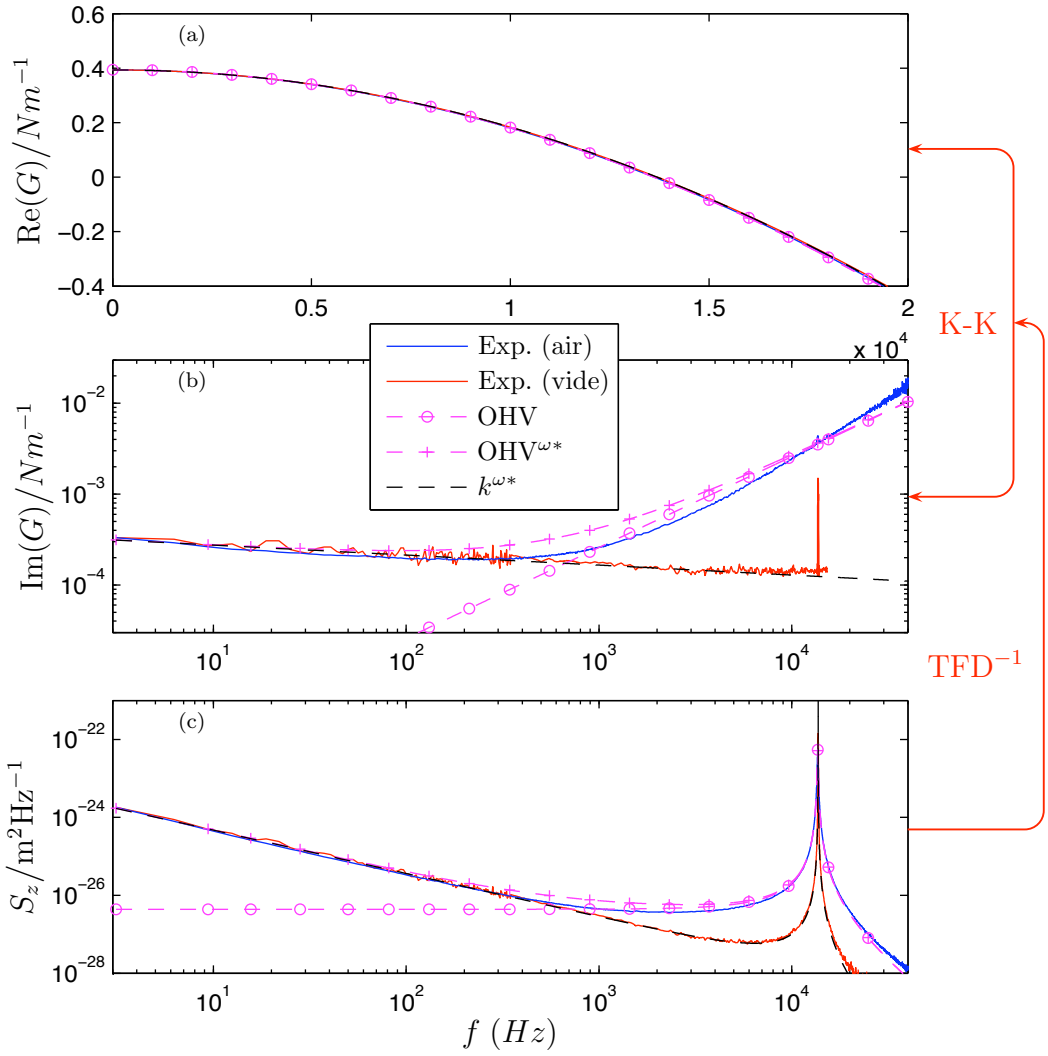

FIGURE 5.9 – Partie réelle (a) et imaginaire (b) de la fonction réponse reconstruite à l'aide des relations de Kramers-Krönig en partant de la DSP (c) du bruit thermique mesurée dans l'air et dans le vide. Nous ajoutons une dépendance en fréquence à la viscoélasticité dans le modèle $k^{\omega *}$ (- -) pour reproduire fidèlement le comportement sous vide. Dans l'air on observe un écart significatif du modèle OHV$^{\omega *}$ avec les mesures.

Dans ce cas nous appelons $\kappa^{\omega *}$ le modèle avec viscoélasticité dépendante de la fréquence (sous vide). Pour la réponse $G^{\kappa^{\omega *}}$ et la DSP à l'équilibre thermique $S_z^{\kappa^{\omega *}}$ on obtient les expressions suivantes :

$$\begin{aligned} G^{\kappa^{\omega *}}(\omega) &= \kappa_0 \left[1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2} - J_r \left(\frac{\omega_0}{\omega} \right)^\beta - i J_i \left(\frac{\omega_0}{\omega} \right)^\beta \right] \\ S_z^{\kappa^{\omega *}}(f) &= \frac{4 k_B T}{\kappa_0 \omega_0} \frac{J_i u^{-1-\beta}}{\left(1 - u^2 - J_r u^{-\beta}\right)^2 + J_i^2 u^{-2\beta}} \end{aligned} \tag{5.4}$$

La partie réelle de la fonction réponse exprime le comportement élastique et inertiel du levier, elle est donc commune aux modèles OHV et OHV*. Toutefois, dans le cas du modèle $\kappa^{\omega *}$, la dépendance en fréquence de la viscoélasticité implique également que la partie purement élastique contienne une contribution dépendante en fréquence : $\mathrm{Re}[\kappa^*(\omega)] = \kappa_0 - J_r \left(\omega_0/\omega\right)^\beta$. La partie basse fréquence de $\mathrm{Re}[G]$ (cf fig. 5.10) montre que dans cette région du spectre la fonction réponse mesurée décroît rapidement lorsque $f \to 0$. Ce comportement est bien décrit par le modèle $\kappa^{\omega *}$, avec les paramètres β et J ajustés uniquement sur la partie imaginaire.

Pour les mesures dans l'air il faut réintroduire la dissipation visqueuse. Par analogie avec les lignes précédentes, nous définissons le modèle OHV$^{\omega *}$ comme l'extension du modèle OHV* avec la viscoélasticité dépendante de la fréquence. Sur la fig. 5.9, on constate que le modèle OHV$^{\omega *}$ seul – avec les mêmes paramètres β et J ajustés sur les mesures sous vide – ne s'accorde pas avec la partie imaginaire de la fonction de réponse mesurée à pression atmosphérique. Comme dans le cas du levier sans revêtement, à pression atmosphérique il faut prendre en compte les effets hydrodynamiques du couplage visqueux pour interpréter le spectre du bruit thermique hors résonance. Sur la fig. 5.10 la partie imaginaire la fonction réponse mesurée est comparée avec le modèle OHV$^{\omega *}$ corrigé avec la fonction hydrodynamique, en laissant encore une fois l'épaisseur comme seul paramètre ajustable. On retrouve ainsi un accord excellent.

Nous notons, enfin, une conséquence des effets hydrodynamiques sur la partie réelle de la fonction réponse : la masse ajoutée par la couche de fluide mise en mouvement par les déplacements du levier se manifeste par un décalage en fréquence du comportement inertiel. Sur la fig. 5.10 un zoom autour de la résonance montre le décalage en fréquence mesuré. On constate que les modèles employés permettent de décrire ce comportement.

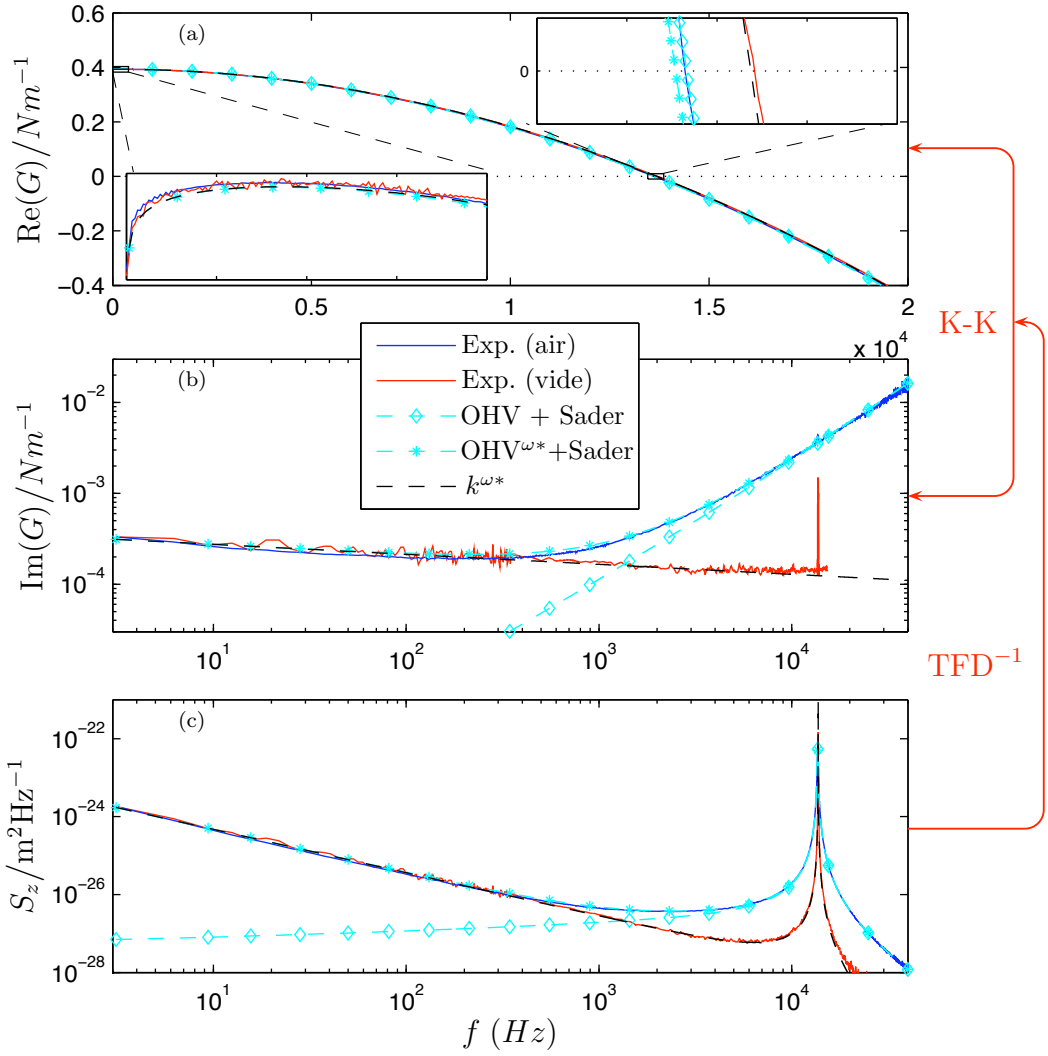

FIGURE 5.10 – Partie réelle (a) et imaginaire (b) de la fonction réponse reconstruite à l'aide des relations de Kramers-Krönig en partant de la DSP (c) du bruit thermique mesurée dans l'air et dans le vide. La correction hydrodynamique de Sader associée à la viscosité dépendante de la fréquence décrit fidèlement les mesures. Insert en (a) : un zoom autour de $f = 0$ (400 Hz de largeur et $10^{-3}\,\mathrm{Nm}^{-1}$ de hauteur) montre une décroissance, pour $f \to 0$, de $\mathrm{Re}(G)$ mesurée tant dans le vide que dans l'air. Ce comportement est reproduit fidèlement par les modèles avec dissipation viscoélastique dépendante en fréquence, les paramètres étant ajustés sur $\mathrm{Im}(G)$ mesurée dans le vide ; un zoom autour de $f = f_0$ (400 Hz de largeur et $10^{-3}\,\mathrm{Nm}^{-1}$ de hauteur) met en évidence un décalage en fréquence entre les mesures dans le vide et dans l'air, qui est bien reproduit par la masse ajoutée avec la fonction hydrodynamique de Sader.

5.5 Conclusions

Nous avons présenté une étude du premier pic de résonance, thermiquement excité, pour des levier en silicium avec et sans revêtement métallique. La technique interférométrique de mesure que nous employons, permettant un accès à la partie à très basse fréquence du spectre de bruit thermique, met en évidence des différences significatives entre les leviers avec et sans revêtement métallique. La différence est dans la nature du processus dissipatif : pour leviers sans revêtement, la dissipation visqueuse suffit pour interpréter nos mesures ; dans le cas des leviers avec revêtement métallique, la partie basse fréquence du spectre mesuré est une signature d'une deuxième source de dissipation : la viscoélasticité.

Pour les leviers sans revêtement métallique, le modèle OHV est toutefois insuffisant pour décrire le comportement du bruit thermique hors résonance (dans le cas de mesures réalisées à pression atmosphérique). Il est nécessaire de considérer les effets d'un couplage hydrodynamique avec l'air. Avec le modèle de Sader nous retrouvons un accord excellent avec le spectre mesuré tant à la résonance qu'à des fréquences inférieures. Cette mesure, avec celle de Bellon [48], représentent les premières validations expérimentales du modèle de Sader hors résonance.

Pour les leviers avec revêtement en or le modèle OHV n'est plus pertinent. L'allure du spectre en $1/f$ à basse fréquence est compatible avec une dissipation de type viscoélastique (modèle OHV*). Une conséquence de la dissipation viscoélastique est qu'elle impose une limite supérieure au facteur de qualité effectif pour des mesures sous vide.

A partir des spectres mesurés en air et sous vide, nous avons reconstruit la fonction de réponse employant le TFD et les relations de Kramer-Krönig. Grâce à ce protocole nous avons mesuré la dépendance explicite en fréquence de la dissipation viscoélastique. Ce modèle corrigé (OHV$^{\omega *}$) et la correction hydrodynamique de Sader offrent un accord excellent avec la mesure, tant sous vide que dans l'air.

L'interprétation physique de ce phénomène n'est pas évidente. La dissipation peut être engendrée dans le volume du revêtement en or, sur sa surface, à l'interface levier/revêtement ou même sur la surface du silicium par des défauts créés lors du dépôt de métal. L'une des perpectives de ce travail consiste désormais à mettre en regard de ces mesures quantitatives différents scénarios de dissipation [50, 52] pour tenter d'appréhender l'origine physique de cette viscoélasticité.

Chapitre 6

Conclusions et perspectives

Ce travail de thèse porte sur la mise au point d'une technique interférométrique différentielle de mesure de la déflexion d'un microlevier [19], et sur son application à l'étude de ses fluctuations thermiques spontanées. Après un courte introduction sur l'état de l'art des méthodes de mesures de déflexion, nous avons détaillé dans le chap. 2 les différents aspects du nouveau montage. Dans la zone de mesure, on utilise une configuration inspirée de Alvarado et al. [17] : deux faisceaux polarisés se réfléchissent sur la base et l'extrémité libre du levier. Nous avons développé trois techniques de séparation du faisceau pour répondre à diverses situations expérimentales. Une, en particulier, basée sur l'emploi d'un prisme de Wollaston, permet un écart entre les deux faisceaux de l'ordre du millimètre, rendant possible le déplacement du faisceau sonde tout en laissant le faisceau de référence sur le support rigide du levier. Cette méthode est actuellement en cours d'évaluation pour un brevet.

La recherche d'approches alternatives était motivée par le fait que certains leviers ne sont pas adaptés à la technique de Alvarado à cause d'une courbure statique intrinsèque trop importante. Dans la quête de solutions à ce problème, nous sommes parvenus à une méthode interférométrique de mesure d'angle à un seul faisceau [21]. La méthode en question nécessite une surface réfléchissante macroscopique pour atteindre une résolution optimale (6.8×10^{-10} rad sur une gamme de 2×10^{-2} rad), elle s'est donc révélée inadaptée pour les microleviers et, pour cette raison, nous avons préféré l'inclure simplement en annexe **??**.

Une seconde originalité de ce montage, par rapport aux autres techniques, réside dans l'utilisation de la quadrature de phase [20] pour l'analyse du signal optique qui contient le déphasage due à la déflexion. On peut établir une correspondance (modulo 2π) entre la déflexion du levier et l'angle polaire d'un point représentatif sur un cercle unitaire dans le plan complexe. Nous montrons que cette technique permet une mesure intrinsèquement calibrée, indifférente aux dérives thermiques lentes et sans limitation de la plage d'amplitude de la déflexion. Le bruit de fond

expérimental du dispositif est de l'ordre de $10^{-14}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ sur toute la gamme de fréquences accessibles par nos cartes d'acquisition. À basse fréquence (1Hz) le bruit de fond remonte faiblement à la valeur de $10^{-13}\,\mathrm{m}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$. Ces performances nous ont donné accès à des régions du spectre de bruit thermique inexplorées auparavant.

Nous évoquons également comment extraire un signal analogique de fluctuation de déflexion linéarisé, qui permet l'emploi des méthodes traditionnelles d'asservissement pour l'imagerie AFM.

Le chap. 3 développe le cadre théorique utile pour les mesures présentées aux chapitres suivants. Le fil conducteur du chapitre est la prévision d'une densité spectrale de puissance (DSP) pour des fluctuations thermiques sur la base de modèles qui s'affinent le long du chapitre : oscillateur harmonique avec dissipation visqueuse (OHV) et/ou viscoélastique (OHV*) [30], poutre encastrée/libre selon le modèle de Euler-Bernoulli et couplage hydrodynamique du levier avec un fluide environnant selon l'approche de Sader [35]. Le Théorème Fluctuation-Dissipation (TFD) est le concept clef de ce chapitre. En effet, ce théorème permet de prévoir, sur la base de modèles mécaniques, le bruit thermique du levier.

Les chap. 4 et 5 exposent les mesures que nous avons réalisées. Les performances de notre montage ouvrent l'accès à des régions normalement inaccessibles de la DSP calibrée des fluctuations thermiques. Les mesures ont été réalisées dans l'air ou sous vide, sur des leviers en silicium avec et sans revêtement en or.

Dans le chap. 4 nous adoptons la technique de séparation du faisceaux avec le prisme de Wollaston. Grâce à la liberté de déplacer le faisceau sonde, nous mesurons la dépendance spatiale de la DSP des fluctuations thermiques le long du levier. Le rapport signal sur bruit permet d'observer les quatre premières résonances. En intégrant les spectres autour de chaque résonance nous mesurons le profil de déflexion des quatre premiers modes propres. Sur la base des éléments introduis au chap. 3 nous arrivons à interpoler simultanément les quatre profils mesurés avec un modèle à un seul paramètre ajustable : la raideur globale du levier. En plus de valider la description de Euler-Bernoulli, cette méthode se présente comme une technique assez fine de mesure de la raideur du levier.

Cette même mesure offre également une estimation robuste des facteurs de qualité aux quatre résonances, qui permet une comparaison avec le modèle de Sader [35] sans paramètres ajustables. L'accord est excellent sur les trois premières résonances. La déviation sur la quatrième résonance est attendue car le modèle ne prend en compte que les effets 2D du couplage hydrodynamique. Sader a lui même proposé un modèle plus général qui prend en compte les effets 3D [36]. Dans ce modèle plus récent, une expression explicite de la fonction hydrodynamique n'est pas disponible, ce qui rend moins évidente une comparaison quantitative avec les mesures.

Le chap. 5 présente une étude de la première résonance, thermiquement excitée, pour des leviers en silicium avec et sans revêtement métallique. Les mesures révèlent une différence substantielle dans la nature des processus dissipatifs. Dans le cas des levier bruts, la dissipation s'identifie parfaitement avec le couplage hydrodynamique de Sader. Celui-ci fournit un excellent accord avec la DSP mesurée dans une gamme qui va de la résonance jusqu'à très basse fréquence. Notons que cette mesure, avec la mesure de Bellon [48], représentent les premières validations expérimentales du modèle de Sader hors résonance.

Pour les leviers avec revêtement en or le modèle OHV n'est plus pertinent. L'allure du spectre en $1/f$ à basse fréquence est compatible avec une dissipation de type viscoélastique (modèle OHV*). À partir des spectres mesurés dans l'air et sous vide, nous avons reconstruit la fonction de réponse mécanique en employant le TFD et les relations de Kramer-Krönig. Grâce à ce protocole, basé sur les seules hypothèses d'équilibre thermique et de réponse linéaire du système, nous avons mesuré la dépendance explicite en fréquence de la dissipation viscoélastique. Ce modèle corrigé (OHV$^{\omega *}$) et la correction hydrodynamique de Sader offrent un accord excellent avec la mesure, tant sous vide que dans l'air. Un point important à retenir est que, sous vide, le facteur de qualité effectif est limité supérieurement par la dissipation viscoélastique liée à la présence du revêtement.

L'interprétation physique de ce phénomène n'est pas évidente. La dissipation peut être engendrée dans le volume du revêtement en or, sur sa surface, à l'interface levier/revêtement ou même sur la surface du silicium par des défauts créés lors du dépôt de métal. L'une des perpectives de ces mesures consiste désormais à mettre en regard de ces mesures quantitatives les nombreux scénarios de dissipation qui ont été proposés [50, 52] pour tenter de comprendre l'origine physique de cette viscoélasticité.

Le protocole de "mesure inversée" de la fonction réponse, conjoint à la possibilité de déplacer le faisceau sonde le long du levier, peuvent ouvrir des nouvelles perpectives pour la caractérisation mécanique de micro-structures de formes plus complexes comme des levier en "V", des poutres encastrées des deux côtés, des membranes et les MEMS en général.

L'idée initiale de ce travail de thèse, comme nous l'avons très brièvement mentionné dans l'introduction, était de réaliser une étude à l'échelle nanométrique des processus de vieillissement dans les système vitreux. La mise en oeuvre du dispositif expérimental ayant occupé une grande partie de la durée de la thèse, ce projet figure désormais en perpective. Pour aborder cette tâche expérimentale il reste à réaliser un dispositif sensible de mesure de la distance levier-échantillon quand le levier est tenu hors contact. Ce dispositif permettrait de relier de manière fiable

les mesures de fluctuations de force aux fluctuations de polarisation du polymère vieillisant sur toute la durée de la mesure (en général plusieurs heures). Plusieurs solutions sont envisageables, mais il n'est pas pertinent de les mentionner à ce stade.

Nous avons également réalisé des mesures préliminaires sur des leviers en silicium avec un revêtement en polymère (PVAc) qui ne sont pas présentées dans le manuscrit. Nous avons observé l'apparition d'une signature viscoélastique à basse fréquence qui dépend fortement de la température. On peut s'attendre à mesurer un effet du vieillissement du polymère sous forme d'une relaxation du spectre après une trempe rapide en température. Dans ce cas le volume de polymère sondé par la technique reste macroscopique, mais permet l'étude de fluctuations d'observables mécaniques.

Une dernière piste que nous avons commencé à explorer concerne le forçage du levier par une modulation de puissance du faisceau lumineux. Nous avons observé qu'une modulation de quelques pour cents de l'intensité du faisceau sonde (d'une puissance moyenne de 0.2 mW) engendre une déflexion mesurable. Il serait intéressant de comprendre l'origine physique de cet effet : pression de radiation ou déformation par gradient de température. On pourrait alors réaliser une étude systématique de la réponse mécanique en fonction du point d'application de l'excitation.

La précision de mesure apportée par notre approche ouvre ainsi de nombreuses perspectives d'étude tant en microscopie à force atomique que pour l'étude des MEMS, et pourrait offrir d'autres résultats inattendus dans des domaines variés.

Annexe A

Table des constantes

$E_{Or} = 78 \times 10^9\,\mathrm{Pa}$	module de Young de l'or
$E_{Si} = 169 \times 10^9\,\mathrm{Pa}$	module de Young du silicium pour le cristal coupé selon les axes (1 1 1)
$\rho_{Au} = 19\,300\,\mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-3}$	densité de l'or
$\rho_{Si} = 2340\,\mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-3}$	densité du silicium
$\rho_{air} = 1.19\,\mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-3}$	densité de l'air à 25°C
$\eta = 1.85 \times 10^{-5}\,\mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-1} \cdot \mathrm{s}^{-1}$	viscosité de l'air à 25°C
$e = 1.6 \times 10^{-19}\,\mathrm{C}$	charge électrique de l'électron
$\lambda = 632.8\,\mathrm{nm}$	longueur d'onde du laser
$k_B = 1.38 \times 10^{-23}\,\mathrm{J} \cdot \mathrm{K}^{-1}$	constante de Boltzmann

Annexe B

Analyse des données

Dans cette annexe nous détaillons le protocole que nous avons employé pour effectuer l'intégration des pics de résonance de la DSP.

Comme nous l'avons mentionné, pour passer de la DSP à l'amplitude rms d'oscillation, nous avons intégré chaque résonance du spectre de bruit. Le rapport signal sur bruit et la présence des résonances voisines nous ont obligés à choisir pour chaque mode et chaque point de mesure sur le levier une plage fréquentielle d'intégration différente. Définissons de manière générique $\Delta f = [f_n - f_{int}, f_n + f_{int}]$ cette plage. Lors de l'intégration, nous sous-estimons l'énergie contenue dans le mode. Pour évaluer quantitativement la contribution du spectre négligée nous avons opéré de la manière suivante.

Pour chaque mode et en correspondance de chaque point de mesure, nous avons réalisé un fit avec la fonction $S_d(f)$ issue du modèle OHV en deux étapes. Un premier fit sur les régions du levier correspondantes aux ventres d'oscillations nous à permis de fixer les valeurs de Q_n et f_n qui sont indépendantes de la position. Nous avons donc calculé un deuxième fit sur tous les points de mesure en laissant k_n comme seule paramètre libre (cf. fig. 4.5). En assumant un coefficient de pondération $\tilde{p}$ défini de la manière suivante

$$\tilde{p} = \frac{\int_{\Delta f} S_d(f)df}{\int_0^\infty S_d(f)df} \tag{B.1}$$

nous avons multiplié chaque intégrale sur le spectre mesuré par la valeur $1/\tilde{p}$ correspondante calculée sur la base du modèle OHV[1]. Par ce moyen il a été possible d'intégrer aussi les pics avec très faible rapport signal sur bruit, notamment au voisinage des noeuds d'oscillation.

1. Notons que l'intégrale de la fonction $S_d(f) \propto Q_n/\left(\left(1-u^2\right)^2 Q_n^2 + u^2\right)$ admet une solution analytique (non triviale).

Pour chaque intégrale du spectre, nous avons retenu comme barre d'erreur l'intégrale du bruit de fond sur la plage Δf multiplié toujours par le facteur $1/\tilde{p}$. La fig. B.1 montre une comparaison des profils spatiaux des modes avec et sans facteur de correction $1/\tilde{p}$.

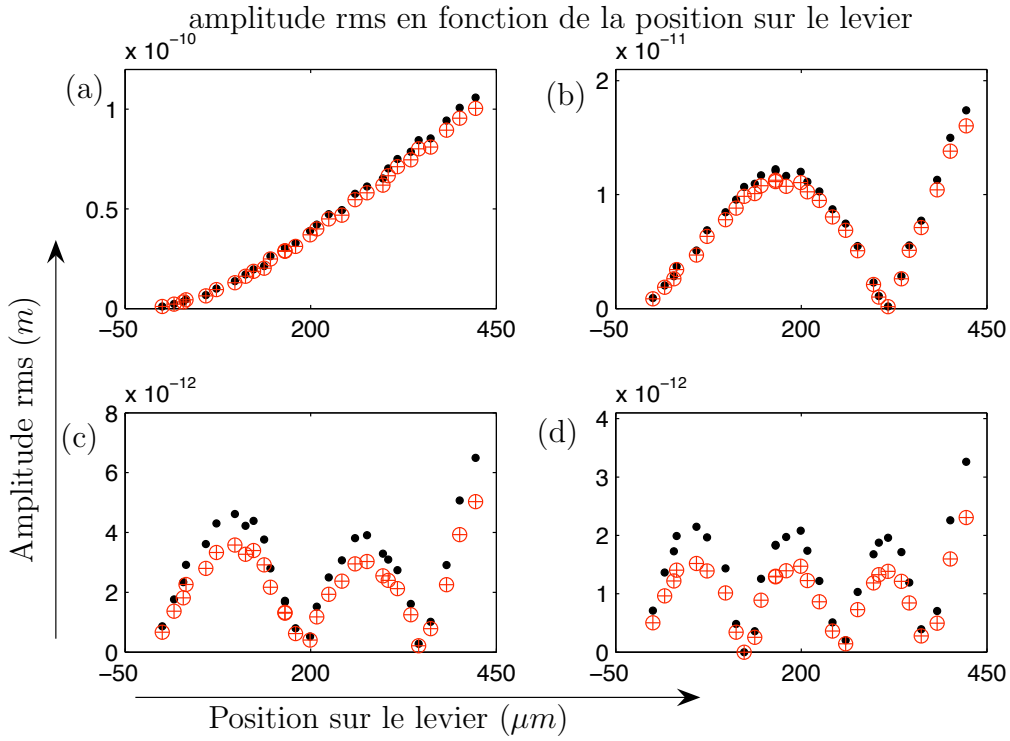

FIGURE B.1 – Les symboles $\oplus$ correspondent aux intégrales brutes tandis que le symboles $\bullet$ correspondent aux intégrales multipliées par le facteur $1/\tilde{p}$.

En fig. B.2 est tracée la fonction d'erreur $E_r = 1 - \tilde{p}$ pour différente valeurs du facteur de qualité et en fonction de la plage d'intégration (le paramètre f_{int}). Pour chaque valeur de Q on observe naturellement que plus la plage d'intégration est grande, plus devient petite l'erreur de sous-estimation de l'intégrale non corrigée. La courbe en gras représente le comportement asymptotique pour $Q \to \infty$. Une dernière observation : la valeur de abscisse $Q_n(f_{int}/f_n - 1) = 1$ correspond à une plage d'intégration $\Delta f = f_n/Q$: la largeur à demi hauteur de la résonance. Le courbes montrent que l'énergie stockée dans cette plage augmente avec la diminution du facteur de qualité, ce qui n'est pas forcement intuitif.

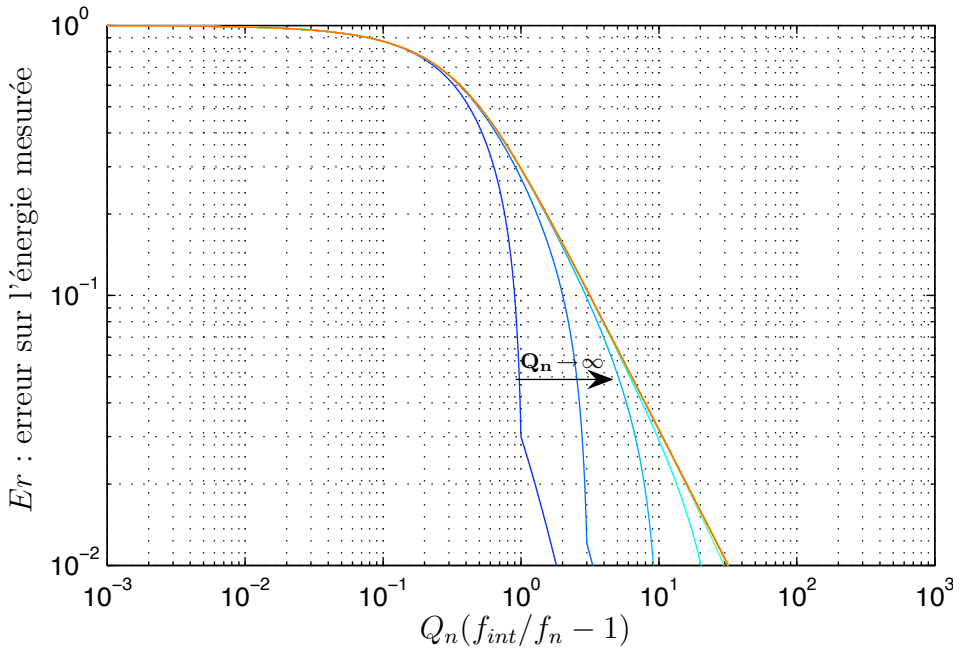

FIGURE B.2 – Estimation de l'erreur de mesure $1 - \tilde{p}$ de l'intégrale d'une résonance en fonction de la plage d'intégration et pour plusieurs valeurs du facteur de qualité (modèle OHV). De gauche à droite les courbes convergent sur une courbe asymptotique pour $Q_n \to \infty$.

Annexe C

Dépendance en fréquence de la viscoélasticité

Soit $G(\omega) = G_1(\omega) + iG_2(\omega)$ une fonction de réponse mécanique dans l'espace de Fourier. Rappelons que le principe de causalité impose que les parties réelles et imaginaires de $G(\omega)$ soient reliées par les relations de Kramers-Kronig :

$$\begin{aligned} G_1(\omega) &= \frac{2}{\pi}\mathcal{PP}\int_0^\infty \frac{\varpi G_2(\varpi)}{\varpi^2-\omega^2}d\varpi \\ G_2(\omega) &= -\frac{2\omega}{\pi}\mathcal{PP}\int_0^\infty \frac{G_1(\varpi)}{\varpi^2-\omega^2}d\varpi \end{aligned} \tag{C.1}$$

Si on suppose que

$$G_2(\omega) = \frac{B}{\omega^\beta} \tag{C.2}$$

où B est une constante réelle, les relations (C.1) impliquent pour la partie réelle l'équation suivante :

$$G_1(\omega) = \frac{2}{\pi}\mathcal{PP}\int_0^\infty \frac{\varpi B\varpi^{-\beta}}{\varpi^2-\omega^2}d\varpi \tag{C.3}$$

en posant $\Omega = \varpi/\omega$ l'expression (C.3) s'écrit :

$$\begin{aligned} G_1(\omega) &= \frac{1}{\omega^\beta}\left[\mathcal{PP}\int_0^\infty B\frac{\Omega^{1-\beta}}{\Omega^2-1}d\Omega\right] \\ &= \frac{A}{\omega^\beta} \end{aligned} \tag{C.4}$$

où A est une constante réelle. Notons que si $0 < \beta < 1$ alors on a $A < \infty$.

En portant la partie imaginaire (éq. (C.2)) et réelle (éq. (C.4)) dans l'expression de la fonction de réponse mécanique, nous obtenons

$$G(\omega) = \frac{A + iB}{\omega^\beta} = C\frac{e^{i\varphi}}{\omega^\beta} \tag{C.5}$$

Les relations de Kramers-Kronig sont vérifiées. Il reste toutefois à évaluer le rapport B/A, ou de façon équivalente l'argument $\varphi = \arctan(B/A)$. Il est possible de démontrer que

$$\varphi = \frac{\pi}{2}\beta \tag{C.6}$$

La démonstration utilise que dans l'espace des temps $G(t)$ est une fonction réelle. La transformé de Fourier inverse de $G(\omega)$ s'écrit

$$G(t) = \frac{1}{2\pi}\int_{-\infty}^{+\infty} e^{i\omega t} A\frac{e^{i\varphi}}{\omega^\beta} d\omega \tag{C.7}$$

et son complexe conjugué

$$\begin{aligned} \overline{G(t)} &= \frac{1}{2\pi}\int_{-\infty}^{+\infty} e^{-i\omega t} A\frac{e^{-i\varphi}}{\omega^\beta} d\omega \\ &= \frac{1}{2\pi}\int_{-\infty}^{+\infty} e^{i\Omega t} A\frac{e^{-i\varphi}}{(-1)^\beta \Omega^\beta} d\Omega \end{aligned} \tag{C.8}$$

On impose l'identité $G(t) = \overline{G(t)}$ qui se traduit par la relation

$$e^{i\varphi} = \frac{e^{-i\varphi}}{(-1)^\beta} \Rightarrow \varphi = \frac{\pi}{2}\beta \tag{C.9}$$

qui est équivalente à l'éq. (C.6). En reportant ce résultat dans l'éq. (C.5), on conclu que si la partie imaginaire de $G(\omega)$ s'écrit sous la forme (C.2), alors G s'écrit

$$G(\omega) = C\left(\frac{i}{\omega}\right)^\beta \qquad \text{avec} \qquad C = \frac{B}{\sin(\frac{\pi}{2}\beta)} \tag{C.10}$$

Annexe D

Algorithme de Kramers-Krönig

Dans cette annexe nous présentons l'algorithme qui permet de reconstruire la fonction de réponse mécanique du système – levier à un degré de liberté – à partir de la DSP des fluctuations thermiques de déflexion mesurées en bout du levier (cf. chap. 5 partie 5.4).

Au chap. 3 (partie 3.1.3) nous avons mentionné que le principe de causalité pour une fonction de réponse se traduit dans l'espace de Fourier par les relations de Kramers-Krönig (K-K, cf. éq. 3.13). Ces relations établissent une correspondance entre les parties réelle et imaginaire d'une fonction de réponse, permettant ainsi de reconstruire l'une en fonction de l'autre. Dans notre cas spécifique – un système physique linéaire à l'équilibre thermique – le théorème de Fluctuation-Dissipation exprime que la DSP mesurée correspond (à des facteurs près) à la partie imaginaire de la fonction réponse (cf. chap. 5 partie 3.1.2). Il est donc possible, en principe, de reconstruire la partie réelle de la fonction réponse à partir de la DSP mesurée et en employant les relations de K-K. Avant de détailler le code, qui s'écrit en peu de lignes, nous présentons le principe général de calcul qui est sous-jacent [1]. Nous montrons en particulier que l'emploi du formalisme de la transformée de Hilbert simplifie le calcul des relations de K-K.

La transformée de Hilbert (TH) d'une fonction $f(x)$ est le produit de convolution de cette même fonction avec la fonction $1/x$:

$$\mathrm{TH}\left[f(x)\right] = \frac{1}{\pi}\mathcal{PP}\int_{-\infty}^{\infty}\frac{f(x')}{x'-x}dx' \tag{D.1}$$

l'argument de l'intégrale étant singulier en $x' = x$, on emploie la valeur principale de Cauchy ($\mathcal{PP}$). Nous sommes en particulier intéressés par une propriété

1. Le mérite de l'approche que nous exposons est à attribuer à Sergio Ciliberto (Laboratoire de Physique – ENS-Lyon), qui nous a fourni son implémentation sous Matlab de l'algorithme en accord avec [53].

de la transformée de Hilbert : pour une fonction à valeurs complexes $f(z)$ analytique (dans au moins un demi-plan complexe), la transformée de Fourier ($\mathcal{F}$) de la transformée de Hilbert répond à la propriété suivante :

$$\mathcal{F}\big[\mathrm{TH}\,[f(z)]\,\big]_{(\omega)} = \big(-i\,\mathrm{sgn}(\omega)\big)\cdot\mathcal{F}\,[f(z)]_{(\omega)} \tag{D.2}$$

où la fonction *signe* $\mathrm{sgn}(\omega)$ prend les valeurs -1 pour $\omega < 0$, 1 pour $\omega > 0$ et 0 pour $\omega = 0$.

On peut réécrire la première relation de Kramers-Krönig sur la fonction réponse G à l'aide de la transformée de Hilbert (éq (D.1)) :

$$\mathrm{Re}\,[G(\omega)] = \frac{1}{\pi}\mathcal{PP}\int_{-\infty}^{\infty}\frac{\mathrm{Im}\,[G(\omega')]}{\omega'-\omega}d\omega' = \mathrm{TH}\,[\mathrm{Im}\,[G(\omega)]] \tag{D.3}$$

L'astuce de l'algorithme repose sur l'idée d'utiliser deux fois consécutives la transformée de Fourier (en passant ainsi dans l'espace temporel) pour reconstruire la partie réelle de la fonction de réponse. Considérant la transformée inverse de Fourier de l'éq. (D.3) et utilisant le propriété (D.2) de la transformée de Hilbert, on obtient :

$$\mathcal{F}^{-1}\Big[\,\mathrm{Re}\,[G(\omega)]\,\Big](t) = \big(-i\,\mathrm{sgn}(t)\big)\cdot\mathcal{F}^{-1}\Big[\,\mathrm{Im}\,[G(\omega)]\,\Big](t) \tag{D.4}$$

Les propriétés de parité de la fonction réponse assurent que $\mathcal{F}^{-1}\Big[\,\mathrm{Im}\,[G(\omega)]\,\Big]$ est une fonction purement imaginaire (et impaire), il est donc possible d'écrire l'éq. (D.4) dans la forme suivante :

$$\begin{aligned}\mathcal{F}^{-1}\Big[\,\mathrm{Re}\,[G(\omega)]\,\Big](t) &= \mathrm{sgn}(t)\cdot\mathrm{Im}\left[\mathcal{F}^{-1}\Big[\,\mathrm{Im}\,[G(\omega)]\,\Big](t)\right]\\ &= \mathrm{sgn}(t)\cdot G_i(t)\end{aligned} \tag{D.5}$$

où nous avons introduit la notation $G_i(t)$ pour rendre plus fluide la lecture.

Il suffit alors de calculer une transformée de Fourier directe sur le deuxième terme de l'éq. (D.5) pour reconstruire la partie réelle $\mathrm{Re}\,[G(\omega)]$:

$$\mathrm{Re}\,[G(\omega)] = \mathcal{F}\Big[\mathrm{sgn}(t)\cdot G_i(t)\Big] \tag{D.6}$$

Notons que dans l'algorithme, au lieu d'opérer une inversion de parité sur la fonction $G_i(t)$ (en la multipliant par la fonction $\mathrm{sgn}(t)$), nous l'avons simétrisée dans les temps négatifs à partir des valeurs calculées pour le demi-axe positif.

Nous présentons finalement l'implémentation de l'algorithme sous Matlab :

```
function G=kramer1(sp,fec)
% this program computes the real part of the response function
% starting from the noise power spectrum divided by KT (K is the
% Boltzman constant and T the temperature).
% sp= original power spectrum in units U^2/Hz divided by KT
%  where U is the units of the measured noise.
% This means that sp= 4 /(2 pi f) * Imag(G)
% G is one over the response function delta U/delta q
% where q is the conjugate variable of U.


% on arrondit le nombre de points à une puissance de 2 pour que
% l'algorithme FFT tourne plus vite :
npt=length(sp);
npt=2^fix(log(npt)/log(2))+1;
nfft=(npt-1)*2;
f=[(0:npt-1)]/(npt-1)*fec/2;
% on symétrise le vecteur des fréquences afin de construire une
% extension du spectre dans le domaine des fréquences négatives
f_ft=[f  -f(npt-1:-1:2)];
S1=sp(1:npt)*pi/2; % This implies that sp1=Imag(G)/f
S1=[S1(1:npt)  S1(npt-1:-1:2)];

% on passe dans l'espace temporel :
% calcul de la FFT inverse du spectre
S2=ifft(S1.*f_ft);
S2=imag(S2);
S2(1)=0;
% computation de la FFT directe pour retrouver la partie réelle
% de 1/G dans l'espace des fréquences
S2=[S2(1:npt)  S2(npt-1:-1:2)];
S2=fft(S2);

% fonction réponse
G=real(S2(1:npt))+i*f.*S1(1:npt);
return
```

Annexe E

Mesure interférométrique de déviation angulaire d'un faisceau unique

Nous avons réservé cette annexe pour un article qui est fruit de ce travail de thèse, mais qui en même temps sort de la ligne tracée dans œ manuscrit. Comme le titre de l'annexe le suggère, il s'agit d'une technique de mesure interférométrique de déviation angulaire d'un faisceau unique. Nous sommes parvenu à cette méthode dans la quête d'une solution adaptée à la mesure de déflexion sur des levier avec une courbure statique importante (cf. chap. 2 partie 2.3.2). Néanmoins, la sensibilité de cette nouvelle technique dépend fortement de la taille de la surface réfléchissante, ce qui l'a rendue finalement inadaptée pour des microleviers. Au delà de sa spécificité, l'intérêt de présenter ici cette publication se justifie par le fait qu'elle contient en annexe une étude de la technique 4 quadrants de mesure de déflexion (cf. partie 1.3.2 du chap. 1), avec notamment le calcul de sa sensibilité maximale de mesure qui valide l'éq. (1.1) dans la partie 1.3.2 du chap. 1.

Available online at www.sciencedirect.com
ScienceDirect
Optics Communications 280 (2007) 1–9
OPTICS COMMUNICATIONS
www.elsevier.com/locate/optcom

Single beam interferometric angle measurement

P. Paolino, L. Bellon *

École Normale Supérieure de Lyon, Laboratoire de Physique, C.N.R.S. UMR5672, 46, Allée d'Italie, 69364 Lyon Cedex 07, France

Received 12 December 2006; received in revised form 27 June 2007; accepted 30 July 2007

Abstract

We present an application of a quadrature phase interferometer to the measurement of the angular position of a parallel laser beam with interferometric precision. In our experimental realization we reach a resolution of 6.8×10^{-10} rad ($1.4 \times 10^{-4''}$) for 1 kHz bandwidth in a 2×10^{-2} rad (1°) range. This alternative to the optical lever technique features absolute calibration, independence of the sensitivity on the thermal drifts, and wide range of measurement at full accuracy.
© 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.

PACS: 07.60.Ly; 06.30.Bp

1. Introduction

Angle measurement is important in a number of applications, ranging from machine tool operation to calibration of optical prism through astronomic observations. Recently, it has been intensively used in atomic force microscopy detection [1], or in the quickly growing field of cantilever-based sensing [2]. Our specific concern is to measure the angular position of a torsion pendulum with the best accuracy achievable: we need a high resolution to resolve its thermal fluctuations in order to test recent fluctuation theorems for out of equilibrium systems [3,4]. This basic metrological task can be performed in many ways with optical methods [5], using for instance an autocollimator [6], an interferometric setup (see for example [7]) or an optical lever scheme with an electronic target (such as a segmented photodiode) [8,9]. A major challenge of these techniques is to allow both a wide range of measurement and a high precision simultaneously. We will focus here on interferometric setups, which are usually restricted to small angle measurements but feature very good accuracy. After a generic introduction to the sensitivity of these techniques, we will present how their range can be greatly expanded without losing in precision using a quadrature phase approach. This novel technique to perform calibrated measurements of the angular position of a parallel laser beam is based on a quadrature phase interferometer [10], except for the laser beam configuration: in the current setup, a single beam directly enters the calcite prism and the common part of two resulting beam is directly analyzed.

The paper is organized as follows: in Section 2 we explain the principle of the technique under a wider approach of interferometric angle measurements, while in Section 3 we describe the actual experimental realization and we report the results of the calibration measurements, emphasizing how this technique allows constant recording of tiny rotations independently from thermal drifts. In Section 4 we discuss the noise limit of the measurement. In Section 5 we compare our method to the widespread optical lever technique (based on a detection with a two quadrant photodiode), before concluding in Section 6.

2. Interferometric angle measurement: principle

Let us first discuss the general background of the measurement we want to perform here: we consider a single laser beam with origin O in the $\mathbf{e}_x$, $\mathbf{e}_y$ plane, and we would like to measure through interferometry its angular

* Corresponding author.
E-mail address: Ludovic.Bellon@ens-lyon.fr (L. Bellon).

0030-4018/$ - see front matter © 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.
doi:10.1016/j.optcom.2007.07.060

, ,,

direction θ (the rotation is thus defined around $\mathbf{e}_z$). Typically, this corresponds to the situation where one wants to measure the rotation of an object by attaching a mirror to it and illuminating this mirror with a laser beam, O being both on the rotation axis and at the center of the mirror.

In the analyzing area, there should be at least two beams in order to have interference. To achieve the best contrast possible, these two beams should have a constant phase difference over the sensor area. This implies in general (given that the sensor is flat and its size is much greater than the wavelength λ) that the two analyzing beams are parallel plane waves over the sensor, and thus in the free space just before it. Their common wave vector is denoted by $\mathbf{k}$ in this area (see Fig. 1).

The only assumption underlying the following calculation is that the refractive medium is constant in time (Fermat's principle hypothesis). To simplify the framework we add the assumption that the angular magnification is one, so that the wave vector $\mathbf{k}$ and its polar angle θ are shared by the incident light wave and the two interfering beams.

Let us now consider the optical path of a ray from the origin O of the incident beam to point A of the first analyzing beam, and an equivalent path from point O to B in the second analyzing beam, such that the optical lengths are equal: OA = OB. That means that as long as A an B are chosen in the free space region before the sensor, the phase difference between the two beams is

$$\varphi(\theta) = \mathbf{k} \cdot \mathbf{AB} = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta L(\theta) \tag{1}$$

where $\Delta L(\theta)$ is the optical path difference between the two beams reaching the sensor. We will now demonstrate that this phase difference is a linear function of the angular position θ of the incident laser beam.

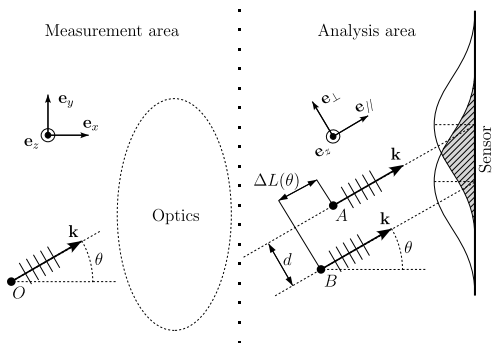

Fig. 1. Principle of the single beam interferometric angle measurement: the incident light wave is split into two parallel beams in the analyzing region, where they interfere over the sensor. The optical path difference between the two beams ΔL is a function of the angular position of the beam θ.

If we make an infinitesimal change $d\theta$, A will change to $A' = A + \mathbf{dA}$ and B to $B' = B + \mathbf{dB}$, where we still impose that $OA = OA = OB' = OB$. The corresponding phase variation between the two beams is thus

$$\begin{aligned} d\varphi &= \mathbf{dk} \cdot \mathbf{AB} + \mathbf{k} \cdot \mathbf{dAB} \\ d\varphi &= \mathbf{dk} \cdot \mathbf{AB} + \mathbf{k} \cdot \mathbf{dB} - \mathbf{k} \cdot \mathbf{dA} \end{aligned} \tag{2}$$

According to Fermat's principle, the optical path is extremal, which implies for free space propagation that the direction of propagation of light is perpendicular to the iso optical length surfaces. It translates here into $\mathbf{k} \cdot \mathbf{dB} = -\mathbf{k} \cdot \mathbf{dA} = 0$, so that

$$d\varphi = \mathbf{dk}.\mathbf{AB} \tag{3}$$

Since the modulus of the wave vector $\mathbf{k} = (2\pi/\lambda)\mathbf{e}_\parallel$ is constant, $\mathbf{dk} = (2\pi/\lambda)d\theta\mathbf{e}_\perp$ (where $\mathbf{e}_\parallel$, $\mathbf{e}_\perp$ are polar unity vectors parallel and perpendicular to the propagation). We will eventually only sense rotation of the incident beam with a sensitivity s:

$$s = \frac{d\varphi}{d\theta} = \frac{2\pi}{\lambda} d \tag{4}$$

where $d = \mathbf{e}_\perp \cdot \mathbf{AB}$ is the separation of the beams perpendicular to the propagation (see Fig. 1).

According to Eq. (4), it sounds like there is no limit to the sensitivity, as it is increasing linearly with the distance between the two light rays. However, one should keep in mind that the beams have a finite lateral extension, and to record interference we should overlap them. In gaussian beam approximation, one can show that the optimum sensitivity is achieved when the separation d is equal to the $1/e^2$ radius of the beams (see Section 3, Eq. (13)).

3. Experimental setup

We present in this section the experimental setup we have built to demonstrate the workability of an interferometric measurement of the angular position of a single light beam, as schemed on Figs. 2 and 3. The output of a He–Ne laser is sent into a single-mode polarization maintaining fiber, then collimated to a parallel beam of $1/e^2$ diameter $2R = 6.6$ mm. The fiber end and collimator are hold by a kinematic mount with a piezo drive to change the angular direction θ of the light beam before it enters a parallel beam displacer (40 mm calcite prism, labeled BD_0 on Fig. 2). We end up with two parallel beams of crossed polarization, separated by $d = 4$ mm, thus overlapping a few millimeters. A diaphragm limits the output to this overlapping area. The intensities of the two light rays are evenly tuned by adjusting the incident polarization at 45° with respect to the calcite optical axes. No interference can be seen at this stage since the two beams have crossed polarizations, though they present a phase shift φ dependent on the angle of incidence θ of the initial beam on the calcite: Eq. (4) can directly be used to compute φ as a function of θ, since all

, ,,,

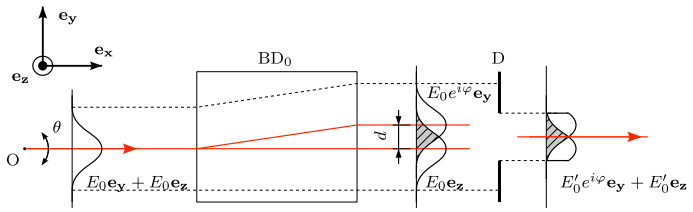

Fig. 2. Experimental setup: measurement area. A collimated 6.6 mm He–Ne laser beam can be rotated around $\mathbf{e}_z$ by means of a piezo driven kinematic mount. After passing through a parallel beam displacer (40 mm calcite prism, BD$_0$), the two resulting crossed polarized rays present a phase shift φ dependent on the angle of incidence θ. We limit the two beams to their overlapping part using a diaphragm (D), and analyze the emerging light ray into the analysis area.

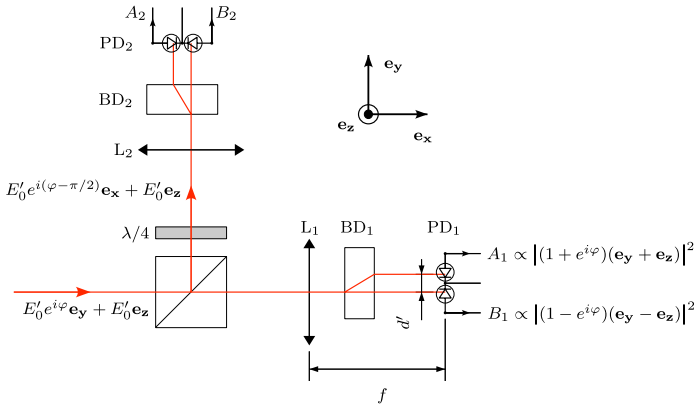

Fig. 3. Experimental setup: analysis area. The light coming from the measurement area is split into two arms. In each one, a 5 mm calcite prism (beam displacers BD$_n$, $n = 1,2$) oriented at 45° with respect to the measurement beam displacer (BD$_0$) projects the polarizations to have them interfere. The two beams emerging BD$_n$ are focused (plano convex lens L_n, $f = 25$ mm) on the two segments of a two quadrant photodiode PD$_n$ to record their intensities A_n, B_n. Those are used to reconstruct φ and thus measure θ. In the second analyzing arm ($n = 2$), a quarter wave plate ($\lambda/4$) is added in order to subtract $\pi/2$ to the phase shift φ.

the hypotheses of Section 2 are met (still optics, angular magnification one).[1]

We use a quadrature phase technique similar to the one of Ref. [10] to analyze these overlapping beams. They are first divided into two equivalents rays with a non polarizing cube beamsplitter. In each arm, the beam is focused ($f = 25$ mm lenses, labeled L$_1$ and L$_2$ on Fig. 3) on the detector through a second parallel beam displacer (5 mm calcite prisms, labeled BD$_1$ and BD$_2$) which optical axis is oriented at 45° with respect to the first calcite BD$_0$. We project this way the two initial polarizations and make the two incident beams interfere: the intensities A and B of the two beams emerging the last calcite prism are functions of the phase shift φ and can be recorded by two photodiodes. Since the two spots are only 0.5 mm distant, we actually use a two quadrant photodiode. In the second analyzing arm, a quarter wave plate is added in order to subtract $\pi/2$ to the phase shift φ between the two cross polarized beams. In the current setup, the use of beam displacers and two quadrant photodiodes instead of Wollaston prisms and distinct photodiodes as in Ref. [10] make the realization much more compact though as efficient.

Measured intensities A_n, B_n in the two analyzing arms n (with $n = 1,2$) are easily computed as

$$\begin{aligned} A_n &= \frac{I_0}{4}(1 + C_{\max}\cos(\varphi + \psi_n)) \\ B_n &= \frac{I_0}{4}(1 - C_{\max}\cos(\varphi + \psi_n)) \end{aligned} \tag{5}$$

where I_0 is the total intensity corresponding to the incident light beam[2], $C_{\max}$ is a contrast factor which accounts for lateral extension of the beams ($C_{\max} < 1$), and $\psi_1 = 0$ (first

[1] The same formula can be derived directly analyzing the particular design of the optical setup of Fig. 2, using birefringence laws instead of the formalism of Section 2.

[2] I_0 is the electrical intensity defined by $I_0 = SP$, where P is the incident beam power (in W) and S is the responsivity of the photodiodes (in A/W). The 1/4 factor in the equations accounts for the beam-splitting process (two final beams in both analyzing arms).

, ,,, ,

arm, without quarter wave plate) or $\psi_2 = -\pi/2$ (second arm, with quarter wave plate). Using home made low noise analog conditioning electronic [11], we can measure for each arm the contrast function of these two signals

$$C_n = \frac{A_n - B_n}{A_n + B_n} = C_{\max}\cos(\varphi + \psi_n) \tag{6}$$

This way, we get rid of fluctuations of laser intensity, and have a direct measurement of the cosine of the total phase shift for each arm, $\varphi + \psi_n$.

Let us rewrite Eq. (6) as

$$C = C_1 + \mathrm{i}C_2 = C_{\max}(\cos(\varphi) + \mathrm{i}\sin(\varphi)) = C_{\max}\mathrm{e}^{\mathrm{i}\varphi} \tag{7}$$

Under this formulation, the advantage of using two analyzing arms instead of one is obvious: it allows one to have a complete determination of φ (modulo 2π). In the (C_1, C_2) plane, a measurement will lie on the $C_{\max}$ radius circle, its polar angle being the phase shift φ. The sensitivity s of the measurement, defined by Eq. (4), appears this way to be independent of the position on the circle of the measurement, and will be constant even with a slow thermal drift. The use of crossed polarizations for the two interfering beams is a key point of this method, since it allows a post processing of the phase difference (with the quarter wave plate) to produce the quadrature phase signals.

The beam separation d is in reality function of the angle of incidence θ, but its variation is small in the full θ range available: the main limitation to the angle of incidence that can be measured is that each beam emerging the last calcites in the analyzing arms should fall on its respective photodiode quadrant (see Fig. 3). Given the focal length of the focusing lenses L_n ($f = 25$ mm) and the separation of the two beams ($d' = 0.5$ mm), the range accessible in θ in our setup is $|\theta| < \theta_{\max} = d'/2f = 10^{-2}$ rad. Note that this range can be greatly extended if useful, choosing a larger separation of the final beams (using a Wollaston prism and two distinct photodiodes for example [10,12]). Relative variations of d in a 2×10^{-2} rad interval for φ are within 0.5% for a normal incidence on the calcite, and can be reduced down to 5×10^{-5} for an optimal incidence (+15° angle with the normal of the surface, where positive angles correspond to the direction of the optical axis).

Eventually, all we need to do is acquire the two contrasts and numerically compute

$$\varphi = \arg(C) = \arctan(C_2/C_1) \tag{8}$$

where the arctan function is extended to the whole $[-\pi, \pi]$ interval according to the signs of C_1 and C_2. Note that if φ varies in a larger interval, unwraping is necessary to reconstruct the whole signal. Combining this last equation with Eq. (4), one eventually gets

$$\theta = \frac{\lambda}{2\pi d}\arctan(C_2/C_1) + \theta_0 \tag{9}$$

with θ_0 an integration constant.

To demonstrate the operation of this technique, we rotate the beam using a piezoelectric controlled kinematic mount. The driving voltage that we use is the sum of two sinusoids: a fast one of low amplitude (leading to a μrad rotation) and a slow one of high amplitude (simulating a slow drift of the working point of the interferometer over several wavelengths, that is a rotation of about 1 mrad). In Fig. 4a, we plot as a function of time a typical driving of the beam's angular rotation θ. In this specific case the slow and fast sinusoids have a frequency of 10 MHz and of 10 Hz, respectively and the amplitude ratio is about 400. The contrasts C_1 and C_2 of the two analyzing arms, as expected, are in phase quadrature. In Fig. 5 we also plot the contrasts C_1 and C_2 in the (C_1, C_2) plane to show that they lay on a circle. In fact, the measurement lays on a tilted ellipse, because of the imperfections in the orientation of the beam displacers and quarter wave plate, but this small deviation from the $C_{\max}$ radius circle can easily be corrected [13]. Anyway, as shown by Fig. 5, the deviations from a circle are small in our setup.

Let us now have a closer look at the fast evolution of these signals. In Fig. 6 we plot as a function of time the fast angular displacement $\delta\theta$ and contrasts c_n obtained by a high pass filtration of the signals θ and C_n. Comparing Fig. 6b and c with Fig. 4b and c we see that $c_1(c_2)$ goes to 0 periodically when $C_1(C_2)$ is extremal while the reconstructed angular position has a constant amplitude. Therefore this technique allows constant recording of small rotations as shown in the precedent paragraphs. This is clearly seen in Fig. 7 where the fast evolution of $\delta\theta$, c_1 and c_2 are plotted on a time interval around a minimum of C_1 and C_2. The cleanness of the curve of Fig. 7a demonstrates the accuracy of this measurement.

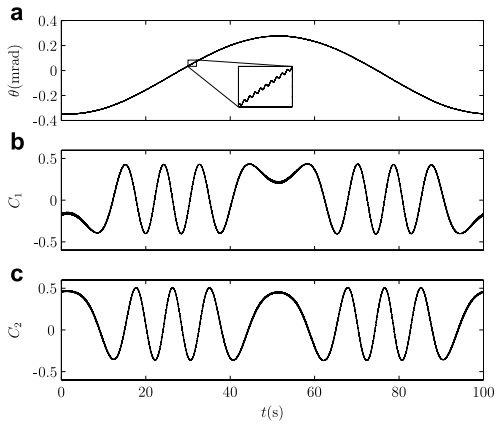

Fig. 4. (a) Measured angular position θ of the laser beam. The driving is the sum of two sinusoids: 0.5 mrad at 10 MHz and 1 μrad at 10 Hz. (b) and (c) corresponding contrasts C_1 and C_2 of the two analyzing arms as a function of time.

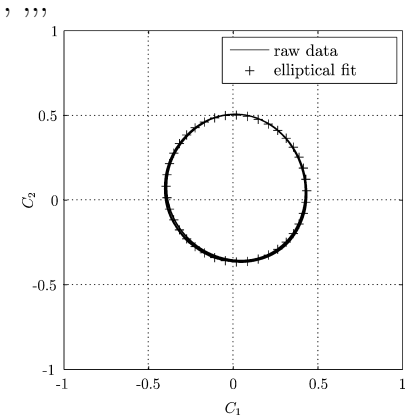

Fig. 5. Due to experimental imprecisions, the measurement lays on a tilted ellipse in the C_1, C_2 plane. These deviations to the $C_{\max}$ radius circle can easily be corrected [13]. We present the raw data to show that corrections are small anyway.

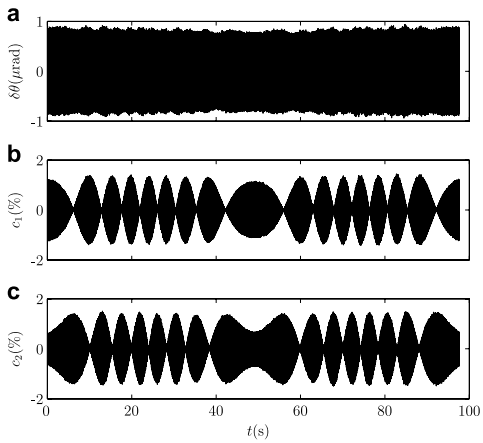

Fig. 6. Fast evolution of the beam's angular position once the slow variation of Fig. 4 has been subtracted. (a) Fast angular displacement $\delta\theta$ as function of the time. (b) and (c) fast contrasts c_i of the two analyzing arms.

4. Noise of the measurement

Let us compute the sensitivity σ of the complex contrast C as a function of the angle of incidence θ. Using Eqs. (4) and (7), we have

$$\sigma = \left|\frac{\mathrm{d}C}{\mathrm{d}\theta}\right| = C_{\max}\frac{2\pi}{\lambda}d \tag{10}$$

$C_{\max}$ can be computed analytically in the case of gaussian beams impinging a infinite size sensor. Let us for example consider intensity A_1:

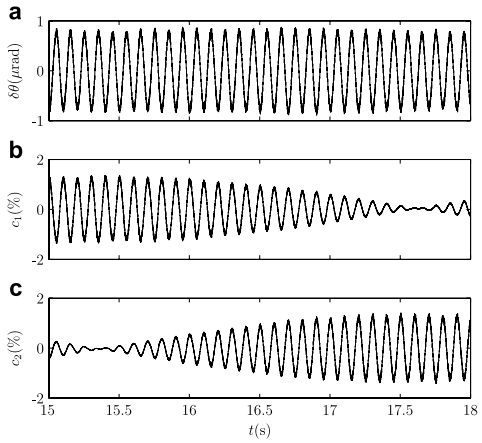

Fig. 7. Zoom of Fig. 6: fast signals $\delta\theta$ (a), c_1 (b), c_2 (c) around minimums of C_1 and C_2. The reconstructed angular position $\delta\theta$ is independent of the working point.

$$A_1 \propto \int\int \mathrm{d}y\mathrm{d}z|E_1 + E_2|^2 \tag{11}$$

where

$$E_1 = E_0 \mathrm{e}^{-\frac{(y-d/2)^2+z^2}{R^2}}$$

$$E_2 = E_0 \mathrm{e}^{-\frac{(y+d/2)^2+z^2}{R^2}}\mathrm{e}^{\mathrm{i}\varphi}$$

are the electric fields of each beam, and R is their $1/e^2$ radius. It is straightforward to show that

$$A_1 \propto \left(1 + \mathrm{e}^{-\frac{d^2}{2R^2}}\cos(\varphi)\right) \tag{12}$$

and from Eq. (5) we directly identify $C_{\max}$ as

$$C_{\max} = \mathrm{e}^{-\frac{d^2}{2R^2}} \tag{13}$$

The sensitivity σ being proportional to $C_{\max}d$ (Eq. (10)), we can easily show that it is maximum when the separation between the beams is equal to their $1/e^2$ radius: $d = R$, where we get $C_{\max} = 0.61$. In fact, this configuration is not the best one can use to maximize the sensitivity: adding a diaphragm to limit the beams to their common part, we can compute numerically the optimum parameters: $d/R = 1.08$ with a diaphragm of diameter $2.25R$, which lead to $C_{\max} = 0.65$ and raise the sensitivity σ of 15%.

The main source of noise in the measurement is the unavoidable shot noise of the photodiodes. Let us denote by δA_n and δB_n these shot noise induced fluctuations of A_n and B_n. The power spectrum densities (PSD) of these intensity fluctuations are

$$\begin{aligned} S_{A_n} &= \langle\delta A_n^2\rangle/\Delta f = 2eA_n \\ S_{B_n} &= \langle\delta B_n^2\rangle/\Delta f = 2eB_n \end{aligned} \tag{14}$$

, ,,, ,

where e is the elementary charge, Δf the bandwidth of the measurement and $\langle\cdot\rangle$ stands for time average. They will lead to fluctuations of the contrasts δC_n which can be written:

$$\delta C_n = \left(\frac{\partial C_n}{\partial A_n}\right)\delta A_n + \left(\frac{\partial C_n}{\partial B_n}\right)\delta B_n \tag{15}$$

Since shot noise induced fluctuations δA_n and δB_n are uncorrelated, we can compute the PSD of the contrasts using Eqs. (15), (6) and (14) consecutively

$$S_{C_n} = \frac{\langle \delta C_n^2\rangle}{\Delta f} = \left(\frac{\partial C_n}{\partial A_n}\right)^2 S_{A_n} + \left(\frac{\partial C_n}{\partial B_n}\right)^2 S_{B_n} \tag{16}$$

$$= 4\frac{B_n^2}{(A_n+B_n)^4}S_{A_n} + 4\frac{A_n^2}{(A_n+B_n)^4}S_{B_n} \tag{17}$$

$$= 8e\frac{A_nB_n}{(A_n+B_n)^3} \tag{18}$$

Using Eqs. (5) and (6), we have $A_n = I_0(1+C_n)/4$ and $B_n = I_0(1-C_n)/4$, hence

$$S_{C_n} = \frac{4e}{I_0}(1-C_n^2) \tag{19}$$

δC_1 and δC_2 being uncorrelated, we use Eqs. (8), (19) and (6) consecutively to get the expression of the PSD of the fluctuations of φ

$$\begin{aligned} S_\varphi &= \left(\frac{\partial\varphi}{\partial C_1}\right)^2 S_{C_1} + \left(\frac{\partial\varphi}{\partial C_2}\right)^2 S_{C_2} \\ &= \frac{C_2^2}{(C_1^2+C_2^2)^2}S_{C_1} + \frac{C_1^2}{(C_1^2+C_2^2)^2}S_{C_2} \\ &= \frac{4e}{I_0}\frac{C_1^2(1-C_2^2)+C_2^2(1-C_1^2)}{(C_1^2+C_2^2)^2} \\ &= \frac{4e}{I_0}\left(\frac{1}{C_{\max}^2} - \frac{1}{2}\sin^2(2\varphi)\right) \end{aligned} \tag{20}$$

From this last equation and Eq. (4), we eventually get an upper bound for the power spectrum density of shot noise induced fluctuations in θ

$$S_\theta = \left(\frac{d\theta}{d\varphi}\right)^2 S_\varphi \leqslant \left(\frac{\lambda}{2\pi d}\right)^2 \frac{4e}{I_0}\frac{1}{C_{\max}^2} = \frac{4e}{I_0\sigma^2} \tag{21}$$

In Fig. 8 we plot the power spectrum density S_θ measured with a still laser beam and the shot noise's estimation of our experiment. The pics in the 10 Hz–10^3 Hz region are attributed to mechanical disturbances in the experimental setup and could be addressed by a quieter environment, while at low frequency (below 50 Hz) the electronics $1/f$ noise is visible. We can see that our setup is close to optimal conditions, with the base line of the noise down to 1.4×10^{-11} rad/$\sqrt{\text{Hz}}$. Finally we note that in terms of optical path difference, this value corresponds to a noise of 5.6×10^{-14} m/$\sqrt{\text{Hz}}$.

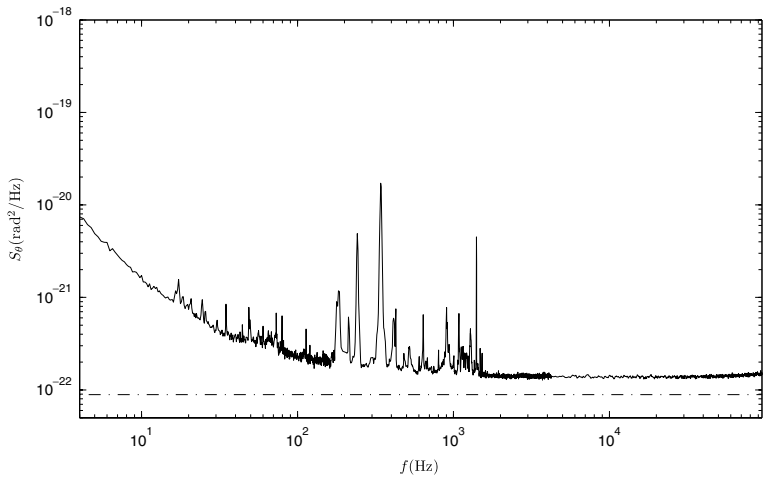

Fig. 8. Power spectrum density of the angular deflection θ of a still laser beam (plain line), and maximum shot noise calculated from inequality (21) with experimental values of intensity and sensitivity (dash dotted line). The pics in the 10 Hz–10^3 Hz region are attributed to mechanical disturbances in the experimental setup and could be addressed by a quieter environment. The integrated noise in the 0 Hz–1 kHz range is 0.68 nrad, which is thus the lower limit of measurable angular displacement for this bandwidth.

, ,,,

5. Comparison with optical lever technique

In the classic optical lever technique, the single beam illuminates a 2 quadrant photodiode, as sketched in Fig. 9. A contrast function C_{2Q} of the intensities of the two quadrants (ratio of the difference and the sum of the signals, similar to the one defined in Eq. (6)) can be used to measure the position of this light beam on the sensor. In Appendix A, we compute the optimal output for a gaussian beam of $1/e^2$ radius R at the center of rotation (Eq. (38))

$$C_{2Q} = \mathrm{erf}\left(\sqrt{2}\frac{\pi R \sin(\theta)}{\lambda}\right) \tag{22}$$

where erf is the error function. The best sensitivity σ_{2Q} is obtained for $\theta \approx 0$ (Eq. (28))

$$\sigma_{2Q} = \left(\frac{\mathrm{d}C_{2Q}}{\mathrm{d}\theta}\right)_{\theta=0} = \sqrt{8\pi}\frac{R}{\lambda} \tag{23}$$

Given the shape of the erf function, the range of the measurement is inversely proportional to the sensitivity: $\theta^{2Q}_{\max} \sim 1/\sigma_{2Q}$. For a 7 mm diameter laser beam at 633 nm, the admissible range is thus limited to $|\theta| < 2 \times 10^{-5}$ rad. This range can obviously be extended by degrading the sensitivity (non optimal focusing of the beam).

A computation similar to the one of previous paragraph can be done to analyze the shot noise induced fluctuations in C_{2Q}, they result in a power spectral density $S_{C_{2Q}} = 2e/I_0$, which finally leads to

$$S^{2Q}_{\theta} = \left(\frac{\lambda}{R}\right)^2 \frac{1}{8\pi}\frac{2e}{I_0} = \frac{2e}{I_0\sigma^2_{2Q}} \tag{24}$$

We have supposed up to now a zero width slit for the segmented photodiode. Interestingly, the noise can be reduced by introducing a gap between the quadrants [9]. Using optimal separation, the power spectrum density of shot noise induced fluctuations is reduced by 22%.

Using analytical expressions (21) and (24), the ratio of the noise of the two techniques eventually reads

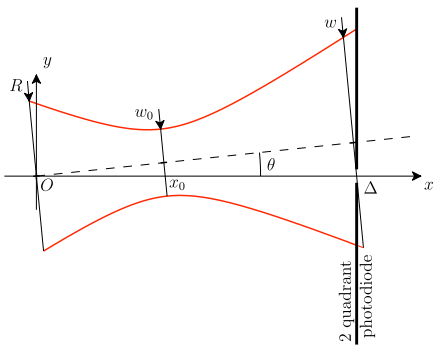

Fig. 9. Principle of the optical lever technique: the incident beam illuminates a two quadrant photodiode, and for small deflections θ, the difference between the intensities on the two segments is a linear function of θ.

$$\frac{S_\theta}{S^{2Q}_\theta} \leqslant 2\left(\frac{\sigma_{2Q}}{\sigma}\right)^2 = \left(\frac{R}{d}\right)^2 \frac{4}{\pi}\left(\frac{1}{C^2_{\max}}\right) \tag{25}$$

Under optimal conditions for both techniques, the numerical value of this ratio is 3.2, which means that the interferometric technique is a bit noisier than the optical lever technique, when both are perfectly tuned. Nevertheless, our setup offers key advantages over the two quadrant detection:

- *Absolute calibration*: the interferometric measurement only depends on λ and d, two quantities that can be precisely measured independently, whereas the optical lever sensitivity depends on the exact focalization of the beam and needs to be calibrated for every experiment.
- *Extended deflection range*: in the present example, deflection up to 10^3 greater can be studied with the quadrature phase interferometric method (and this factor could even be raised by choosing a bigger separation of the analyzing beams in each arms). It implies that strong variations of θ cannot be studied with great precision with the optical lever detection, for which any slow drift requires a constant adjustment of the 0. The sensitivity of our technique is moreover constant on the whole range.
- *Translation insensitive*: the measurement is only sensitive to the rotation we are probing (around $\mathbf{e}_z$), and is insensitive to any translation, whereas the other method will sense translation along $\mathbf{e}_y$ as well as rotation. Our technique is thus more selective and less sensitive to mechanical vibrations of the setup.

6. Conclusion

We have proposed a quadrature phase interferometric technique to measure the angular position of a laser beam. The need of a single passage through a calcite beam displacer to produce the interferences minimizes alignment procedures. The use of polarized beams lets us post process the phase difference to produce two output signals in phase quadrature, which finally greatly increases the measurement range at full sensitivity. The accuracy of our experimental realization is 6.8×10^{-10} rad ($1.4 \times 10^{-4\prime\prime}$) for 1 kHz bandwidth on a range of 20 mrad (1.15°). This extremely low level is comparable to that of previous studies of fluctuations theorems in our laboratory [3], but this new setup is easier to handle as it requires a single parallel beam on the rotating mirror instead of two. It could even be improved in various ways (larger calcite and beam size, brighter light source, larger separation of beams in detection area, etc.) Although the accuracy of the optical lever technique may be a bit better than that of the interferometric setup, our technique offers several advantages: robustness (insensitivity to thermal drift, and in general to mechanical vibrations expect for the rotation probed), absolute calibration, large angular range.

As a final remark, let us point out another way to use the setup: one can rotate the measurement beam displacer

, ,,, ,

BD_0 with a still laser beam. In this configuration, the sensitivity is unchanged and still described by Eq. (4) (where θ stand for the angular position of the prism this time), but the range is greatly extended. The limitation is no longer due to the analyzing arms (the focusing lenses will always ensure that the beams fall on their respective photodiodes), but simply to the field of view of the initial calcite. For our setup, a 0.2 rad range can be easily be explored. Nevertheless, one should take into account variations of d with θ in this case, since they are not negligible over such a wide range of measurement.

Acknowledgements

We thank F. Vittoz and F. Ropars for technical support, and N. Garnier, S. Joubaud, S. Ciliberto and A. Petrosyan for stimulating discussions. This work has been partially supported by contract ANR-05-BLAN-0105-01 of the Agence Nationale de la Recherche in France.

Appendix A. Optimization of two quadrant detection

In this appendix, we compute the optimal focalization of a laser beam to achieve the best sensitivity in the measurement of a deflexion with a two quadrant sensor. The notations are illustrated in Fig. 9: a gaussian beam with $1/e^2$ radius R at its origin O makes a angle θ with the Ox-axis. We denote by x_0 and w_0 the abscise and radius of the waist of this beam, and Δ and w the abscise and radius of the beam on the two quadrant sensor. R is supposed to be fixed by external constraints (for instance it corresponds to the size of a mirror attached to the rotating object), whereas the focalization of the beam (position of the waist x_0) and position of the sensor Δ can be tuned to reach the best sensitivity. The contrast of the intensities of the two segments of the photodiode (ratio of their difference over their sum) can easily be computed as

$$C_{2Q} = \mathrm{erf}\left(\sqrt{2}\frac{\Delta\sin(\theta)}{w}\right) \tag{26}$$

where erf is the error function.

The best sensitivity σ_{2Q} is obtained for $\theta \approx 0$

$$\sigma_{2Q} = \left(\frac{\mathrm{d}C_{2Q}}{\mathrm{d}\theta}\right)_{\theta=0} = \frac{2\sqrt{2}\Delta}{\sqrt{\pi}w} \tag{27}$$

Using the properties of gaussian beams, we will now show that the maximum sensitivity is

$$\max(\sigma_{2Q}) = \sqrt{8\pi}R/\lambda \tag{28}$$

and precise how this optimum can be reached. For this purpose, let us define X by

$$X = \sigma_{2Q}\frac{\lambda}{\sqrt{8\pi}R} = \frac{\lambda\Delta}{\pi R w} \tag{29}$$

Eq. (28) is thus equivalent to $\max(X) = 1$. The radii R, w_0 and w of the gaussian beam for $x = 0$, x_0 and Δ are linked by the equations

$$R^2 = w_0^2 + \left(\frac{\lambda x_0}{\pi w_0}\right)^2 \tag{30}$$

$$w^2 = w_0^2 + \left(\frac{\lambda(\Delta - x_0)}{\pi w_0}\right)^2 \tag{31}$$

We can rewrite these two equations as

$$\frac{\lambda x_0}{\pi} = \pm w_0\sqrt{R^2 - w_0^2} \tag{32}$$

$$\frac{\lambda(\Delta - x_0)}{\pi} = \pm w_0\sqrt{w^2 - w_0^2} \tag{33}$$

Adding those two equations, we immediately get

$$X = \frac{\lambda\Delta}{\pi R w} = \pm\frac{w_0}{Rw}\sqrt{R^2 - w_0^2} \pm \frac{w_0}{Rw}\sqrt{w^2 - w_0^2} \tag{34}$$

Since we are trying to maximize X, all $\pm$ signs must be $+$, that is $0 \leqslant x_0 \leqslant \Delta$. Let us introduce α and β in the $[0, \pi/2]$ interval such that $\cos(\alpha) = w_0/R$ and $\cos(\beta) = w_0/w$, and rewrite Eq. (34) as

$$X = \frac{w_0}{R}\sqrt{1 - \frac{w_0^2}{w^2}} + \frac{w_0}{w}\sqrt{1 - \frac{w_0^2}{R^2}} \tag{35}$$

$$= \cos(\alpha)\sin(\beta) + \cos(\beta)\sin(\alpha) \tag{36}$$

$$= \sin(\alpha + \beta) \tag{37}$$

Under this formulation, it is clear that the maximum of X is 1, so that the maximum of sensitivity of the two quadrant measurement is given by Eq. (28). Under optimal conditions, the output of the measurement (Eq. (26)) is thus the following:

$$C_{2Q} = \mathrm{erf}\left(\sqrt{2}\frac{\pi R\sin(\theta)}{\lambda}\right) \tag{38}$$

Let us now precise the conditions of this optimum. According to the definition of X (Eq. (29)), $X = 1$ translate into

$$\frac{\lambda\Delta}{\pi} = Rw \tag{39}$$

The ratio of this last equation with Eq. (32) leads to

$$\frac{x_0}{\Delta} = \frac{w_0\sqrt{R^2 - w_0^2}}{Rw} = \frac{w_0}{w}\sqrt{1 - \frac{w_0^2}{R^2}} = \cos(\beta)\sin(\alpha) \tag{40}$$

According to Eq. (37), $X = 1$ implies $\alpha + \beta = \pi/2$, hence

$$\frac{x_0}{\Delta} = \cos(\beta)\sin(\pi/2 - \beta) = \cos^2(\beta) = \frac{1}{1 + \tan^2(\beta)} \tag{41}$$

Using Eq. (39), we have

$$\frac{\lambda\Delta}{\pi R^2} = \frac{w}{R} = \frac{w}{w_0}\frac{w_0}{R} = \frac{\cos(\alpha)}{\cos(\beta)} = \frac{\cos(\pi/2 - \beta)}{\cos(\beta)} = \tan(\beta) \tag{42}$$

Introducing $\Delta_0 = \pi R^2/\lambda$, Eq. (41) eventually turns into

$$\frac{x_0}{\Delta} = \frac{1}{1 + (\Delta/\Delta_0)^2} \tag{43}$$

, ,,,

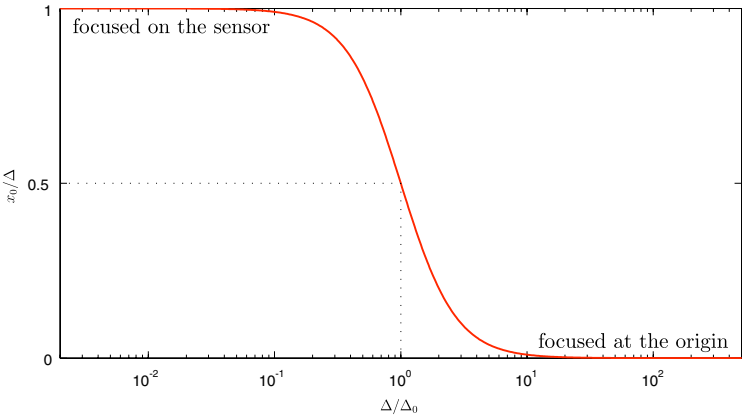

Fig. 10. Optimal focalization of the beam to achieve best sensitivity in rotation measurement with a two quadrant detection. For large values of the distance between the sensor and the axis of rotation ($\Delta \gg \Delta_0 = \pi R^2/\lambda$), one should focus the beam at the origin, whereas for small values of Δ ($\Delta \ll \Delta_0$) it should be focused on the two quadrant detector.

We plot in Fig. 10 this optimum position of the beam waist as a function of the distance between the origin of the beam and the sensor. There are two limit cases: if $\Delta \ll \Delta_0$, the optimum is achieved when the waist is at the origin, whereas if $\Delta \gg \Delta_0$ the beam should be focused on the sensor. Let us make a few numerical application for an He–Ne laser to illustrate those limiting cases. If for instance $R = 10\ \mu\text{m}$, we compute $\Delta_0 \approx 0.5$ mm: to probe the deflexion of a small cantilever (typically in an AFM), we most certainly fall in the $\Delta \gg \Delta_0$ limit, and the best sensitivity is achieved by focusing the beam on the cantilever [9]. On the contrary, if $R = 1$ mm, we compute $\Delta_0 \approx 5$ m, and the best practical solution will be to focus the beam on the sensor. Intermediate situations can be found between those two limits, with $R \approx 0.1$ mm ($\Delta_0 \approx 50$ mm).

References

[1] Meyer Gerhard, Nabil M. Amer, Applied Physics Letters 53 (12) (1988) 1045.

[2] Nickolay V. Lavrik, Michael J. Sepaniak, Panos G. Datskos, Review of Scientific Instruments 75 (7) (2004) 2229.

[3] F. Douarche, S. Ciliberto, A. Petrosyan, Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment 2005 (09) (2005) P09011.

[4] F. Douarche, S. Joubaud, N.B. Garnier, A. Petrosyan, S. Ciliberto, Physical Review Letters 97 (14) (2006) 140603.

[5] D. Malacara, A. Cornejo, M.V.R.K. Murthy, Applied Optics 14 (5) (1975) 1065, Section XIV.

[6] W.G. Driscoll (Ed.), Handbook of Optics, McGraw-Hill, New York, 1978.

[7] D. Malacara, O. Harris, Applied Optics 9 (7) (1970) 1630.

[8] R.V. Jones, Journal of Scientific Instruments 38 (2) (1961) 37.

[9] M.G.L. Gustafsson, J. Clarke, Journal of Applied Physics 76 (1) (1994) 172.

[10] L. Bellon, S. Ciliberto, H. Boubaker, L. Guyon, Optics Communications 207 (1–6) (2002) 49.

[11] Current preamplifiers are based on AD8067 operational amplifiers, sums and substractions on OPA606 operational amplifiers, while the divisions are based on AD734 analog multipier/divider.

[12] C. Schonenberger, S.F. Alvarado, Review of Scientific Instruments 60 (10) (1989) 3131.

[13] P.L.M. Heydemann, Applied Optics 20 (19) (1981) 3382.

Bibliographie

[1] G. Binnig, C. F. Quate, and C. Gerber, "Atomic force microscope," *Physical Review Letters*, vol. 56, p. 930, 1986.

[2] J. E. Sader, "Susceptibility of atomic force microscope cantilevers to lateral forces," *Review of Scientific Instruments*, vol. 74, no. 4, pp. 2438–2443, 2003.

[3] L. Aigouy, Y. D. Wilde, and C. Frétigny, *Les nouvelles microscopies. A la découverte du nanomonde.* Belin, 2006.

[4] E. Meyer, H. J. Hug, and R. Bennewitz, *Scanning Probe Microscopy : The Lab on a Tip.* Spinger-Verlag, 2003.

[5] L. Buisson, L. Bellon, and S. Ciliberto, "Intermittency in ageing," *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 15, p. S1163, 2003.

[6] E. V. Russell and N. E. Israeloff, "Direct observation of molecular cooperativity near the glass transition," *Nature*, vol. 408, p. 695, 2000.

[7] K. S. Sinnathamby, H. Oukris, and N. E. Israeloff, "Local polarization fluctuations in an aging glass," *Physical Review Letters*, vol. 95, p. 067205, 2005.

[8] G. Binning, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Surface studies by scanning tunneling microscopy," *Physical Review Letters*, vol. 49, p. 57, 1982.

[9] D. Sarid, *Scanning Force Microscopy With Application to Electric, Magnetic and Atomic Forces.* Oxford University Press, 1994.

[10] L. D. Landau and A. M. Lifshitz, *Théorie de l'élasticité.* Ed. Mir, 1967.

[11] M. G. L. Gustafsson and J. Clarke, "Scanning force microscope spring optimized for optical beam deflection and with tips made by controlled fracture," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, p. 172, 1994.

[12] D. Rugar, H. J. Mamin, R. Erlandsson, J. Stern, and B. D. Terris, "Force microscope using a fiber-optic displacement sensor," *Review of Scientific Instruments*, vol. 59, p. 2337, 1988.

[13] D. Rugar, H. J. Mamin, and P. Guethner, "Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 55, p. 2588, 1989.

[14] M. Vogel, C. Mooser, K. Karrai, and R. J. Warburton, "Optically tunable mechanics of cantilevers," *Applied Physics Letters*, vol. 83, p. 1337, 2003.

[15] A. D. Drake and D. C. Leiner, "Fiber-optic interferometer for remote sub-angstrom vibration measurement," *Review of Scientific Instruments*, vol. 55, p. 162, 1984.

[16] B. W. Hoogenbooma, P. L. T. M. Frederix, J. L. Yangb, H. J. Hug, and al., "A fabry–perot interferometer for micrometer-sized cantilevers," *Applied Physics Letters*, vol. 86, p. 074101, 2005.

[17] C. Schonenberger and S. F. Alvarado, "A differential interferometer for force microscopy," *Review of Scientific Instruments*, vol. 60, p. 3131, 1989.

[18] A. J. den Boef, "The influence of lateral forces in scanning force microscopy," *Review of Scientific Instruments*, vol. 62, p. 88, 1991.

[19] P. Paolino and L. Bellon, "Quadrature phase interferometer for afm measurement," *En préparation*, 2009.

[20] L. Bellon, S. Ciliberto, H. Boubaker, and L. Guyon, "Differential interferometry with a complex contrast," *Optics Communications*, vol. 207, p. 49, 2002.

[21] P. Paolino and L. Bellon, "Single beam interferometric angle measurement," *Optics Communications*, vol. 1, p. 1, 2007.

[22] G. Bruhat, *Optique*. Masson, 1992.

[23] M. O. Scully and M. S. Zubairy, *Quantum optics*. Cambridge University Press, 1997.

[24] S. R. de Groot and P. Mazur, *Non-equilibrium thermodynamics*. Dover, 1984.

[25] W. T. Coffey, Y. P. Kalmykov, and J. T. Waldron, *The Langevin Equation*. World Sientific, 2004.

[26] H. B. Callen and R. F. Greene, "On a theorem of irreversible thermodynamics," *Physical Review*, vol. 86, p. 702, 1952.

[27] H. B. Callen and T. A. Welton, "Irreversibility and generalized noise," *Physical Review*, vol. 83, p. 34, 1951.

[28] H. Nyquist, "Thermal agitation of electric charge in conductors," *Physical Review*, vol. 32, p. 110, 1928.

[29] R. P. Kanwal, *Linear Integral Equations : Theory and Techniques*. Birkhauser, 1997.

[30] P. R. Saulson, "Thermal noise in mechanical experiments," *Physical Review D*, vol. 42, p. 2437, 1990.

[31] F. Axisa, *Modélisation des sistèmes mécaniques*. Hermès science pubbl., 2001.

[32] S. Timoshenko, D. H. Young, and W. Weaver, *Vibration problems in engineering*. John Wiley and Sons, 1974.

[33] H. J. Butt and M.Jaschke, "Calculation of thermal noise in atomic force microscopy," *Nanotechnology*, vol. 6, p. 1, 1995.

[34] J. L. Hutter and J. Bechhoefer, "Calibration of atomic-force microscope tips," *Review of Scientific Instruments*, vol. 64, p. 1868, 1993.

[35] J. E. Sader, "Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope," *Journal of Applied Physics*, vol. 84, p. 64, 1998.

[36] C. A. V. Eysden and J. E. Sader, "Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope : Arbitrary mode order," *Journal of Applied Physics*, vol. 101, p. 044908, 2007.

[37] E. O. Tuck, "Calculation of unsteady flows due to small motions of cylinders in a viscous fluid," *Journal of Engineering Mathematics*, vol. 3, p. 29, 1969.

[38] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, and J.-P. Aimé, "Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids," *Journal of Applied Physics*, vol. 97, p. 074907, 2005.

[39] E. Guyon, J.-P. Hulin, and L. Petit, *Hydrodynamique physique*. Intereditions/Editions du CNRS, 1991.

[40] J. Dorignac, A. Kalinowski, S. Erramilli, and P. Mohanty, "Dynamical response of nanomechanical oscillators in immiscible viscous fluid for in vitro biomolecular recognition," *Physical Review Letters*, vol. 96, p. 186105, 2006.

[41] N. A. Burnham and al., "Comparison of calibration methods for atomic-force microscopy cantilevers," *Nanotechnology*, vol. 14, p. 1, 2003.

[42] R. Levy and M. Maaloum, "Measuring the spring constant of atomic force microscope cantilevers : thermal fluctuations and other methods," *Nanotechnology*, vol. 13, p. 33, 2002.

[43] P. M. e. L. W. J.E. Sader, I. Larson, "Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers," *Review of Scientific Instruments*, vol. 66, p. 3789, 1995.

[44] C. T. Gibson, D. A. Smith, and C. J. Roberts, "Calibration of silicon atomic force microscope cantilevers," *Nanotechnology*, vol. 17, p. 234, 2005.

[45] M. R. P. Attard, A. Carambassis, "Dynamic surface force measurement. 2. friction and the atomic force microscope," *Langmuir*, vol. 15, p. 553, 1999.

[46] J. Hutter, "Comment on tilt of atomic force microscope cantilevers : Effect on spring constant and adhesion measurements," *Langmuir*, vol. 21, p. 2630, 2005.

[47] R. Proksch, T. E. Schaffer, J. Cleveland, and al., "Finite optical spot size and position corrections in thermal spring constant calibration," *Nanotechnology*, vol. 15, p. 1344, 2004.

[48] L. Bellon, "Thermal noise of microcantilevers in viscous fluids," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, p. 104906, 2008.

[49] K. Molhave, A. Boisen, and W. Svendsen, "Effect of gold coating on the q-factor of a resonant cantilever," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 15, p. 2249, 2005.

[50] K. Y. Yasumura, T. D. Stowe, E. M. Chow, T. Pafman, T. W. Kenny, B. S. Stipe, and D. Rugar, "Quality factor in micron- and submicron-thick cantilevers," *Journal of Microelectromechanichal Systems*, vol. 9, p. 117, 2000.

[51] A. K. Jonscher, "The 'universal' dielectric response," *Nature*, vol. 267, p. 673, 1977.

[52] P. G. Datskos, N. V. Lavrik, and S. Rajic, "Performance of uncooled microcantilever thermal detectors," *Review of Scientific Instruments*, vol. 75, p. 1134, 2004.

[53] B. Schnurr, F. Gittes, F. C. MacKintosh, and C. F. Schmidt, "Determining microscopic viscoelasticity in flexible and semiflexible polymer networks from thermal fluctuations," *Macromolecules*, vol. 30, p. 7781, 1997.