Mesures de la force de Casimir à basse température

Justine Laurent

▶ **To cite this version:**

Justine Laurent. Mesures de la force de Casimir à basse température. Physique [physics]. Université de Grenoble, 2010. Français. NNT : . tel-00576595

HAL Id: tel-00576595
https://theses.hal.science/tel-00576595

Submitted on 14 Mar 2011

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

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

Université de Grenoble

THÈSE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE
Spécialité : Nanophysique

Arrêté ministériel : 7 août 2006

présentée et soutenue publiquement par

Justine ÉTIENNE (ép. LAURENT)

le 9 décembre 2010

Mesures de la force de Casimir à basse température

Thèse co-dirigée par Serge Huant et Hermann Sellier

JURY

M. Ludovic Bellon	Chargé de Recherche, Lyon	Rapporteur
M. Karl Joulain	Professeur d'Université, Poitiers	Rapporteur
M. Benoit Boulanger	Professeur d'Université, Grenoble	Président
M. Yannick de Wilde	Directeur de Recherche, Paris	Examinateur
M. Serge Huant	Directeur de Recherche, Grenoble	Examinateur
M. Hermann Sellier	Maître de Conférence, Grenoble	Examinateur

Thèse préparée au sein de l'Institut Néel et de l'École Doctorale de Physique

Remerciements

CHURCHILL a dit un jour : ≪ *Success is going from failure to failure without a loss of enthousiasm* ≫. Cette citation résume tout à fait une thèse expérimentale en champ proche et en particulier pour ce sujet : mesurer la force de Casimir. Mais garder l'enthousiasme est un travail difficile et cette thèse n'aurait pu aboutir sans le concours de nombreuses personnes que je tiens à remercier ici.

Ce travail de thèse s'est déroulée au sein de l'équipe Champ Proche de l'Institut Néel de Grenoble. Je tiens à remercier MM. Alain Fontaine et Joël Cibert, directeurs du laboratoire et du département Nano, de m'avoir permis de réaliser mon travail au sein de l'Institut.

Je remercie également Benoît Boulanger d'avoir présidé mon jury de thèse ainsi que Ludovic Bellon et Karl Joulain pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail que ce soit pour leur jugement et la pertinence de leurs remarques. Je tiens aussi à exprimer ma gratitude envers Yannick de Wilde pour sa présence dans mon jury de thèse et ses suggestions très judicieuses.

Un grand merci à mes directeurs de thèse : Serge Huant et Hermann Sellier. Hermann, très bon expérimentateur, extrêmement rigoureux et toujours prêt à sortir feuille et crayon pour vérifier un résultat, a su me tirer vers le haut pour que ce travail de thèse atteigne un tel niveau scientifique. Merci Serge pour ton soutien, tes remarques pertinentes et ce sens de la formule dont tu as le secret. J'aimerais également remercier Joël Chevrier ainsi que Fabio Comin qui sont les premiers à m'avoir initiée aux mesures en champ proche. Merci Joël pour ton enthousiasme et tes conversations téléphoniques à travers l'Atlantique.

Le nouvel instrument n'aurait pas vu jour sans l'intervention d'Alexis Mosset et de Jean-François Motte. Jeff, grand MacGyver des manips, qui sait tout réparer même l'irréparable et qui, avec son enthousiasme et sa bonne humeur communicative a rendu ces trois années formidables ! Alx, merci pour ton soutien, ta patience et ton calme face à mes débordements d'enthousiasme. Tu m'as appris à apprivoiser ce nouvel instrument que tu as largement contribué à réaliser durant tes deux ans avec nous.

Je tiens également à remercier la communauté Casimir : le groupe du CEA-

LETI qui nous a fourni des échantillons nanostructurés : un grand merci à Bruno Reig et à Philippe Andreucci pour leur travaux. Merci aussi à Astrid Lambrecht, Serge Reynaud, Guillaume Jourdan, Sven de Man et Davide Iannuzzi avec qui j'ai eu des conversations extrêmement enrichissantes.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers Aurélien Drezet, le génie de la bonne humeur et qui a toujours un PhD comics sous le coude en toutes circonstances. Merci pour le soutien moral et toutes les discussions palpitantes de physique ou autre ! (promis, je n'irai pas à la recherche du Graal en post-doc !).

Je voudrais remercier toute l'équipe pédagogique de PHY 121 (la fameuse UE de Mécanique du point) : Gilbert Vincent, Signe Seidelin et Alain Drillat avec qui le travail d'enseignement a été un véritable plaisir ! Merci également à tous mes amis : Sophie, Claire, Mickaël, Yannick, Eléna et Nathalie ; à mes collègues de bureau : Aurélien C. (je réussirai à te battre sur Elementz !), Oriane et Peter avec qui j'ai pu pratiquer mon anglais ; et merci aux stagiaires, Patrick et Tiphaine, qui j'espère reviendront chez nous faire une thèse !

Merci aussi à toute l'équipe champ proche élargie à l'équipe du SSL à l'ESRF : Fanny, Laetitia, Bénédicte, Alessandro, Peng, Sylvain, Thomas, Antoine, Nicolas, Luca, Olivier A., Pierre et Jean-Yves, Florence, Wilfrid, Hervé, Jochen, Olivier D., Mario et Michal. Je remercie aussi toute l'équipe de Nanofab et en particulier : Thierry Fournier, Khaled, Bruno et Sébastien.

Je tiens également à remercier l'ensemble du personnel administratif du département Nano (Véronique, Sabine, Louise, Mathilde et Marielle) pour sa gentillesse et sa réactivité ainsi que Sandrine Ferrari de l'école doctorale de physique qui a su toujours répondre patiemment à mes questions.

J'aimerais aussi exprimer ma sincère gratitude envers mes voisins et amis : Pierre qui m'a emmenée dans des coins fabuleux aux alentours de Grenoble, Danielle, Céline, Marjolaine, Yannick (grand manitou de Latex !) et leurs enfants, Nils et Erwann.

Enfin j'aimerais remercier toute ma famille qui a toujours cru en moi : mes parents (merci de m'avoir transmis cette soif d'apprendre et cette curiosité), mes grands-parents, mon frère Milou et Anne-Laure, Babeth, Raymond, David, Sandrine, Corentin et Eléna, Hélène, Daniel, Cécile, Laurent, Eva et Léo, et pour finir en beauté, mon mari qui a su me supporter avec beaucoup de patience (et il en a fallu !) durant ces trois années de thèse.

A mon beau-père Raymond

Table des matières

Remerciements **3**

Table des matières **5**

Introduction **9**

1 La force de Casimir **11**
1.1 La force de Casimir dans le cas idéal 13
1.1.1 Les formules historiques 13
1.1.2 Pression de radiation exercée par les fluctuations du vide . . . 14
1.2 La force de Casimir dans les situations expérimentales réelles 17
1.2.1 Miroirs diélectriques 18
1.2.2 Corrections géométriques : la configuration sphère-plan 27
1.2.3 Les effets de la température 28
1.2.4 Corrections liées à la rugosité de surface 29
1.2.5 Conclusion 30
1.3 Tour d'horizon des mesures de la force de Casimir 30
1.4 Conclusion 34

2 Construction d'une machine de force fonctionnant à basse température **35**
2.1 Cahier des charges et structure 37
2.1.1 Les contraintes de la cryogénie 37
2.1.2 La structure 41
2.1.3 Le cœur du microscope 41
2.1.4 Passage air-vide 41
2.1.5 Dérive thermique 43
2.2 Contrôle du positionnement et des déplacements 44
2.2.1 Brefs rappels sur la piézoélectricité 44
2.2.2 Positionnement grossier 46
2.2.3 Positionnement fin de l'échantillon 49
2.3 Le dispositif optique de mesure de déplacement 52
2.3.1 Description de l'interféromètre à fibre optique 52
2.3.2 Facteur de calibration et point de fonctionnement 59
2.3.3 Effets apportés par la métallisation de l'extrémité de la fibre . 60

2.4 Fabrication de la sonde et de l'échantillon 60
2.4.1 La sonde 60
2.4.2 Echantillons d'or : mesure de rugosité 65
2.4.3 Fixation des échantillons et des sondes sur leur support 69

3 La sonde de force : le microlevier **71**
3.1 Modélisation des modes propres du microlevier 73
3.1.1 Modèle du levier rectangulaire sans la sphère 73
3.1.2 Modèle du levier rectangulaire avec prise en compte de la sphère : approximation de la masse ponctuelle 76
3.2 Le microlevier : une sonde de force 80
3.2.1 Réponse mécanique du microlevier à une force extérieure . . . 80
3.2.2 Mesure en mode dynamique : mesure d'un gradient de force . 83
3.3 Amortissement visqueux 84
3.3.1 Expérience 86
3.3.2 Analyse des résultats 89
3.4 Bruit et résolution en force à 300 K 92
3.4.1 Composition du bruit 93
3.4.2 Différence entre les mesures statiques et dynamiques 97
3.5 Bruit laser et action en retour du système de détection optique 99
3.5.1 Couplage opto-mécanique : $\ll$ self-cooling $\gg$ et auto-oscillation 99
3.5.2 Description théorique du bruit laser 102
3.5.3 Expérience 108
3.5.4 Amélioration du rapport signal sur bruit 116
3.5.5 Conclusion 119

4 Mesures de la force de Casimir **121**
4.1 La force électrostatique en géométrie sphère-plan 123
4.1.1 Une référence pour l'étalonnage de la sonde de force 123
4.1.2 Expression de la force électrostatique 124
4.1.3 Limites du contrôle de la force capacitive 125
4.1.4 Le facteur de calibration α 127
4.2 Le potentiel de contact V_c 128
4.2.1 Origine 128
4.2.2 Mesures de V_c 129
4.2.3 Dépendance de V_c avec la distance sphère-échantillon 131
4.3 Procédure de mesure de la force de Casimir 135
4.3.1 Mise à froid de la canne de mesure 135
4.3.2 Les composantes du signal de mesure 135
4.3.3 Approche grossière et sécurisée de l'échantillon 138
4.3.4 Procédure d'acquisition des données 139
4.3.5 Traitement des données brutes 143
4.4 Mesures de la force de Casimir 145
4.4.1 Mesure d'une force résiduelle autre que la force de Casimir . . 145
4.4.2 Mesures or/or et or/silicium dopé 150

Conclusion et perspectives **157**

Bibliographie **159**

Introduction

Le domaine des nanosystèmes mécaniques (ou NEMS pour Nano Electro Mechanical Systems), bien qu'émergent, laisse envisager un grand nombre d'applications potentielles, dans le secteur des capteurs, des résonateurs ou pour fabriquer les outils de caractérisation de l'avenir. La réduction de taille permet non seulement de diminuer les consommations et les temps de réponse, d'augmenter les rendements de fabrication sur plaquettes, mais aussi de multiplier les fonctionnalités d'une même puce. La prise en compte des facteurs quantiques apparaissant aux échelles considérées ouvre aussi la perspective d'applications nouvelles, notamment en terme de sensibilité de mesure. A ce titre, de nouveaux besoins se sont faits jour, tant en ce qui concerne l'appréciation de ces $\ll$ nouvelles $\gg$ forces qui entrent désormais en jeu dans le fonctionnement des NEMS, que dans le savoir-faire à acquérir pour les mettre à profit.

La force de Casimir, du nom du physicien hollandais qui prédit son existence en 1948, constitue l'archétype de cette situation [1]. Son origine, purement quantique, résulte de l'existence des fluctuations de point zéro du champ électromagnétique. Cette force attractive s'exerce sur les miroirs formant une cavité. Elle est d'amplitude faible à moyenne distance ($F_c \approx 0.1\mu$N pour des surfaces en regard de 1 cm^2 distantes de 1μm) mais dans les nanosystèmes elle va intervenir de façon prépondérante.

Notons également que depuis sa mise en évidence théorique, cet effet attire l'intérêt de communautés scientifiques diverses : des concepteurs de NEMS aux cosmologistes en passant par les physiciens de la théorie quantique des champs et de la gravitation. Pourtant les effets correctifs liés à la conductivité des surfaces ou à l'empilement diélectrique des couches commencent seulement à être étudiés (cette force n'est pas additive et son intensité dépend éminemment de la réponse optique des matériaux utilisés : métalliques, isolants ou semi-conducteur).

Expérimentalement, les mesures de la force de Casimir ont été réalisées dès 1958 par Sparnaay [2] ; mais il faut attendre 1997 pour obtenir une étude quantitative de ce phénomène [3]. Toutefois, le faible nombre d'articles à ce sujet témoigne des difficultés à surmonter pour les réaliser.

Au sein de l'équipe il existe un montage de microscope à force atomique ($\ll$ Ato-

mic Force Microscope ≫ ou AFM en anglais), mis au point au cours de la thèse de G. Jourdan, et qui a permis de mesurer la force de Casimir avec une méthode d'évaluation de la distance sans contact [4, 5]. A partir de cette expérience, nous avons développé un nouvel instrument fonctionnant sous environnement cryogénique afin d'atteindre les sensibilités requises pour l'étude des surfaces nanostructurées. Le travail de cette thèse a notamment pour but de présenter la réalisation de ce nouveau dispositif expérimental fonctionnant à la température de l'hélium liquide (4.2 K) et dédié à la mesure de forces faibles entre une sphère collée à l'extrémité d'un microlevier AFM et des surfaces diverses. Dans cette perspective, ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres :

- Le premier chapitre aborde la force de Casimir. En premier lieu, la démonstration de la relation historique obtenue par H. B. G. Casimir est détaillée en termes de pression de radiation. Néanmoins, ce cas idéal ne reflète pas les réalités expérimentales, et à cette fin, les corrections liées à la géométrie, à la composition des miroirs de la cavité et à leur rugosité sont ensuite exposées. Enfin, un tour d'horizon des mesures expérimentales de la force de Casimir viendra clore ce chapitre.

- Le deuxième chapitre est dédié à notre dispositif expérimental. Les solutions expérimentales mises en œuvre afin d'adapter l'instrument aux basses températures seront exposées. Après une description des systèmes mécaniques utilisés pour les micro- et nano-positionnements, le dispositif optique de mesure de déplacement du capteur de force sera détaillé. Enfin, nous terminerons ce chapitre par une présentation de la préparation des sondes et des échantillons.

- Le chapitre 3 est consacré à la sonde de force : le microlevier AFM. Le mouvement vibratoire de ce dernier est traité dans une première approximation par la mécanique de l'oscillateur harmonique linéaire. Cette modélisation simple et robuste nous permet d'établir la réponse mécanique à une force extérieure. Le bruit et la résolution en force de l'instrument sont ensuite explicités. Enfin, l'action en retour du système de détection optique ainsi que l'effet d'un confinement du fluide environnant sur les vibrations du microlevier viennent compléter ce chapitre.

- Le quatrième et dernier chapitre concerne les mesures de la force de Casimir avec notre instrument. L'enjeu est de déterminer à la fois le gradient de l'interaction et la distance entre les deux miroirs. Ainsi, avant d'aborder la procédure d'acquisition des données et le traitement post-expérimental, il convient de modéliser la force électrostatique qui sert d'interaction de référence. Par ailleurs, nous verrons que nos mesures mettent en évidence une force additionnelle qui vient perturber la mesure de la force de Casimir. Nous détaillerons les expériences successives qui nous ont permis de déterminer son origine et de la contrer. Enfin, les premiers résultats sur un échantillon de silicium seront présentés et comparés aux mesures sur l'or.

Chapitre 1

La force de Casimir

Sommaire

1.1 La force de Casimir dans le cas idéal 13
1.1.1 Les formules historiques 13
1.1.2 Pression de radiation exercée par les fluctuations du vide 14
1.2 La force de Casimir dans les situations expérimentales réelles 17
1.2.1 Miroirs diélectriques 18
1.2.2 Corrections géométriques : la configuration sphère-plan . 27
1.2.3 Les effets de la température 28
1.2.4 Corrections liées à la rugosité de surface 29
1.2.5 Conclusion 30
1.3 Tour d'horizon des mesures de la force de Casimir . . . 30
1.4 Conclusion 34

Qu'est-ce que le vide ? Depuis l'Antiquité, nombre de penseurs, philosophes et physiciens ont tour à tour tenté de l'expliquer, soit comme le néant absolu, soit comme quelque chose d'implacable et d'indéfinissable, à l'instar de ≪ l'éther ≫ des physiciens du XIX^{e} siècle. Il faudra attendre le développement de la mécanique quantique pour donner, de façon rigoureuse, une définition formelle.

L'électrodynamique classique, et en particulier les équations de Maxwell, ont défini l'espace comme le cadre dans lequel s'écrivent les lois de propagation du champ électromagnétique. Ainsi, pour la physique classique, cet espace peut se concevoir comme vide de champ et de matière. Cette idéalisation est remise en cause par les travaux de Planck sur le rayonnement du corps noir [6]. La loi de Planck, valable à l'équilibre thermodynamique à une température T, donne l'énergie moyenne $\overline{E}$ pour un mode de champ électromagnétique en fonction de l'énergie d'un photon $\hbar\omega$ et du nombre moyen de photons $\overline{n}$ dans ce mode :

$$\overline{E} = \left(\frac{1}{2} + \overline{n}\right)\hbar\omega \text{ avec } \overline{n} = \frac{1}{\mathrm{e}^{\frac{\hbar\omega}{k_\mathrm{B}T}} - 1} \tag{1.1}$$

où k_B est la constante de Boltzmann et $\hbar$ la constante réduite de Planck.

Le vide en mécanique quantique est défini comme l'état où l'énergie est minimale. A l'équilibre thermodynamique, l'état fondamental est obtenu à la limite d'une température nulle et a donc une énergie $\frac{1}{2}\hbar\omega$. Cette dernière correspond aux fluctuations quantiques du vide électromagnétique qui contribuent à l'énergie moyenne à raison de la moitié de l'énergie d'un photon par mode. Ces fluctuations sont à l'origine de nombreux phénomènes physiques, comme l'explication de l'émission spontanée ou le décalage de Lamb par exemple [7, 8]. Elles exercent également une pression de radiation sur les parois d'un objet qui est responsable du phénomène macroscopique étudié dans cette thèse : l'effet Casimir, du nom du physicien néerlandais qui l'a mise en évidence en 1948. Le vide n'est donc plus synonyme de ≪ rien ≫ !

1.1 La force de Casimir dans le cas idéal

1.1.1 Les formules historiques

Overbeek et Verwey observèrent un comportement des particules colloïdales incompatible à longue distance avec la loi de van der Waals prédite par London [9]. Overbeek remarqua que la théorie de London est fondée sur des interactions instantanées et demanda à Casimir d'étudier l'influence éventuelle de la vitesse finie de propagation du champ électromagnétique sur la force de van der Waals. Avec Polder, Casimir parvint à donner une expression complète de la force de van der Waals retardée [10]. Mais très vite Casimir réalisa que ses résultats peuvent s'interpréter en termes de fluctuation du vide [1].

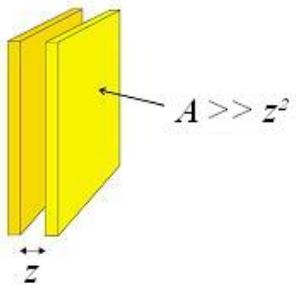


FIGURE 1.1 – La configuration géométrique étudiée par Casimir.

Il observa que l'énergie du vide calculée en présence de deux miroirs dépend de leur distance. Ainsi, les fluctuations du vide exercent une force attractive sur les parois de la cavité formée par ces deux miroirs. Casimir considéra le cas idéal où, à température nulle, les parois de la cavité sont formés par deux miroirs parfaitement réfléchissants, plans et parallèles entre eux (cf. figure 1.1). La surface A des miroirs étant supposée beaucoup plus grande que le carré de la distance z afin de pouvoir négliger tout effet de diffraction sur les bords des miroirs, il obtint les expressions suivantes pour la force et l'énergie, que nous notons respectivement F_{Cas} et E_{Cas} (avec $F_{Cas} = -\overrightarrow{\text{grad}}_z\, E_{Cas}$) :

$$\boxed{F_{Cas} = -\frac{\hbar c \pi^2 A}{240 z^4}}, \quad \boxed{E_{Cas} = -\frac{\hbar c \pi^2 A}{720 z^3}} \text{ avec } A \gg z^2. \tag{1.2}$$

On peut remarquer que dans ce cas idéal de deux miroirs parfaitement réfléchissants, les expressions de la force et de l'énergie ne dépendent que des paramètres géométriques et de deux constantes fondamentales : la vitesse de la lumière c et la constante de Planck $\hbar$. La charge de l'électron n'intervient pas dans ces expressions alors que c'est le cas pour la force de van der Waals. Cette propriété d'universalité de la force et de l'énergie de Casimir entre deux miroirs parfaitement réfléchissants correspond à la saturation de la réponse des miroirs qui ne peuvent réfléchir plus de 100% de la lumière incidente.

La force de Casimir a une amplitude faible : pour des miroirs de surfaces $A = 100\mu\text{m}^2$ séparés d'une distance $z = 1\mu\text{m}$, $F_{Cas} \sim 0.1\text{pN}$; pour une distance de séparation de $z = 100\text{nm}$, la force de Casimir devient nettement plus grande, puisque la distance z apparaît au dénominateur à la puissance 4 : $F_{Cas} \sim 1\text{nN}$.

1.1.2 Pression de radiation exercée par les fluctuations du vide

La force de Casimir peut être comprise intuitivement comme la pression de radiation exercée sur les miroirs par les fluctuations du vide [11]. Les *photons virtuels* créés par l'énergie de point zéro ont un moment $\hbar\vec{k}$. Les réflexions sur les parois

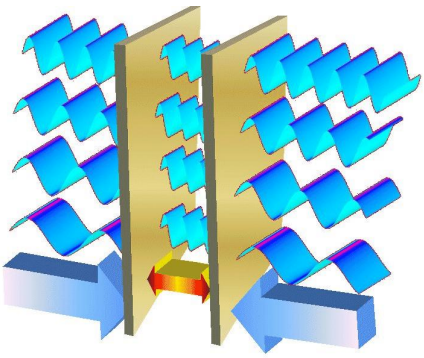


FIGURE 1.2 – Interprétation intuitive de la force de Casimir. Les fluctuations de point zéro exercent une pression de radiation sur les parois d'une cavité formée par deux miroirs. A l'extérieur de celle-ci, une infinité de modes existent ; alors qu'à l'intérieur seuls certains modes définis par les conditions aux limites persistent. Il en résulte une différence entre la pression du vide à l'interieur de la cavité et celle de l'exterieur. Cette différence, sommée sur tous les modes de champ, induit une force attractive entre les deux miroirs de la cavité : la force de Casimir.

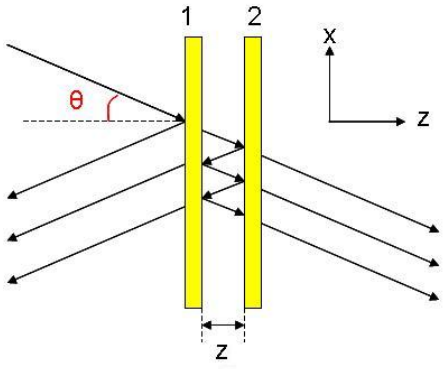


FIGURE 1.3 – Géométrie de la cavité Fabry-Pérot formée par les miroirs 1 et 2. Les flèches représentent les champs entrants et sortants qui participent à la pression de radiation.

externes de la cavité tendent à pousser les miroirs l'un contre l'autre, alors que celles confinées dans la zone intra-cavité tendent à repousser les parois. Or, seuls certains modes, définis par les conditions aux limites imposées par les dimensions de la cavité, peuvent exister à l'intérieur. Il y a donc plus de champ à l'extérieur de la cavité qu'à l'intérieur et au final, la pression de radiation conduit les deux plaques à s'attirer l'une vers l'autre (cf. figure 1.2). Nous allons maintenant calculer cette force et montrer qu'elle correspond exactement à celle de Casimir.

Considérons une cavité Fabry-Pérot formée par deux miroirs plans et parallèles, séparés d'une distance z (cf. figure 1.3). La pression de radiation exercée par une onde incidente plane et perpendiculaire à la paroi correspond à deux fois la densité d'énergie du champ incident E. Par contre, si l'onde a un angle incident θ, la pression de radiation est alors réduite à $P = F/A = 2E\cos^2\theta$. La puissance deux sur le

cosinus provient :
- de la projection du champ incident d'une part,
- et, d'autre part, de l'aire A qui est multipliée par un facteur $(\cos\theta)^{-1}$ par rapport au cas du champ incident normal à la paroi.

Un mode de fréquence ω donne une pression :

$$P = 2\left(\frac{1}{2}\right)\left(\frac{1}{2}\hbar\omega\right)\frac{1}{V}\cos^2\theta = \frac{\hbar\omega}{2V}\frac{k_z^2}{k^2} \tag{1.3}$$

où $k = \frac{\omega}{c}$ et V est le volume de quantification de l'espace des phases $\frac{1}{V} = \frac{\mathrm{d}k_x\mathrm{d}k_y\mathrm{d}k_z}{(2\pi)^3}$. Un facteur $1/2$ a été introduit puisque l'énergie de point zéro est répartie équitablement entre les ondes incidentes et réfléchies sur chaque paroi.

Or, nous considérons des plaques de grande dimension A face à la distance z au carré. A l'interieur de la cavité, k_x et k_y prennent par conséquent des valeurs continues alors que k_z prend des valeurs discrètes : $k_z = \frac{n\pi}{z}$ avec n un entier positif. En sommant sur tous les modes de champ entre les plaques, on obtient la pression intra-cavité totale P_{int} :

$$P_{int} = \frac{\hbar c}{\pi^2 z}\sum_{n=1}^{\infty}\int_0^{\infty}\mathrm{d}k_x\int_0^{\infty}\mathrm{d}k_y\frac{(n\pi/z)^2}{\sqrt{k_x^2+k_y^2+(n\pi/z)^2}} \tag{1.4}$$

où nous avons compté les deux polarisations (transverse électrique TE ou transverse magnétique TM) en incluant un facteur 2 dans l'expression. On peut aussi noter que remplacer une somme par une intégrale sur k_x et k_y apporte un facteur $\frac{A}{\pi^2} = \frac{V}{\pi^2 z}$.

A l'extérieur de la cavité formée par les deux miroirs, le champ n'est pas quantifié. Ainsi, la pression P_{ext} exercée par tous les modes s'obtient en remplaçant $\sum_n$ par $\frac{z}{\pi}\int\mathrm{d}k_z$ dans l'équation (1.4)

$$P_{ext} = \frac{\hbar c}{\pi^3}\int_0^{\infty}\mathrm{d}k_x\int_0^{\infty}\mathrm{d}k_y\int_0^{\infty}\mathrm{d}k_z\frac{k_z^2}{\sqrt{k_x^2+k_y^2+k_z^2}} \tag{1.5}$$

P_{int} et P_{ext} sont infinis. Seule leur différence est finie et a un sens physique.

Passons en coordonnées polaires u, φ dans le plan k_x, k_y ($\mathrm{d}k_x\mathrm{d}k_y \Rightarrow u\mathrm{d}u\mathrm{d}\varphi$ et $k_x^2+k_y^2 \Rightarrow u^2(cos^2\varphi + sin^2\varphi) = u^2$) et nous avons :

$$P_{int} - P_{ext} = \frac{\hbar c}{\pi^2 z}\left(\frac{\pi}{2}\right)\sum_{n=1}^{\infty}\int_0^{\infty}u\mathrm{d}u\frac{(n\pi/z)^2}{\sqrt{u^2+(n\pi/z)^2}} - \frac{\hbar c}{\pi^3}\left(\frac{\pi}{2}\right)\int_0^{\infty}u\mathrm{d}u\int_0^{\infty}\mathrm{d}k_z\frac{k_z^2}{\sqrt{u^2+k_z^2}} \tag{1.6}$$

puisque φ est compris entre 0 et $\frac{\pi}{2}$ pour $k_x, k_y > 0$.

Posons $x = u^2 \frac{z^2}{\pi^2}$ et $\kappa = k_z \frac{z}{\pi}$. L'équation (1.6) devient alors :

$$P_{int} - P_{ext} = \frac{\hbar c \pi^2}{4z^4} \left[\sum_{n=1}^{\infty} n^2 \int_0^{\infty} \frac{\mathrm{d}x}{\sqrt{x+n^2}} - \int_0^{\infty} \kappa^2 \mathrm{d}\kappa \int_0^{\infty} \frac{\mathrm{d}x}{\sqrt{x+\kappa^2}} \right]. \tag{1.7}$$

L'introduction de la fonction $\mathcal{F}$

$$\mathcal{F}(\kappa) = \int_0^{\infty} \frac{\kappa^2 \mathrm{d}x}{\sqrt{x+\kappa^2}} \tag{1.8}$$

nous permet d'écrire l'équation (1.7) sous la forme :

$$P_{int} - P_{ext} = \frac{\hbar c \pi^2}{4z^4} \left[\sum_{n=1}^{\infty} \mathcal{F}(n) - \int_0^{\infty} \mathrm{d}\kappa \mathcal{F}(\kappa) \right]. \tag{1.9}$$

Or, selon la formule d'Euler-Maclaurin [12] (pour la dérivée de cette formule, voir par exemple [13]), on a

$$\sum_{n=1}^{\infty} \mathcal{F}(n) - \int_0^{\infty} \mathrm{d}\kappa \mathcal{F}(\kappa) = -\frac{1}{2}\mathcal{F}(0) - \frac{1}{12}\mathcal{F}'(0) + \frac{1}{720}\mathcal{F}'''(0) \ldots \tag{1.10}$$

pour $\mathcal{F}(\infty) \to 0$. Pour calculer la dérivée n$^{\text{ième}}$ de $\mathcal{F}$, nous pouvons remarquer que

$$\mathcal{F}(\kappa) = \int_{\kappa^2}^{\infty} \kappa^2 \frac{\mathrm{d}u}{\sqrt{u}} \tag{1.11}$$

$$\text{et } \mathcal{F}'(\kappa) = -6\kappa^2 \tag{1.12}$$

Ainsi, $\mathcal{F}(0) = \mathcal{F}'(0) = 0$, $\mathcal{F}'''(0) = -12$ et toutes les dérivées supérieures $\mathcal{F}^{(n)}$ disparaissent. Par conséquent, $\sum_{n=1}^{\infty} \mathcal{F}(n) - \int_0^{\infty} \mathrm{d}\kappa \mathcal{F}(\kappa) = -\frac{4}{240}$ et

$$P_{int} - P_{ext} = \left(\frac{\hbar c \pi^2}{4z^4} \right) \left(\frac{-4}{240} \right) = -\frac{\hbar c \pi^2}{240 z^4} \tag{1.13}$$

On retrouve bien la force de Casimir par unité de surface. On peut donc interpréter cette force comme la pression de radiation associée à l'énergie de point zéro $\frac{1}{2}\hbar\omega$ par mode de champ.

1.2 La force de Casimir dans les situations expérimentales réelles

Jusqu'à présent, nous avons décrit la force de Casimir dans un cas idéal qui ne prend pas en compte les réalités expérimentales : les miroirs sont parfaitement réflechissants, lisses, la température est nulle et la configuration est une géométrie plan-plan. Or, le comportement de la force diffère suivant les matériaux, la géométrie, la rugosité de surface, la température. Lifshitz a le premier développé une théorie de l'effet Casimir entre miroirs diélectriques en intégrant la réponse optique

des matériaux [14]. Serge Reynaud et Astrid Lambrecht proposent un modèle plus général basé sur la théorie quantique des réseaux optiques en étudiant l'influence de la conductivité finie sur la force de Casimir [15, 16]. Dans le cadre de la thèse de Cyriaque Genet [17], ils se sont plus particulièrement intéressés aux corrections suivantes :

- *les corrections liées à la géométrie :* maintenir deux plaques parallèles l'une à l'autre est expérimentalement très difficile ; les expériences sont donc souvent réalisées en géométrie sphère-plan pour contourner ce problème ;
- *les corrections liées à la réflectivité optique des matériaux*, qui dépend de la fréquence du champ incident contrairement aux miroirs parfaits du cas idéal ;
- *les corrections liées à la température* ;
- *les corrections liées à la rugosité de surface des miroirs.*

Détaillons ces points dans les paragraphes suivants.

1.2.1 Miroirs diélectriques

Méthodologie de calcul

Ce paragraphe reprend les travaux du groupe de Serge Reynaud et Astrid Lambrecht du Laboratoire Kastler Brossel à Paris. Nous nous limiterons aux résultats principaux dont les calculs sont détaillés dans la thèse de Cyriaque Genet [17].

Reprenons l'idée de la partie précédente : les fluctuations du vide exercent une pression de radiation de part et d'autre des miroirs formant une cavité Fabry-Pérot (cf. figure 1.3). La force de Casimir obéit donc aux lois de l'optique. Or, dans les situations expérimentales réelles, les miroirs sont imparfaits. Nous allons donc pouvoir les décrire par des coefficients de réflexion r_1 et r_2, qui dépendent de la fréquence, de l'angle d'incidence θ et de la polarisation p du champ incident (p étant la polarisation transverse électrique TE ou la polarisation transverse magnétique TM).

A l'extérieur de la cavité, la pression correspond à celle du vide : $\frac{1}{2}\hbar\omega\cos^2\theta$; alors qu'à l'intérieur de la cavité, la pression est modulée par la fonction d'Airy $g(\omega)$: $\frac{1}{2}\hbar\omega\cos^2\theta g(\omega)$. La fonction d'Airy, qui décrit la fonction réponse de la cavité, s'exprime par :

$$g_k^p(\omega) = \frac{1 - |r_1^p(\omega) r_2^p(\omega)|^2}{|1 - r_1^p(\omega) r_2^p(\omega) \mathrm{e}^{2ik_z z}|^2} \tag{1.14}$$

où $\mathrm{e}^{2ik_z z}$ rend compte de la propagation du champ à l'intérieur de la cavité de longueur z et où $k_z = \frac{\omega}{c}\cos\theta$ est le vecteur d'onde longitudinal. La force par unité de surface, exercée par l'onde de vecteur $\vec{k}$ de part et d'autre d'un des miroirs s'écrit alors sous la forme :

$$P = \frac{1}{2}\hbar\omega\cos^2\theta(1 - g(\omega)). \tag{1.15}$$

Le force de Casimir s'obtient en sommant sur tous les modes du champ la pression

(1.15) :

$$F = A \sum_p \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\mathrm{d}k_x}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\mathrm{d}k_y}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\mathrm{d}k_z}{2\pi} \hbar\omega \cos^2\theta (1 - g_k^p(\omega)) \tag{1.16}$$

où A représente la surface des miroirs.

Ainsi, nous pouvons définir le facteur correctif η_F comme le rapport entre la force réelle F et la force de Casimir idéale F_{Cas} donnée par l'expression (1.2). :

$$\eta_F = \frac{F}{F_{Cas}} \tag{1.17}$$

Pour tous les miroirs obtenus par superposition de couches diélectriques, la force de Casimir ne peut excéder la valeur des miroirs parfaits (équation (1.2)).

Les différents modèles de description de la réponse optique des matériaux

L'équation (1.16) donne la force de Casimir en fonction de la réponse optique des miroirs diélectriques. Cette expression fait directement intervenir les coefficients de réflexion eux-même reliés à la permittivité des matériaux. Bien que calculée pour des miroirs diélectriques, cette formulation est générale et peut s'appliquer à tout type de miroirs. En particulier, pour des miroirs métalliques la réponse optique peut s'exprimer à partir des constantes diélectriques. Celles-ci doivent alors prendre en compte la présence des électrons libres. Par ailleurs, les métaux sont en première approximation de bons réflecteurs à basse fréquence et transparents au rayonnement au-delà de la gamme de l'ultraviolet [15].

Pour calculer le facteur de correction η_F, A. Lambrecht *et al.* ont considéré différents modèles pour décrire la réponse optique des matériaux.

Le modèle plasma. Dans ce modèle, la permittivité sur les fréquences réelles et imaginaires est donnée par :

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_\mathrm{p}^2}{\omega^2} \tag{1.18}$$

$$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \frac{\omega_\mathrm{p}^2}{\omega^2}, \tag{1.19}$$

avec ω_p la fréquence plasma qui est liée à la longueur plasma par la relation :

$$\omega_\mathrm{p} = \frac{2\pi c}{\lambda_p} = \sqrt{\frac{Ne^2}{\varepsilon_0 m^*}} \tag{1.20}$$

où N est la densité de charges, e la charge de l'électron et m^*, la masse effective des charges dans le matériau.

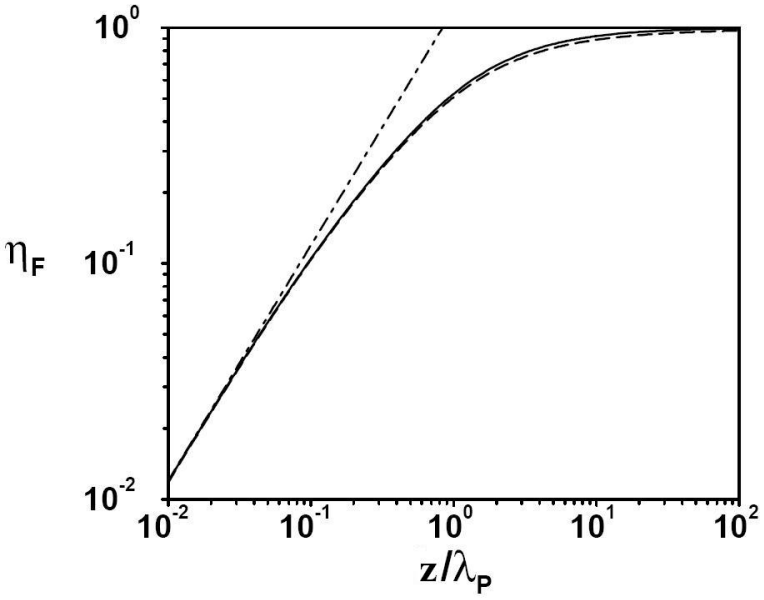


FIGURE 1.4 – Graphique issu de la thèse de Cyriaque Genet [17] qui représente le facteur correctif η_F pour deux miroirs en or. La constante diélectrique de l'or est modélisée par le modèle plasma (ligne pleine) et par le modèle de Drude (ligne en tirets) avec un ratio $\gamma/\omega_\mathrm{p} = 4 \times 10^{-3}$. La différence entre les deux modèles, due au paramètre de relaxation, a un petit effet sur le calcul de la force de Casimir. La droite en pointillés correspond au comportement asymptotique à courte distance. Cette droite donne la transition entre le régime en $1/z^3$ à courte distance et en $1/z^4$ à longue distance.

En intégrant (1.16), on obtient la courbe de la figure 1.4 qui représente le facteur correctif η_F pour deux miroirs en or en fonction du paramètre sans dimension z/λ_p (rapport entre la distance z entre les miroirs et la longueur d'onde plasma λ_p) avec $\lambda_\mathrm{p} = 136$nm pour l'or. Comme prévu on retrouve la force de Casimir du cas idéal à grande distance ($\eta_F \to 1$ quand $z/\lambda_\mathrm{p} \gg 1$). A courte distance au contraire, la correction est beaucoup plus importante et ne peut être négligée : pour l'or, à 100nm, la force réelle est deux fois plus petite que la force donnée par la formule (1.2). On peut donc déterminer deux régimes asymptotiques distincts pour lesquels la loi de puissance de la force de Casimir diffère. A grande distance ($z \gg \lambda_\mathrm{p}$), la force est proportionnelle à $1/z^4$; alors qu'à courte distance ($z \ll \lambda_\mathrm{p}$), l'interaction peut être décrite dans un régime non retardé : le force tend peu à peu vers une loi en $1/z^3$. η_F est alors proportionnel à z/λ_p (courbe en pointillés de la figure 1.4).

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

Le modèle de Drude. Le modèle plasma ne donne pas une bonne description de

la réponse diélectrique des métaux. En effet, la permittivité $\varepsilon(\omega)$ est réelle dans l'équation (1.19) et par conséquent elle ne prend pas en compte les effets de dissipation. Une meilleure description de la permittivité qui traduit la réponse optique des électrons de conduction est le modèle de Drude, pour lequel :

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_{\mathrm{p}}^2}{\omega\left(\omega + \mathrm{i}\gamma\right)} \tag{1.21}$$

$$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \frac{\omega_{\mathrm{p}}^2}{\omega\left(\omega + \gamma\right)} \tag{1.22}$$

où γ est l'inverse du temps de relaxation :

$$\gamma = \frac{Ne^2\rho}{m^*} \tag{1.23}$$

et ρ la résistivité du matériau.

Ce modèle ne décrit pas seulement la réponse plasma des électrons de conduction, avec ω_{p} qui représente toujours la fréquence plasma, mais il prend aussi en compte leur relaxation γ. On remarque d'ailleurs que lorsque $\gamma = 0$, on retrouve le modèle plasma. On peut aussi noter que le paramètre γ est bien plus petit que la fréquence plasma : pour l'or, le rapport $\gamma/\omega_{\mathrm{p}}$ est de l'ordre de 4×10^{-3}. Ainsi la relaxation n'intervient qu'à basse fréquence ($\omega \ll \omega_{\mathrm{p}}$), lorsque les miroirs métalliques se comportent presque comme des miroirs parfaits. Elle n'a donc qu'une faible influence sur la force de Casimir (pour s'en convaincre, nous pouvons regarder la figure 1.4 : il y a une différence inférieure à 2% entre les deux courbes).

Données optiques tabulées et le modèle Drude-Lorentz. Le modèle de Drude ne permet pas d'expliquer le comportement optique des matériaux réels sur tout le spectre de fréquence. Pour les fréquences optiques, typiquement avec une énergie de l'ordre de quelques eV, la lumière excite des transitions inter-bandes et la seule contribution des électrons de conduction n'est plus suffisante pour décrire les propriétés optiques du milieu. Les mesures étant effectuées à des distances z inférieures au micron, il faut donc prendre en compte la réponse optique de ces matériaux. Les données optiques tabulées nous permettent de ≪ reconstruire ≫ une permittivité décrivant la réponse optique des matériaux de manière réaliste.

Les données optiques sont obtenues à partir des livres techniques tels que le ≪ Palik ≫ qui regroupe ses propres données mais aussi celles d'autres groupes [18]. On les mesure expérimentalement par ellipsométrie en réflexion ou par transmission (sur certaines gammes de fréquences les matériaux peuvent en effet devenir transparents : le silicium par exemple est transparent dans l'infrarouge). Sans entrer dans les détails, l'ellipsométrie est une technique qui mesure le changement de polarisation dû à la réflexion d'une onde sur la surface plane d'un échantillon. Mais la réponse optique peut varier d'un échantillon à l'autre suite à des conditions de préparation différentes (impuretés, orientation cristallographique, méthode de dépôt, substrat

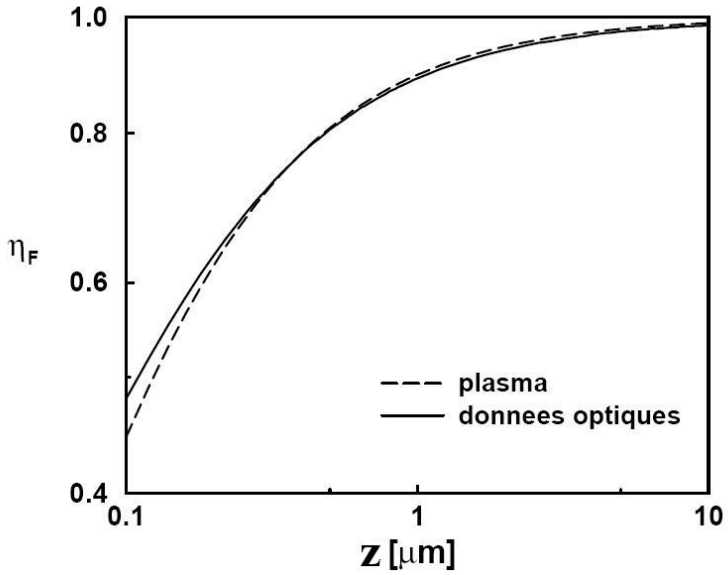


FIGURE 1.5 – Graphique issu de la thèse de Cyriaque Genet [17] qui représente le facteur de correction η_F pour deux miroirs en or en fonction de la distance intra-cavité z. La réponse optique de ces miroirs est modélisée par un modèle plasma (ligne en tirets) ou définie par les données optiques tabulées (ligne pleine).

utilisé, épaisseur de la couche,...) [19, 20]. Il en résulte une dispersion de la courbe théorique de la force de Casimir qui peut atteindre 5%. Une caractérisation *in situ* des miroirs de Casimir doit être réalisée pour obtenir un accord théorie-expérience de 1% [19].

La figure 1.5 met clairement en évidence le fait qu'une description détaillée des propriétés optiques des métaux est absolument nécessaire pour obtenir une estimation précise de la force. Elle montre également que le modèle plasma reste un bon modèle typiquement pour des longueurs de cavité supérieures à 0.5μm.

En pratique, nous pouvons remplacer les résonances visibles sur le spectre des matériaux (données optiques) par la somme de Lorentziennes. C'est le modèle de Drude-Lorentz [21, 22] où la constante diélectrique s'écrit sous la forme :

$$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \underbrace{\frac{\omega_p^2}{\omega^2 + \gamma\omega}}_{\text{Drude}} + \underbrace{\sum_n \frac{\chi_n\,\omega_n^2}{\omega_n^2 + \omega^2 + \gamma_n\omega}}_{\text{Lorentz}} \tag{1.24}$$

ω_p et γ correspondent respectivement à la fréquence plasma et à l'inverse du temps de relaxation du modèle de Drude. ω_n, χ_n et γ_n représentent, quant à eux, les caractéristiques des pics de résonance des spectres des matériaux (ω_n est la fréquence, χ_n la susceptiblité et γ_n la largeur).

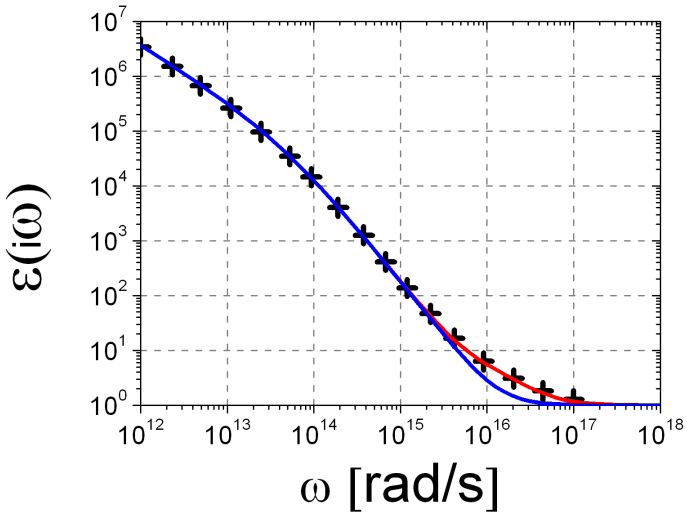


FIGURE 1.6 – Constante diélectrique de l'or pour des fréquences imaginaires. La permittivité est définie soit par le modèle de Drude (ligne bleue) soit par le modèle Drude-Lorentz ≪simplifié≫ où nous n'avons pris en compte qu'une seule résonance du spectre optique (ligne rouge), soit le modèle Drude-Lorentz complet (croix noires). le modèle simplifié est finalement suffisant pour la description de la réponse optique des matériaux.

Ce modèle Drude-Lorentz est utilisable pour tous les matériaux. Dans le cas de matériaux isolants, tels que le silicium intrinsèque ou l'oxyde de silicium, le modèle de Lorentz seul est utilisé puisque la conductivité décrite par le modèle de Drude n'intervient plus.

Certains spectres (comme celui de l'or par exemple) présentent un grand nombre de pics de résonance sur une même gamme de fréquence (dans l'UV en ce qui concerne l'or). Pour alléger le calcul, nous pouvons remplacer toutes les lorentziennes de ces pics très proches les uns des autres par une seule lorentzienne. La figure 1.6 représente la permittivité de l'or et montre que le modèle de Drude-Lorentz simplifié (ligne rouge) donne un résultat tout à fait comparable à celui obtenu en sommant les lorentziennes de tous les pics (croix noires).

Calculs pour quelques matériaux

Les expressions $\varepsilon(i\omega)$ pour quelques matériaux sont rassemblées dans le tableau 1.1. Les valeurs des paramètres ont été déterminées à l'aide des références rapportées dans la dernière colonne. Le modèle de Drude-Lorentz n'a été simplifié que pour 2 cas sur les 4 présentés : l'or, avec la simplification énoncée dans le paragraphe précédent, et le SiO_2 dont les trois pics dans l'infrarouge (IR) ont été rassemblés en un seul pic de caractéristiques ω_1 et χ_1.

Matériaux	Modèle de Drude-Lorentz simplifié	Paramètres	Références.
Si pur	$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \underbrace{\frac{\chi_0\,\omega_0^2}{\omega_0^2+\omega^2}}_{\text{Lorentz}}$	$\omega_0 = 6,6.10^{15}\text{rad/s}$ $\chi_0 = \varepsilon(0) - 1 = 10.87$	[21, 22]
Si dopé n++	$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \underbrace{\frac{\omega_{p\,Si}^2}{\omega^2+\gamma_{Si}\omega}}_{\text{Drude}} + \underbrace{\frac{\chi_0\,\omega_0^2}{\omega_0^2+\omega^2}}_{\text{Lorentz}}$	χ_0 et ω_0 : même que Si $N = 1,5.10^{19}\text{at/cm}^3$ $\rho = 4.2\text{m}\Omega.\text{cm}$ $m^* = 0.26m_e$ d'où $\omega_{p\,Si} = 4,28.10^{14}\text{rad/s}$ et $\gamma_{Si} = 6,81.10^{13}\text{/s}$	[22]
SiO_2	$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \underbrace{\overbrace{\frac{\chi_1\,\omega_1^2}{\omega_1^2+\omega^2}}^{\text{(IR)}} + \overbrace{\frac{\chi_2\,\omega_2^2}{\omega_2^2+\omega^2}}^{\text{(UV)}}}_{\text{Lorentz}}$	$\omega_1 = 1,3.10^{14}\text{rad/s}$ $\chi_1 = 1,722$ $\omega_2 = 2,034.10^{16}\text{rad/s}$ $\chi_2 = 1,098$	[23, 24]
Au	$\varepsilon(\mathrm{i}\omega) = 1 + \underbrace{\frac{\omega_{p\,Au}^2}{\omega^2+\gamma_{Au}\omega}}_{\text{Drude}} + \underbrace{\frac{\chi_3\,\omega_3^2}{\omega_3^2+\omega^2+\gamma_3\,\omega}}_{\text{Lorentz}}$	$\omega_{p\,Au} = 13,7.10^{15}\text{rad/s}$ $\gamma_{Au} = 0,05.10^{15}\text{/s}$ $\omega_3 = 20.10^{15}\text{rad/s}$ $\gamma_3 = 25.10^{15}\text{/s}$ $\chi_3 = 5$	[25, 26]

TABLE 1.1 – Détails de calculs de la permittivité en fonction des fréquences imaginaires de l'or, du silicium intrinsèque, du silicium dopé n et de l'oxyde de silicium.

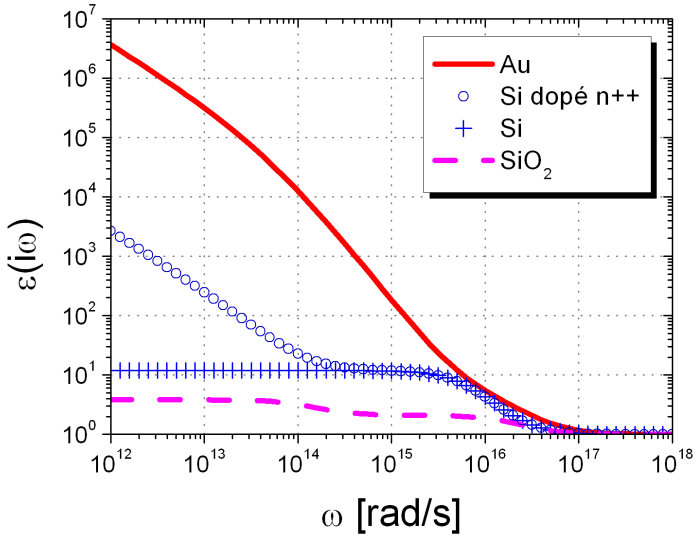


FIGURE 1.7 – Constante diélectrique de l'or (ligne pleine rouge), de l'oxyde de silicium (ligne en tirets roses), du silicium intrinsèque (croix bleues) et silicium dopé (ronds bleus) en fonction des fréquences imaginaires. Toutes ces courbes ont été obtenues par les formules du tableau 1.1.

Le graphique 1.7 montre la constante diélectrique des différents matériaux employés. La plus grosse différence entre les matériaux métalliques (Au) et non-métalliques (Si, Si dopé et SiO_2) se situe à basse fréquence. Alors que l'or devient parfaitement réfléchissant ($\varepsilon(0)$ approche une valeur infinie), le silicium intrinsèque a une valeur finie $\varepsilon(0) = 11,87$. Lorsque la fréquence augmente, la constante diélectrique du silicium reste quasiment constante jusqu'à 10^{15}rad/s et ne diminue qu'au dessus de la fréquence de coupure $\omega_0 = 6,6.10^{15}$rad/s. Pour l'or par contre, la constante diélectrique diminue continuement vers sa valeur asymptotique de 1 lorsque la fréquence augmente. Le SiO_2, quant à lui, présente deux fréquences de coupure $\omega_1 = 1,3.10^{14}$rad/s et $\omega_2 = 2,034.10^{16}$rad/s. Par ailleurs, plus le silicium est dopé, plus la constante diélectrique suit un comportement métallique à basse fréquence [22].

Nous pouvons ensuite calculer les facteurs correctifs η_F en fonction de la distance z pour différents matériaux mis en regard à partir des valeurs de $\varepsilon(i\omega)$ (graphiques de la figure 1.8).

Conclusion

Ainsi, nous avons vu qu'un modèle décrivant les propriétés optiques des matériaux est nécessaire pour obtenir une estimation précise de la force de Casimir. Enfin, en simplifiant le modèle de Drude-Lorentz il nous est possible de calculer le facteur

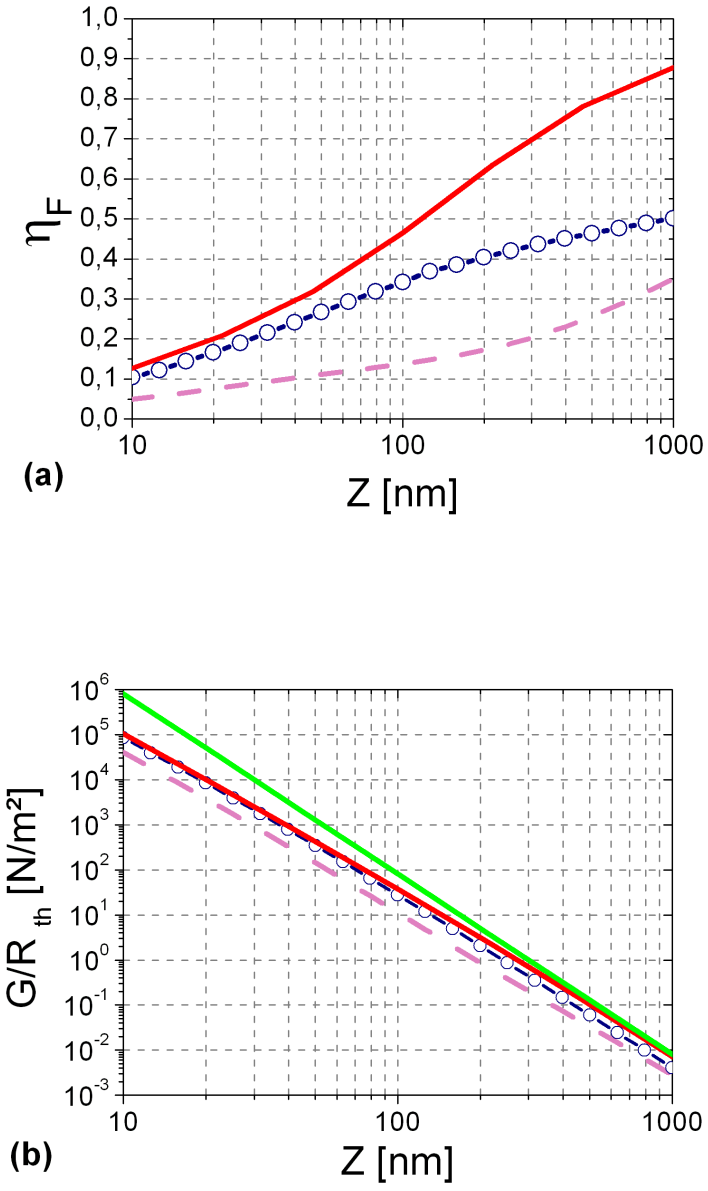


FIGURE 1.8 – (a) A partir des valeurs de permittivité, nous avons pu calculer le facteur de correction η_F en fonction de la distance z entre les miroirs : entre deux parois en or (ligne rouge) ; entre un miroir en or et un autre en silicium dopé n (ronds séparés par des tirets bleus) ; entre une surface en or et une autre multicouche : 200nm d'oxyde de silicium sur un bulk de silicium dopé n (tirets roses). (b) Courbes théoriques du gradient de la force de Casimir en géométrie sphère-plan divisé par R, le rayon de la sphère, en fonction de la distance z entre les miroirs. Ces courbes reprennent les mêmes couleurs et symboles de (a). Nous avons ajouté la courbe verte qui représente le cas idéal de miroirs parfaits (loi en $1/z^4$).

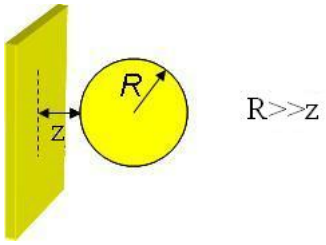


FIGURE 1.9 – La géométrie sphère-plan.

η_F pour des configurations de miroirs propres à nos expériences.

1.2.2 Corrections géométriques : la configuration sphère-plan

Expérimentalement, obtenir et conserver un strict parallélisme entre deux miroirs plans tout en les approchant l'un de l'autre est très délicat. Un moyen simple de contourner ce problème, et qui a été utilisé au cours de cette thèse, est de prendre la configuration sphère-plan. Quelque soit l'orientation de l'un ou l'autre des miroirs, l'expérience se déroulera toujours et à tout moment dans cette géométrie. Cette configuration est non seulement facile à contrôler mais en plus elle ne repose que sur deux paramètres : le rayon de courbure R de la sphère et la distance z de plus courte distance. Mais quelle correction cela apporte-t-il ?

L'approximation de Derjaguin

Il n'existe pas pour le moment de modèle qui prenne en compte cette géométrie de manière rigoureuse. L'estimation de la force de Casimir repose sur une méthode initialement développée par Derjaguin [27], et reprise en 1997 par Blocki [28]. Cette approximation consiste à retailler la sphère sous la forme de terrasses parallèles au plan et de surface dS, et d'additionner de proche en proche les contributions de ces terrasses situées à une distance $\mathcal{Z}$ du plan. On parle alors d'approximation de proximité ou plus communément du $\ll$ PFA $\gg$ pour Proximity Force Approximation.

$$F_{sp}(z) = \int \frac{dS}{A} F_{pp}\left(\mathcal{Z}(S)\right) = \frac{2\pi R}{A} E_{pp}(z) \text{ pour } R \gg z \tag{1.25}$$

où A représente les surfaces en regard. Les indices sp et pp correspondent aux géométries sphère-plan et plan-plan respectivement. E_{pp} représente quant à elle, l'énergie de Casimir en géométrie plan-plan.

Cette hypothèse d'additivité de la force est fausse en toute rigueur, car le champ électromagnétique n'est pas défini de manière locale mais intègre l'ensemble des conditions aux limites du problème. Cette approximation est néanmoins valable lorsque le rayon de la sphère est grand devant la distance de séparation la plus proche ($R \gg z$) (cf. figure 1.9). Notre expérience sonde des gammes de distance z

inférieures au micron pour une sphère de rayon $R = 20\mu$m. L'erreur introduite par cette approximation n'est pas connue précisément. D'après les mesures précédentes dans cette configuration, il semblerait qu'elle soit de l'ordre de quelques pour cent lorsque $z/R < 1\%$ [29].

Depuis peu, de nouveaux modèles apparaissent pour rendre compte de la géométrie dans le cas de nanosphères [30, 31, 32].

Lien entre les géométries sphère-plan et plan-plan

Notre montage expérimental est sensible au *gradient* G de la force de Casimir qui, à partir de l'équation (1.25) s'exprime par :

$$G = \frac{\partial F_{sp}}{\partial z}(z) = \frac{2\pi R}{A} F_{pp}(z) \tag{1.26}$$

Nous présenterons donc les résultats sous la forme de G/R :

$$\frac{G}{R} = \frac{1}{R}\frac{\partial F_{sp}}{\partial z}(z) = \frac{2\pi}{A} F_{pp}(z) \tag{1.27}$$

Ce modèle a l'avantage de nous permettre une comparaison directe entre les calculs théoriques obtenus en géométrie plan-plan et les mesures du gradient de la force en géométrie sphère-plan (cf. figure 1.8 (b)).

1.2.3 Les effets de la température

A température nulle, l'énergie du champ se réduit à la contribution $\frac{1}{2}\hbar\omega$ par mode. A température non nulle, l'énergie du champ est la somme de cette contribution du vide et de l'énergie du nombre moyen $\overline{n}$ de photons par mode donné par la loi de Planck :

$$\overline{n} = \frac{1}{\mathrm{e}^{\frac{\hbar\omega}{k_\mathrm{B}T}} - 1} \tag{1.28}$$

Pour le calcul de la force de Casimir, il faut donc considérer la pression de radiation exercée par ces photons d'origine thermique. Lorsque $\hbar\omega \gg k_\mathrm{B}T$, le mode ne comporte aucun photon. Les corrections thermiques sont ainsi négligeables lorsque

$$z \ll \lambda_\mathrm{T} = \frac{\hbar c}{k_\mathrm{B}T} \tag{1.29}$$

A 300K, λ_T vaut quelques microns. Les effets thermiques doivent donc être pris en compte au delà de 1μm pour obtenir une description correcte du phénomène [33]. A $T \approx 4$K, cette limite est autour de plusieurs centaines de microns. En pratique, nous pouvons donc négliger les corrections liées à la température dans le cadre de cette thèse.

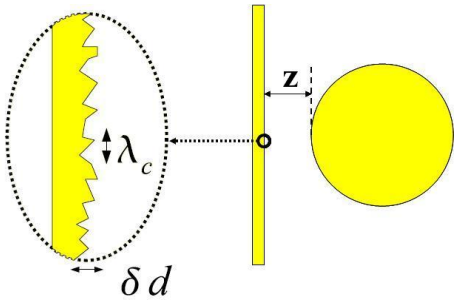


FIGURE 1.10 – La rugosité de surface est caractérisée par la longueur de corrélation λ_c et la dispersion RMS δd. Lorsque la distance z est grande devant ces deux paramètres, les effets de rugosité sont négligeables : les ondes électromagnétiques prépondérantes sont de longueur d'onde proche de z et subissent une réflexion spéculaire.

1.2.4 Corrections liées à la rugosité de surface

La plupart des expériences sont effectuées pour des distances de séparation inférieures au micromètre. Il faut donc considérer une dernière correction qui affecte directement le couplage d'une onde incidente avec son champ réfléchi : la rugosité des miroirs mis en regard.

La rugosité est caractérisée par une longueur de corrélation transverse λ_c et de dispersion RMS δd (cf. figure 1.10). Historiquement, les corrections liées à la rugosité ont d'abord été calculées avec le PFA. Mais l'approximation de Derjaguin constitue une approche peu satisfaisante : utiliser le PFA revient en effet à ignorer le couplage de l'onde incidente avec les ondes issues des reflexions non spéculaires. Cette approximation sous-estime dans la plupart des cas l'effet induit par la rugosité et ne devient valable que lorsque $z \ll \lambda_c$, c'est-à-dire lorsque les surfaces sont lisses. On peut aussi remarquer qu'utiliser le PFA pour corriger les effets d'aspérité demande une condition de validité ($z \ll \lambda_c$) beaucoup plus restrictive que celle pour corriger les effets de géométrie ($z \ll R$). En résumé, nous pouvons employer l'approximation de Derjaguin pour les corrections de configuration sphère-plan mais pas pour la rugosité. Des modèles de forces plus récents offrent des approches plus rigoureuses prenant en compte les caractéristiques spectrales des surfaces rugueuses [34, 35, 36, 37, 38]. On peut ainsi calculer la correction relative Δ qu'apporte la rugosité sur la force de Casimir en géométrie sphère-plan :

$$\Delta = \frac{\delta F_{sp}}{F_{sp}} \tag{1.30}$$

Les valeurs de Δ sont consignées dans le tableau 1.2 pour une distribution gaussienne de la rugosité caractérisée par sa variance σ^2. On considére deux cas extrêmes : une surface peu rugueuse où la longueur plasma du matériau λ_p est inférieure à la longueur de corrélation transverse λ_c, et une surface très rugueuse pour laquelle $\lambda_p \gg \lambda_c$ [35].

Gamme de distance z	Courte distance	Distance intermédiaire	Grande distance
Surface peu rugueuse $\lambda_p \ll \lambda_c$	$z \ll \lambda_p \ll \lambda_c$ $\Delta = \frac{3\sigma^2}{z^2}$ (PFA)	$\lambda_p \ll z \ll \lambda_c$ $\Delta = \frac{6\sigma^2}{z^2}$ (PFA)	$\lambda_p \ll \lambda_c \ll z$ $\Delta = \frac{2\sqrt{\pi}\sigma^2}{\lambda_c z}$
Surface très rugueuse $\lambda_p \gg \lambda_c$	$z \ll \lambda_c \ll \lambda_p$ $\Delta = \frac{3\sigma^2}{z^2}$ (PFA)	$\lambda_c \ll z \ll \lambda_p$ $\Delta = \frac{2.7\sqrt{\pi}\sigma^2}{\lambda_c z}$	$\lambda_c \ll \lambda_p \ll z$ $\Delta = \frac{14}{5}\sqrt{\pi}\frac{\lambda_p}{\lambda_c}\frac{\sigma^2}{z^2}$

TABLE 1.2 – Valeurs de la correction relative Δ liée à la rugosité des surfaces pour différentes distances sphère-plan z. On considère ici une distribution gaussienne de la rugosité caractérisée par sa variance σ^2. Le PFA est valable tant que $z \ll \lambda_c$.

Les surfaces utilisées dans nos expériences présentent une rugosité RMS de quelques nanomètres (voir le chapitre 2). On s'attend ainsi à une déviation importante à très courte distance : en dessous de quelques dizaines de nanomètres [39] (cf. tableau 1.2). Cette région a été peu visitée expérimentalement en raison d'un problème de non-linéarité de la mesure (saut au contact). En pratique, la correction liée à la rugosité peut être négligée.

1.2.5 Conclusion

Nous avons décrit précédemment, à partir des travaux de A. Lambrecht *et al.*, les corrections (géométrie, conductivité, température, rugosité) apportées à la force de Casimir pour permettre une comparaison théorie-expérience quantitative. Nous avons vu notamment que les corrections sont importantes ou non suivant la gamme de distance z entre les miroirs que nous sondons dans les expériences. Ainsi, dans le cadre de cette thèse, nous pourrons négliger les effets de rugosité et les corrections thermiques.

1.3 Tour d'horizon des mesures de la force de Casimir

Le but de ce paragraphe est de donner un tour d'horizon des mesures de la force de Casimir. Cette description n'est pas exhaustive mais permet de montrer les différentes méthodes employées. Une exception toutefois : nous ne décrirons pas les expériences par atomes froids qui sont très éloignées de notre propre approche de mesure.

Les effets mécaniques de fluctuations du vide ont été observés pour la première fois en 1958 par Sparnaay [2], soit 10 ans après la prédiction théorique de Casimir [1]. Les moyens expérimentaux disponibles à cette époque étaient de fait insuffisants pour réaliser une étude quantitative de ce phénomène. Néanmoins, cette expérience et celles qui ont suivi [40, 41, 42] ont permis de souligner les principales difficultés

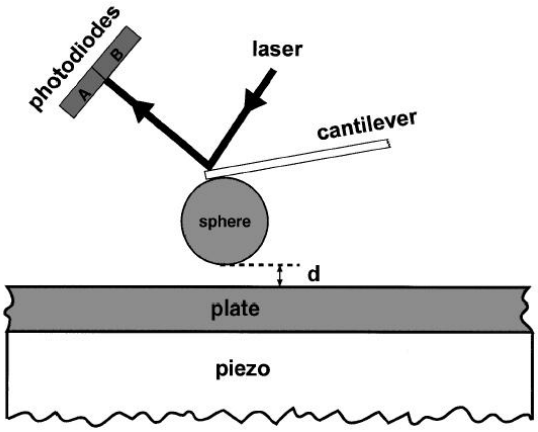


FIGURE 1.11 – Schéma de l'expérience utilisant un microscope à force atomique d'Umar Mohideen.

auxquelles doit faire face un expérimentateur pour mener à bien un tel projet :

- Contrôle du parallélisme des plaques. L'adoption de la géométrie sphère-plan permet de contourner cette difficulté, mais au prix de l'utilisation de l'approximation de Derjaguin (le PFA) dont la validité n'est pas clairement définie.
- Contrôle des forces parasites et notamment élimination des charges statiques. Pour pallier ce problème, des miroirs métalliques sont préférés aux isolants.
- Contrôle du positionnement.
- Contrôle de la rugosité des surfaces.

En 1997, les mesures expérimentales de la force de Casimir connaissent un tournant décisif. Steve Lamoreaux, de l'université de Washington, inaugure en effet une nouvelle génération d'expériences [3]. Son montage se distingue néanmoins des suivants par sa taille : un pendule de torsion mesure la force entre un plan métallique et une sphère de rayon $R = 4\text{cm}$. Umar Mohideen est le premier à employer un microscope à force atomique (AFM) dont la sensibilité en force est tout à fait adaptée à cette étude [43] (cf. figure 1.11). Enfin, Frederico Capasso démontre en 2001 que la force de Casimir joue un rôle non-négligeable dans le fonctionnement des nanosystèmes mécaniques (NEMS) [44, 45].

Le tableau 1.3 a pour objectif, non pas de présenter toutes les expériences de chaque groupe, mais de donner un état des lieux des efforts expérimentaux consentis ces quinzes dernières années pour obtenir des résultats fiables et précis. L'accord théorie-expérience annoncé, de l'ordre de quelques pour cent, permet de valider les modèles de force de Casimir qui intègrent les effets de conductivité finie des surfaces métalliques. En ce sens, Riccardo Decca a, à l'heure actuelle, la machine de force la plus sensible (bruit de $4\text{fN}/\sqrt{\text{Hz}}$) (cf. figure 1.12). Il a ainsi remarqué que pour deux surfaces d'or (en géométrie sphère-plan, mode dynamique, dans le vide et à 300K) sur une gamme de distance allant de 150nm à 750nm, le modèle plasma était plus en accord avec ses mesures que le modèle de Drude [46]. Il faudrait une autre machine aussi sensible que la sienne pour confirmer ou au contraire démentir ce résultat.

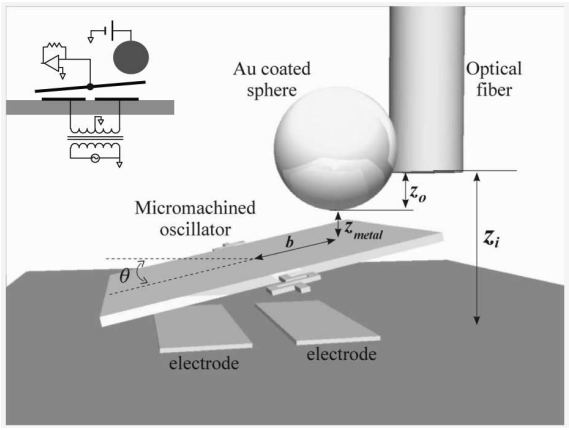


FIGURE 1.12 – Schéma de l'expérience de Riccardo Decca.

Actuellement, un tel instrument n'existe pas, mais si nous changeons quelques éléments dans notre chaîne de mesure au sein de notre AFM basse température (afin notamment de diminuer le bruit laser qui limite les mesures à 4K, cf. chapitre 4), nous pourrions tout à fait être dans la course.

Récemment, les mesures de force de Casimir sont entrées dans une troisième phase : elles ne se contentent plus de comparer la théorie à l'expérience mais s'attachent également à l'étude d'effets nouveaux.

Le groupe de Capasso a ainsi montré expérimentalement que l'on peut changer le signe de la force de Casimir [47]. Ils l'ont fait passée d'attrative à répulsive en changeant les matériaux des deux miroirs de la cavité (géométrie sphère-plan) et en réalisant les mesures dans un bain de bromobenzene.

L'équipe de Groningen aux Pays-Bas (P. van Zwol, G. Palasantzas et V. Svetovoy) mesurent la force de Casimir en milieu liquide au moyen d'un AFM commercial (partie expérimentale [48], calcul théorique [49]). Celle de Davide Iannuzzi à Amsterdam utilise également un AFM commercial mais largement modifié. Ils peuvent ainsi contrôler la température pour la maintenir constante. Ils ont également introduit plusieurs boucles de contre-réaction afin de mesurer la distance absolue entre les miroirs tout en maîtrisant leur potentiel de contact V_c. Ces modifications leur permettent de réaliser des expériences précises à l'air ou sous atmosphère contrôlée. Ce groupe se concentre plus sur les effets apportés à la force de Casimir lorsqu'on change les matériaux mis en regard [50]. En particulier, ils ont poursuivi le travail démarré aux USA [51] où les miroirs utilisés ont la propriété de changer de réflectivité suivant le milieu gazeux où ils se trouvent (air ou hydrogène) [52].

Comme nous pouvons le constater dans le tableau 1.3, les distances majoritairement sondées se situent autour de la longueur d'onde plasma des matériaux mis en regard. Seules deux expériences ont mesuré la force de Casimir sur une distance

Expérience	Géométrie	Méthode	Distance z	Accord	Observations	Réf.
Lamoreaux 1997	Sphère-plan $R = 4$cm	Pendule de torsion	$[600; 6000]$nm	5%	Effets thermiques non observés	[3]
Mohideen 1998	Sphère-plan $R = 100\mu$m	AFM mode statique	$[60; 500]$nm	2%		[43]
Ederth 2000	Cylindres croisés $R = 1$cm	AFM mode statique	$[20; 100]$nm	1%	Contrôle de la rugosité	[53]
Capasso 2001	Sphère-plan $R = 100\mu$m	MEMS mode statique	$[100; 500]$nm	2%	Casimir perturbe le fonctionnement des NEMS/MEMS	[44]
Onofrio 2002	Plan-plan	AFM mode dynamique	$[500; 3000]$nm	15%		[54]
Decca 2003	Sphère-plan $R = 300\mu$m	MEMS mode dynamique	$[200; 1200]$nm	1%	Miroirs avec des métaux différents	[55]
Iannuzzi et de Man 2009	Sphère-plan $R = 100\mu$m	AFM mode dynamique	$[50; 200]$nm	qq %	Comparaison or-or et or-ITO Mesure force hydrodynamique	[50]
Jourdan 2009	Sphère-plan $R = 20\mu$m	AFM mode dynamique	$[100; 600]$nm	3%	Mesures sur film mince et épais	[5]
Torricelli 2010	Sphère-plan $R = 10\mu$m	AFM mode dynamique	$[40; 150]$nm	8-18%	Comparaison entre deux états (amorphe ou cristallin) d'un même matériau	[56]

TABLE 1.3 – Etudes expérimentales de l'effet Casimir. Ce tableau est issu en grande partie de la thèse de G. Jourdan [4] et ne présente que les premiers travaux de chaque groupe.

s'approchant du régime pour lequel les conducteurs sont de parfaits réflecteurs. Ce régime correspond aussi à celui où les effets de température deviennent importants. Toutefois, sur cette gamme de distances, la force devient très faible et donc très difficile à mesurer ; et jusqu'à présent, aucune étude expérimentale n'a mis en évidence les effets thermiques.

A Grenoble, au cours de ce travail de thèse, nous avons construit un nouvel AFM dédié à la force de Casimir et qui se distingue des autres montages par sa grande sensibilité. En effet, contrairement aux autres groupes qui mesurent presque tous à température ambiante, cet appareil a été conçu pour un environnement cryogénique (4,2 K : température de l'hélium liquide).

1.4 Conclusion

Ainsi, en 1948 Casimir a montré que les fluctuations quantiques du vide sont à l'origine d'une force qui porte désormais son nom. Mais l'expression trouvée alors ne prend pas en compte les réalités expérimentales et en particulier les corrections liées à la géométrie et à la nature des matériaux en regard. Le modèle de Drude-Lorentz $\ll$ simplifié $\gg$ nous a alors permis de calculer le facteur correctif η_F pour les miroirs utilisés au cours de cette thèse.

En ce qui concerne les mesures expérimentales de la force de Casimir, le faible nombre de groupes les réalisant témoigne des difficultés à surmonter pour y parvenir. Au cours de ce travail de thèse, nous avons conçu un nouvel instrument capable de mesurer la force de Casimir à 4.2K (température de l'hélium liquide), la basse température permettant en effet d'augmenter la sensibilité en force : nous verrons qu'à température ambiante le facteur limitant est le bruit thermique.

Chapitre 2

Construction d'une machine de force fonctionnant à basse température

Sommaire

2.1 Cahier des charges et structure 37
2.1.1 Les contraintes de la cryogénie 37
2.1.2 La structure 41
2.1.3 Le cœur du microscope 41
2.1.4 Passage air-vide 41
2.1.5 Dérive thermique 43
2.2 Contrôle du positionnement et des déplacements 44
2.2.1 Brefs rappels sur la piézoélectricité 44
2.2.2 Positionnement grossier 46
2.2.3 Positionnement fin de l'échantillon 49
2.3 Le dispositif optique de mesure de déplacement 52
2.3.1 Description de l'interféromètre à fibre optique 52
2.3.2 Facteur de calibration et point de fonctionnement 59
2.3.3 Effets apportés par la métallisation de l'extrémité de la fibre 60
2.4 Fabrication de la sonde et de l'échantillon 60
2.4.1 La sonde 60
2.4.2 Echantillons d'or : mesure de rugosité 65
2.4.3 Fixation des échantillons et des sondes sur leur support . 69

La réalisation d'un montage expérimental fonctionnant à basse température et permettant de mesurer le gradient de force entre deux surfaces a constitué le cœur de l'activité instrumentale de cette thèse. Nous voulions un microscope offrant des performances de détection comparables voire supérieures à celles des meilleurs AFM commerciaux, tout en intégrant les libertés expérimentales d'un montage ≪ fait maison ≫. Pour une comparaison théorie-expérience quantitative, le modèle de gradient de force exige en effet un positionnement absolu, au nanomètre près, des deux miroirs en regard. Notre appareil doit donc être capable de mesurer *à la fois* le gradient de force de Casimir *et* le positionnement, et ce, sans contact entre les deux surfaces (cf. figure 2.1).

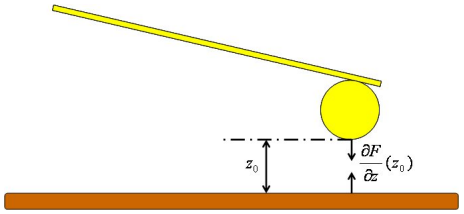


Figure 2.1 – Principe de mesure. L'appareil doit être suffisament sensible et précis pour mesurer de manière absolue la distance z_0 et le gradient de la force à cette distance $\frac{\partial F}{\partial z}(z_0)$.

Dans sa thèse [4], Guillaume Jourdan a construit une machine de mesure de forces faibles performante, fonctionnant sous vide (10^{-7} Torr) et à température ambiante [5, 57, 58]. Mais travailler à 300 K induit deux difficultés majeures :

- la résolution en force est limitée par le mouvement brownien. Travailler à 4 K réduit ce bruit d'un facteur $\sqrt{\frac{300}{4}} \approx 9$;
- les dérives thermiques engendrent un déplacement de l'ordre de 1 nm/min. La thermalisation de l'ensemble mécanique diminue considérablement ces mouvements relatifs qui sont alors inférieurs à 1 nm/heure à 4 K.

Nous avons donc adapté le principe de mesure développé par G. Jourdan à un environnement cryogénique. Pour cela, nous nous sommes inspirés d'un autre appareil ≪ fait maison ≫ mais travaillant à la température de l'hélium liquide (4,2 K) : le Scanning Gate Microscope utilisé dans la thèse de Frederico Martins [59].

L'objet de ce chapitre est de détailler le développement, dans un environnement cryogénique, de ce nouveau microscope à force de Casimir.

2.1 Cahier des charges et structure

2.1.1 Les contraintes de la cryogénie

L'ajout de la cryogénie à la microscopie en champ proche apporte une très forte contrainte : l'encombrement spatial. Le microscope doit être le plus compact possible pour pouvoir être inséré dans un cryostat. Toute la morphologie même de l'appareil est donc étudiée pour répondre à cette exigence primordiale. Le microscope présente

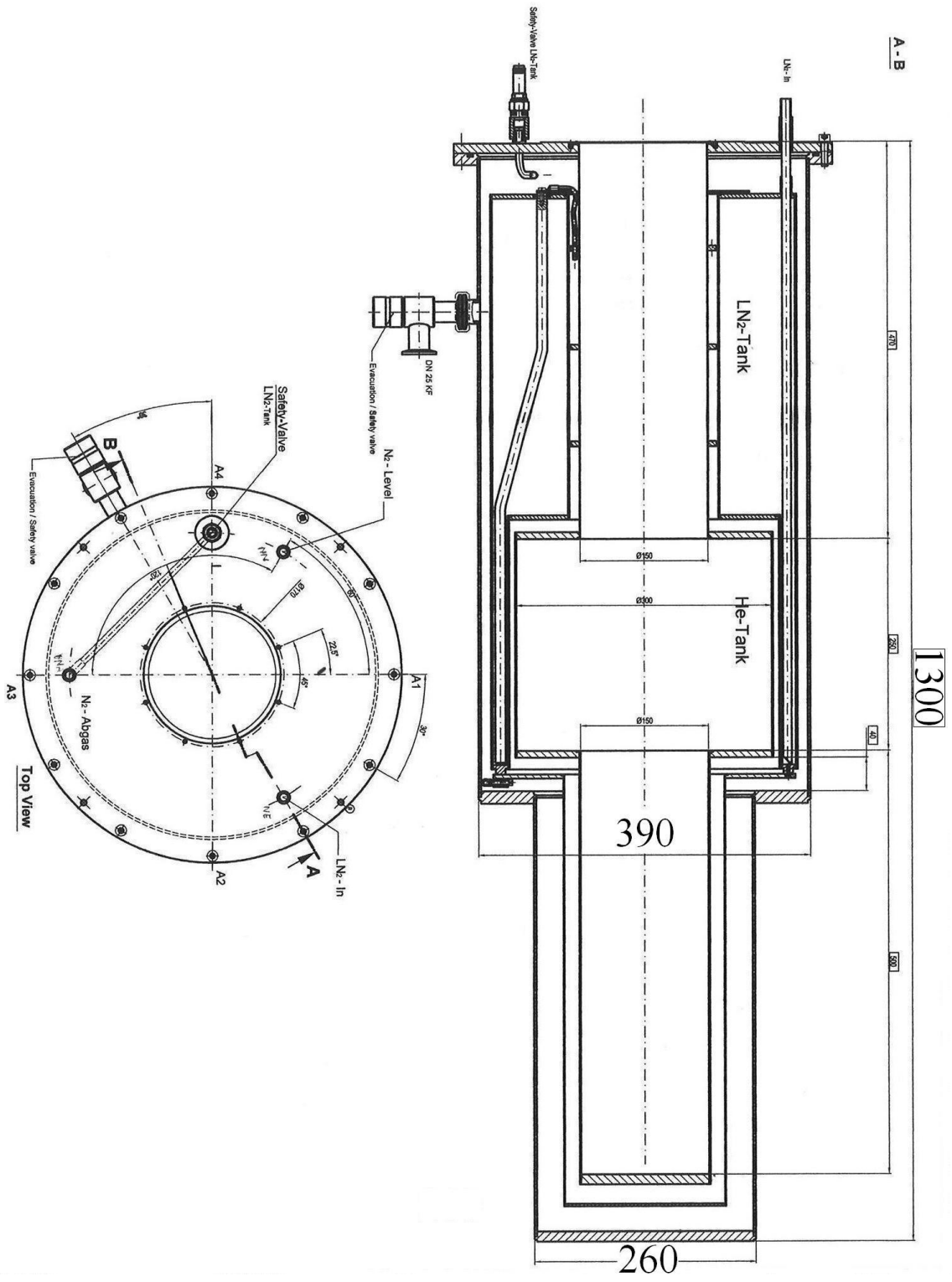


FIGURE 2.2 – Vue en coupe du cryostat. Les dimensions sont données en millimètres.

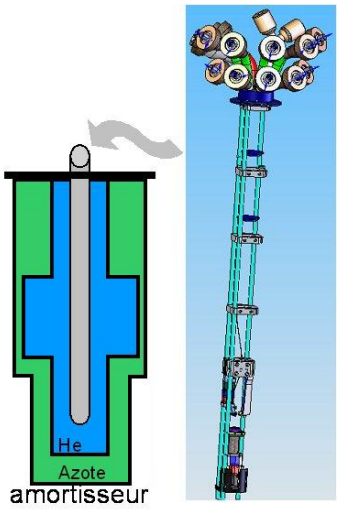


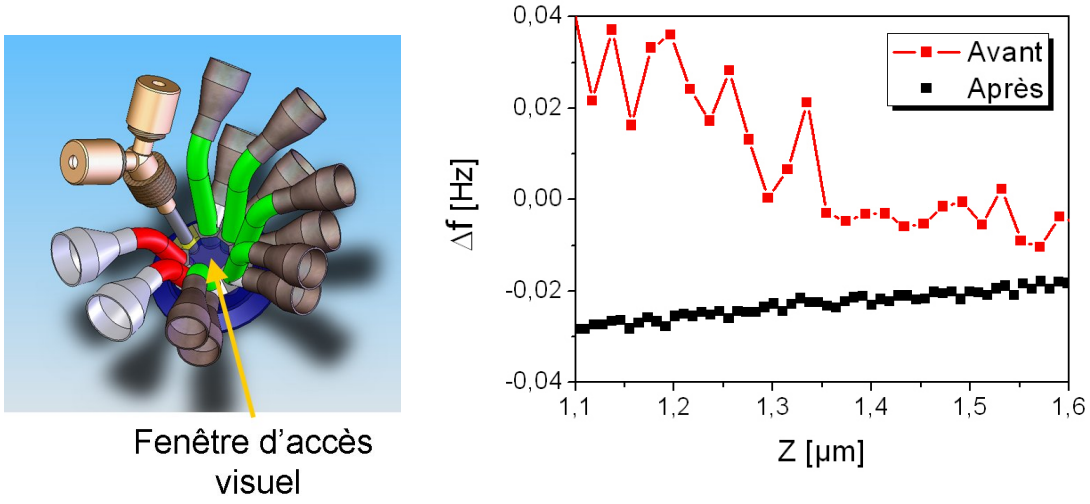
FIGURE 2.3 – A gauche : le microscope se présente sous la forme d'une canne d'1m20 de long et d'à peine 52mm de diamètre. Cette canne est placée dans un tube en acier inoxydable. Un vide secondaire est créé avant d'introduire 10 mbar d'hélium gazeux. Ce gaz d'échange permet la thermalisation de l'ensemble mécanique lors du refroidissement (plongeon dans le bain d'hélium liquide à 4,2 K). A droite : photographie du cryostat entouré de mousse alvéolaire noire. Le châssis (en aluminium et en bois) est isolé des vibrations par des amortisseurs.

ainsi une structure verticale d'une longueur de 1m20 et d'une section inférieure à 52 mm.

Une fois opérationnel, le microscope est positionné dans un tube en acier inoxydable (inox). Celui-ci permet de contrôler l'atmosphère environnante. Un vide secondaire ($\approx 10^{-5}$ mbar) est alors créé dans le tube pour enlever les molécules d'eau. Celles-ci géleraient à basse température ce qui empêcherait le déplacement des éléments mécaniques. En plus, elles pollueraient les mesures : la force de Casimir est sensible à l'état des surfaces mises en regard et la présence d'une pellicule de glace modifierait la réponse optique des matériaux. Un gaz d'échange (hélium gazeux) est introduit à basse pression (10 mbar) pour permettre la thermalisation lente mais efficace de l'ensemble mécanique pendant le refroidissement de l'appareil (cf. figure 2.3).

Le cryostat que nous utilisons est un instrument commercial de chez CryoVac (www.cryovac.de). C'est un cryostat à bain d'hélium dont une vue en coupe est visible sur la figure 2.2. Il comporte une garde d'azote liquide (77 K) séparée de l'environnement du laboratoire et du bain d'hélium (4,2 K) par un vide d'isolement. Le cryostat est monté sur un châssis. Il est isolé des vibrations du sol par un système d'amortissement passif (cf. photographie 2.3) :

– quatre amortisseurs 7002 UA de chez Paulstra (www.paulstra-vibrachoc.com)



(a) (b)

FIGURE 2.4 – (a) La fenêtre d'accès visuel était placée au milieu des connexions de la tête du microscope. (b) En remplaçant la vitre brisée par un écran en aluminium ne laissant pas passer la lumière, le bruit sur le décalage de la fréquence de résonance a disparu.

sont placés entre le cryostat et le châssis. Ils sont composés d'un boitier en aluminium, d'un ressort et d'un coussin métallique en inox. Ils ont une fréquence de résonance axiale comprise entre 7 et 10 Hz suivant la charge. Leur fréquence propre radiale est légèrement plus faible : elle est comprise entre 4.5 et 6 Hz.

– quatre ressorts issus d'une ancienne table optique et qui isolent le châssis du sol.

Le cryostat est également isolé des vibrations phoniques par des panneaux de mousse alvéolaire (mousse à relief pyramidal) dont les propriétés anti-acoustiques sont améliorées par la présence d'une fine plaque de plomb (la plaque de plomb augmente le poids de la mousse et en général, plus le matériau est lourd, plus il est isolant phonique : c'est la loi de masse). Le cryostat permet de refroidir l'ensemble du microscope à la température de 4,2 K avec une autonomie de trois jours sans alimentation en fluides cryogéniques.

Une autre contrainte que nous impose l'environnement cryogénique est l'absence de fenêtres sur le cœur de l'expérience. A froid, nous sommes donc obligés de travailler à l'aveugle pour les déplacements micrométriques.

2.1.2 La structure

Le microscope se présente sous la forme d'une structure en cage inspirée des cages optiques de chez Thorlabs. Toutes les pièces en aluminium ont été conçues par l'ingénieur d'étude et fabriquées au pôle mécanique du laboratoire. Trois tubes en inox de 6 mm de diamètre sont reliés entre eux par des pièces en aluminium anodisées (en noir) de section carrée (5 cm de côté) et évidées en leur centre. Ces tubes en inox ont été découpés à différentes longueurs pour éviter des effets de résonance indésirables. La structure tubulaire permet de construire un microscope relativement léger pour la taille. Elle relie la tête du microscope, où se situent les connexions électriques, et le cœur du microscope où se déroulent les mesures. Ce dernier ne représente que 12 cm sur les 120 cm de long de la canne. Nous avons également placé une fenêtre au niveau de la tête du microscope (figure 2.4(a)) pour essayer d'avoir un accès visuel sur le cœur du microscope et en particulier sur le microlevier (on rappelle que toutes les pièces mécaniques placées entre la tête et le cœur de microscope sont évidées en leur centre). Mais finalement nous étions incapables de discerner le microlevier : il nous aurait fallu un zoom très performant. De plus, cette vitre s'est brisée lors d'une mise à froid de la canne. Nous l'avons alors remplacée par un écran en aluminium et nous nous sommes aperçus que cette vitre apportait un bruit considérable sur la mesure (figure 2.4(b)). Nous n'avons donc plus cherché à placer un accès visuel.

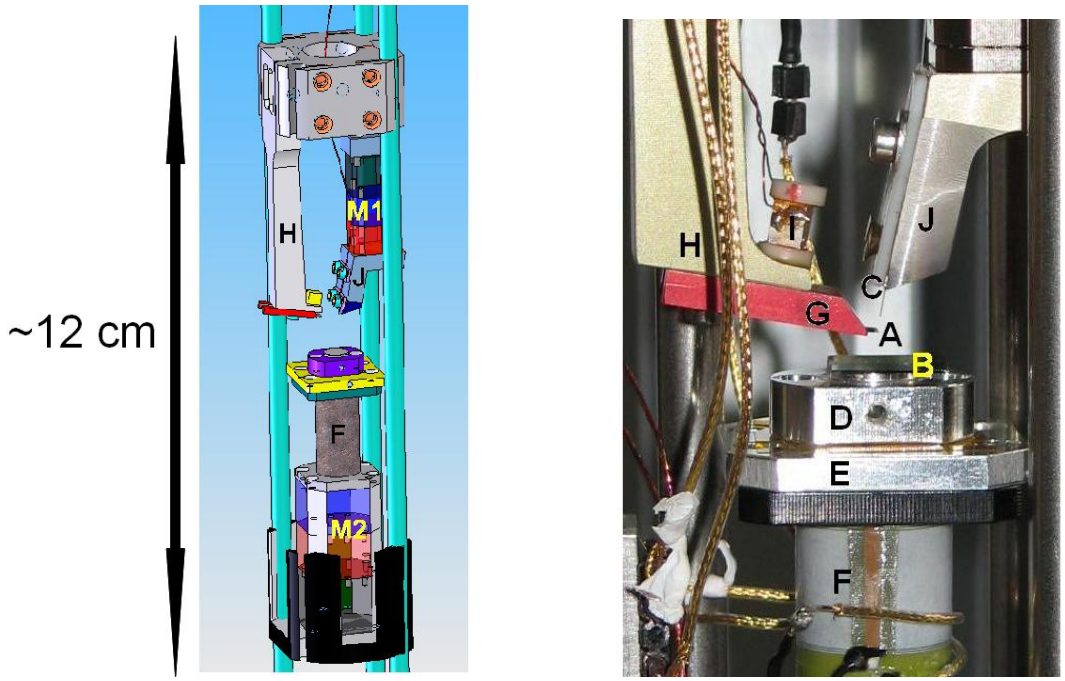
2.1.3 Le cœur du microscope

Le schéma et la photo de la figure 2.5 présentent le cœur du montage expérimental. Celui-ci est constitué de la sonde (sphère collée à l'extrémité d'un levier commercial d'AFM) (A). Le chip du levier est lui-même collé à un support d'aluminium anodisé en rouge (G), fixé sur une jambe couleur champagne (H). Il peut être actionné mécaniquement par l'excitateur piézoélectrique (I). L'échantillon (B) est fixé sur son support (D) et séparé du scanner (F) par un écran électrostatique (E). Deux tours de déplacement (M1) et (M2) assurent respectivement les positionnements XYZ de l'extrémité clivée de la fibre optique (C) et de la surface de l'échantillon (B). La sonde est donc la seule partie fixe du montage. Les pièces (H) et (J) ont été conçues de manière à ce que le levier ait un angle de 10° avec l'horizontale : ainsi, c'est toujours la sphère qui sera la plus proche de l'échantillon et non son support. Les éléments (M1) (M2) et le système de détection optique du déplacement du levier feront l'objet de prochaines sections.

2.1.4 Passage air-vide

Les connexions électriques

La réalisation du circuit électrique constitue une étape délicate de la construction de l'appareil. C'est ce qui nous permet de piloter les différents éléments piézoélectriques présents (positionnement fin et grossier de l'échantillon, déplacement de



(a) Schéma (b) Photographie

FIGURE 2.5 – Cœur du dispositif espérimental.

la fibre, excitateur mécanique du microlevier) et de polariser les surfaces (sphère, échantillon, écrans électrostatiques). Ce dernier point a fait l'objet d'une attention particulière : le signal de polarisation de la sonde et de l'échantillon exige un contrôle au millivolt près. Lorsque la sphère est à 1μm de la surface, il suffit d'une tension résiduelle de 17 mV pour induire une force capacitive égale à la force de Casimir. Des câbles coaxiaux ont donc été utilisés pour l'acheminement de ces signaux importants. Ils sont en effet blindés et filtrent les signaux hautes fréquences. Ce dernier point les rend néanmoins inutilisables pour polariser les moteurs piézoélectriques : ceux-ci nécessitent des variations brusques de tension comme nous le verrons dans une prochaine section. Nous nous sommes également attachés à éloigner au maximum les fils connectant les éléments piézoélectriques (qui peuvent aller jusqu'à 150V), des fils de mesures de la polarisation sphère-échantillon. Enfin, il est essentiel de ne pas créer de polarisation de boucles de masse qui est sensible à la pollution électromagnétique de l'environnement.

Passage de la fibre optique

L'introduction de la fibre optique dans l'enceinte du montage est une opération difficile : le connecteur doit assurer le passage de la fibre en préservant le vide de l'enceinte. Les catalogues spécialisés proposent peu ou pas de solutions concernant ce problème. Nous avons donc fait fabriqué des viroles en plastique que nous avons percées à l'aide d'une seringue ; le trou de la seringue nous permet ensuite de faire

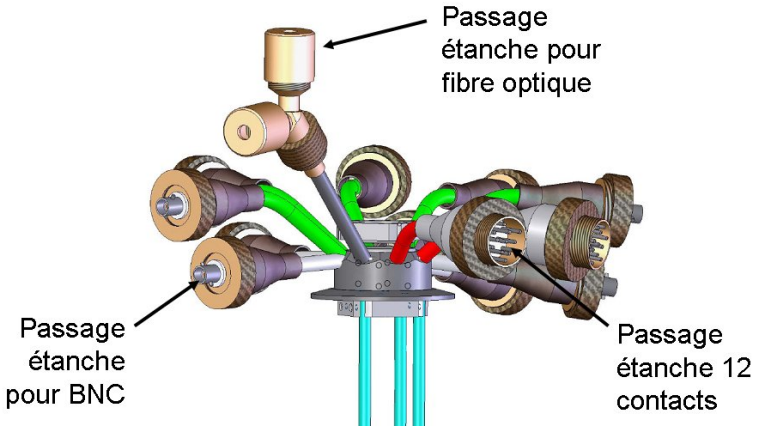


FIGURE 2.6 – Schéma de la tête de microscope avec les différents passages air-vide.

passer la fibre à travers cette virole. Puis, un écrou de raccord exerce une pression sur la virole entourant la fibre et assure ainsi le rôle de joint d'étanchéité air-vide de l'enceinte (cf. figure 2.6). En pratique, nous sommes parvenus sans problème à des vides de 5.10^{-6}mbar dans la chambre en présence de ce passage.

2.1.5 Dérive thermique

La dérive thermique du dispositif expérimental constituait un des principaux problèmes rencontrés par Guillaume Jourdan au cours de sa thèse [4]. Elle modifie la position relative de la sonde par rapport à la surface de l'échantillon ce qui pose un problème puisque le gradient des forces mesurées évolue fortement avec la distance. Il devient donc difficile d'attribuer une distance précise aux points de mesures.

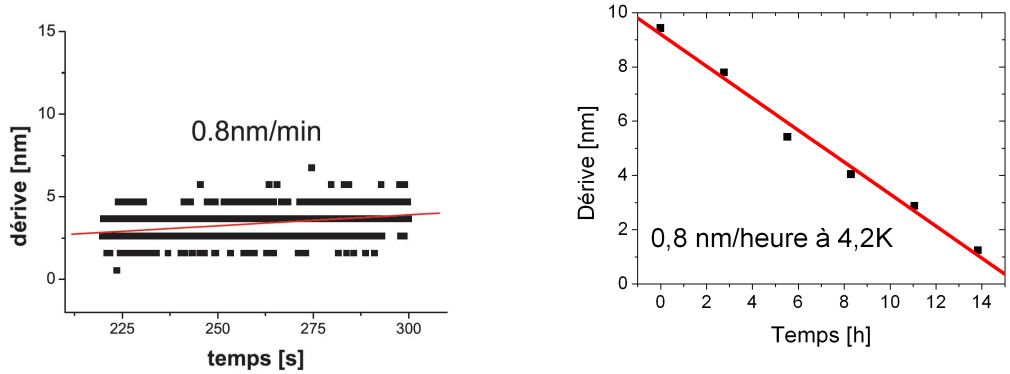
La dérive est produite par la dilatation thermique des éléments du cadre du microscope, qui voient leur température varier de ΔT :

$$\Delta Z_d = \alpha L \Delta T \tag{2.1}$$

où α est le coefficient de dilatation et L une dimension caractéristique du cadre.

La dérive était de l'ordre de 1nm/min sur le dispositif de G. Jourdan (cf. figure 2.7(a)) à température ambiante. La thermalisation de l'ensemble mécanique nous a permis de réduire considérablement cette dérive : elle est désormais inférieure à 1nm/heure lorsqu'on travaille à 4,2K (cf. figure 2.7(b)).

Nous avons également protégé tout le système de détection optique placé à température ambiante. Le mètre de fibre reliant notre canne de mesure à 4,2 K à la table optique a été enveloppé dans une gaine en polystyrène et les fibres situées sur la table optique placées sous de la mousse alvéolaire. La partie optique est en effet sensible aux variations de température apportées par l'ouverture des portes de la salle, la climatisation (à cause de son fonctionnement ON/OFF), ... La figure 2.8



(a) Dérive entre la sonde et l'échantillon à 300 K (Graphique extrait de la thèse de G. Jourdan [4]).

(b) Dérive entre la sonde et l'échantillon à 4 K.

FIGURE 2.7 – Dérive en position.

représente le signal optique lorsqu'on allume ou éteint une lampe de bureau placée près du coupleur X.

2.2 Contrôle du positionnement et des déplacements

2.2.1 Brefs rappels sur la piézoélectricité

Le montage comprend deux tours de positionnement XYZ. La première permet de déplacer l'échantillon par rapport à la microsphère, la seconde met en place l'extrémité clivée de la fibre optique au dessus du microlevier. Notre appareil doit être capable de réaliser une approche grossière des deux surfaces sphère-échantillon sur plusieurs millimètres d'une part et une approche fine avec une résolution inférieure au nanomètre d'autre part. La plupart des déplacements qui requièrent une telle précision exploite les propriétés piézoélectriques des matériaux. La découverte de cet effet est attribuée aux frères Pierre et Jacques Curie en 1880. Il se produit uniquement dans les matériaux anisotropes et combine leurs propriétés électriques et élastiques. Sous l'effet d'une déformation mécanique, les barycentres des charges positives et négatives ne coïncident plus. Ce phénomène provoque alors l'apparition de charges de polarisation dans la structure et les matériaux présentent ainsi une différence de potentiel. C'est généralement l'effet inverse qui est utilisé pour réaliser de petits déplacements : on polarise le matériau pour obtenir sa déformation.

Nous pouvons distinguer essentiellement deux types de matériaux piézoélectriques. D'un côté ceux présentant une anisotropie naturelle tels que le quartz (tou-

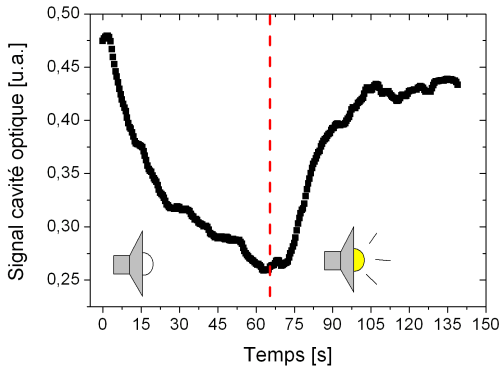
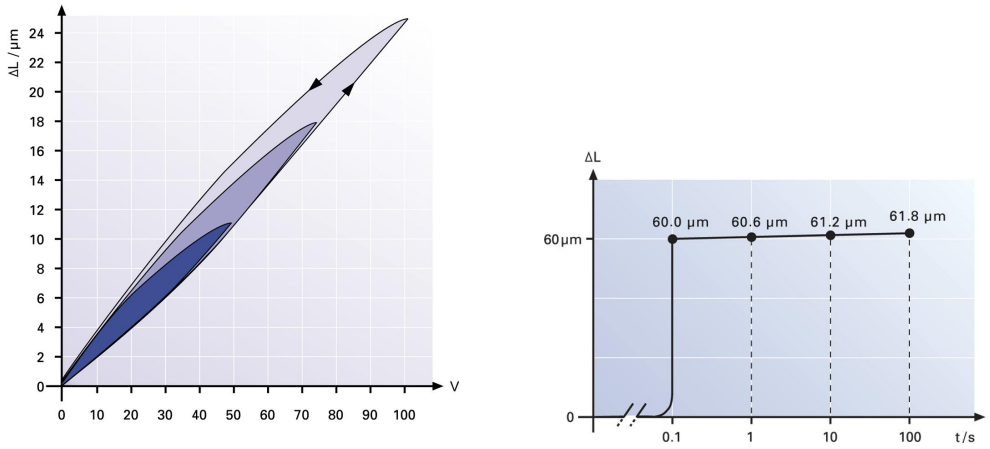


FIGURE 2.8 – La partie optique placée en dehors du cryostat est sensible au changement de température : elle réagit si on allume ou éteint une lampe de bureau placée près d'elle.

jours utilisé dans les montres pour générer des impulsions d'horloge) ou la tourmaline ; et de l'autre, nous avons les céramiques qui ne possèdent pas d'axe permanent. Ces céramiques synthétiques sont en effet polycrystallines mais elles peuvent être rendues piézoélectriques en appliquant une forte polarisation (typiquement quelques kV/mm) afin d'aligner les champs de polarisation des différents cristaux et d'induire la transition ferroélectrique. Cependant, si le matériau est chauffé au-delà d'une température critique dite température de Curie, la polarisation induite des différents grains redevient aléatoire et le dipôle global disparaît, entraînant avec lui la disparition des effets piézoélectriques du matériau. Ce deuxième type de composés, dont les plus connus sont les PZT (Titanates - Zirconates de Plomb), présente un coefficient piézoélectrique d_{ij} (défini par $\vec{S} = d_{ij}\vec{E}$ où $\vec{S}$ est la déformation et $\vec{E}$ le champ électrique) jusqu'à cent fois supérieur à ceux des matériaux comme le quartz. Ils sont également plus facilement usinables et de nombreuses configurations sont disponibles dans le commerce.

Le lien étroit qui existe entre le caractère ferroélectrique et les propriétés piézoélectriques du matériau présente quelques inconvénients.

1. Le déplacement en fonction de la tension appliquée décrit en effet un cycle d'hystérésis caractéristique, visible sur la figure 2.9(a). Ce comportement est dû à la variation du dipôle global induit avec la polarisation. La loi qui relie le déplacement en fonction de la tension appliquée est par conséquent non linéaire, différente suivant l'approche ou le retrait et dépend des caractéristiques du cycle imposé (amplitude, fréquence). Elle est d'autant plus importante que l'extension demandée est grande : l'écart s'établit entre 2% à 15% de l'élongation totale réalisée. Nous verrons que ce cycle est largement diminué à basse température. Cela vient du fait que les dipôles sont ≪ figés ≫ par celle-ci.
2. Un second problème vient du temps d'établissement de la dilatation après mise sous tension du matériau. Ce phénomène, appelé ≪ creep ≫ par les



(a) (b)

FIGURE 2.9 – (a) Déplacement d'un matériau piézoélectrique en fonction de la tension qui lui est appliquée. Le cycle d'hystérésis dépend de la distance parcourue. (b) Phénomène de fluage. Le plateau mobile suit un mouvement lent après la commande d'une nouvelle position. (Ces deux graphiques sont extraits du site internet : http ://www.physikinstrumente.de)

anglosaxons ou ≪ fluage ≫ en français, est représenté sur la figure 2.9(b). Le régime d'établissement s'effectue en deux temps. La consigne est atteinte en quelques fractions de seconde mais plusieurs minutes sont nécessaires pour que ΔL se stabilise. Le fluage n'intervient que lorsque la consigne de déplacement demandée est très grande (plusieurs centaines de nanomètres).

2.2.2 Positionnement grossier

Principe de fonctionnement

Nous avons acquis les deux tours de postionnement XYZ auprès de la société Attocube systems (www.attocube.com). Ces moteurs peuvent fonctionner sous vide et à 4,2K. Ce sont des moteurs inertiels présentant un mode de fonctionnement pas à pas (cf. figure 2.10). Un bloc mobile (masse m_1) est relié à un cadre fixe par une céramique piézoélectrique et un barreau (masse m_2). La céramique n'est pas taillée directement dans un matériau piézoélectrique mais est constituée d'un empilement de couches piézoéletriques. C'est ce qu'on appelle un ≪ piézostack ≫ dont le fonctionnement sera détaillé dans le prochaine partie. Le fonctionnement d'un moteur inertiel pas à pas se décompose principalement selon deux phases :

- phase de déplacement (entre (1) et (2)) : le frottement solide entre le plateau mobile m_1 et le barreau m_2 est plus important que la force inertielle du barreau. La masse m_1 accompagne ainsi l'extension de la céramique piézoélectrique.
- phase de glissement (entre (2) et (3)) : la céramique piézoélectrique se rétracte brusquement entraînant avec elle le barreau m_2 qui revient à sa position initiale. Cette fois-ci, la force inertielle est plus importante que le frottement

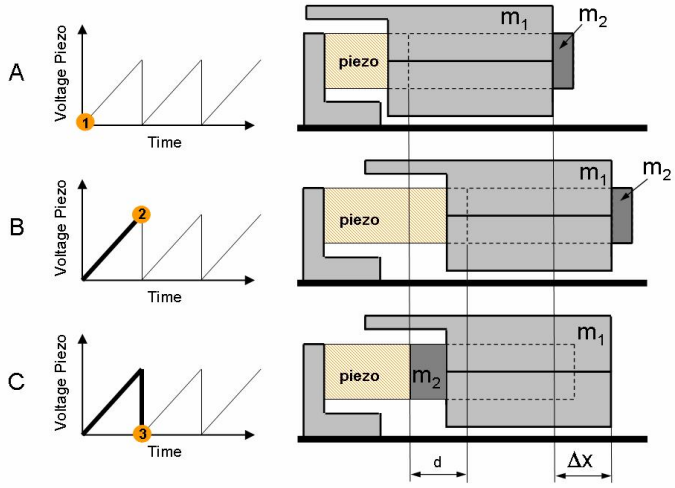


FIGURE 2.10 – Principe de fonctionnement d'un moteur pas à pas. (1) et (2) : Déplacement en bloc de la masse m_1 et du barreau m_2 lors de l'extension de la céramique piézoélectrique. (2) et (3) : Rétraction brusque de l'empilement piézoélectrique, le barreau m_2 glisse sur la masse m_1. (Image issue du catalogue Attocube)

solide. Il en résulte le glissement du bloc mobile sur le guide. Le moteur a effectué un pas de longueur ΔX.

La répétition de ce cycle permet de réaliser des déplacements pas à pas sur plusieurs millièmes (7 mm au maximum pour les moteurs placés sous l'échantillon ; et 3,5 mm pour les moteurs de déplacement de la fibre). Bien que relativement robuste, la colonne de moteur XYZ doit être manipulée avec une grande précaution pour ne pas induire de couple qui soit fatal aux empilements piézoélectriques.

L'électronique d'alimentation des moteurs est une électronique à trois voies qui permet de piloter les trois moteurs XYZ. Elle délivre une impulsion de tension pic à pic comprise entre 0 et 70 V. La fréquence des pas est également variable entre 1 et 1000 Hz (nous les manipulons habituellement avec 500 Hz). Les moteurs présentent une tension seuil qui est la tension minimale à laquelle le moteur commence à se déplacer. Dans le cas des moteurs chargés du déplacement de l'échantillon, cette tension change considérablement avec la température : elle passe de 40 V à 60 V à froid. Cette électronique offre également la possibilité d'être pilotée par ordinateur, ce qui a permis d'automatiser les déplacements des moteurs placés sous l'échantillon, notamment lors de l'étape d'approche grossière de l'échantillon vers la sphère. Cette étape sera détaillée dans le chapitre 4.

Caractéristiques des moteurs inertiels

Les deux colonnes XYZ ont la capacité de travailler sous vide et à basse température ce qui n'est pas le cas de tous les positionneurs. Le vide demande en effet un vernis compatible (problème de dégazage) et la basse température peut mettre hors

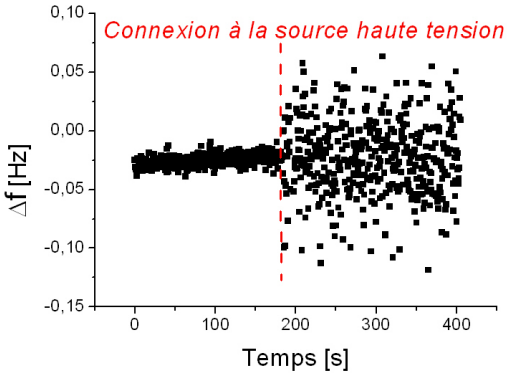


FIGURE 2.11 – Bruit de fréquence : la mesure du décalage de la fréquence de résonance du microlevier à travers une boucle à verrouillage de phase (PLL) est perturbée lorsque les moteurs inertiels sont sous tension.

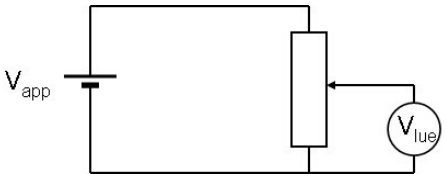


FIGURE 2.12 – Schéma électrique des codeurs de position des moteurs inertiels piézoélectriques.

d'état de marche les moteurs. La capacité des céramiques diminue en effet avec la température : elle passe de 850 nF à température ambiante à 150 nF à 4 K ; et par conséquent, le champ électrique critique à ne pas dépasser diminue.

Le principal avantage offert par ces moteurs inertiels est la possibilité de garder la même position une fois le dispositif mis hors tension. Nous avons d'ailleurs constaté qu'il était préférable de mettre les moteurs à la masse lors d'une mesure : leur connexion à la source haute tension génère en effet un bruit mécanique observable sur le graphique 2.11.

Enfin, lorsque l'appareil est à 4,2 K, rappelons que nous n'avons plus de contact visuel avec le cœur de la machine. Pour être certains que les moteurs placés sous l'échantillon se déplacent sous l'action d'une tension, nous avons acquis des moteurs munis de codeurs de position. Ces derniers fonctionnent sur le principe d'un rhéostat. Un contact glissant, bougeant avec le moteur, passe sur une piste résistive de 7 mm de long (longueur de déplacement des moteurs). On applique une tension aux bornes de cette piste (typiquement $V_{app} = 1\text{V}$). La tension lue sur l'électrode glissante nous permet de remonter à la position du moteur par la relation (figure 2.12) :

$$X = 7\text{mm} \times \frac{V_{lue}}{V_{app}} \tag{2.2}$$

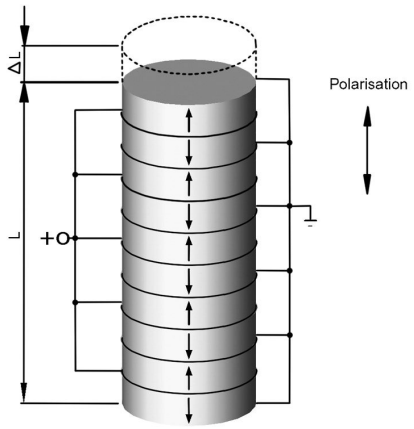


FIGURE 2.13 – Configuration en empilement du scanner z. La disposition des électrodes sous forme de peigne permet de limiter les tensions d'utilisation. (source : http ://www.physikinstrumente.de)

De la même manière, nous pouvons déterminer les positions Y et Z de l'échantillon. Ces codeurs nous donnent une résolution de l'ordre de la centaine de nanomètres et nous avons développé un programme Labview permettant de visualiser en temps réel la position de chaque moteur.

2.2.3 Positionnement fin de l'échantillon

Le scanner

Nous disposons d'un scanner commercial (Piezosystem Jena www.piezojena.com), utilisable sous vide et à basse température, pour le positionnement fin (au nanomètre près) de l'échantillon. Il s'agit d'une céramique piézoélectrique linéaire en PZT qui se présente sous la forme d'un cylindre évidé en son centre. Nous nous sommes limités à la seule composante z pour éviter les déplacements transverses. Les scanners xyz existants bougent en effet en x et y alors qu'on ne veut qu'un mouvement en z. Ce tube n'est pas taillé directement dans un matériau piézoélectrique mais est constitué d'un empilement d'anneaux connectés électriquement par des électrodes en forme de peigne, comme représenté dans la figure 2.13. Ces segments ont une polarisation alternée afin que les déformations individuelles s'ajoutent. Une telle configuration permet de limiter les tensions d'utilisation puisque l'allongement relatif de chaque segment $\frac{\Delta L}{L}$ est sensible au champ électrique $\vec{E}$. Or, ce champ est renforcé par une telle configuration puisque les électrodes sont très proches les unes des autres. La dilatation obtenue est donc n fois plus grande que celle d'une unique céramique piézoélectrique, si n est le nombre d'anneaux de notre empilement.

Le scanner se présente sous la forme d'un tube de 13 mm de diamètre et de 27 mm de haut. La dilatation maximale est ainsi de 30 μm à température ambiante et seulement $1,5$ μm à 4,2 K pour 150 V appliqués. Cet empilement (aussi appelé

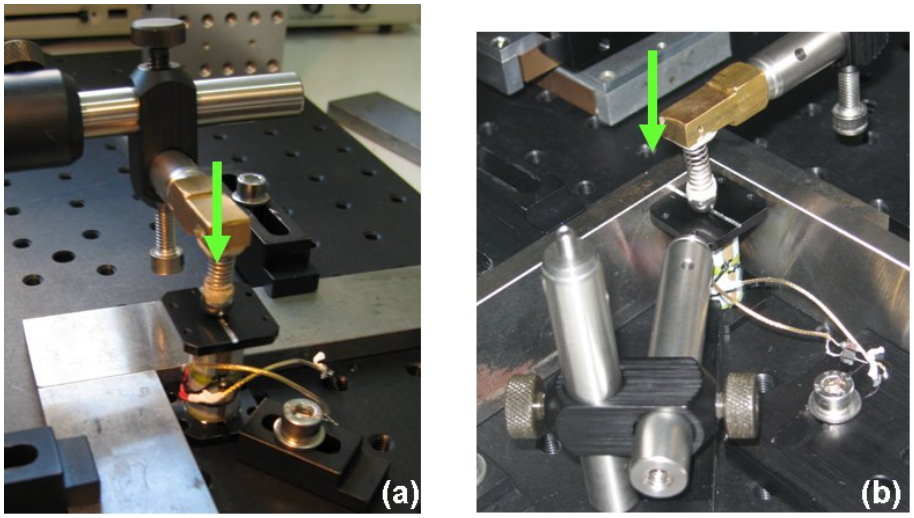


FIGURE 2.14 – Photographies du collage des embases du scanner piézoélectrique. (a) Collage de l'embase du bas. La bille appuie et maintient le scanner droit durant le séchage. (b) Collage de l'embase du haut. Les calles verticales permettent un collage symétrique des deux embases noires.

≪ piézostack ≫) doit être alimenté par une tension continue comprise entre −20 et 150 V. La polarisation de ces éléments doit toujours rester comprise dans cette fourchette et son sens d'application doit être respecté sous peine de dépolariser les céramiques et de faire disparaître les effets piézoélectriques (il est cependant possible de repolariser les céramiques en appliquant une forte polarisation à leurs bornes).

Orientation du scanner

Deux supports en aluminium anodisé ont été collés de part et d'autre du tube afin de le fixer entre l'échantillon et les moteurs inertiels XYZ, dédiés au déplacement grossier (cf. figure 2.14). La colle utilisée est une colle époxy à deux composants et à séchage lent. Cette colle possède une plus grande résistance aux cycles thermiques que son homologue à séchage rapide.

Le collage des embases est une étape délicate. Il ne faut pas induire d'inclinaison entre la surface où se trouve l'échantillon et la direction de l'axe $\vec{e_z}$ de déplacement du scanner (cf. figure 2.15). Autrement, nous introduisons un désaccord entre le déplacement réel d et le déplacement commandé d_z selon la relation :

$$d = d_z \cos(\beta) \tag{2.3}$$

où β désigne l'angle entre les deux directions $\vec{e_z}$ et $\vec{n_s}$. En pratique, une inclinaison légère de 5° (valeur pessimiste) apporte un facteur de correction de 1,004 sur le déplacement réel. Dans le cas de notre instrument, nous avons fait suffisament attention au collage des embases sur le scanner pour ne pas induire d'inclinaison.

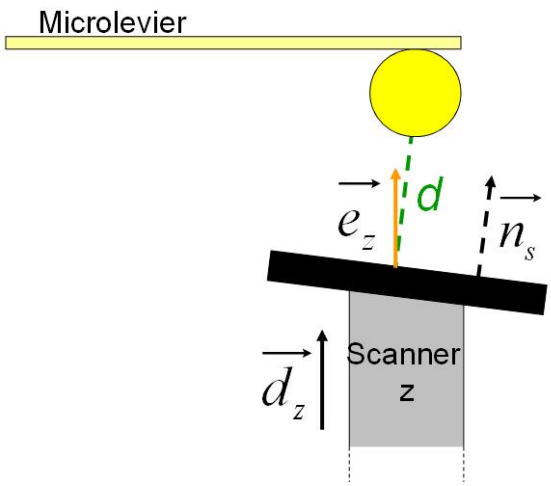


FIGURE 2.15 – Le mouvement d_z du scanner piézoélectrique produit le déplacement $d = d_z\,\vec{e_z} \cdot \vec{n_s}$ de la surface vers la sphère.

Calibration optique du scanner

Etalonner le déplacement du scanner est primordial pour connaître la position absolue de l'échantillon par rapport à la sphère. Ce processus nécessite une légère modification du montage expérimental. La fibre optique utilisée pour sonder le déplacement du microlevier est orientée verticalement pour être perpendiculaire à la surface réfléchissante de l'échantillon placé sur le scanner.

La fibre est placée à quelques dizaines de micromètres de la surface. L'ensemble de l'appareil est mis à froid. Puis, nous réalisons des cycles d'approche-retrait de caractéristiques données. Le signal de détection S nous fournit les particularités du déplacement $Z(V_p)$ pour une tension V_p appliquée sur le scanner piézoélectrique :

$$S = V_m + \delta V \sin\left(\frac{4\pi}{\lambda}\underbrace{Z(V_p)}_{\text{ce que l'on cherche}} + \phi\right) \tag{2.4}$$

où λ est la longueur d'onde du laser, V_m la valeur moyenne du signal de détection qui varie linéairement avec le déplacement et δV l'enveloppe de la sinusoïde (cf. figure 2.16).

Les déplacements Z_a et Z_r des phases d'approche et de retrait sont ajustés par des polynômes d'ordre 2. Ce modèle est suffisant pour tenir compte de la non-linéarité induite par l'effet d'hystérésis.

$$Z_a = a_1 V_p + a_2 V_p^2 \tag{2.5}$$
$$Z_r = r_1 V_p + r_2 V_p^2 \tag{2.6}$$

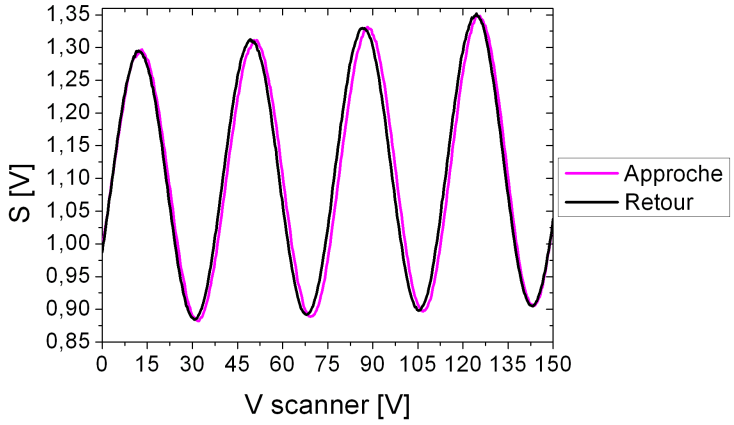


FIGURE 2.16 – Signal de la cavité lors d'un cycle d'approche retrait à basse température. Les courbes ne sont pas superposées à cause de l'hystérésis de la céramique piézoélectrique. Le contraste des franges augmente avec $V_{scanner}$: la cause de cette augmentation apparaîtra plus clairement dans la prochaine section.

Les graphiques de la figure 2.17 présentent les résultats obtenus pour des cycles d'approche-retrait à basse température (ligne noire) ou à température ambiante (tirets rouges). Comme nous l'avions fait remarquer précédemment, le cycle d'hystérésis diminue à 4,2 K.

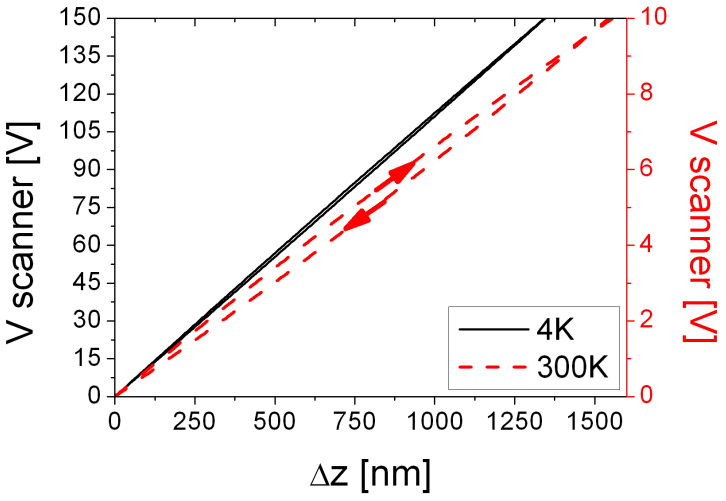
Au cours de la thèse de Guillaume Jourdan, les résultats étaient reproductibles pour un signal de commande V_p de forme, d'amplitude et de période bien définies. Pour notre dispositif expérimental cependant, ce n'est pas le cas : les cycles thermiques affectent la dynamique du scanner et les paramètres varient légèrement (moins de 2%) d'une mise à froid à l'autre.

2.3 Le dispositif optique de mesure de déplacement

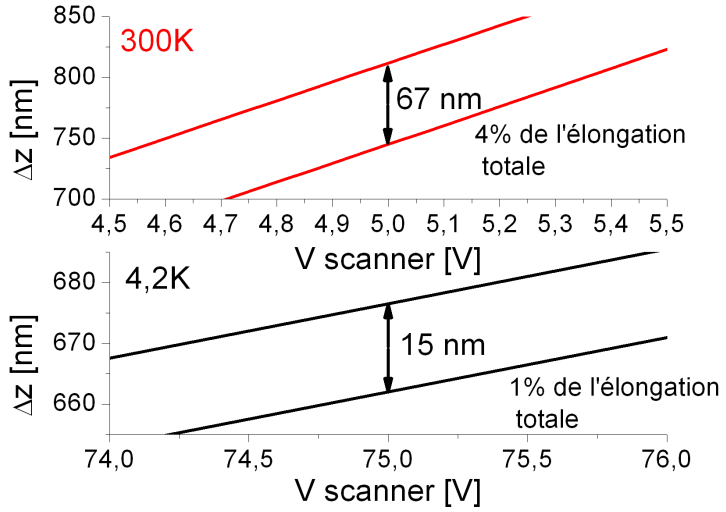
2.3.1 Description de l'interféromètre à fibre optique

Les phénomènes d'interférence optique sont à la base de mesures de déplacements de grande précision. Les contraintes instrumentales imposées par notre machine de force (accès difficile, cadre réduit et mise à froid) nous interdisent l'utilisation d'un système optique non guidé. Les fibres optiques offrent une solution adaptée : elles permettent de réduire considérablement l'encombrement du système et de guider la lumière jusqu'au cœur de l'instrument.

Le dispositif de mesure de position que nous avons employé provient de la société Schäfter Kirchhoff. Il se compose de (figure 2.18) :



(a)



(b)

FIGURE 2.17 – (a) Cycle d'hystérésis de notre scanner obtenu à froid (en noir) et à chaud (en tirets rouges) en ajustant les courbes $S_{PhD}(V_p)$. (b) Amplitude des hystérésis (zoom à mi-course). A froid, l'hystérésis est bien plus faible qu'à 300 K.

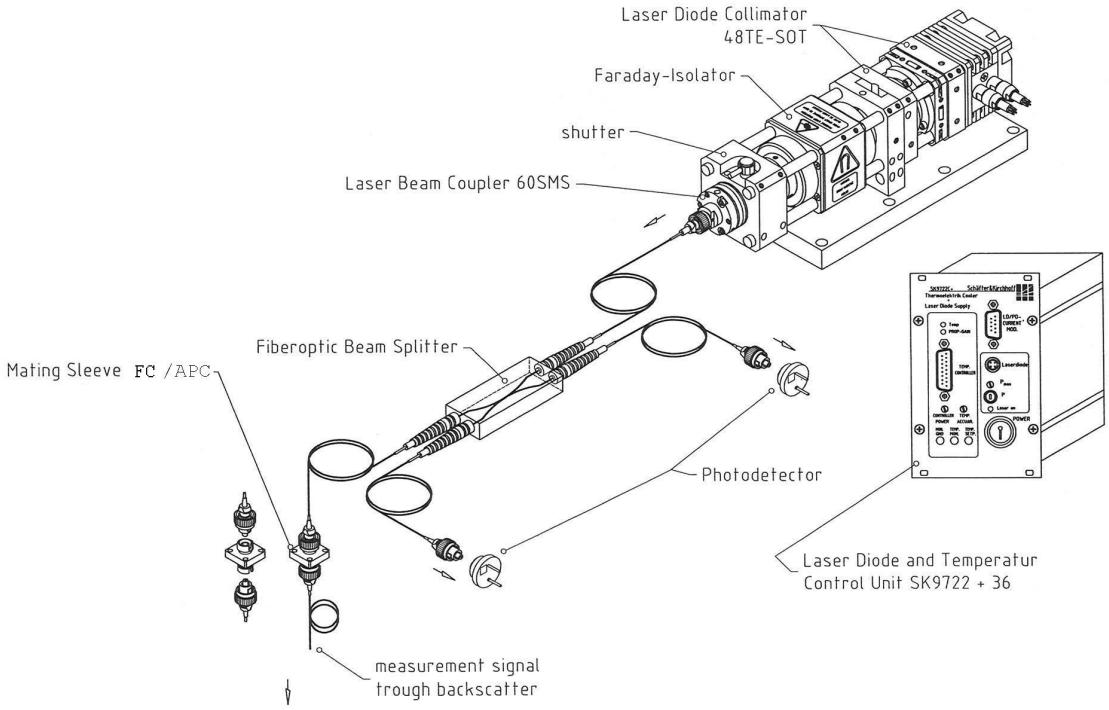


FIGURE 2.18 – Banc de détection optique.

- un laser à semi-conducteur asservi en température par effet Peltier et de longueur d'onde $\lambda = 670$ nm ;
- un isolateur optique Faraday qui atténue le faisceau retour pouvant rendre instable la source laser ;
- un coupleur de faisceau qui permet l'introduction du rayon laser dans une fibre optique ;
- un diviseur de faisceau 50%/50% (coupleur X) qui permet de partager l'intensité du faisceau lumineux entre deux fibres optiques : il s'agit de l'équivalent du cube séparateur employé dans les systèmes interférométriques non guidés.

Les fibres optiques peuvent cependant introduire des effets indésirables comme des signaux interférométriques parasites. Pour éviter au maximum les reflexions inopportunes en bout de fibre, nous avons utilisé des connecteurs FC/APC : l'extrémité des fibres a ainsi un angle de 8° par rapport à la trajectoire du faisceau optique. Enfin, les fibres employées sont monomodes. Elles présentent un cœur de 5μm de diamètre dans lequel la lumière se propage. Celui-ci est entouré d'un manteau dont l'indice optique n_2 est plus faible que celui du cœur n_1. Cette légère différence d'indice optique permet le guidage de la lumière dans le cœur de la fibre par reflexion totale interne à l'interface cœur/manteau. L'ensemble {manteau + cœur} a un diamètre de 125μm soit 2 à 4 fois plus petit que la longueur des microleviers AFM utilisés.

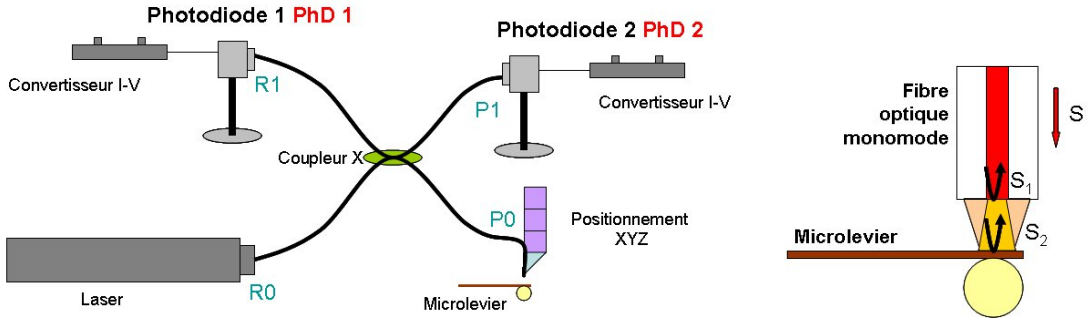


FIGURE 2.19 – Propagation du faisceau dans le circuit fibré.

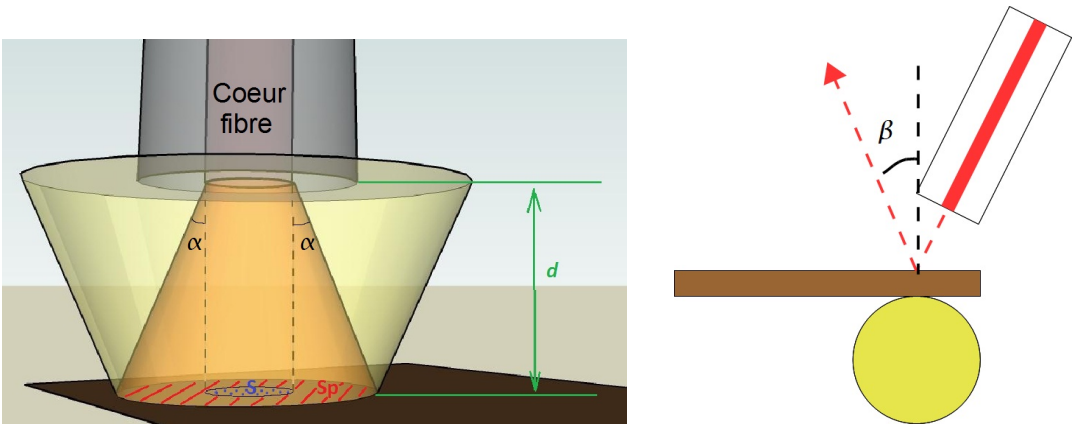
La figure 2.19(a) présente la configuration du système de détection. Un faisceau laser est introduit dans une fibre optique par l'entrée $R0$, puis se propage à travers le coupleur X où il subit une division de son intensité entre les deux bras $P0$ et $P1$. En plaçant une photodiode PhD_2 à l'extrémité $P1$, nous pouvons déterminer la puissance laser envoyée au microlevier. Intéressons-nous maintenant à la sortie $P0$ (figure 2.19(b)). Une première partie de ce faisceau (S_1) est réfléchie à l'extrémité de la fibre ; l'autre partie S_2 est transmise vers le dos du microlevier où il subit une réflexion. S_2 pénètre à nouveau dans la fibre optique du coupleur X ($P0$). S_1 et S_2 se combinent alors pour donner des interférences visibles sur la sortie $R1$ connectée à une photodiode PhD_1 dont le courant de sortie est converti et amplifié par un convertisseur courant-tension bas bruit FEMTO DLPCA 200. Les photodiodes ont une réponse de 0.44 A/W à 670 nm et les gains utilisés sur l'amplificateur sont typiquement 10^6 V/A sur la $PhD1$ et 10^5 V/A sur la $PhD2$.

Le coefficient de réflexion au niveau de l'interface silice-air d'une fibre parfaitement clivée est très faible : il s'élève au plus à 4%. Si on fait l'hypothèse qu'il n'y a pas de perte lors de la propagation du faisceau le long des fibres et dans le coupleur X (hypothèse raisonnable), on peut estimer expérimentalement ce coefficient R_F. Lorsque la fibre est suffisamment loin du levier, les interférences disparaissent et le signal lu sur la photodiode PhD_1 n'est autre que le signal S_1. En l'absence de levier, on a donc :

$$R_F = \frac{2V_{\text{R1 ss interférence}}}{V_{P1}} \cdot \frac{G_{P1}}{G_{R1}} \tag{2.7}$$

où G_{P1} et G_{R1} sont les gains des convertisseurs-amplificateurs placés derrière les photodiode PhD_2 et PhD_1 respectivement. Le facteur 2 vient de la division du faisceau retour par le coupleur. Nous avons ainsi mesuré un R_F de 3%.

En présence du microlevier, le signal d'interférence subit de grandes pertes à l'intérieur de la cavité et seule une petite fraction des 97% transmis par la fibre est recollectée par celle-ci après réflexion sur le levier : nous avons un facteur 10 entre l'intensité moyenne des interférences et le signal émis par le laser.



(a) Divergence du faisceau laser

(b) Mauvaise orientation de la fibre par rapport du microlevier

FIGURE 2.20 – Le faisceau retour S_2 sera d'autant plus faible que le microlevier sera éloigné (a) et mal orienté (b) par rapport à l'extrémité de la fibre.

Les pertes du faisceau lumineux à l'intérieur de la cavité peuvent s'expliquer par :

1. L'absorption du faisceau par la couche d'or du microlevier. L'or réfléchit entre 97 et 98% du faisceau incident à 670 nm. Les 2-3% absorbés sont donc négligeables face à notre taux de perte.
2. Un mauvais clivage de la fibre. Le spot lumnineux sortant de $P0$ est bien rond et homogène. Le clivage de la fibre est donc tout à fait correct et n'explique pas ce problème.
3. L'orientation de la fibre par rapport au levier (cf. figure 2.20(b)). Même pour une légère inclinaison de quelques degrés, ce problème d'orientation contribue à la dispersion et à la perte du faisceau lumineux par la fibre. Néanmoins, il est difficile de quantifier ce phénomène.
4. La divergence du faisceau optique en sortie de fibre (cf. figure 2.20(a)). La lumière sort de la fibre sous un certain angle α qui détermine l'ouverture numérique (NA) :

$$NA = n_0 \sin\alpha = \sqrt{n_1^2 - n_2^2} \tag{2.8}$$

où n_0 est l'indice optique du milieu dans lequel se trouve la fibre, n_1 celui de son cœur et n_2 celui de son manteau. α est l'angle limite décrivant le cône d'émission centré sur l'axe de la fibre. De la même manière, seule la lumière focalisée dans ce cône pourra être collectée et guidée dans la fibre.

En raison de ce cône d'émission de la fibre et des dimensions finies du levier, tout se passe comme si le coefficient de réflexion du levier R_L était modulé par une fonction $\gamma(d)$ qui diminue avec la distance d entre l'extrémité de la fibre

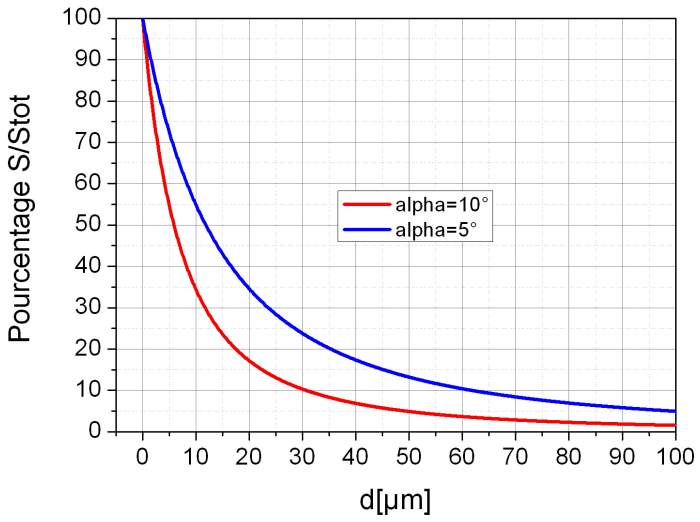


FIGURE 2.21 – Rapport entre la surface du cœur de la fibre et la surface du microlevier éclairée par le faisceau laser pour un angle de divergence α de 10° (courbe rouge) et 5° (courbe bleue).

et le levier :

$$R_{L\,\mathrm{eff}}(d) = \gamma(d) R_L \text{ avec } R_L = \text{cste} \tag{2.9}$$

$\gamma(d)$ correspond à la fraction d'intensité recollectée dans la fibre. Pour une distribution uniforme de la lumière, $\gamma(d)$ est donc inférieure au rapport entre la surface du cœur de la fibre S (représentée en points bleus sur la figure 2.20(a)) et S_{tot}, la surface du microlevier éclairée par le faisceau laser. $S_{tot} = S + S_p$ avec S_p la surface $\ll$ perdue $\gg$ pour la cavité (hâchures rouges).

$$\gamma(d) < \frac{S}{S_{tot}} = \frac{r^2}{(r + d\tan\alpha)^2} \tag{2.10}$$

Expérimentalement, nous avons déterminé une divergence du faisceau de l'ordre de 10° (valeur pessimiste), ce qui est cohérent avec les données du constructeur où $6^\circ \leq \alpha \leq 8^\circ$. Le rapport S/S_{tot} a été calculé pour deux angles α : 5° et 10° (cf. courbes 2.21). On peut voir qu'il diminue très rapidement avec la distance : il ne vaut plus que 15% à 20μm pour α =10°.

De plus, le faisceau optique délivré par une diode laser n'est jamais parfaitement monochromatique. Le spectre d'émission est constitué de plusieurs modes centrés sur la longueur d'onde λ et de largeur $\Delta\lambda$. La longueur de cohérence l_c peut être déterminée par la relation $l_c = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda}$. Les données du constructeur de notre diode laser indiquent une longueur d'onde de 670 nm et une largeur $\Delta\lambda$ de 2 nm pour une puissance d'émission de 350μW ; soit une longueur de cohérence de l'ordre de 200μm.

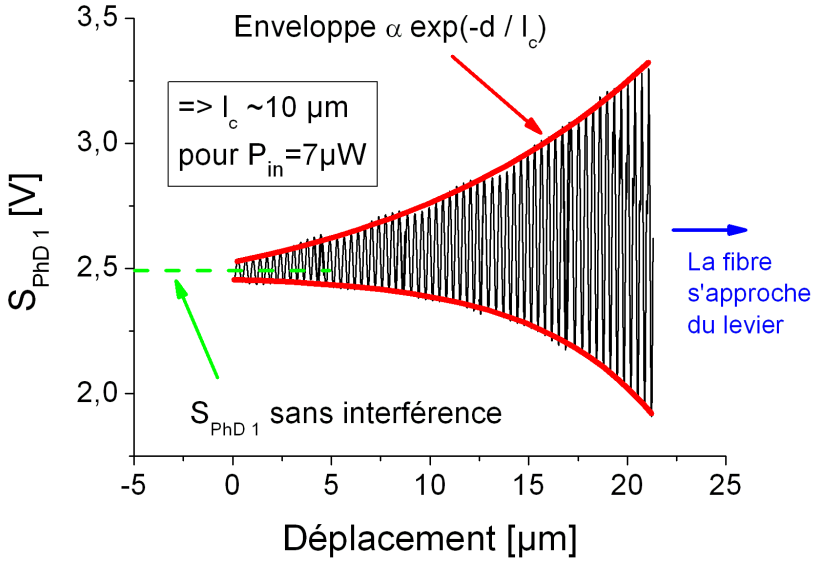


FIGURE 2.22 – Franges d'interférence. L'augmentation de la visibilité (ou le contraste) avec la diminution de la distance fibre-microlevier dépend de la longueur de cohérence de la source laser. Pour ce cas à faible puissance laser (7μW), la source est partiellement cohérente : en ajustant l'enveloppe des franges avec l'exponentielle e^{-d/l_c}, on détermine $l_c \approx 10\mu$m.

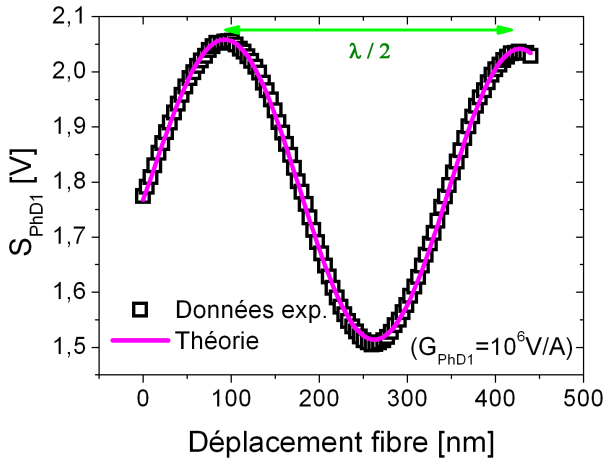


FIGURE 2.23 – Signal d'interférence mesuré sur la photodiode 1. Non seulement le coefficient de réflexion de la fibre R_F est faible (3%) mais le régime est partiellement cohérent (on voit que la visibilité diminue avec d, la longueur de cohérence est donc petite). On peut donc négliger les réflexions multiples à l'intérieur de la cavité. Le modèle théorique des interférences à deux ondes (courbe rose) s'ajuste parfaitement aux données expérimentales (carrés noirs).

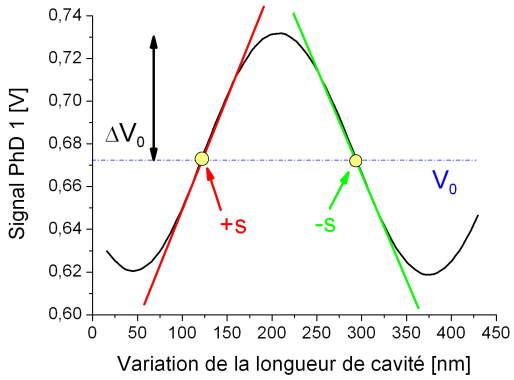


FIGURE 2.24 – Points de fonctionnement du détecteur. Une même arche d'oscillation présente deux points de fonctionnement de pentes opposées.

La figure 2.22 montre le signal d'interférence obtenu en approchant la fibre du microlevier. On constate que la visibilité (ou le contraste) des franges $(I_{max} - I_{min})/(I_{max} + I_{min})$ augmente avec une enveloppe exponentielle : e^{-d/l_c} où d est la distance fibre-microlevier et l_c la longueur de cohérence de la source laser définie précédemment. On trouve ici $l_c = 10\mu$m pour une faible puissance laser (7μW). Du fait de cette faible cohérence laser et du faible coefficient de réflexion de la fibre R_F (3 %), on peut négliger les réflexions multiples à l'interieur de la cavité. En première approximation, on peut donc modéliser le signal de cavité $S_{PhD\ 1}$ par un processus d'interférence à deux ondes (figure 2.23) :

$$I = \overline{I_0} + \Delta I_0 \sin\left(\frac{4\pi}{\lambda} d + \phi\right) \tag{2.11}$$

où d est la distance entre l'extrémité de la fibre optique et le microlevier et $\lambda = 670$ nm la longueur d'onde de la source laser.

2.3.2 Facteur de calibration et point de fonctionnement

Le facteur de calibration du détecteur $s = \Delta d/\Delta V$ dépend la longueur de la cavité d. On place la fibre au point de travail ($S_{PhD1} = V_0$; cf. figure 2.24), là où la réponse ΔV au mouvement Δd est maximale :

$$\Delta d = \frac{\lambda}{4\pi \Delta V_0} \Delta V = s \Delta V \tag{2.12}$$

L'écart à la linéarité se situe en dessous de 1% si l'amplitude du déplacement est inférieure à 20 nm. On place habituellement la fibre à quelques dizaines de microns de la surface du microlevier (typiquement 20μm) ; le constrate des franges varie beaucoup dans ce régime (cf. figure 2.22) et on peut passer de s =100 à 500 nm/V très rapidement.

2.3.3 Effets apportés par la métallisation de l'extrémité de la fibre

Les fibres sont en silice et peuvent donc porter sur leur surface des charges électrostatiques. Nous verrons au chapitre 4 que ces charges sont extrêmement gênantes pour la mesure de la force de Casimir. L'extrémité de la fibre placée au dessus du microlevier a ainsi été métallisée avec une couche d'or d'une quinzaine de nanomètres permettant à ces charges de s'évacuer en surface et d'agir comme un écran électrostatique pour les charges en profondeur. Cette couche métallique est suffisamment mince pour être semi-transparente et a permis d'augmenter le coefficient de réflexion à l'extrémité de la fibre à $R_F = 16\%$. Cette augmentation entraîne avec elle l'augmentation de la finesse de la cavité. On peut donc se demander si le modèle des interférences à deux ondes est toujours valable. Pour répondre à cette question, ajustons les franges d'interférences par un modèle de cavité Fabry-Pérot :

$$I = I_0 \left(1 - \frac{T_L T_F}{4R} \times \frac{g^2}{1 + g^2 \sin^2\left(\frac{2\pi}{\lambda} d\right)} \right) \text{ avec } g = \frac{2\sqrt{R}}{1-R} \tag{2.13}$$

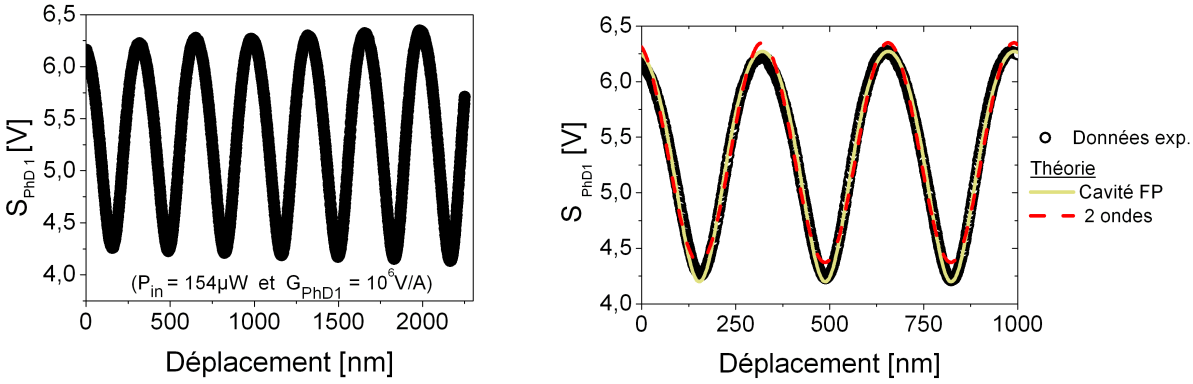
où $R = \sqrt{R_L R_F}$. R_L et R_F représentent les coefficients de réflexion du levier et de l'extrémité de la fibre respectivement. T_L et T_F sont quant à eux les coefficients de transmission des deux miroirs. Le levier est aussi recouvert d'une couche épaisse en or. Son coefficient de réflexion R_L est très proche de 1 (entre 97 et 98% pour de l'or massif à 670 nm), l'absorption est quasi-nulle et par conséquent, le coefficient de transmission du levier T_L est très proche de 0. Or, si T_L =0, les interférences (2.13) disparaissent. R_L et T_L sont en fait des valeurs *effectives* des coefficients réels de l'or qui prennent en compte la divergence du faisceau incident comme on l'a vu dans l'équation (2.9). L'ajustement de l'équation (2.13) aux valeurs expérimentales (figure 2.25(a)) nous donne en effet une valeur $R = 0,13$, ce qui correspond à $R_{L\,\text{eff}} = 11\%$.

La finesse vaut donc $\mathcal{F} = \frac{\pi}{2} g = \pi \frac{\sqrt{R}}{1-R} = 1,3$. On l'associe fréquemment au nombre d'aller-retour d'un photon dans la cavité. Est-ce que pour autant l'approximation d'interférences à deux ondes reste valable ? En se référant à la figure 2.25(b)) qui montre les franges d'interférence ajustées avec le modèle de la cavité Fabry-Pérot (courbe jaune) et celui des interférences à deux ondes (tirets rouges), on constate que le modèle d'une cavité Fabry-Pérot est le plus approprié. Néanmoins, utiliser l'expression (2.12) apporte une erreur inférieure à 5% sur le facteur de calibration s. En pratique, on utilise donc toujours le modèle simple sinusoïdal.

2.4 Fabrication de la sonde et de l'échantillon

2.4.1 La sonde

La fabrication des sondes constitue une étape incourtounable et délicate de ce travail de thèse. Il s'agit de coller une sphère de polystyrène à l'extrémité d'un



(a) (b)

FIGURE 2.25 – (a) Franges d'interférences obtenues avec l'extrémité de la fibre métallisée. On devine que les arches du bas sont légèrement plus pincées que les arches du haut : la finesse de la cavité a donc augmenté avec la métallisation de la fibre. (b) Zoom sur les trois premières franges. La courbe en tirets rouges correspond au modèle des interférences à deux ondes et la courbe jaune à celui de la cavité Fabry-Pérot (FP). Pour ce dernier modèle, nous n'avons pas pris en compte l'augmentation linéaire des maxima et des minima des franges d'interférences.

levier commercial d'AFM, puis de métalliser l'ensemble sphère-levier pour avoir un contact électrique sur la sphère. J'ai repris la méthode de fabrication de Simon Le Denmat [60].

Collage d'une sphère à l'extrémité d'un levier AFM

Le collage des sphères à l'extrémité d'un microlevier AFM est la première étape de la préparation des sondes. Elle est réalisée manuellement avec l'aide d'une binoculaire et de bras micromanipulateurs que l'on peut voir sur les photographies 2.26. Nous avons choisi de reprendre les sphères en polystyrène de 40μm de diamètre utilisées dans la thèse de Guillaume Jourdan qui ont l'avantage d'être peu rugueuses et d'être conservées à l'air (les sphères de Duke sont maintenues dans un milieu liquide : elles nécessitent plus d'étapes de préparation).

La figure 2.27 montre les différentes étapes du collage. Le chip du microlevier d'AFM est fixé par une pince auto-serrante visible sur les photographies 2.26. J'ai choisi des leviers avec pointes à l'extrémité : la colle mouille mieux sur la pointe et celle-ci permet de placer plus facilement la sphère sur le levier. De plus, elle ne gênera pas la mesure par la suite : une pointe a une longueur de 15μm environ alors que les sphères ont un diamètre de 40μm. Une goutte de colle est placée sur l'extrémité d'une pince fixée sur le deuxième bras micromanipulateur. On approche le levier de la colle et un pont capillaire se forme ((a) et (b)). On remplace le bras

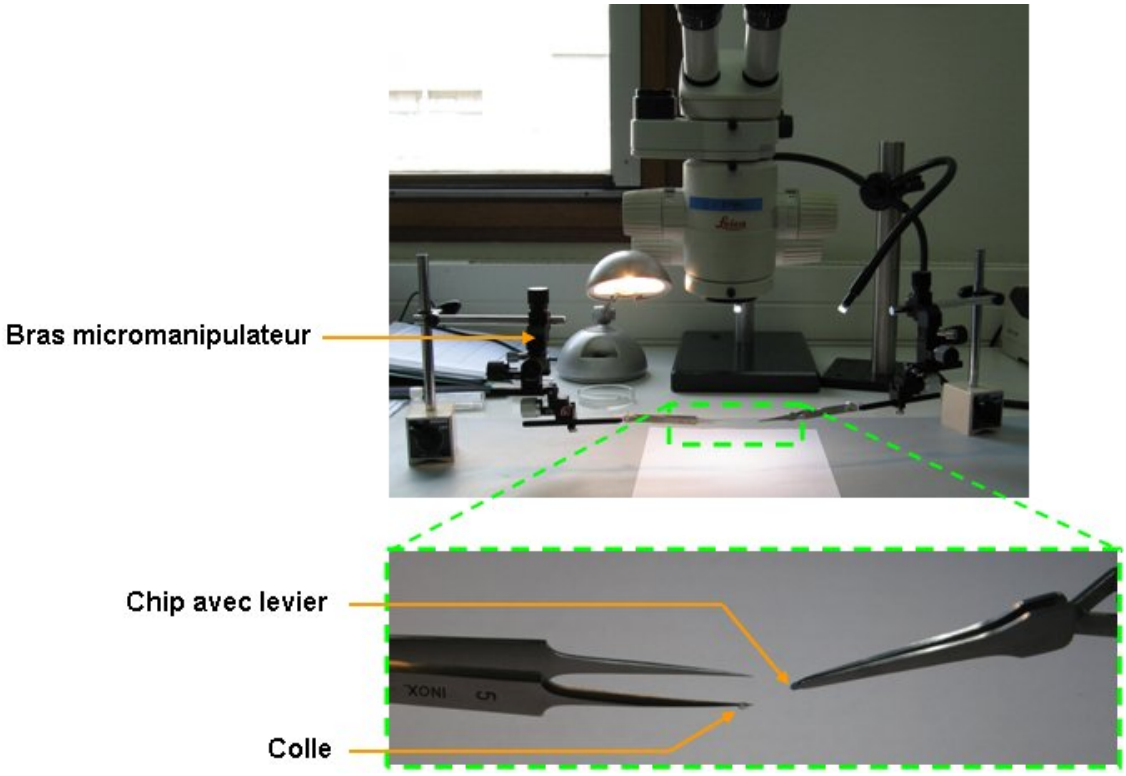


FIGURE 2.26 – Vue d'ensemble du montage de collage des sphères à l'extrémité de leviers d'AFM.

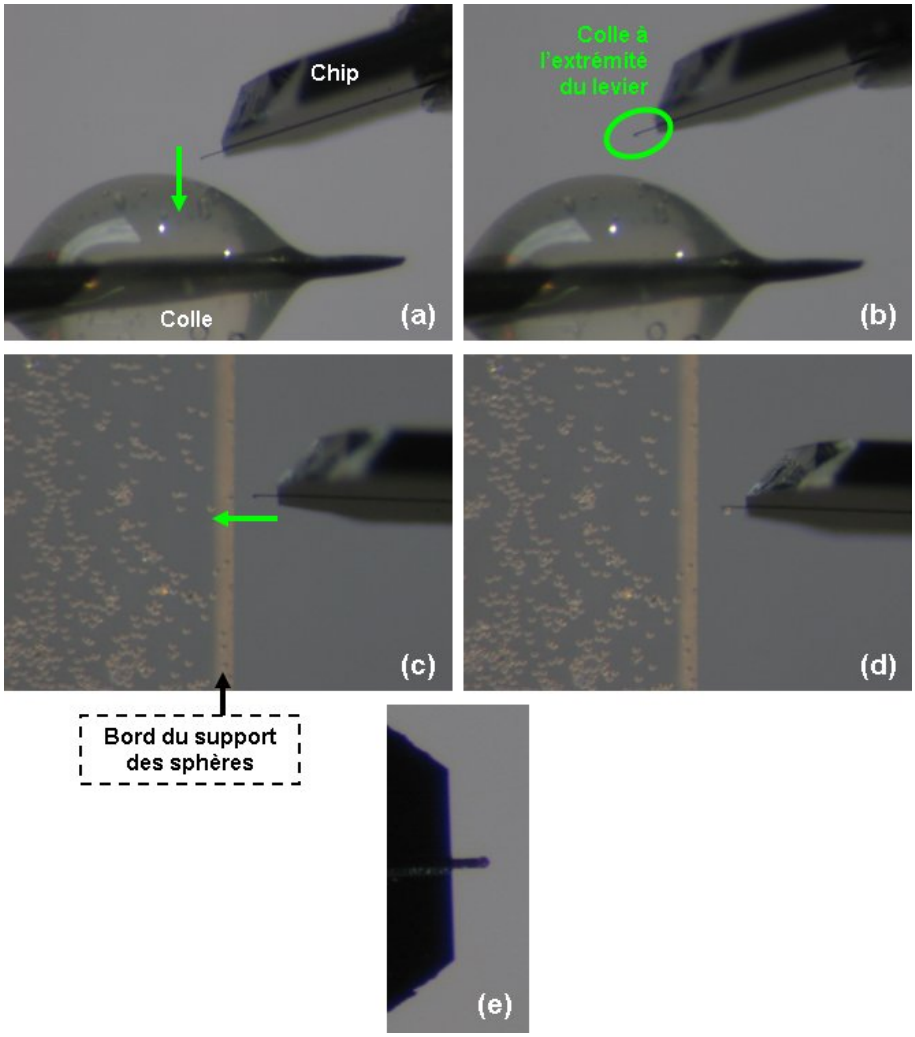
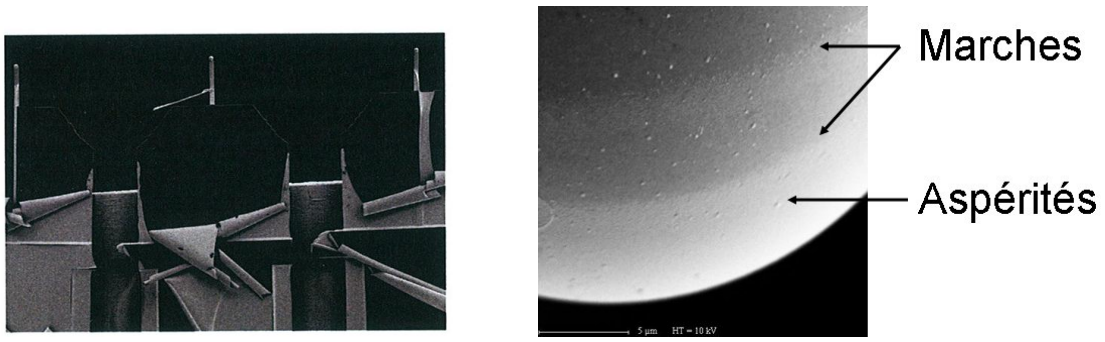


FIGURE 2.27 – Photographies, via la binoculaire, des différentes étapes nécessaires au processus de collage. **(a)** et **(b)** montrent le dépôt d'une petite quantité de colle à l'extrémité des leviers. Sur **(c)** et **(d)** on peut voir l'étape de collage d'une sphère. Enfin **(e)** permet de vérifier que la sphère est bien centrée au milieu du levier.

micromanipulateur par une lame de verre de microscope qui sert de support aux sphères en polystyrène (c). Puis on vient attraper avec le levier une sphère placée au bord du support ((c) et (d)). Enfin, on retourne le levier de manière à voir si la sphère est bien centrée (e). Le temps de collage est limité (moins d'une minute) ; cette procédure est donc réalisée rapidement.

Métallisation des sondes

Le processus de métallisation des sphères est une étape clé dans la fabrication des sondes. Elle permet de recouvrir la sphère d'un matériau connu dont on va pouvoir modéliser la réponse optique pour comparer nos mesures de force de Casimir avec le modèle théorique (voir le chapitre 1). De plus, nous avons besoin d'appliquer une



(a) (b)

FIGURE 2.28 – (a) Image MEB de leviers et de chips sans couche d'accroche en dessous de l'or : celui-ci n'adhère pas et se détache en forme de copeaux. (b) Image MEB d'une sphère présentant un défaut de métallisation : on voit des marches d'or à la surface (nous avons vérifié que ce n'était pas un effet d'ombre).

force capacitive entre la sphère et la surface, et donc appliquer une tension entre les deux. Nous avons ainsi choisi de les recouvrir d'or : ce métal a l'avantage de ne pas s'oxyder à l'air.

La métallisation est une phase difficile : le dépôt doit être le moins rugueux possible, et doit recouvrir toute la surface sphère-levier sans discontinuité électrique. Elle est effectuée sous vide (10^{-7} Torr) dans un bâti à canon à électrons muni d'un porte-échantillon rotatif. 12 leviers par série sont collés les uns à côté des autres sur un support en aluminium avec une petite quantité de laque au carbone (il faut pouvoir les décoller par la suite et la laque au carbone est conductrice ; on peut donc visualiser les sondes au microscope électronique à balayage (MEB), une fois la métallisation achevée).

Une couche d'accroche en titane est d'abord déposée sur toute la surface. C'est une phase très rapide : quelques nanomètres suffisent (sans couche d'accroche, l'or se décollerait comme sur l'image (a) de la figure 2.28). Puis, l'or est évaporé à une très faible vitesse (de l'ordre de $0,04$nm/s) sur 9 positions différentes indiquées sur le tableau de la figure 2.29 et le schéma 2.30. Tous les paliers sont nécessaires pour obtenir une conductivité électrique entre la sphère et le levier. Mais pour éviter la formation de marches d'or (comme sur la figure 2.28(b)) qui rendent les sondes inutilisables, nous devons réaliser plusieurs petits paliers avec un faible dépôt d'or. La vitesse d'évaporation de l'or est petite pour deux raisons :

- l'évaporation n'est pas arrêtée entre chaque palier. Une vitesse faible nous permet ainsi de consommer moins d'or ;
- jusqu'au début de ma thèse, le creuset contenant l'or était en céramique : le chauffage de la charge était alors inhomogène et des goutelettes d'or se déposaient à la surface. Nous avions donc des mini-sphères sur la sphère elle-

Position	Epaisseur(nm)	Angle (°)
1	80	270
2	25	240
3	15	30
4	15	60
5	15	80
6	200	100
7	10	120
8	10	150
9	15	170

FIGURE 2.29 – Les différents paliers de métallisation des sondes de force.

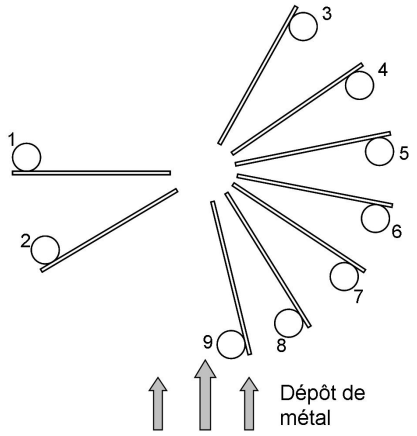


FIGURE 2.30 – Positions des sondes de force pour l'évaporation de l'or. Les numéros correspondent à ceux du tableau ci-contre.

même rendant celle-ci inutilisable. Une très faible vitesse d'évaporation fut l'unique solution à ce problème. Desormais, la charge d'or est directement en contact avec un creuset en cuivre. Ce phénomène de ≪ spitting ≫ ne semble plus avoir lieu mais dans le doute, nous poursuivons avec une faible vitesse.

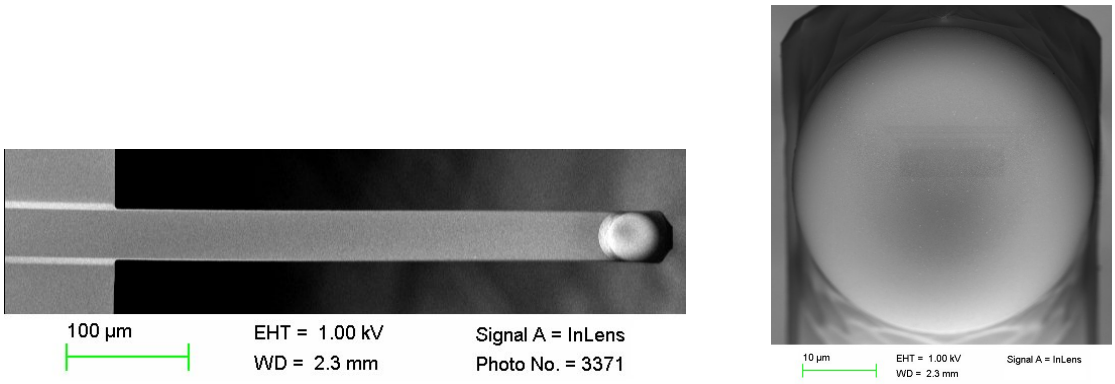
Enfin, sur la position n°6, l'or est évaporé sur la partie active de la surface en une couche de 200 nm, très supérieure à l'épaisseur de peau dans le domaine optique ($\lambda_p/2\pi \approx 20$ nm pour l'or, avec λ_p la longueur plasma). Ainsi, pour nos modèles de calculs théoriques, tout se passe comme si nous avions une sphère en or massif.

Sur la figure 2.31 on peut voir deux images MEB d'une même sonde, après métallisation. La sphère est bien centrée sur la largeur du levier et ne présente pas de défaut majeur.

2.4.2 Echantillons d'or : mesure de rugosité

Pour mesurer la force de Casimir, il nous faut deux miroirs formant une cavité. L'un des miroirs, nous venons de le voir, est une sphère recouverte d'or. Le deuxième miroir quant à lui, est la surface d'un échantillon. Pour tester notre appareil, nous avons d'abord commencé l'étude par une surface connue théoriquement et expérimentalement par la communauté Casimir : une surface d'or. De la même manière que précédemment sur les sphères, recouvrir une surface de 200 nm d'or est suffisant pour la considérer comme un échantillon en or massif.

Il nous faut des échantillons les moins rugueux possibles : la force de Casimir est en effet très sensible en z. Nous avons donc testé différentes configurations de dépôt et de substrats pour trouver la meilleure configuration possible. Les dépôts ont été



(a) (b)

FIGURE 2.31 – (a) Image MEB d'un levier CSC 17 Ti-Pt de chez MikroMasch avec une sphère de polystyrène de 40 μm de diamètre, recouverte d'une couche d'accroche de titane puis d'une couche d'or. (b) Détails de la sphère recouverte d'or.

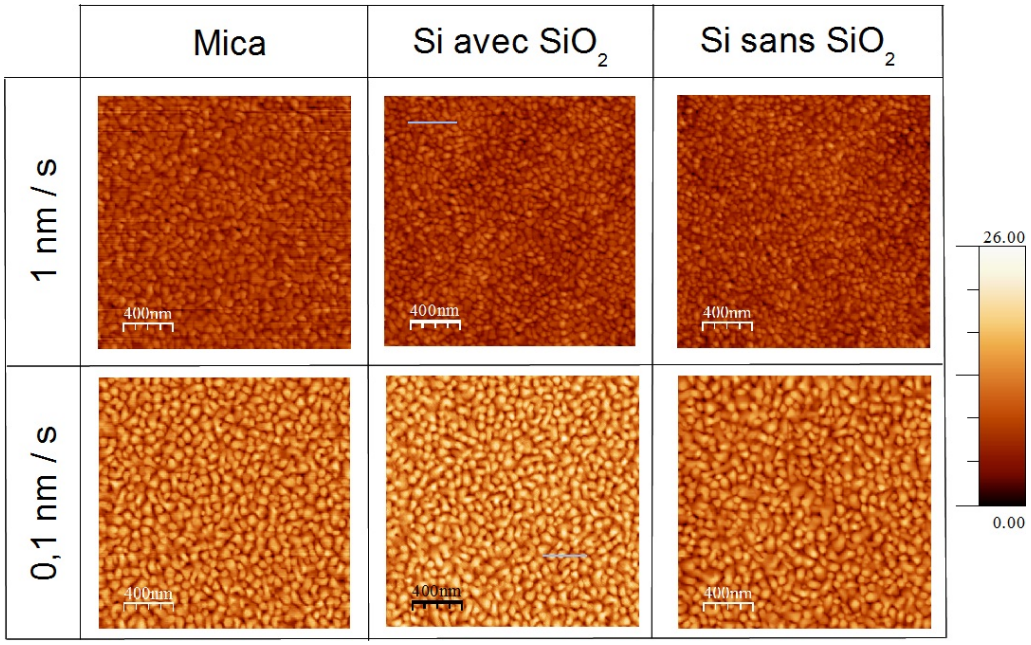
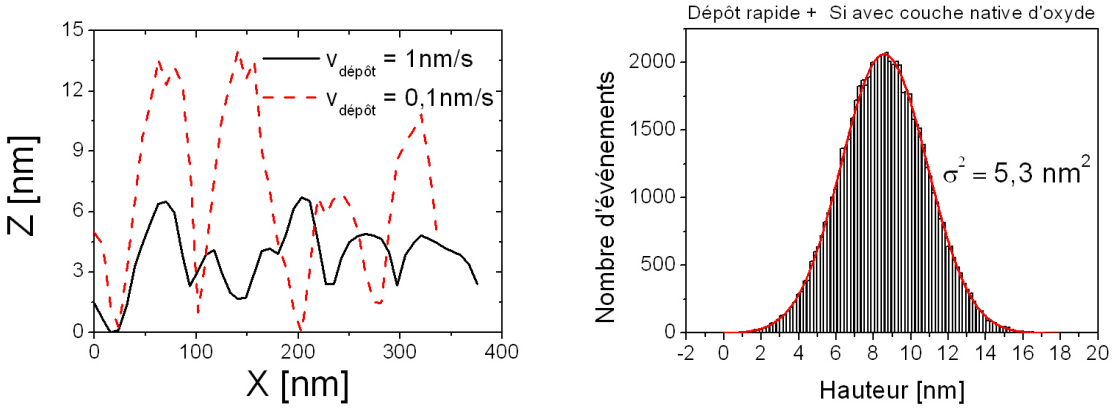


FIGURE 2.32 – Images AFM de $2 \times 2\mu$m de six dépôts d'or qui se distinguent les uns des autres par leurs substrats (mica frâichement clivé dans la première colonne, wafer de silicium avec sa couche native d'oxyde et enfin du silicium mais dont la couche d'oxyde a été enlevée par HF pour la dernière colonne) et par la vitesse de dépôt de l'or (une grande vitesse de 1nm/s pour la première ligne et une plus faible vitesse de 0,1nm/s pour la seconde). L'échelle en z est la même pour chaque image et elle est donnée en nanomètres.



(a) (b)

FIGURE 2.33 – (a) Section des images AFM de la deuxième colonne (substrat de silicium avec sa couche native d'oxyde). Chaque courbe correspond au segment bleu sur ces images. (b) Distribution de la rugosité de l'image AFM de la couche d'or obtenue sur du silicium brut et à grande vitesse de dépôt (1nm/s). Elle est de type gaussienne (courbe théorique en rouge) et on détermine une variance $\sigma^2 = 5.3$ nm^2.

réalisés à la salle blanche PTA, qui se trouve au CEA Grenoble, sur trois substrats :

- mica fraîchement clivé ;
- wafer de silicium avec sa couche native d'oxyde ;
- un autre morceau de galette de silicium mais dont la couche d'oxyde a été retirée en trempant le substrat dans un bain d'acide fluorhydrique.

Nous avons également regardé l'influence des vitesses d'évaporation de l'or sur la rugosité RMS (Root Mean Square). Nous avons réalisé deux dépôts de 200 nm avec des vitesses d'évaporation de l'or différentes :

- 1nm/s pour le premier (dépôt rapide)
- 0,1nm/s pour le second (dépôt plus lent)

Dans les deux cas, une couche d'accroche en titane de 20 nm d'épaisseur a été déposée entre le substrat et l'or à une vitesse de 0,1 nm/s. Le vide du bâti était autour de 10^{-7} mbar.

Nous avons ensuite caractérisé les surfaces sur un AFM commercial (D3100 Veeco) en réalisant des images en mode tapping (visibles sur la figure 2.32). On peut voir que l'or se dépose toujours sous forme de grains : la surface n'est pas lisse. La rugosité de surface RMS (Root Mean Square) a été mesurée à partir de ces images de $2 \times 2\mu$m. Les résultats sont répertoriés sur le tableau 2.1.

On peut en conclure que les substrats donnent un résultat équivalent. Par contre, la vitesse d'évaporation de l'or joue un rôle primordial : sans conteste, il vaut mieux utiliser un dépôt rapide (1nm/s) : les grains d'or sont plus petits en hauteur et en

	Dépôt rapide	Dépôt plus lent
Mica	2,1nm	3,3nm
Si avec couche d'oxyde	2,0nm	3,3nm
Si sans couche d'oxyde	1,9nm	2,9nm

TABLE 2.1 – Rugosité RMS d'une couche d'or de 200nm d'épaisseur déposée par évaporation sur différents substrats. La vitesse de dépôt est de 1nm/s pour le dépôt rapide et de 0,1nm/s pour le deuxième. Ces mesures ont été réalisées sur un AFM commercial à partir d'image de $2 \times 2\mu$m.

Echelle de distance	Courte distance z=10 nm	Distance intermédiaire z=100 nm	Grande distance z=500 nm
Surface peu rugueuse $\lambda_p \ll \lambda_c$	$\Delta = 16\%$	$\Delta = 0.32\%$	$\Delta = 0.04\%$
Surface très rugueuse $\lambda_p \gg \lambda_c$	$\Delta = 16\%$	$\Delta = 0.25\%$	$\Delta = 0.01\%$

TABLE 2.2 – Valeur de la correction relative $\Delta = \frac{\delta F_{sp}}{F_{sp}}$ apportée par la rugosité de surface sur les calculs théoriques de la force de Casimir en géométrie sphère-plan.

largeur (cf. figure 2.33). Nous n'utilisons pas ces vitesses pour la métallisation des sphères car la métallisation de ces échantillons a été effectuée dans un autre bâti qui n'a pas les mêmes contraintes expérimentales. Néanmoins, la rugosité de surface des sphères, caractérisée au cours de la thèse de Guillaume Jourdan [4], est comparable avec les valeurs mesurées sur ces surfaces planes : de l'ordre de 2-3nm RMS.

Nous n'avons pas essayé de recuire ces échantillons et voir l'impact d'un chauffage long et important sur la couche d'or. Cette méthode apporterait certainement une amélioration (on s'attend à obtenir une surface plus lisse avec la disparition des grains d'or) mais ceci dépasse le cadre de la thèse.

Par ailleurs, deux articles [61, 62] proposent une autre alternative : utiliser des techniques chimiques pour faire croître des cristaux d'or sur un substrat. Il serait intéressant d'explorer ces pistes.

Pour conclure cette étude, estimons la correction relative $\Delta = \frac{\delta F_{sp}}{F_{sp}}$ apportée par la rugosité de nos surfaces d'or sur le calcul théorique de la force de Casimir en géométrie sphère-plan. La distribution spatiale de la rugosité de nos surfaces d'or est de type gaussienne (cf. figure 2.33(b)). Pour le dépôt d'or rapide (1nm/s) sur un wafer de silicium avec sa couche native d'oxyde, on trouve :

- une longueur de corrélation (figure 2.33(a)) $\lambda_c \approx$100 nm ;
- une variance (figure 2.33(b)) $\sigma^2 = 5.3$ nm^2

En appliquant les relations données dans le chapitre 1, on obtient le tableau 2.2

pour différentes tailles de cavité sphère-plan z. Néanmoins, les résultats de ce tableau ne donnent que les tendances : la longueur plasma de l'or étant de 136 nm, nos surfaces sont dans le régime intermédiaire où $\lambda_p \approx \lambda_c$ et non pas dans les régimes extrêmes calculés ($\lambda_p \ll \lambda_c$ et $\lambda_p \gg \lambda_c$). On peut toutefois conclure que la rugosité est négligeable pour nos mesures : la correction relative Δ ne devient importante qu'aux courtes distances z, distances non sondées expérimentalement à cause d'un problème de non-linéarité de la mesure (saut au contact).

2.4.3 Fixation des échantillons et des sondes sur leur support

Nous fixons les échantillons et les sondes de force en les collant sur leur support. Comme il est nécessaire qu'ils soient connectés électriquement, on utilise des colles conductrices.

Les échantillons sont fixés avec de la colle époxy conductrice à deux composants. Celle-ci nécessite un temps de séchage d'une heure à 80°C. Elle ne peut pas être dissoute chimiquement : le collage de l'échantillon est donc définitif.

En ce qui concerne les microleviers AFM, nous avons peu de supports à notre disposition. Or, nous changeons fréquemment ces sondes, dès qu'il y a un doute sur leur état de surface (contact avec l'échantillon, contamination si elles sont restées longtemps à l'air libre à l'extérieur de leur boîte de stockage). Nous préférons donc utiliser de la laque d'argent pour les fixer puisque celle-ci se dissout avec de l'alcool ou de l'acétone. De plus, la laque d'argent offre une solution plus simple que la colle conductrice bi-composant puisqu'elle sèche très rapidement. Il est en effet plus difficile de placer un microlevier qu'un échantillon dans une étuve : le levier dépasse du support et a plus de risques d'être cassé. La laque d'argent a cependant un inconvénient : nous ne savons pas comment elle se transforme à basse température. Dans tous les cas, nous n'avons jamais eu de problème de connexion électrique avec les sondes.

Chapitre 3

La sonde de force : le microlevier

Sommaire

3.1 Modélisation des modes propres du microlevier 73
3.1.1 Modèle du levier rectangulaire sans la sphère 73
3.1.2 Modèle du levier rectangulaire avec prise en compte de la sphère : approximation de la masse ponctuelle 76
3.2 Le microlevier : une sonde de force 80
3.2.1 Réponse mécanique du microlevier à une force extérieure 80
3.2.2 Mesure en mode dynamique : mesure d'un gradient de force 83
3.3 Amortissement visqueux 84
3.3.1 Expérience 86
3.3.2 Analyse des résultats 89
3.4 Bruit et résolution en force à 300 K 92
3.4.1 Composition du bruit 93
3.4.2 Différence entre les mesures statiques et dynamiques . . . 97
3.5 Bruit laser et action en retour du système de détection optique 99
3.5.1 Couplage opto-mécanique : $\ll$ self-cooling $\gg$ et auto-oscillation 99
3.5.2 Description théorique du bruit laser 102
3.5.3 Expérience 108
3.5.4 Amélioration du rapport signal sur bruit 116
3.5.5 Conclusion 119

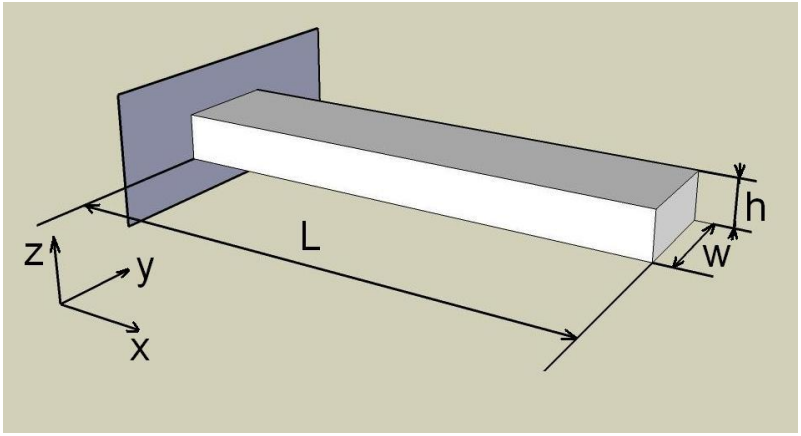


FIGURE 3.1 – Schéma du microlevier.

LE BUT de notre expérience est de mesurer une force faible (la force de Casimir) entre une sphère et un plan. Une force peut se définir comme une action mécanique qui se manifeste à travers les déplacements qu'elle induit sur un système test. Celui-ci se compose dans notre expérience d'un microlevier de microscope à force atomique (AFM) et d'une microsphère sur laquelle s'exerce la force de Casimir. Il convient donc d'établir la réponse mécanique $H(\omega)$ de notre levier pour interpréter en terme de force F la mesure de déplacement Z provoqué par celle-ci : $Z = H(\omega) \times F$.

3.1 Modélisation des modes propres du microlevier

3.1.1 Modèle du levier rectangulaire sans la sphère

Considérons tout d'abord le microlevier comme une poutre encastrée de longueur L et de section rectangulaire constante, de dimension $A = h \times w$ (cf. figure 3.1). Nous intégrerons la microsphère à ce modèle dans la section 3.1.2 page 76.

Constante de raideur statique

Sous l'action de la force appliquée dans la direction Z en $x = L$, la poutre se déforme avec un rayon de courbure $\mathcal{R}(x)$ donné par [63] :

$$\frac{1}{\mathcal{R}(x)} = \frac{M(x)}{EI} \tag{3.1}$$

où $M(x)$ est le moment de la force de flexion, E le module d'Young du matériau constituant le levier et $I = wh^3/12$ est le moment d'inertie du levier pour une section rectangulaire. Pour les petits rayons de courbure, on peut écrire $\frac{1}{\mathcal{R}(x)} \approx \frac{\partial^2 u}{\partial x^2}$ où $u(x)$

représente la déformation du levier et il vient :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{M(x)}{EI} \tag{3.2}$$

Le moment en x de la force appliquée à l'extrémité étant le produit de cette force par le bras du levier, $M(x) = F \times (L - x)$, nous pouvons intégrer l'équation (3.2) et la déformation du microlevier est donnée par :

$$u(x) = \frac{2x^2(3L - x)}{Ewh^3} F \tag{3.3}$$

En particulier, la déformation à l'extrémité de la poutre s'écrit :

$$u(L) = \frac{4L^3}{Ewh^3} F \tag{3.4}$$

Cette relation (3.4) montre que le levier se comporte comme un ressort de constante de raideur k qui oppose une force $F = ku(L)$ à un écart $u(L)$ de la position d'équilibre de sorte que :

$$k = \frac{E}{4} w \left(\frac{h}{L}\right)^3 \tag{3.5}$$

Les modes propres de flexion du microlevier

L'amplitude de vibration $u(x,t)$ du microlevier obéit à l'équation d'Euler-Bernouilli [64] :

$$\frac{\partial^4 u}{\partial x^4} + \frac{12\rho}{Eh^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^4} = 0 \tag{3.6}$$

où ρ est la masse volumique du matériau constitutif de la poutre.

Le microlevier est soumis à des contraintes au niveau de chaque extrémité qui restreignent le profil qu'il peut adopter. Son encastrement en $x = 0$ impose :

$$u(x = 0) = 0, \text{ et } \left.\frac{\partial u}{\partial x}\right|_{x=0} = 0 \tag{3.7}$$

En $x = L$, le microlevier est libre. Le moment et la force s'annulent :

$$\left.\frac{\partial^2 u}{\partial x^2}\right|_{x=L} = 0, \text{ et } \left.\frac{\partial^3 u}{\partial x^3}\right|_{x=L} = 0 \tag{3.8}$$

Cherchons des solutions de (3.6) de la forme :

$$u(x,t) = a(t)U(x) \tag{3.9}$$

La séparation des variables x et t permet d'extraire deux relations de (3.6) où on introduit une constante de séparation ω :

1.
$$\frac{d^2a(t)}{dt^2} + \omega^2 a(t) = 0 \tag{3.10}$$
dont la solution en notation complexe s'écrit :
$$a(t) = a(0)\mathrm{e}^{\mathrm{i}\omega t} \tag{3.11}$$

2.
$$\frac{d^4U(x)}{dx^4} = \alpha^4 U(x) \tag{3.12}$$
$$\text{avec } \alpha^4 = \frac{12\rho}{Eh^2}\omega^2 \tag{3.13}$$

L'équation (3.12) admet pour solution générale :
$$U(x) = a\cos(\alpha x) + b\sin(\alpha x) + c\cosh(\alpha x) + d\sinh(\alpha x) \tag{3.14}$$

a, b, c et d sont les constantes d'intégration que l'on détermine à partir des conditions aux limites (3.7) et (3.8). Celles-ci impliquent ainsi que $a = -c$, $b = -d$ et que seules des valeurs discrètes de α sont autorisées. Les $(\alpha_n)_{n\in\mathbb{N}}$ doivent vérifier la relation :
$$\cos(\alpha_n L)\cosh(\alpha_n L) + 1 = 0 \tag{3.15}$$

On pose $\alpha_n L = \eta_n$ et les valeurs η_n satisfaisant l'égalité (3.15) pour le mode fondamental et les trois premiers modes sont :
$$\begin{aligned} \eta_0 &= 1,88 \\ \eta_1 &= 4,69 \\ \eta_2 &= 7,85 \\ \eta_3 &= 11,00 \end{aligned} \tag{3.16}$$

La solution de l'équation (3.12) s'écrit :
$$U_n(x) = a\Big[(\cos(\alpha_n x) - \cosh(\alpha_n x)) - \frac{(\cos(\eta_n) + \cosh(\eta_n))}{(\sin(\eta_n) + \sinh(\eta_n))}(\sin(\alpha_n x) - \sinh(\alpha_n x))\Big] \tag{3.17}$$
où a est l'amplitude de vibration déterminée par les conditions initiales.

Les profils des quatre premiers modes propres sont visibles sur la figure 3.2.

Par ailleurs, à partir de la relation (3.13), on peut déterminer les valeurs discrètes de ω : $\omega_n = 2\pi f_n$ qui sont les fréquences de résonance des modes propres de vibration du levier :
$$\omega_n = \eta_n^2 \frac{h}{L^2}\sqrt{\frac{E}{12\rho}} \tag{3.18}$$

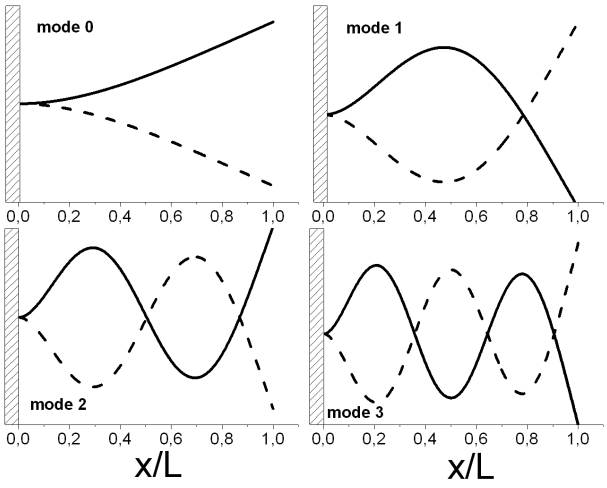


FIGURE 3.2 – Profils du mode fondamental et des trois premiers harmoniques.

Et en particulier, la fréquence de résonance du mode fondamental s'écrit :

$$\omega_0 = 1,02\frac{h}{L^2}\sqrt{\frac{E}{\rho}} \tag{3.19}$$

Enfin, le mouvement du microlevier $u(x,t)$, que l'on notera aussi $z(x,t)$ est décrit par un ensemble d'oscillations harmoniques indépendants :

$$u(x,t) = z(x,t) = \sum_{n=0}^{\infty} a_n(t)U_n(x) \tag{3.20}$$

3.1.2 Modèle du levier rectangulaire avec prise en compte de la sphère : approximation de la masse ponctuelle

Intégrons maintenant la microsphère au modèle de la poutre que nous venons de développer au paragraphe précédent. La sphère apporte une masse supplémentaire à l'extrémité du levier. La masse linéique de celui-ci ne peut donc plus être considérée comme homogène le long de sa longueur L. Cependant, la résolution de l'équation (3.12) dans un tel cas est très difficile. Afin d'obtenir une expression analytique approchée des premiers modes de vibration, nous pouvons simplifier le problème en concentrant la sphère sur une portion ε_s supposée négligeable devant la longueur de la structure L (cf. figure 3.3). La poutre a ainsi une masse linéique homogène pour $x \in [\,0; L\,[$. La masse m_s de la sphère est quant à elle intégrée dans les conditions aux limites en $x = L$. La force F en L n'est plus nulle et elle est égale à l'inertie de la sphère :

$$F(x=L) \equiv EI\left.\frac{\partial^3 u(x,t)}{\partial x^3}\right|_{x=L} = m_s\frac{d^2u(L,t)}{dt^2} \tag{3.21}$$

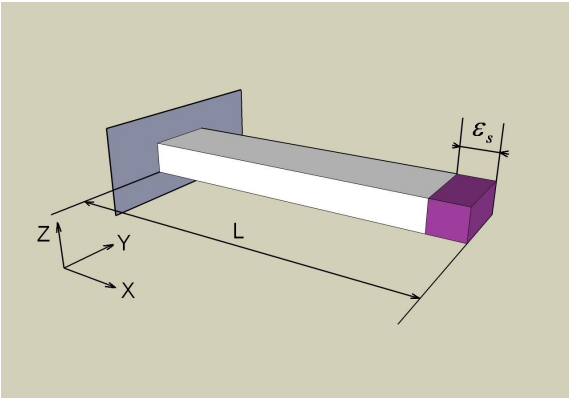


FIGURE 3.3 – La sphère s'intègre dans le problème par une modification des conditions auc limites en $x = L$.

La condition aux limites sur le mode de pulsation ω_n s'écrit donc :

$$EI \left.\frac{d^3U_n(x)}{dx^3}\right|_{x=L} = -m_s U_n(L)\omega_n^2 \tag{3.22}$$

Or, $\omega_n^2 = EI\alpha_n^4/\rho wh$. En posant $\widetilde{m} = m_s/m_c$ le rapport entre la masse de la sphère m_s et la masse du cantilever $m_c = \rho whL$, (3.22) devient :

$$\frac{d^3U_n}{dx^3}(x = L) = -\widetilde{m}\ \alpha_n^4\ L\ U_n(x = L) \tag{3.23}$$

De plus, le moment en $x = L$ est proportionnel au moment d'inertie de la sphère I_{sphere} qui est très petit. Le moment de la force de flexion en $x = L$ peut donc être négligé.

On cherche les solutions de l'équation (3.12) sous la forme générale (3.14). Les conditions aux limites en $x = 0$ (3.7) ne changent pas et impliquent que $a = -c$ et $b = -d$. On a ainsi :

$$U_n(x) = a(\cos(\alpha_n x) - \cosh(\alpha_n x)) + b(\sin(\alpha_n x) - \sinh(\alpha_n x)) \tag{3.24}$$

A partir de cette forme de la solution (3.24) et des conditions aux limites en $x = L$, on peut déterminer les paramètres a, b et $\eta_n = \alpha_n L$. L'annulation du moment et la valeur de la force F en L (voir l'équation (3.23)) déterminent en effet deux rapports a/b notés respectivement e_M et e_F :

$$e_M = \frac{a}{b} = -\frac{\sin(\eta_n) + \sinh(\eta_n)}{\cos(\eta_n) + \cosh(\eta_n))} \tag{3.25}$$

$$e_F = \frac{a}{b} = \frac{\cos(\eta_n) + \cosh(\eta_n) - \widetilde{m}\ \eta_n(\sin(\eta_n) - \sinh(\eta_n))}{\sin(\eta_n) - \sinh(\eta_n) + \widetilde{m}\ \eta_n(\cos(\eta_n) - \cosh(\eta_n))} \tag{3.26}$$

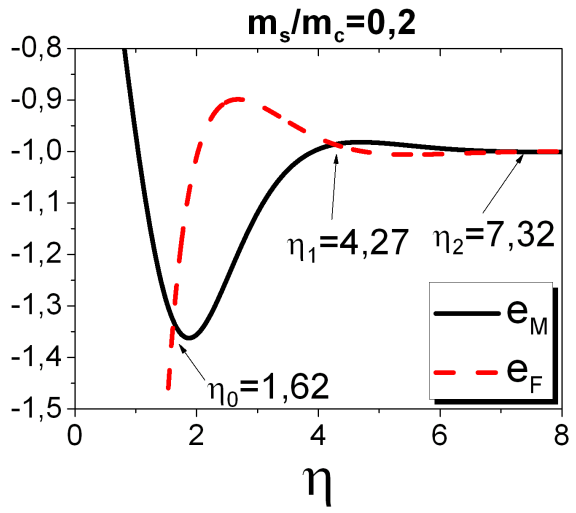
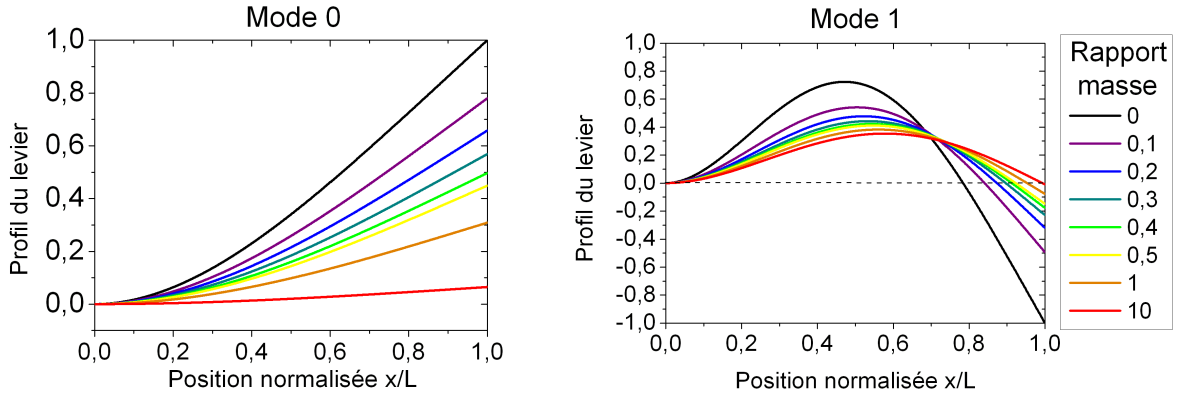


FIGURE 3.4 – Recherche des modes propres : les coordonnées des points d'intersection des courbes e_M et e_F définissent les paramètres η_n du mode propre de vibration d'ordre n.

$\widetilde{m}$	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	1	10
η_0	1,88	1,72	1,62	1,54	1,47	1,42	1,25	0,74
η_1	4,69	4,40	4,27	4,19	4,14	4,11	4,03	3,94
η_2	7,85	7,45	7,32	7,25	7,22	7,19	7,13	7,08

TABLE 3.1 – Valeurs de η_n des premiers modes pour des masses de sphère croissantes.



(a) (b)

FIGURE 3.5 – Profils des deux premiers modes propres en fonction du rapport des masses $\widetilde{m} = m_s/m_c$. Chaque courbe a été divisée par la valeur maximale du profil obtenu pour $\widetilde{m} = 0$ (courbe noire).

	NSC-18	CSC-17
L [μm]	230	460
w [μm]	40	50
h [μm]	3	2
$\widetilde{m} = \frac{m_s}{m_c}$	0,4	0,2

TABLE 3.2 – Données du constructeur de deux catégories de microleviers AFM commerciaux utilisés au cours de cette thèse. Le rapport $\widetilde{m}$ est donné pour chacun des leviers en considérant une métallisation de 80 nm d'or d'un côté et 200 nm de l'autre. La masse de la sphère a été calculée pour une sphère en polystyrène de 40 μm de diamètre recouverte d'une coquille en or de 200 nm d'épaisseur.

L'intersection des deux courbes e_M et e_F définissent les modes η_n. Le graphique (3.4) présente un exemple pour $\widetilde{m} = 0,2$. Le tableau 3.1 fournit les valeurs des trois premiers modes de la structure pour des masses de sphères croissantes.

A partir des graphiques 3.5, on peut conclure que le profil du mode fondamental de vibration change peu avec l'intégration de la sphère. L'amplitude maximale varie mais celle-ci est fonction des conditions initiales. Par contre, la sphère induit de plus grands effets sur les modes supérieurs. On peut ainsi voir que $U_n(L)$ tend vers une amplitude nulle avec l'augmentation de la masse de la sphère. La part des harmoniques devient par conséquent négligeable dans la description du mouvement de celle-ci ($z(L,t)$ équation (3.20)). Tout se passe comme si l'extrémité de la poutre devenait un point d'ancrage.

En ce qui concerne notre expérience, nous avons utilisé principalement deux types de leviers commerciaux de marque MikroMasch : NSC-18 et CSC-17. Ces deux catégories de levier sont en silicium ($\rho_{\mathrm{Si}} = 2330$ kg/m^3) et sont recouverts de 15 nm de titane ($\rho_{\mathrm{Ti}} = 4510$ kg/m^3) et de 10 nm de platine ($\rho_{\mathrm{Pt}} = 21500$ kg/m^3) sur leur dos, pour en augmenter la réflectivité (utile dans le cadre d'une utilisation classique des leviers d'AFM). Une sphère, en polystyrène ($\rho_{polyst} = 1050$ kg/m^3), est collée à l'extrémité de chaque microlevier. Nous métallisons ensuite l'ensemble {levier + sphère} avec de l'or ($\rho_{\mathrm{Au}} = 19250$ kg/m^3) : environ 80 nm sur le dos et 200 nm du côté en dessous. Pour donner un ordre de grandeur des masses des sphères, nous pouvons représenter leur couche d'or comme une coquille de 200 nm d'épaisseur qui recouvre toute leur surface. On obtient ainsi, un rapport $\widetilde{m} = m_s/m_c$ de l'ordre de 0,2 pour les leviers CSC-17 et 0,4 pour les NSC-18 (cf. tableau 3.2).

Ce modèle assez grossier où l'on assimile la sphère à une masse ponctuelle est valable lorsque ε_s est petit devant la longueur de déformation du mode n. Donc, plus n sera grand, moins cette hypothèse sera correcte. Par conséquent, ce modèle nous donne plutôt une tendance des premiers modes. Pour aller plus loin, nous pourrions prendre en compte le déportement de la masse de la sphère en dehors du levier.

3.2 Le microlevier : une sonde de force

3.2.1 Réponse mécanique du microlevier à une force extérieure

Il est important de noter que l'on ne mesure pas directement la force exercée sur une microsphère à l'extrémité d'un microlevier mais le déplacement qu'elle induit sur le système. Il convient donc d'établir la réponse mécanique $H(\omega)$ de notre capteur de force pour obtenir une interprétation correcte de la mesure de déplacement. Pour cela, nous allons calculer la position de l'extrémité de levier $z(L,t) = z(t)$ lorsque le cantilever est excité mécaniquement, loin de la surface. L'approche rigoureuse de ce problème serait de déterminer les équations du mouvement à partir de l'équation (3.6) avec en plus un terme de force dissipative pour tenir compte de l'absorption d'énergie par le système. Mais la dynamique du mode fondamental du levier peut être décrite de façon tout à fait satisfaisante avec un modèle phénoménologique de l'oscillateur harmonique à une dimension. Ce modèle est efficace et plus simple que l'équation d'Euler-Bernouilli.

Loin de la surface, le levier est assimilé à un oscillateur harmonique de constante de raideur k. Sous l'action d'une force sinusoïdale d'amplitude F_0 et de fréquence ω, l'équation du mouvement s'écrit :

$$m_{\text{eff}} \frac{d^2 z(t)}{dt^2} + m_{\text{eff}} \gamma \frac{dz(t)}{dt} + kz(t) = F_0 \mathrm{e}^{\mathrm{i}\omega t} \tag{3.27}$$

avec m_{eff} la masse effective qui est à déterminer et $F_D = -m_{\text{eff}} \gamma \frac{dz}{dt}(t)$ une force dissipative de type visqueux caractérisée par un coefficient de frottement γ.

La masse effective m_{eff} est choisie de telle façon que la fréquence de résonance f_0 corresponde au mode résonnant donné par l'équation (3.19). Cette condition est remplie si :

$$\omega_0 = 2\pi f_0 = \sqrt{\frac{k}{m_{\text{eff}}}} \tag{3.28}$$

En remplaçant k par son expression (3.5) et en utilisant la relation (3.19), la masse effective est donnée par :

$$m_{\text{eff}} = \frac{3}{\eta_0^4} m \tag{3.29}$$

où $m = \rho w h L = m_c$ est la masse du levier (on rappelle que l'équation 3.5 a été obtenue dans le cas du modèle du levier rectangulaire seul). Pour prendre en compte la masse de la sphère, on peut intuitivement étendre cette formulation à la masse totale du système {levier+sphère} à savoir : $m = m_t = m_c + m_s$. Pour $\widetilde{m} = 0$, $m_{\text{eff}} = 0,24 m_t$; pour $\widetilde{m} = 0,2$, $m_{\text{eff}} = 0,43 m_t$ et pour $\widetilde{m} = 0,4$, $m_{\text{eff}} = 0,64 m_t$.

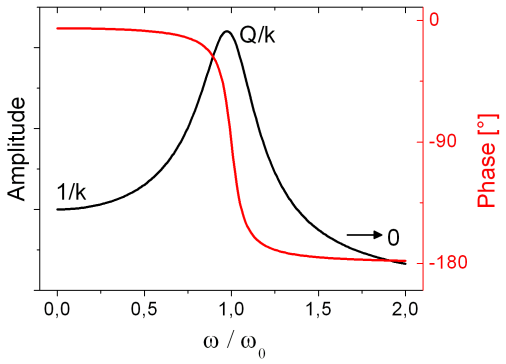


FIGURE 3.6 – Allure du module de la fonction de transfert ou réponse mécanique du microlevier $H(\omega)$. $z_L(\omega) = F \times |H(\omega)|$ et $\varphi(\omega) = \arg(H(\omega))$.

La solution de l'équation du mouvement (3.27) est simple : $z(t) = z_L e^{i(\omega t+\varphi)}$ avec z_L l'amplitude d'oscillation du levier et φ le retard de phase du levier par rapport à l'excitation. De l'équation (3.27), on tire :

$$z(t) = \frac{F_0 e^{i\omega t}}{m_{\text{eff}}} \cdot \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2 + i\gamma\omega} \tag{3.30}$$

qui permet de définir la réponse de l'oscillateur dans le domaine fréquentiel :

$$H(\omega) = \frac{z}{F_{ext}} = \frac{1}{m_{\text{eff}}} \cdot \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2 + i\gamma\omega} \tag{3.31}$$

La réponse mécanique du levier $H(\omega)$, appelée aussi fonction transfert, donne l'amplitude $z_L(\omega) = F_0 |H(\omega)|$ et la phase $\varphi(\omega)$ d'oscillation en fonction de la pulsation d'excitation :

$$z_L(\omega) = \frac{F_0}{m_{\text{eff}}} \cdot \frac{1}{\sqrt{\left(\omega_0^2 - \omega^2\right)^2 + \gamma^2\omega^2}} \tag{3.32}$$

$$\tan\varphi(\omega) = -\frac{\gamma\omega}{\omega_0^2 - \omega^2} \tag{3.33}$$

L'expression de l'amplitude est la racine carrée d'une lorentzienne centrée sur la fréquence de résonance de l'oscillateur. Son allure ainsi que celle de la phase sont réprésentées sur la figure 3.6.

La figure 3.7 montre les enregistrements des spectres de résonance du levier AFM obtenus avec une détection synchrone. En excitant mécaniquement avec un excitateur piézoélectrique, aussi appelé ≪ dither ≫, les courbes s'éloignent des courbes idéales de l'oscillateur harmonique (courbes noires). Ce phénomène est dû aux résonances parasites de l'excitateur et on obtient alors la réponse mécanique du système

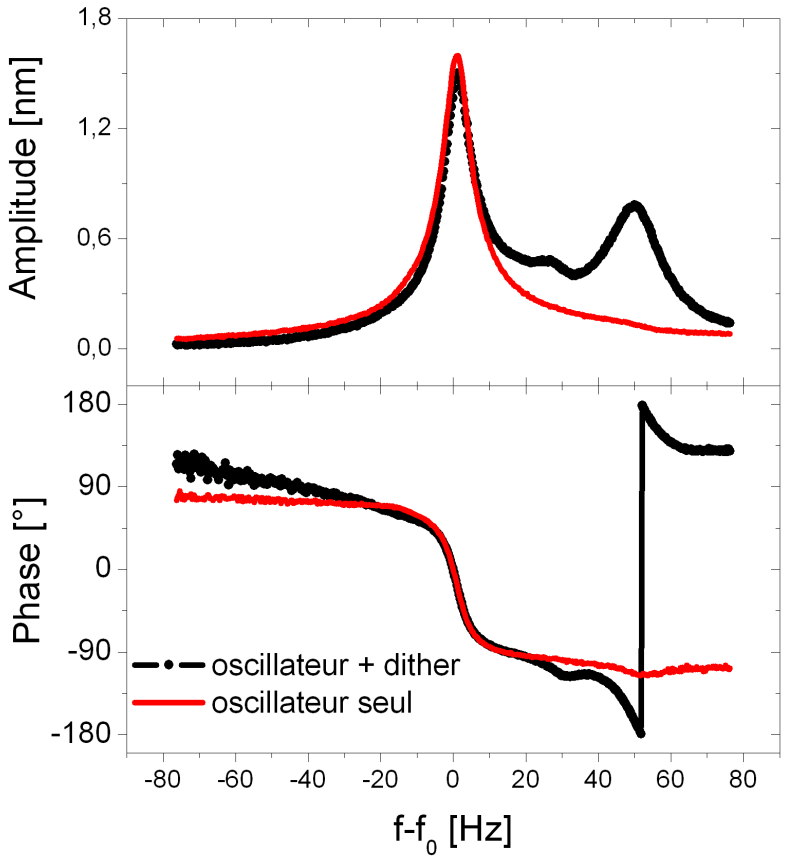


FIGURE 3.7 – Réponse mécanique du levier (oscillateur). Les courbes en noir correspondent à l'amplitude et à la phase de l'ensemble {levier+ dither} (le $\ll$ dither $\gg$ est l'excitateur piézoélectrique qui actionne mécaniquement le levier). Les courbes rouges décrivent la réponse mécanique de l'oscillateur seul : elles s'obtiennent en actionnant le levier avec une force de spectre plat telle que la force électrostatique.

{levier + dither}. Pour obtenir la réponse mécanique du levier seul, il faut que ce dernier soit excité par l'action d'une force à spectre plat : la force électrostatique par exemple. On obtient alors les courbes en rouge sur la figure 3.7.

Le coefficient γ se détermine graphiquement par la largeur $\Delta\omega$ de la courbe d'amplitude à la valeur $z_{L\,max}/\sqrt{2}$. Le facteur de qualité Q est donné par :

$$Q = \frac{\omega_0}{\Delta\omega} = \frac{\omega_0}{\gamma} \tag{3.34}$$

Sur la figure 3.7, la largeur γ est de 7 Hz pour une fréquence de résonance de 42900 Hz ce qui nous donne un facteur de qualité de 6100 à 4,2K et sous vide cryogénique. A température ambiante, cette valeur est divisée par 2-3 sous vide et par 20 à l'air.

3.2.2 Mesure en mode dynamique : mesure d'un gradient de force

Lorsque la sonde AFM, excitée à sa fréquence de résonance ω_0, est amenée au voisinage de la surface de l'échantillon, elle est soumise à une force additionnelle $F(z)$ qu'il faut ajouter au membre de droite de l'équation (3.27). Cette nouvelle équation n'est *a priori* pas soluble si on ne connaît pas la dépendance de F avec z. Cependant, dans l'hypothèse de petites oscillations, on peut faire un développement limité autour de la position moyenne z_0 du levier :

$$F(z) \approx F(z_0) + z\frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \tag{3.35}$$

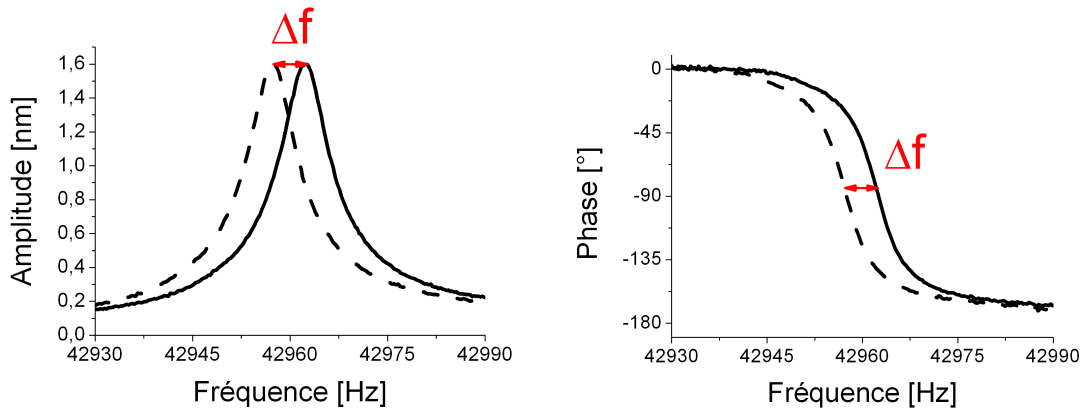
L'équation (3.27) devient alors :

$$\ddot{z} + \gamma\dot{z} + \left(\omega_0^2 - \frac{1}{m_{\text{eff}}}\frac{\partial F}{\partial z}(z_0)\right) z = \frac{F_0}{m_{\text{eff}}}\mathrm{e}^{\mathrm{i}\omega t} + \frac{F(z_0)}{m_{\text{eff}}} \tag{3.36}$$

Le terme $F(z_0)$ est indépendant du temps et ne crée qu'une déflexion statique du levier qui est négligeable pour ceux utilisés (dans le cas de la force électrostatique, pour une distance de 100 nm séparant la sphère et la surface et une différence de potentiel de 500 mV, on obtient une déflexion d'à peine 2 Å pour les leviers de 8 N/m et de 3.5 nm pour les leviers plus souples de 0.4 N/m). En revanche, le terme en z provoque une variation de la fréquence de résonance du système. Tout se passe comme si l'oscillateur prenait une constante de raideur effective $k_{\text{eff}} = k - \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)$. La nouvelle pulsation est donnée par :

$$\omega_m = \sqrt{\omega_0^2 - \frac{1}{m_{\text{eff}}}\frac{\partial F}{\partial z}(z_0)} \approx \omega_0\left(1 - \frac{1}{2k}\frac{\partial F}{\partial z}(z_0)\right) \tag{3.37}$$

$$\Delta\omega = \omega_m - \omega_0 = -\frac{\omega_0}{2k}\frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \tag{3.38}$$



(a) (b)

FIGURE 3.8 – L'application d'une force extérieure fait varier la fréquence de résonance d'une quantité Δf visible sur l'amplitude (a) et la phase (b) de l'oscillateur. Cette variation est négative dans le cas d'une force attractive. La phase est le signal le plus sensible à une variation de fréquence. On choisit donc une boucle à verrouillage de phase pour mesurer Δf.

En mode dynamique, c'est-à-dire en faisant osciller le levier à sa fréquence de résonance, nous ne sommes pas sensibles à la force elle-même mais au gradient de cette force. Dans le cas d'une force attractive (comme la force électrostatique ou la force de Casimir) qui rend le gradient positif avec la convention que z augmente au fur-et-à-mesure que l'on s'éloigne de la surface, $\Delta\omega$ sera négatif.

En pratique, on mesure plutôt Δf que $\Delta\omega$ et on a :

$$\Delta f = \frac{\Delta\omega}{2\pi} = -\frac{f_0}{2k}\frac{\partial F}{\partial z}(z_0) \tag{3.39}$$

On remarque sur la figure 3.8 que la phase de l'oscillateur est plus sensible à une variation de fréquence que l'amplitude. On utilise une boucle à verrouillage de phase (ou $\ll$ PLL $\gg$ pour Phase-Locked Loop) pour mesurer Δf. Une PLL est un système d'asservissement sur la phase φ qui détermine la nouvelle fréquence d'excitation à appliquer de façon à retrouver la commande d'entrée en sortie, à savoir une phase nulle.

3.3 Amortissement visqueux

On sait que la dynamique des oscillateurs mécaniques (NEMS, leviers AFM, ...) dépend fortement du fluide dans lequel ils vibrent [65, 66]. Pour s'en convaincre, on peut simplement voir la variation de leur facteur de qualité Q : alors que dans un environnement cryogénique et/ou sous vide, Q peut atteindre des valeurs de

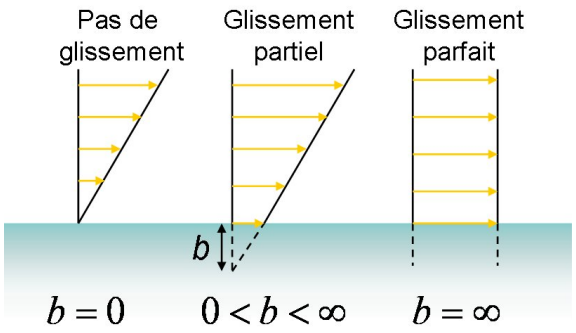


FIGURE 3.9 – Définition de la longueur de glissement b qui définit les différents régimes (glissement parfait, partiel ou aucun glissement). b correspond à la profondeur dans le solide pour laquelle l'extrapolation linéaire du profil des vitesses s'annule.

quelques dizaines de milliers [67, 68], il chute considérablement à pression ambiante ou en milieu liquide [47]. De plus, il a été montré récemment, tant théoriquement qu'expérimentalement, que l'approche d'un oscillateur près d'une surface affecte également sa dynamique [69, 70]. Ainsi, A. Siria *et al.* ont prouvé que dans l'air et à température ambiante, approcher une surface plane près d'un microlevier fait chuter drastiquement le facteur de qualité de ce dernier et va même jusqu'à geler ses vibrations mécaniques [70].

La mesure de Casimir consiste à approcher d'une surface une sphère collée à l'extrémité d'un microlevier AFM. On peut donc se demander comment le fluide placé dans la cavité formée par la sphère et le plan modifie la dynamique du microlevier. Par ailleurs, la cavité est de taille micrométrique et pose donc le problème de modélisation de la dynamique du fluide. Depuis quelques années, les expériences de micro- et nano-fluidique montrent en effet que les propriétés des fluides circulant dans un milieu confiné (comme les nano-canaux [71]) sont très différentes de celles rencontrées à l'échelle macroscopique. En particulier, ils ont montré que la traditionnelle condition aux limites de ≪ non-glissement ≫ (la vitesse du fluide à la surface d'un solide est la même que celle de cette surface) ne s'applique plus dans le cas de cavité nano- ou micrométrique [72]. On peut noter que dès le XIX^{e} siècle et la formulation de l'équation de Navier-Stokes, les scientifiques se sont penchés sur la question des conditions aux limites en hydrodynamique et ont supposé l'existence d'un régime de glissement partiel. Maxwell a ainsi été le premier à proposer l'idée que le fluide peut glisser à la surface du solide [73]. Il a introduit une longueur caractéristique qui quantifie le glissement du fluide sur la surface solide : la longueur de glissement b. Celle-ci est définie comme la distance dans le solide pour laquelle l'extrapolation linéaire du profil de vitesse disparaît (cf. figure 3.9). Mais, du fait du bon accord théorie-expérience pour les échelles macroscopiques, la condition de non-glissement est restée la plus couramment usitée pendant plus d'un siècle.

Le but que nous nous donnons dans cette section est de savoir si la dynamique de notre levier peut être modifiée par le gaz d'échange, les mesures à basse température

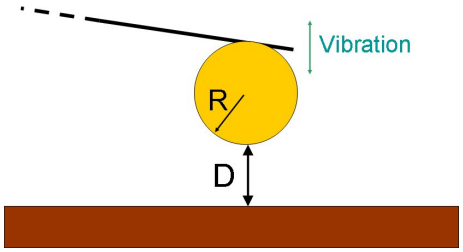


FIGURE 3.10 – Schéma de l'expérience : le microlevier est excité mécaniquement autour de sa fréquence de résonance. On mesure avec une détection synchrone l'amplitude de vibration en approchant une surface plane en or de la sphère de rayon R. La présence de la cavité sphère-plan modifie la dynamique du levier (en particulier son facteur de qualité).

étant réalisées à faible pression d'hélium (pour obtenir une bonne thermalisation). Par la même occasion nous verrons comment les conditions aux limites des propriétés du fluide varient avec la pression.

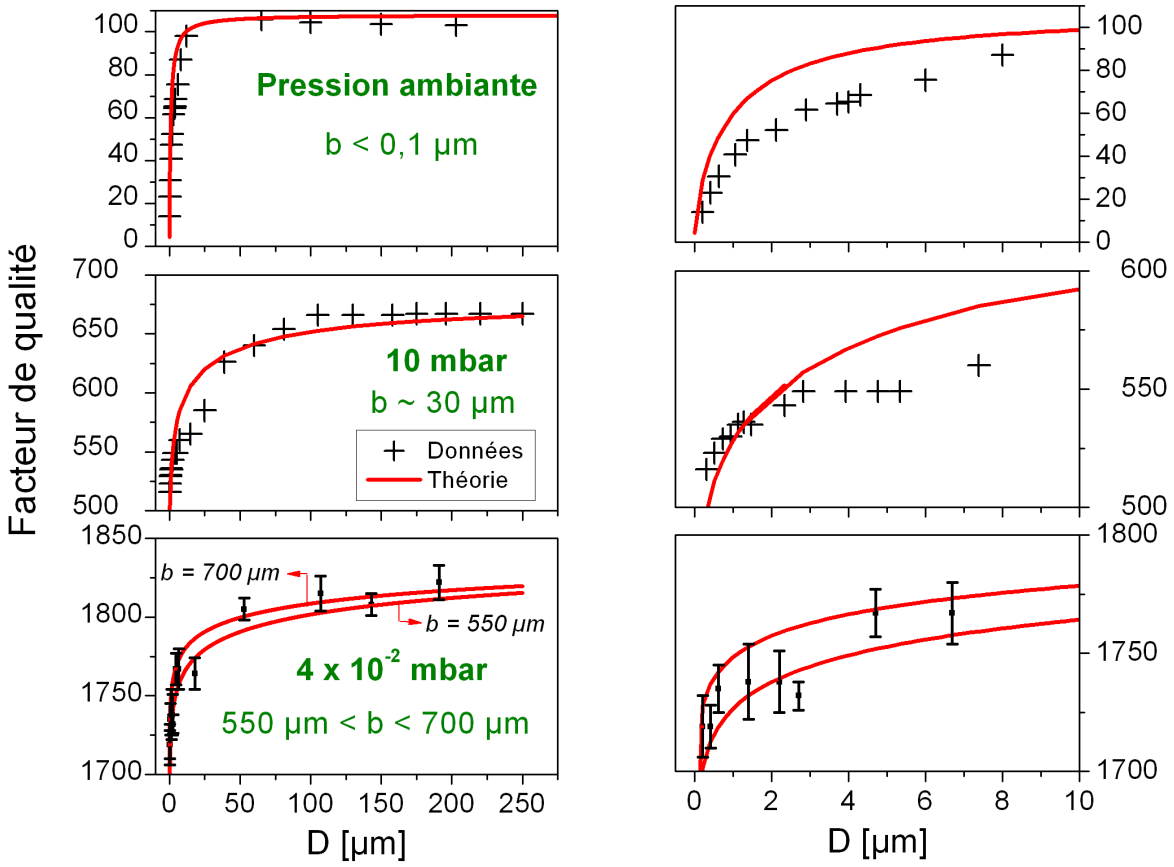
3.3.1 Expérience

Nous avons réalisé les expériences à 300 K sous trois pressions différentes : sous vide primaire (4×10^{-2} mbar), sous vide partiel (10 mbar) et à pression ambiante. Le microlevier est un modèle commercial CSC-17 de chez MikroMasch. Une sphère en polystyrène de 40 μm de diamètre a été collée à son extrémité et l'ensemble {sphère + microlevier} a été recouvert d'or (au moins 200 nm sur la sphère). La constante de raideur mesurée à partir des spectres de mouvement brownien à 300 K est $k = 0.9$ N/m et sa fréquence de résonance est $\omega_0/2\pi = 9390$ Hz.

Le microlevier est actionné mécaniquement par l'excitateur piézoéléctrique et on enregistre ses spectres de résonance avec une détection synchrone pour différentes distances sphère-échantillon D. La distance D entre la sphère et le plan est déterminé par la force électrostatique, comme on le verra dans le chapitre 4, avec une erreur de l'ordre de 2%. En ajustant les courbes d'amplitudes par la relation :

$$A(f) = \frac{A_0}{\sqrt{(f_0^2 - f^2)^2 + \gamma'^2 f^2}} \tag{3.40}$$

on détermine le facteur de qualité pour chaque distance D par $Q = f_0/\gamma'$, où γ' s'exprime en [Hz]. Les résultats obtenus sont visibles sur la figure 3.11. On peut remarquer que le facteur de qualité chute lorsque la distance D diminue. A pression ambiante, le confinement du fluide entre la sphère et l'échantillon va même jusqu'à geler les vibrations du levier : le facteur de qualité Q tend vers 0.



(a) (b)

FIGURE 3.11 – Facteur de qualité Q d'un microlevier avec une sphère collée à son extrémité, en fonction de la distance D entre la sphère et l'échantillon. Ces expériences ont été réalisées à température ambiante pour trois pressions différentes. La mesure à pression partielle (10 mbar) a été réalisée sous hélium et non pas à l'air comme les deux autres mesures. Cette différence ne change pas les conclusions de notre étude : l'air et l'helium ont une viscosité semblable (1.8×10^{-5} kg.m^{-1}.s^{-1} pour l'air et 1.9×10^{-5} kg.m^{-1}.s^{-1} pour l'hélium). Les barres d'erreur verticales sont contenues dans les croix ou représentées explicitement dans le dernier graphique. Malgré les incertitudes, on peut conclure qualitativement que les conditions aux limites du fluide sur les surfaces de la cavité sont profondément changées avec la pression du gaz. On passe d'une longueur de glissement b quasi nulle à une longueur de plusieurs centaines de microns en diminuant la pression. (b) Zoom de (a) sur les 10 premiers microns. Attention, les échelles en ordonnée ont été modifiées.

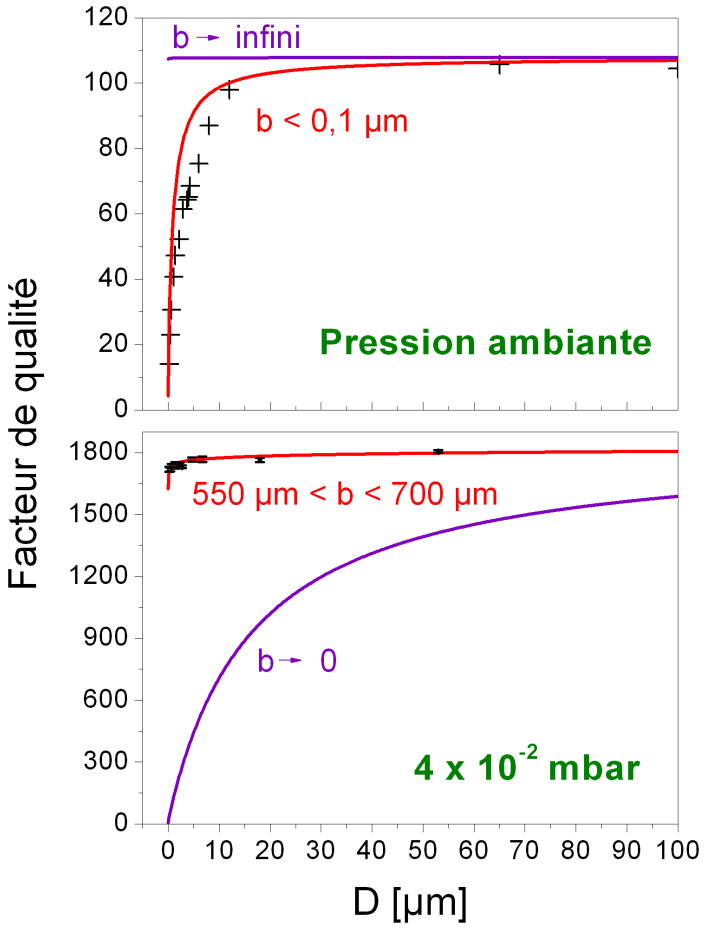


FIGURE 3.12 – Evolution du facteur de qualité Q en fonction de la distance sphère-plan pour différentes valeurs de longueur de glissement b. Comme le montre les courbes rouges, le meilleur ajustement des courbes théoriques avec les données expérimentales (symboles noirs) est obtenu pour un très petit b dans les cas des mesures à pression ambiante et pour un $b \sim 600\mu$m sous vide.

Pression et nature du gaz environnant	ρ [kg.m^{-3}]	η [kg.m^{-1}.s^{-1}]	$\nu = \eta/\rho$ [m^2.s^{-1}]	$\delta = \sqrt{2\nu/\omega_0}$
1 atm - air	1.205	1.8×10^{-5}	1.5×10^{-5}	$\approx 20\mu$m
10 mbar - hélium	1.7×10^{-3}	1.9×10^{-5}	1.1×10^{-2}	$\approx 600\mu$m
4×10^{-2} mbar - air	3×10^{-6}	1.8×10^{-5}	6	≈ 14 mm

TABLE 3.3 – Valeurs de la couche limite δ donnant l'ordre de grandeur de la séparation en dessous de laquelle on peut considérer nos mesures comme quasi-statiques. ρ est la densité du fluide, η la viscosité dynamique qui est indépendante de la pression et ν la viscosité cinématique. Les valeurs numériques données sont valables pour une température de 300 K.

3.3.2 Analyse des résultats

Maali *et al.* ont montré expérimentalement que la force hydrodynamique était une interaction purement dissipative, sans partie élastique [74]. Cette force ajoute donc un terme $-\Gamma_H \frac{\partial z}{\partial t}$ dans l'équation du mouvement du microlevier qui s'écrit alors :

$$m_{\text{eff}} \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} + (\Gamma_0 + \Gamma_H) \frac{\partial z}{\partial t} + kz = F_0 \mathrm{e}^{\mathrm{i}\omega t} \tag{3.41}$$

avec m_{eff} la masse effective du levier, $F_0 \mathrm{e}^{\mathrm{i}\omega t}$ une force extérieure actionnant le levier à la fréquence ω et Γ_0 le coefficient de dissipation du microlevier que nous avions déjà introduit (avec $\Gamma_0 = m_{\text{eff}}\gamma_0$). Γ_0 est déterminé lorsque le levier ne subit aucune interaction, c'est-à-dire lorsqu'il est loin de l'échantillon. On a alors $\Gamma_0 = \frac{k}{\omega_0 Q_0}$ où k est sa constante de raideur intrinsèque, ω_0 sa fréquence de résonance, Q_0 le facteur de qualité du microlevier loin de la surface.

Dans le cas d'une cavité sphère-plan sans aucun glissement du fluide sur la surface (i.e. $b = 0$), la force hydrodynamique agissant sur la sphère qui s'approche de la surface s'écrit :

$$F_H = -\underbrace{\frac{6\pi\eta R^2}{D}}_{\Gamma_H \text{ pour } b=0} \frac{\partial z}{\partial t} \tag{3.42}$$

avec η la viscosité du fluide, R le rayon de la sphère et D la distance entre la sphère et la surface.

Pour prendre en compte un glissement (i.e. $b \neq 0$) en géométrie sphère-plan, Vinogradova [75] introduit une fonction de correction $f^*(D, b)$ de sorte que :

$$F_H = -\underbrace{\frac{6\pi\eta R^2}{D} f^*(D, b)}_{\Gamma_H \text{ pour } b\neq 0} \frac{\partial z}{\partial t} \tag{3.43}$$

$$\text{avec } f^*(D, b) = \frac{D}{3b}\left[\left(1 + \frac{D}{6b}\right) ln\left(1 + \frac{6b}{D}\right) - 1\right] \tag{3.44}$$

On remarque que f^* tend vers 1 lorsque b tend vers 0. On retrouve ainsi la relation de Taylor (3.42) s'il n'y a aucun glissement. De plus, (3.44) n'est valable

que dans le cas statique sans turbulence, et pour un gaz glissant sur les deux surfaces avec la même longueur b. A la suite de Drezet *et al.* [76], nos mesures peuvent être considérées comme quasi-statiques si la distance de séparation $D \ll \delta$ avec δ définie par :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\nu}{\omega_0}} \tag{3.45}$$

où $\nu = \eta/\rho$ est la viscosité cinématique et ρ la densité du fluide. La relation (3.45) est obtenue lorsqu'on cherche à négliger le terme dynamique de l'équation de Navier-Stokes pour un fluide incompressible ($\rho\frac{\partial \vec{v}}{\partial t}$ avec $\vec{v}$ la vitesse locale du fluide). Les valeurs de δ sont répertoriées dans le tableau 3.3. Dans cette étude, nous allons considérer nos mesures comme quasi-statiques.

On peut donc ajuster nos courbes expérimentales par la fonction suivante (courbes rouges sur les graphiques 3.11 et 3.12) :

$$Q = \frac{k}{\omega_0(\Gamma_H + \Gamma_0)} \tag{3.46}$$

où Γ_H est le seul paramètre dépendant de la longueur de glissement b et de la distance D. De plus, la viscosité de l'air est indépendante de la pression et vaut 1.8×10^{-5} kg.m^{-1}.s^{-1} à 300 K. Les calculs de Maxwell montrent en effet que η est proportionnel à la densité, au libre parcours moyen et à la vitesse moyenne des molécules de gaz [77]. Or, le libre parcours moyen est inversement proportionnel à la densité. Une variation de pression n'a donc aucun effet sur la viscosité. Celle-ci ne dépend que de la température.

On évalue Γ_0 en déterminant le facteur de qualité Q_0 du microlevier lorsqu'il est en dehors de toute interaction. On a établi ainsi que $Q_0 = 108$ à pression ambiante, 685 sous pression partielle et 1849 sous vide. Le seul paramètre ajustable est donc la longueur de glissement b et on trouve que :

- pour une pression de 1 bar, la longueur de glissement est extrêmement petite : $b < 100$ nm ;
- pour un vide partiel de 10 mbar, $b \approx 30\mu$m ;
- et pour un vide secondaire de 4×10^{-2} mbar, la longueur de glissement est comprise en 550 et 700μm.

En conclusion de cette étude, on peut dire que les conditions de glissement sont modifiées avec la pression du fluide environnant : la longueur de glissement b augmente lorsque la pression diminue. Tentons maintenant d'interpréter ce résultat.

D'un point de vue microscopique, la longueur de glissement b est liée aux interactions entre la surface oscillante et les molécules du gaz environnant. Historiquement, Maxwell a été le premier à donner une analyse théorique de ce phénomène [73]. A sa suite, on peut considérer deux canaux de réflexion des molécules sur les parois du solide [73, 76, 78, 79] :

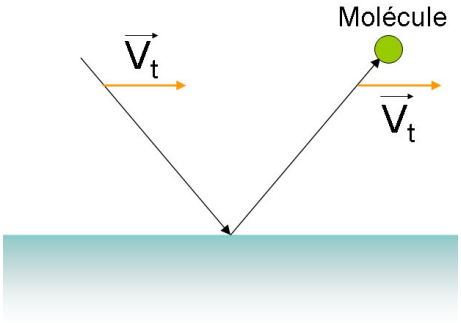


FIGURE 3.13 – Réflexion spéculaire d'une molécule sur la paroi d'une surface. Sa vitesse tangentielle $\vec{V}_t$ est conservée. Si toutes les molécules ont ce comportement, on comprend intuitivement que la longueur de glissement b tend vers l'infini (cas du glissement parfait).

Pression et nature du gaz environnant	b [μm]	λ_m [μm]
1 atm - air	< 0.1	0.06
10 mbar - hélium	≈ 30	10
4×10^{-2} mbar - air	≈ 600	2500

TABLE 3.4 – Comparaison entre les valeurs du libre parcours moyen λ_m et les longueurs de glissement b mesurées. On constate que ces deux longueurs suivent la même tendance : elles augmentent lorsque la pression du gaz environnant diminue.

- une réflexion diffusive qui est liée non seulement aux multiples collisions des particules avec la paroi mais aussi aux caractéristiques de la surface (rugosité, adsorption, chimie de surface) ;
- une réflexion spéculaire : les molécules frappent élastiquement la surface. Leur vitesse tangentielle est conservée et conduit à une longueur de glissement infinie (cf. figure 3.13).

La longueur de glissement dans ce modèle statistique est donnée par la formule de Maxwell :

$$b \approx \frac{2}{3}\,\lambda_m\,\frac{2-p_d}{p_d} \tag{3.47}$$

où λ_m est le libre parcours moyen des molécules de gaz et p_d la fraction des molécules frappant la surface de manière diffusive. On voit clairement que si p_d disparaît, b devient infini. En outre, le libre parcours moyen λ_m représente la distance parcourue par une molécule entre deux collisions et varie avec l'inverse de la pression. Ainsi pour l'air, il s'échelonne de 60 nm à pression ambiante à 2.5 mm à 4×10^{-2} mbar, en passant par 10μm pour une pression de 10 mbar. La relation (3.47) montre que b augmente avec λ_m, ce qui est le cas pour nos mesures (cf. tableau 3.4).

Plus récemment, des analyses basées sur le théorème fluctuation-dissipation montrent l'importance de plusieurs autres paramètres sur la dynamique des molécules

lorsqu'elles sont proches de la surface [80, 81]. Elles fournissent une estimation de la longueur de glissement donnée par :

$$b \approx \frac{k_B T \eta D}{C_\perp \rho \sigma \epsilon^2} \tag{3.48}$$

où D est le coefficient de diffusion du fluide, σ et ϵ sont respectivement une longueur typique et une énergie caractérisant l'interaction des molécules, et $C_\perp$ un coefficient mesurant la rugosité (plus $C_\perp$ est grand, plus la rugosité est grande). La relation (3.48) montre l'importance de la rugosité et des défauts de surface [81]. Dans notre cas, la surface de la sphère et celle de l'échantillon présentent une rugosité RMS de l'ordre de 2 nm.

Ce que l'on peut retenir, c'est que les surfaces des solides sont caractérisées par leur rugosité, leur adsoption, leur chimie de surface. Le libre parcours moyen λ_m, qui dépend de la pression du gaz, va régir la manière dont se comporte les molécules du fluide à la surface. La diminution de la pression, qui entraîne avec elle une augmentation de λ_m, tend à augmenter la longueur de glissement b, comme on l'observe dans notre expérience (cf. tableau 3.4).

En ce qui concerne la dynamique du microlevier, on remarque qu'à pression ambiante le confinement du fluide entre la sphère et la surface tend à geler ses vibrations. Rappelons ici que nous sommes dans une configuration différente d'un AFM classique : une sphère de 40μm est collée à l'extrémité du levier. Un microlevier commercial possède une pointe de 15μm de haut dont l'apex a un rayon de quelques dizaines de nanomètres (typiquement 10 nm). Les mesures à l'air des AFM sont par conséquent insensibles à cet amortissement drastique. Par contre, pour nos mesures de forces de Casimir réalisées sous pression partiel d'hélium (10 mbar à 300 K en sachant qu'à cette température la viscosité de l'hélium est proche de celle de l'air : 1.9×10^{-5} kg.m^{-1}.s^{-1}), le confinement du fluide modifie le facteur de qualité de notre oscillateur de l'ordre de 20% sans pour autant geler ses oscillations ($Q \gg 1$). Cet amortissement n'est donc pas gênant pour les mesures de forces faibles et cette conclusion est d'autant plus vraie que la mesure est réalisée à basse température : la diminution de la température diminue en effet la pression du gaz et donc l'amortissement.

3.4 Bruit et résolution en force à 300 K

Puisqu'une mesure de force se ramène à une mesure de déplacement, il paraît naturel de s'intéresser au bruit de position de la sonde. L'analyse du signal de position z a pour but d'identifier les paramètres pertinents qui définissent le niveau de performance global de l'instrument. Nous pourrons alors estimer la résolution en force de notre appareil.

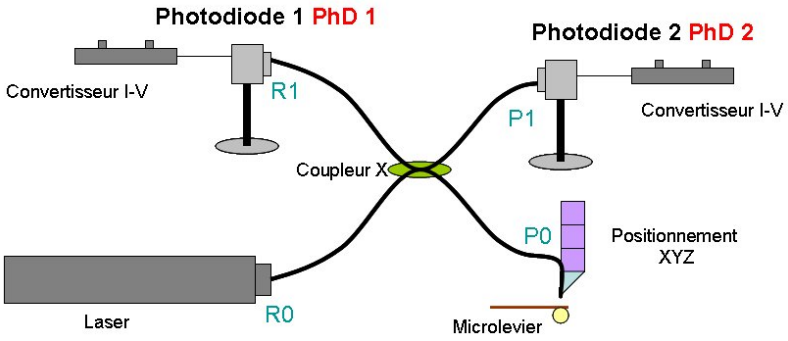
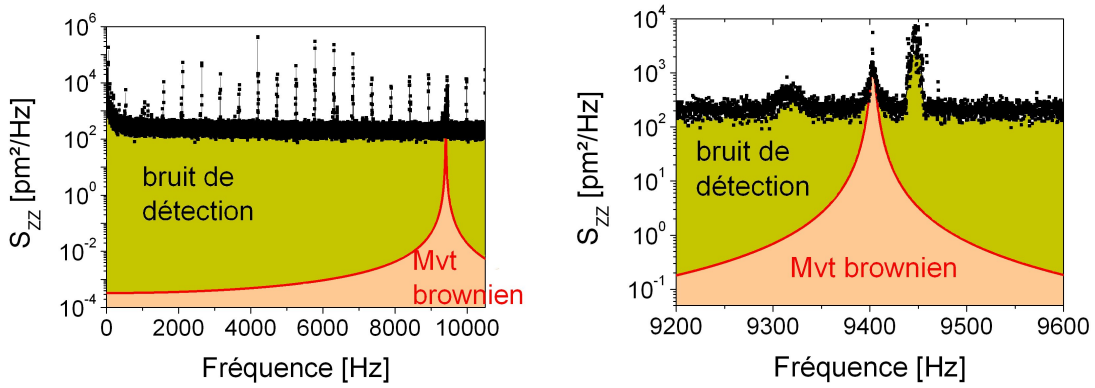


FIGURE 3.14 – Etude du bruit en position.



(a) (b)

FIGURE 3.15 – Densité spectrale de bruit en position (a) sur une large bande spectrale et (b) autour de la fréquence de résonance du système {microlevier + sphère}.

3.4.1 Composition du bruit

Nous distinguons deux sources de bruit : le bruit mécanique $z_{b\ meca}$ qui correspond au mouvement réel du levier provoqué par des forces parasites telles que le mouvement brownien (bruit thermique) et le bruit de détection $z_{b\ det}$, produit en aval par la somme des fluctuations apportées tout au long de la chaîne de détection. On a donc : $z_b = z_{b\ meca} + z_{b\ det}$. z_b est la grandeur accessible à l'expérimentateur.

La sonde de force est observée à travers le système de détection interférométrique en l'absence de force extérieure. L'étude du bruit en position se fait en bout de chaîne de détection, en $R1$ avec l'aide d'une carte d'acquisition analogique numérique (cf. figure 3.14). Un programme Labview réalise l'analyse spectrale de puissance S_{VV} de ce signal qui présente des fluctuations riches en information. On convertit S_{VV} qui s'exprime en [V^2/Hz] par la sensibilité de la cavité s définie au chapitre 2. La densité spectrale de puissance S_{ZZ} ainsi obtenue (figure 3.15) montre globalement un niveau

de bruit qui décroît légèrement en fonction de la fréquence et sur lequel viennent se dresser des pics. Celui qui nous intéresse plus particulièrement est celui centré sur la fréquence de résonance du système mécanique (figure 3.15(b)) : nous verrons qu'il s'agit de l'exaltation du mouvement brownien de l'oscillateur à sa résonance.

Si on suppose que les bruits sont décorrélés (c'est-à-dire si on néglige l'effet mécanique du système de détection sur le microlevier), la densité spectrale correspond à la somme des densités spectrales dues à chaque bruit : le bruit mécanique et le bruit de détection (cf. figure 3.15) :

$$S_{ZZ} = S_{ZZ\ meca} + S_{ZZ\ det} \tag{3.49}$$

Le bruit mécanique de l'oscillateur est nécessairement généré par un bruit de force. On peut distinguer différentes sources :

1. Le bruit thermique produit par le mouvement brownien des atomes constitutifs de la sonde AFM et du gaz dans lequel elle baigne (le gaz ne sera présent que pour une mesure à l'air).
2. Les vibrations extérieures qui agissent à basse fréquence (< 100 Hz). Ce bruit est donc négligeable autour de la fréquence de résonance (dizaines de kilo-Hertz).
3. Le système de détection qui agit sur le microlevier par un processus communément appelé ≪ action en retour ≫. Il peut agir par la pression de radiation ou par la force bolométrique induite par le faiseau laser. A température ambiante, ce phénomène est négligeable face au bruit thermique. Mais à basse température, il ne pourra plus être négligé. Pour le moment, nous allons étudier les sources de bruit à 300 K. Nous pouvons donc oublier ce bruit de rétroaction qui est source de corrélation entre le bruit mécanique et le bruit de détection : ce cas sera détaillé dans la prochaine section.

A 300 K, le bruit mécanique est essentiellement dû au bruit thermique. Regardons-le plus en détails et déterminons la densité spectrale qui lui est associée.

Bruit thermique : le modèle de Langevin

Le bruit thermique est produit par le mouvement brownien de toutes les ≪ molécules ≫ présentes dans l'environnement : celles du gaz dans lequel baigne la sonde AFM (si ce n'est pas sous vide), et aussi celles du microlevier en lui-même. On peut décrire phénoménologiquement ce mouvement avec le modèle de Langevin qui caractérise l'action du bain thermique sur le microlevier de masse m_{eff} par une force composée de deux termes : une force de frottement visqueux $-m_{\text{eff}}\gamma\frac{dz}{dt}$, caractérisée par le coefficient de frottement γ, et une force fluctuante $F(t)$, qui représente les impacts incessants des ≪ molécules ≫ (de masse m) sur le microlevier (de masse m_{eff}) [82]. De plus, comme elle est aléatoire, nous ne pouvons étudier cette force que de manière statistique.

Par ailleurs, comme la quantité de mouvement cédée par la molécule m est petite devant celle du microlevier de masse $m_{\text{eff}} \gg m$ (autrement dit, l'effet d'une collision est faible sur le microlevier), on peut écrire que $\tau_{fluctuation} \ll \tau_{dissipation}$, avec $\tau_{fluctuation}$, la durée de la collision entre la molécule de masse m et le microlevier de masse m_{eff} et $\tau_{dissipation}$, l'échelle de temps sur laquelle s'effectuent les échanges d'énergie entre le microlevier et le bain thermique. Le théorème de fluctuation-dissipation s'établit dans ce cas idéal de mesure :

$$2k_{\text{B}}Tm_{\text{eff}}\gamma = \int_{-\infty}^{+\infty} \langle F(0)F(\tau)\rangle \, d\tau = \int_{-\infty}^{+\infty} C_{FF}(\tau) d\tau \tag{3.50}$$

où k_{B} est la constante de Boltzmann et C_{FF} la fonction d'autocorrélation.

De même, puisque $\tau_{fluctuation} \ll \tau_{dissipation}$, on en déduit que la force fluctuante $F(t)$ est décorrélée pour l'échelle de temps sur laquelle l'oscillateur répond. On peut alors écrire que :

$$C_{FF}(\tau) = \langle F(0)F(\tau)\rangle = B\delta(\tau) \tag{3.51}$$

avec $\delta(\tau)$ la fonction delta de Dirac et B une constante que l'on détermine à partir du théorème d'équipatition de l'énergie. On a ainsi : $B = 2k_{\text{B}}Tm_{\text{eff}}\gamma$.

Or, d'après les relations de Wiener-Khintchine, les densités spectrales de puissance sont les transformées de Fourier des fonctions d'autocorrélation [83] :

$$S_{FF} = TF\left[C_{FF}(\tau)\right] \tag{3.52}$$

Ainsi, le modèle de Langevin nous permet d'obtenir la densité spectrale de bruit associée au mouvement brownien :

$$S_{FF\ mvt\ b} = 2k_{\text{B}}Tm_{\text{eff}}\gamma \tag{3.53}$$

La densité spectrale est constante sur toutes les fréquences. On parle alors de bruit blanc. Expérimentalement, on utilise la densité spectrale unilatérale définie sur $[0;+\infty[$ et qui vaut le double, soit : $4k_{\text{B}}Tm_{\text{eff}}\gamma = 4k_{\text{B}}T\frac{\omega_0 Q}{k}$.

Estimation de la raideur k de l'oscillateur

$S_{ZZ}(\omega)$ se modélise autour de ω_0 par une lorentzienne $L(f)$ posée sur un piédestal. En pratique, elle est ajustée par la fonction :

$$y(f) = y_0 + \frac{2A}{\pi}\frac{\gamma'^2}{4(f-f_0)^2+\gamma'^2} = y_0 + L(f) \tag{3.54}$$

On décrit ainsi la contribution de chaque bruit : le bruit mécanique est entièrement défini par $L(f)$ et le bruit de détection par $S_{ZZ\ det}(\omega_0) = y_0$ (ce bruit varie lentement avec la fréquence et on le considère constant autour de ω_0). Notons toutefois que ce seuil y_0 dépend de la puissance laser, de la disposition géométrique de la

fibre par rapport au levier, et plus généralement du couplage des différents faisceaux. Ces paramètres sont modifiés d'une expérience à l'autre et par conséquent le seuil varie.

$L(f)$ permet également de caractériser l'oscillateur en donnant :
- sa fréquence de résonance f_0 (avec $\omega_0 = 2\pi f_0$) ;
- le facteur de dissipation : $\gamma = 2\pi\gamma'$ (γ s'exprime en [rad/s^{-1}] et γ' en [Hz].)
- la dispersion en position de l'oscillateur associée au bruit mécanique pour le mode 0 :

$$\left\langle z_0^2 \right\rangle = \int_0^{+\infty} S_{ZZ\ meca} df = \int_0^{+\infty} L(f) df = A \tag{3.55}$$

A l'équilibre thermodynamique, le théorème d'équipartition de l'énergie fixe la dispersion en position de l'oscillateur :

$$\frac{1}{2} k \left\langle z^2 \right\rangle = \frac{1}{2} k_{\mathrm{B}} T \tag{3.56}$$

où $\langle z^2 \rangle = \sum_n \langle z_n^2 \rangle$ est la somme des dispersions de chaque mode n. L'énergie $k_{\mathrm{B}}T/2$ est répartie entre les modes de la manière suivante [84] :

$$\left\langle z_n^2 \right\rangle = \frac{12 k_{\mathrm{B}} T}{k \eta_n^4} \tag{3.57}$$

avec $\eta_n = \alpha_n L$ les paramètres des modes propres n de vibration établis dans la section 3.1 de ce chapitre. On a donc :

$$\left\langle z_0^2 \right\rangle = \frac{12 k_{\mathrm{B}} T}{k \eta_0^4} = 0.96 \frac{k_{\mathrm{B}} T}{k} \tag{3.58}$$

Cependant, l'aire sous la courbe $A = \langle z_0^2 \rangle$ est mesurée avec une incertitude de l'ordre de 10%. En pratique, on ne distingue donc pas $\langle z_0^2 \rangle$ de $\langle z^2 \rangle$ pour évaluer k :

$$k \approx \frac{k_{\mathrm{B}} T}{\left\langle z_0^2 \right\rangle} \tag{3.59}$$

Toutefois, cette méthode de calibration de la raideur s'appuie sur un modèle trop simple du système {microlevier + sphère} :

1. z représente l'*extrémité* du microlevier et diffère de la position de la fibre optique (cf. figure 3.16). Cette méthode donne donc un k approximatif qui dépend du profil de courbure du microlevier.
2. La force de Langevin est distribuée sur tout le levier alors que les forces observées ne s'appliquent que sur une zone limitée de la sphère. Cette dernière n'est d'ailleurs pas placée à l'extrémité du microlevier : même en plaçant la fibre au dessus de la sphère, on ne mesure qu'une raideur effective k_{eff}.
3. Pour mesurer la ≪ vraie ≫ constante de raideur, il faudrait aller au-delà du modèle de l'oscillateur harmonique à une dimension.

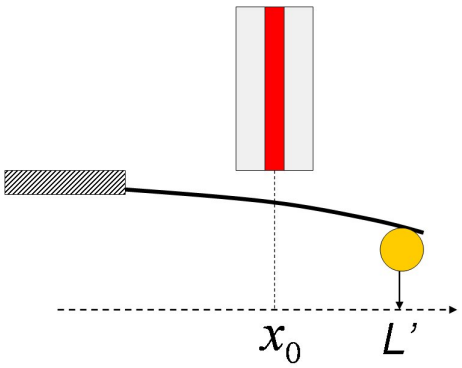


FIGURE 3.16 – Configuration expérimentale : le point d'observation peut être différent du point d'application de la force étudiée.

Pour conclure, nous ne pouvons pas pour le moment utiliser le mouvement brownien pour calibrer l'appareil de force : elle nous éloignerait de notre objectif de mesure précise de la force de Casimir. Nous verrons au chapitre 4 une autre manière de calibrer notre système. Cette estimation de k avec le pic de mouvement brownien est par contre suffisante pour donner un ordre de grandeur et pour situer le niveau de bruit de force à 300 K.

3.4.2 Différence entre les mesures statiques et dynamiques

En réalité, nous n'observons pas directement S_{FF} mais S_{ZZ} qui sont reliées entre elles par la fonction de transfert $H(\omega)$ du microlevier par la relation : $S_{ZZ} = |H(\omega)|^2 S_{FF}$. Or, nous avons vu que $H(\omega)$ varie avec ω (cf. figure 3.6). On en déduit donc que la sensibilité en force sera différente suivant que l'on se place dans le cas statique (mesures à $\omega = 0$) ou dans le cas dynamique (mesures au voisinage de la fréquence de résonance $\omega = \omega_0$).

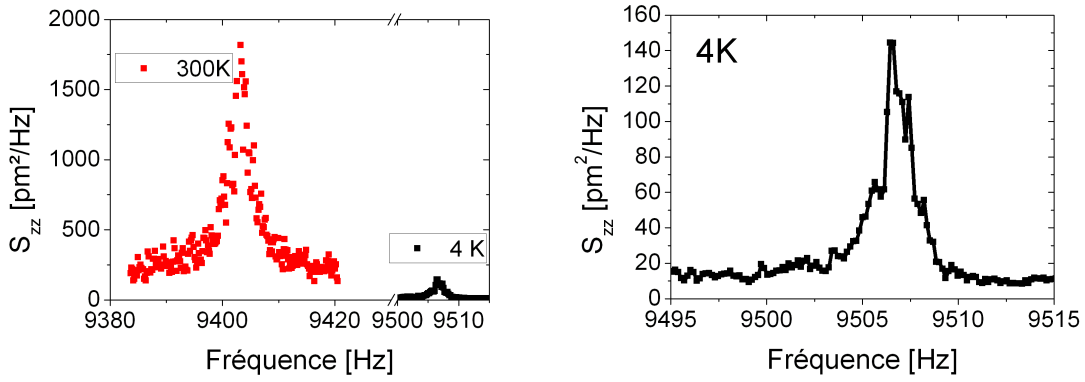
Mesures dans le cas statique : $\omega = 0$

Dans le cas statique, $|H(\omega = 0)| = 1/k$. On a donc :

$$S_{FF\ stat} = \frac{S_{ZZ\ meca} + S_{ZZ\ det}}{|H(\omega)|^2} \tag{3.60}$$

$$= S_{FF\ mvt\ b} + \frac{S_{ZZ\ det}}{|H(\omega)|^2} \tag{3.61}$$

$$= 4k_{\mathrm{B}}T\frac{\omega_0 Q}{k} + k^2 S_{ZZ\ det} \tag{3.62}$$



(a) (b)

FIGURE 3.17 – (a) Densité spectrale de bruit en position d'un même levier à 300 K et 4 K. (b) Zoom sur la densité à 4 K.

Mesures dans le cas dynamique : $\omega = \omega_0$

A la fréquence de résonance, $|H(\omega = \omega_0)| = Q/k$ (avec Q le facteur de qualité du microlevier). On a donc, de la même manière que précédemment :

$$S_{FF\ dyn} = 4k_{\mathrm{B}}T\frac{\omega_0 Q}{k} + \frac{k^2}{Q^2}S_{ZZ\ det} \tag{3.63}$$

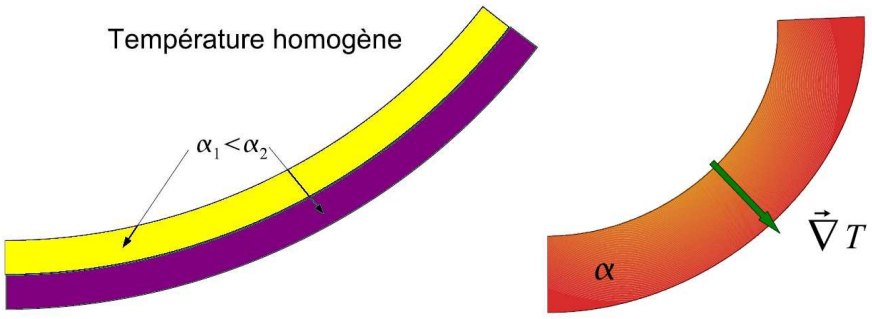
Conclusion et réduction de bruit

Quelque soit la manière employée pour mesurer la force (cas statique ou dynamique), nous avons toujours la même limite imposée par le mouvement brownien. Pour le réduire, nous pouvons agir sur deux facteurs :

- la température T de l'environnement ;
- le coefficient de frottement $\Gamma = m_{\mathrm{eff}}\gamma$.

Par contre, en mode dynamique, nous réduisons le bruit de détection par le facteur de qualité Q au carré. Pour gagner en sensibilité, il faut donc mesurer en faisant osciller le microlevier à sa fréquence de résonance ω_0 et utiliser des leviers avec des constantes de raideur faibles.

A température ambiante, le facteur limitant est le bruit thermique. On arrive à des résolutions en force de l'ordre de 10 fN/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$. En passant à basse température (cf. figure 3.17), la constante de raideur varie très peu. On peut donc estimer une température en utilisant le théorème d'équipartition (3.56). Mais la température obtenue est de l'ordre de 10 K soit plus du double de la température attendue. On peut même atteindre des températures effectives encore plus grandes en augmentant la puissance laser.



(a) (b)

FIGURE 3.18 – Actionnement thermique. (a) Effet bilame : un levier constitué de deux matériaux aux coefficients de dilatation α_1 et α_2 différents se déforme avec une température homogène. (b) Pour des structures homogènes, la structure se courbe sous l'influence d'un gradient de température $\vec{\nabla} T$. (Schémas issus de la thèse de G. Jourdan [4]).

Le bruit à 4K ne correspond donc pas au bruit thermique. De plus, nous constatons la présence d'une asymétrie dans le pic. Nous allons étudier ce phénomène plus en détails dans la section suivante et tenter de déterminer la résolution en force de notre appareil à basse température.

3.5 Bruit laser et action en retour du système de détection optique

3.5.1 Couplage opto-mécanique : ≪ self-cooling ≫ et auto-oscillation

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, nous détectons le déplacement du microlevier au moyen d'un système interférométrique fibré. Cette détection optique a plusieurs avantages : premièrement, elle est très sensible au déplacement du levier, et deuxièmement, elle prend peu de place (problème d'encombrement imposé par le cryostat). Mais la présence de cette cavité optique entre le dos du levier et l'extrémité de la fibre n'est pas neutre et modifie le comportement dynamique de la poutre. C'est ce qu'on appelle un processus ≪ d'action en retour ≫ puisqu'il est dû au système de mesure lui-même. Ce phénomène résulte du stockage des photons dans la cavité optique. Il est connu au sein de la communauté scientifique utilisant des systèmes interférométriques avec un miroir mobile ou déformable (résonateur mécanique ou miroir suspendu) [4, 85, 86, 87, 88, 89, 90]. Nous allons présenter ici les principaux résultats. Pour plus de détails, on peut se référer à [4, 86, 90].

L'action en retour du système de détection agit sur le microlevier par le biais de deux mécanismes :

- La pression de radiation qui est due au transfert de la quantité de mouvement du rayonnement au microlevier ;
- La force photothermique ou bolométrique due à l'absorption d'une fraction du rayonnement incident par la surface du microlevier. Ce dernier s'échauffe alors d'une quantité ΔT et fléchit en présence d'un gradient thermique et/ou par effet bilame s'il est constitué de deux matériaux de coefficients de dilatation différents (cf. figure 3.18).

Pour simplifier, nous n'allons pas séparer ces deux forces d'origine optique mais les traiter comme une seule et même force photo-induite F_{ph}. Ces forces ne répondent pas de manière instantanée aux changements d'intensité lumineuse induits par les déplacements du levier ou les fluctuations de la source lumineuse. Il existe par conséquent une constante de temps caractéristique de ce retard : τ. Dans le cas de la force bolométrique, le retard est dû au temps de diffusion de l'énergie thermique le long de la poutre de longueur L et dépend de la capacité et de la conductance thermiques des matériaux. Pour la pression de radiation cette constante de temps correspond au temps de vie du photon dans la cavité et dépend donc de la finesse $\mathcal{F}$ de celle-ci (on interprète souvent $\mathcal{F}$ comme le nombre d'aller-retours qu'un photon effectue dans la cavité).

La force F_{ph} modifie la dynamique de la poutre : tout se passe comme si elle créait une raideur optique qui modifie la raideur intrinsèque du levier :

$$k_{\text{eff}} = k \underbrace{- \frac{1}{1+\omega^2\tau^2} \frac{\partial F_{ph}}{\partial z}}_{k_{opt}} \tag{3.64}$$

On peut alors définir une fréquence de résonance effective de sorte que :

$$\omega_{\text{eff}} = \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m_{\text{eff}}}} = \omega_0 + \omega_{opt} \tag{3.65}$$

où m_{eff} est la masse de la sonde de force.

De même, le retard τ modifie le coefficient de dissipation de l'oscillateur harmonique :

$$\gamma_{\text{eff}} = \gamma_0 + \underbrace{\frac{\omega_0}{k} \frac{\omega_0\tau}{1+\omega^2\tau^2} \frac{\partial F_{ph}}{\partial z}}_{\gamma_{opt}} \tag{3.66}$$

De plus, le signe de $\partial F_{ph}/\partial z$ dépend de position de la fibre et notamment de la pente de la cavité choisie. La finesse de notre cavité étant petite ($\mathcal{F} \sim 1$), le signal interférométrique se présente sous la forme d'une sinusoïde (interférence à deux ondes). Pour avoir le maximum de sensibilité, on place l'extrémité de la fibre (le miroir semi-transparent de la cavité) sur un point de fonctionnement. Il y a deux positions possibles de pente opposée $p < 0$ et $p > 0$ (cf. figure 3.19).

Pour un gradient de force $\partial F_{ph}/\partial z$ négatif sur une pente donnée, on a (équations (3.66) et (3.64)) :

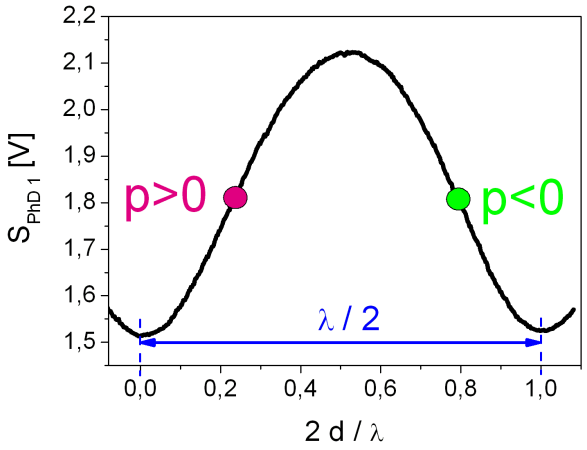


FIGURE 3.19 – Tension de sortie de la photodiode 1 (photodiode de mesure) en fonction de la distance d entre les deux miroirs. L'extrémité de la fibre est placée au point de fonctionnement, c'est-à-dire au milieu de la sinusoïde pour avoir un maximum de sensibilité. Deux positions sont possibles : soit sur la pente positive $p > 0$, soit sur la pente négative $p < 0$.

- $\gamma_{\text{eff}} < \gamma_0$, le signal est amplifié et peut même devenir instable lorsque $\gamma_{\text{eff}} < 0$ (le microlevier entre en auto-oscillation).
- $k_{\text{eff}} > k$. On a donc $\omega_{\text{eff}} = \sqrt{k_{\text{eff}}/m_{\text{eff}}} > \omega_0$. Le levier devient plus raide et oscille à une fréquence de résonance plus élevée.

Sur l'autre pente, le phénomène inverse se produit : le levier devient plus souple et vibre à une fréquence plus basse. De plus, $\gamma_{\text{eff}} > \gamma_0$: le signal est amorti. Ce processus porte le nom de ≪ self-cooling ≫ puisqu'il s'accompagne d'une diminution de la température effective de ce mode de vibration. Guillaume Jourdan a également montré qu'un refroidissement sur un mode de vibration peut être accompagné de l'amplification sur le mode voisin [57]. On peut voir ces effets ≪ d'auto-chauffage ≫ et ≪ d'auto-refroidissement ≫ d'un mode de vibration d'un oscillateur sur la figure 3.20 [87]. On voit que la distribution spectrale du mouvement brownien conserve un profil lorentzien. Cette dernière remarque est importante : à basse température, en effet, un autre couplage opto-mécanique apparaît et modifie l'aspect symétrique des courbes.

Par ailleurs, le phénomène de refroidissement peut être contrôlé par une boucle de rétro-action : c'est la technique d'amplification ou de friction froide qui a déjà fait l'objet de nombreux travaux scientifiques [91, 92, 93, 94, 95, 96]. Cette méthode constitue une voie possible pour l'observation du régime quantique d'un oscillateur mécanique. Le refroidissement actif de modes de vibration de miroirs peut aussi améliorer la précision en position de détecteurs interférométriques et être utilisé avantageusement dans de très grands instruments tels que le VIRGO et le LIGO [97,

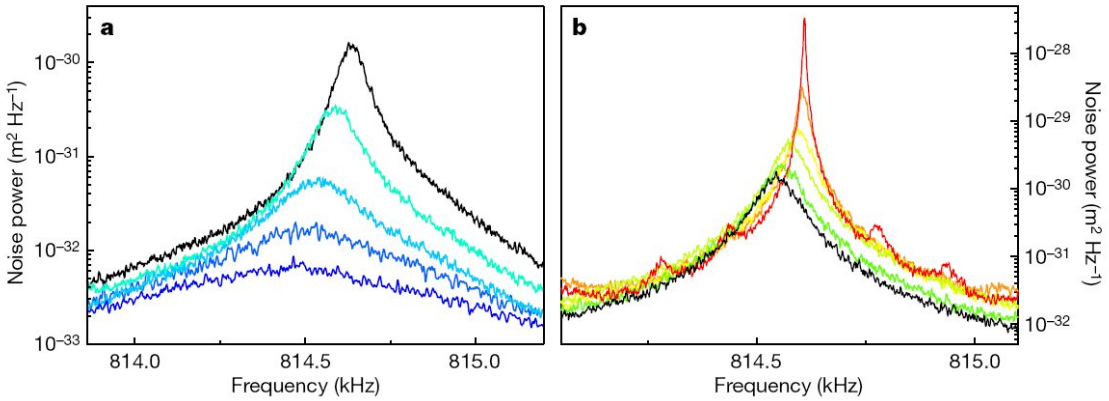


FIGURE 3.20 – Spectres de bruit thermique d'un résonateur mécanique formant l'un des miroirs d'une cavité de très grande finesse. Les courbes noires correspondent au bruit sans couplage opto-mécanique. (a) ≪ Self-cooling ≫ : les courbes du bleu clair au bleu foncé sont obtenues en augmentant le couplage et pour une puissance laser de 5 mW. (b) Processus inverse : chauffage du mode de vibration pour une puissance laser incidente de 2,5 mW. Les courbes vertes à rouge sont obtenues en augmentant le couplage. (Figures extraites de l'article d'O. Arcizet *et al.* [87]).

98].

3.5.2 Description théorique du bruit laser

Les courbes de densité spectrale de bruit obtenues à basse température (figure 3.21) sont surprenantes : le profil de vibration n'est plus de type lorentzien. Cet aspect asymétrique des spectres de bruit n'a pas jusqu'à ce jour été rapporté dans la littérature récente et abondante consacrée aux effets opto-mécaniques [4, 85, 86, 87, 88, 89, 90]. De plus, on a vu que l'aire sous la courbe ne correspond pas au bruit thermique à 4.2 K. Une nouvelle source de bruit, masquée par le mouvement brownien à 300 K, est ainsi dominante à basse température : le bruit laser. Les fluctuations en intensité et en phase du laser induisent en effet un bruit sur l'intensité lumineuse réfléchie par la cavité Fabry-Pérot formée par le dos du microlevier et l'extrémité de la fibre et par conséquent génèrent également du bruit sur la position du microlevier. Ce bruit du laser peut provenir du courant de pompage de la cavité laser (bruit blanc classique de l'électronique), du laser lui-même (milieu amplifié, vibration de la cavité), ou, en dernier lieu, de la nature discrète de la lumière (bruit de grenaille du flux de photons). Essayons de comprendre plus en détails ce phénomène et notamment l'aspect asymétrique des courbes de densité spectrale de bruit.

Modèle qualitatif

Si on considère la pression de radiation comme l'unique processus mis en jeu, on peut comprendre qualitativement l'aspect asymétrique des pics de mouvement brownien.

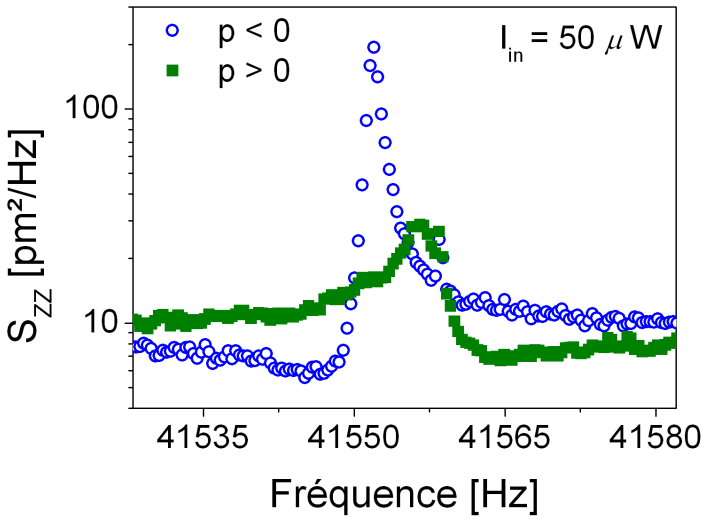


FIGURE 3.21 – Densité spectrale de bruit en position à 4,2 K d'un microlevier de raideur $k = 8$ N/m.

Considérons tout d'abord une fréquence inférieure à la fréquence de résonance du microlevier. Une fluctuation positive d'intensité laser (qui tend à augmenter son intensité) va alors pousser le levier *en phase* et la distance intra-cavité d va ainsi augmenter (cf. figure 3.22). La variation d'intensité réfléchie sera différente suivant la longueur de la cavité, c'est-à-dire sur l'une ou l'autre pente de la figure d'interférences (cf. figure 3.19) :

- Sur la pente positive $p > 0$, une augmentation de la distance intracavité entraîne avec elle une augmentation de l'intensité réfléchie dans la fibre et donc l'effet d'amplification de la fluctuation de l'intensité incidente : la densité spectrale de bruit augmente.
- Sur la pente négative au contraire $p < 0$, l'intensité réfléchie dans la fibre est réduite avec l'augmentation de la taille de la cavité. La fluctuation de l'intensité incidente est atténuée et la densité spectrale de bruit en position présente un creux.

Si on se place au dessus de la fréquence de résonance, c'est le processus inverse. Le levier va réagir en *opposition de phase*. Une fluctuation positive d'intensité laser génère alors une diminution de la distance intra-cavité et le phénomène contraire se produit sur chacune des pentes $p < 0$ et $p > 0$.

Les puissances laser employées sont très petites (quelques dizaines de microwatts). La pression de radiation, qui est égale à un facteur près à P/c (avec P la puissance laser et c la vitesse de la lumière), est donc très faible. L'hypothèse de départ de ce modèle est fausse par conséquent : la force bolométrique joue aussi un

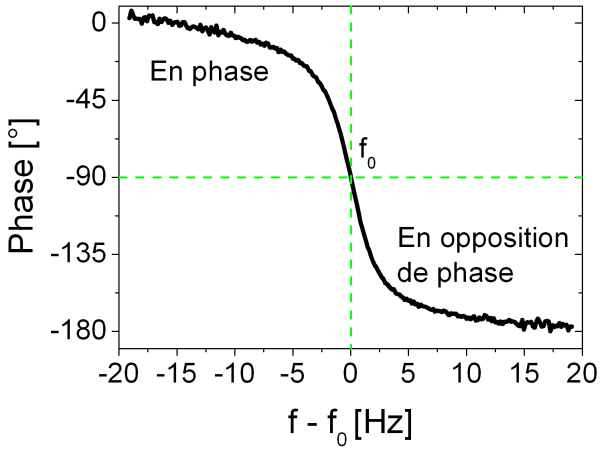


FIGURE 3.22 – Phase de l'oscillateur (levier AFM) obtenue par excitation électrostatique. En dessous de sa fréquence de résonance, le microlevier répondra en phase à une augmentation de l'intensité lumineuse et en opposition de phase au dessus de sa fréquence de résonance.

rôle dans le phénomène et elle sera incluse dans l'approche plus rigoureuse développée au prochain paragraphe. Ce premier modèle a juste l'avantage de donner une explication qualitative du phénomène.

Modèle quantitatif

On rappelle que notre appareil mesure l'intensité de signal réflechi $I_{out} = RI_{in}$ qui est le produit du coefficient de reflexion de la cavité $R(d)$ par l'intensité du faisceau incident I_{in}. La longueur de la cavité $d = d_0 + z$ varie, autour de sa valeur moyenne d_0, d'une distance z due au déplacement du microlevier.

Une fluctuation de l'intensité du faisceau laser incident δI_{in} génère une fluctuation du faisceau réfléchi δI_{out} par le biais de deux mécanismes : une réflexion $\ll$ directe $\gg$ $\delta I_{out}^{directe}$ et une réflexion $\ll$ indirecte $\gg$ due au processus d'action en retour δI_{out}^{retour} :

$$\delta I_{out} = \delta I_{out}^{directe} + \delta I_{out}^{retour} \tag{3.67}$$

$$= R\delta I_{in} + I_{in}\frac{\mathrm{d}R}{\mathrm{d}d}\delta z \tag{3.68}$$

où $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d$ rend compte du placement de la fibre par rapport au levier. $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d > 0$ (respectivement, $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d < 0$) lorsque la fibre est sur la pente positive $p > 0$ ($p < 0$) de la cavité optique.

La fluctuation d'intensité incidente δI_{in} applique une force optique δF qui induit un déplacement du levier δz. On a ainsi dans le domaine fréquentiel :

$$\delta z(\omega) = H_m(\omega)\delta F(\omega) \tag{3.69}$$

$$\text{avec } \delta F(\omega) = \theta(\omega)\delta I_{in} \tag{3.70}$$

On a vu précédemment que les forces induites par la cavité optique (auto-amortissement ou amplification) provoquent un retard τ qui modifie le facteur d'amortissement intrinsèque γ_0 ($\gamma_{\text{eff}} = \gamma_0 + \gamma_{opt}$) et la fréquence de résonance ω_0 ($\omega_{\text{eff}} = \omega_0 + \omega_{opt}$). La fonction de transfert du microlevier $H_m(\omega)$ se déduit de l'équation (3.31) en substituant γ_0 par γ_{eff} et ω_0 par ω_{eff} :

$$H_m(\omega) = \frac{1}{m_{\text{eff}}} \frac{1}{\omega_{\text{eff}}^2 - \omega^2 + \mathrm{i}\omega\gamma_{\text{eff}}} \tag{3.71}$$

avec $\frac{1}{m_{\text{eff}}} = \frac{\omega_0^2}{k}$ où k est la constante de raideur intrinsèque du microlevier.

La fonction réponse $\theta(\omega)$ s'écrit quant à elle :

$$\theta(\omega) = \beta \frac{2\hbar K}{\hbar c K} \frac{1}{1 + \mathrm{i}\omega\tau} \tag{3.72}$$

où $2\hbar K$ est l'impulsion transférée au levier lors de la reflexion d'un photon, $\hbar c K$ l'énergie du photon, K son vecteur d'onde, β un paramètre sans dimension reflétant l'efficacité du couplage entre la force opto-mécanique effective et la pression de radiation du faisceau incident et τ le retard entre la variation d'intensité δI_{in} et le moment où la force photo-induite δF s'applique sur le microlevier (il s'agit du même retard que nous avions vu dans le paragraphe précédent). Remarquons que nous avons choisi d'exprimer θ en ne considérant que la pression de radiation. De ce fait, $|\beta|$ peut être plus grand que 1 si le rayonnement est amplifié dans la cavité ou si le couplage opto-mécanique est dû à la force bolométrique plutôt qu'à la pression de radiation.

La fluctuation du faisceau réfléchi δI_{out} peut donc s'écrire sous la forme :

$$\delta I_{out}(\omega) = R\xi(\omega)\delta I_{in}(\omega) \tag{3.73}$$

$$\text{avec } \xi(\omega) = 1 + \frac{I_{in}}{R}\frac{\mathrm{d}R}{\mathrm{d}d}H_m(\omega)\theta(\omega) \tag{3.74}$$

Autour de la fréquence de résonance, on peut supposer que $\omega \approx \omega_{\text{eff}}$ pour de grands facteurs de qualité ($\omega_{\text{eff}}^2 - \omega^2 = (\omega_{\text{eff}} + \omega)(\omega_{\text{eff}} - \omega) \approx 2\omega(\omega_{\text{eff}} - \omega)$). De plus, la constante de raideur optique est petite devant ω_0. On peut donc écrire $\omega_0 \approx \omega_{\text{eff}}$ et $\xi(\omega)$ devient :

$$\xi(\omega) = \frac{(\omega_{\text{eff}} + \omega_c - \omega) + \mathrm{i}\,(\gamma_{\text{eff}} + \gamma_c)/2}{\omega_{\text{eff}} - \omega + \mathrm{i}\gamma_{\text{eff}}/2} \tag{3.75}$$

où

$$\omega_c = C\omega_{\text{eff}}/2 \tag{3.76}$$

$$\text{et } \gamma_c = -C\omega_{\text{eff}}^2\tau \tag{3.77}$$

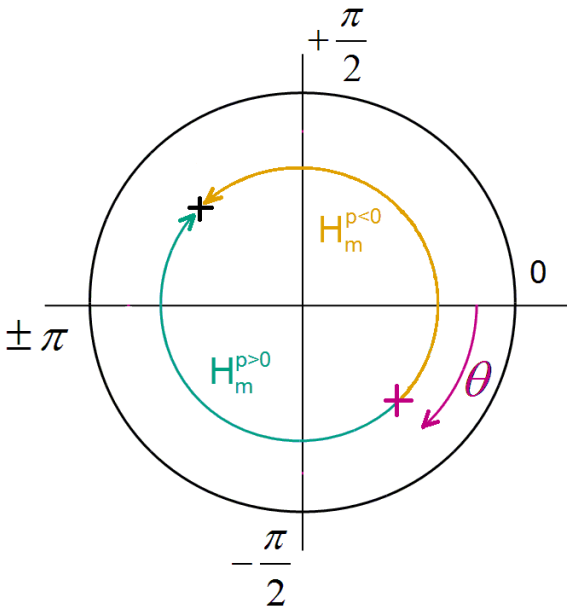


FIGURE 3.23 – Espace des phases. La phase de θ varie entre 0 et $-\pi/2$ et celle de H_m varie entre 0 et π à la fréquence de résonance. En prenant un déphasage de $\pi/4$ pour θ (valeur obtenue autour de la fréquence de résonance) auquel on ajoute un déphasage $\pm\pi$ pour H_m suivant la pente de la cavité, on voit que seule une pente positive passe par un déphasage de π.

Le paramètre

$$C = \frac{I_{in}}{R}\,\frac{\mathrm{d}R}{\mathrm{d}d}\,\frac{2\beta}{ck}\,\frac{1}{1+\omega_{\text{eff}}^2\tau^2} \tag{3.78}$$

est sans dimension et décrit l'efficacité du couplage opto-mécanique.

Les fluctuations d'intensité laser du champ incident à la fréquence ω $\delta I_{in}(\omega)$ sont caractérisées par leur densité spectrale de puissance $S_{in}(\omega)$: $|\delta I_{in}(\omega)| = \sqrt{S_{in}(\omega) \times B}$ où B est la bande passante autour de ω. La densité spectrale de puissance associée au bruit laser s'écrit donc :

$$S_{out}(\omega) = R^2\,|\xi(\omega)|^2\,S_{in}(\omega) \tag{3.79}$$

$$\text{avec}\quad |\xi(\omega)|^2 = \frac{(\omega_{\text{eff}}+\omega_c-\omega)^2 + (\gamma_{\text{eff}}+\gamma_c)^2/4}{(\omega_{\text{eff}}-\omega)^2 + \gamma_{\text{eff}}^2/4} \tag{3.80}$$

En fait, le bruit d'action en retour et le bruit direct sont corrélés. On en déduit également que le bruit le plus bas est obtenu à la fréquence $\omega \approx \omega_{\text{eff}} + \omega_c$ et peut même descendre à 0 si $\gamma_c = -\gamma_{\text{eff}}$. Dans ce cas, γ_c est négatif ce qui n'est possible que pour un couplage C positif (c'est-à-dire une pente de cavité $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d$ positive pour $\beta > 0$).

Pour avoir un bruit réduit à 0, il faut que le dernier terme de l'équation (3.74) ait exactement une phase π : le bruit d'action en retour est alors en opposition de phase

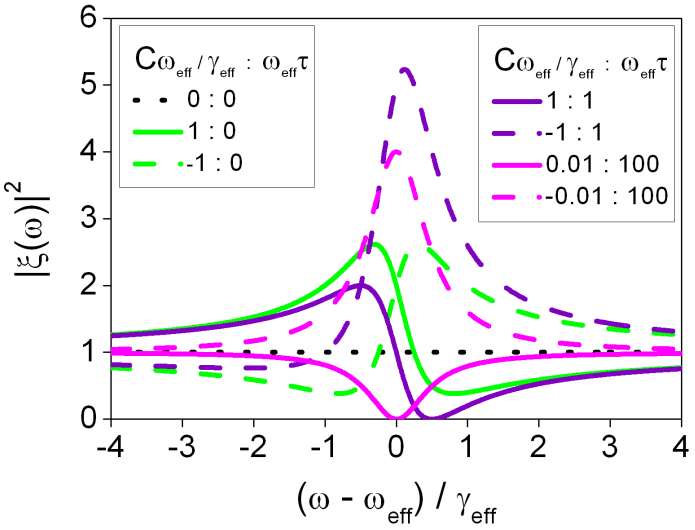


FIGURE 3.24 – Ces simulations ont été réalisées pour un facteur de qualité $Q = \omega_{\text{eff}}/\gamma_{\text{eff}} = 1000$. Le retard de la force opto-mécanique τ varie de sorte que $\omega_{\text{eff}}\tau = 0, 1, 100$. Les valeurs du couplage C sont choisies de telle manière que $C\omega_{\text{eff}}/\gamma_{\text{eff}} = 0, 1, 0.01$ et ce, pour les deux pentes de la cavité : $C > 0$ ou $C < 0$. En effet, si $\beta > 0$, un couplage positif correspond à une pente positive $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d > 0$.

avec le bruit direct. Or la phase $\theta(\omega)$ varie entre 0 à basse fréquence à $-\pi/2$ au dessus de la fréquence de coupure alors que celle de $H_m(\omega)$ passe brutalement de 0 à $-\pi$ autour de la fréquence de résonance. Le dernier terme de l'équation (3.74) n'aura une phase π que si $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d > 0$ (cf. figure 3.23). On retombe ainsi sur la même conclusion.

La fonction $|\xi(\omega)|^2$ est tracée sur la figure 3.24 pour différentes valeurs de τ et C. En l'absence de couplage ($C = 0$), il n'y a aucun effet et $|\xi(\omega)|^2 = 1$ (courbe en pointillés noirs). Pour une force non retardée ($\omega_{\text{eff}}\tau = 0$), le bruit est amplifié d'un côté de la résonance et réduit de l'autre côté. Ce phénomène s'inverse sur l'autre pente de la cavité. Dans ce cas, le bruit minimum n'atteint pas 0 et il est obtenu à une fréquence légèrement décalée de la fréquence de résonance (courbes vertes). Pour un retard fini (par exemple $\omega_{\text{eff}}\tau = 1$), le bruit minimum peut être égal à 0 pour une fréquence un peu au dessus de la résonance et pour une cavité de pente positive et un choix judicieux du couplage (ici $C\omega_{\text{eff}}/\gamma_{\text{eff}} = 1$) (courbes violettes). Pour une force fortement retardée ($\omega_{\text{eff}}\tau = 100$), le bruit minimal peut être égal à 0 à la résonance sur une cavité de pente positive. Cette situation requiert néanmoins une intensité laser incidente I_{in} plus importante ($\times 100$) pour obtenir le bon couplage ($C\omega_{\text{eff}}/\gamma_{\text{eff}} = 0.01$) à cause du terme $1/(1+\omega^2\tau^2)$ (courbes roses).

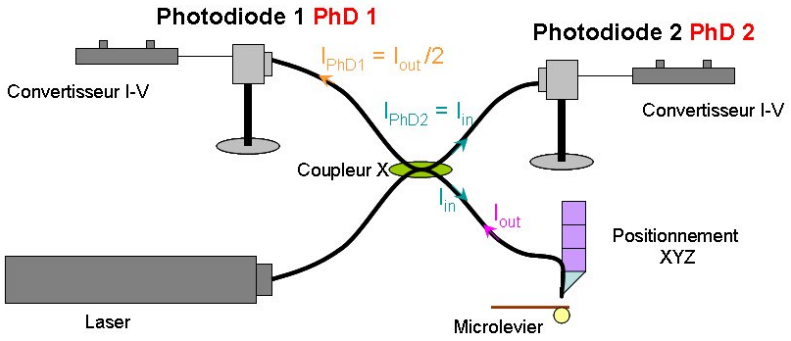


FIGURE 3.25 – Schéma du montage de détection. Les signaux mesurés sont issus des photodiodes 1 et 2. On déduit I_{in} et I_{out} des relations : $I_{in} = I_{PhD2}$ et $I_{out} = 2I_{PhD1}$.

3.5.3 Expérience

Nous avons réalisé les expériences à 4,2 K sous vide partiel d'hélium (10 mbar à 300 K soit environ 75 fois moins à basse température en appliquant la loi des gaz parfaits). Le microlevier est un levier commercial NSC-18 de chez MikroMasch en silicium d'un longueur de 230 μm, de largeur 40 μm et de 3 μm d'épaisseur. Il a été recouvert d'or sur les deux côtés (environ 80 nm du côté de la cavité et au moins 200 nm du côté de la sphère). La constante de raideur, mesurée à partir des spectres de mouvement brownien à 300 K est $k = 8$ N/m. La fibre est également métallisée avec 15 nm d'or. Le laser utilisé est le même que celui décrit au chapitre 2. Le montage expérimental est visible sur la figure 3.25.

Comme on l'a vu dans le chapitre 2, la fibre est fixée sur une tour de moteurs pas à pas. L'axe Z, nous permet de balayer la cavité optique. La figure 3.26 montre les signaux de la cavité pour cinq intensités lumineuses obtenues en changeant le courant de pompage de la diode laser. L'augmentation du contraste de la cavité $(I_{max} - I_{min})/(I_{max} + I_{min})$ entre 6μW et 85μW est due à l'augmentation de la longueur de cohérence (le seuil laser est autour de 25μW). Par ailleurs, on remarque un début d'instabilité en bas de la pente négative de la courbe d'interférences de plus grande puissance (couleur lie-de-vin). Ce décrochement ne gène pas la mesure puisque là où la fibre est positionnée (au point de travail) le signal n'est pas perturbé.

Avant d'étudier les spectres de bruit du microlevier, nous allons nous pencher sur sa réponse à une modulation d'intensité laser.

Réponse du microlevier à une modulation d'intensité

La réponse du microlevier à une fluctuation d'intensité est étudiée en modulant le courant de pompage du laser avec une sinusoïde de faible amplitude ($\delta i/i = 4\times10^{-4}$). La modulation de l'intensité laser $\delta I_{in}(\omega)$ ainsi obtenue excite le microlevier via le couplage opto-mécanique. L'intensité réfléchie $\delta I_{out}(\omega)$ contient à la fois la réflexion $\ll$ directe $\gg$ de la modulation et son effet $\ll$ indirect $\gg$ sur les vibrations du

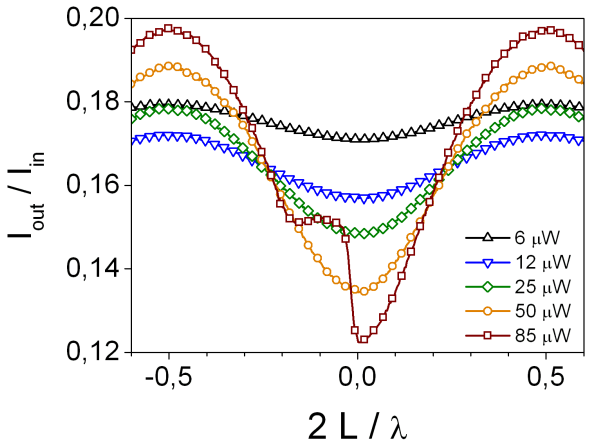
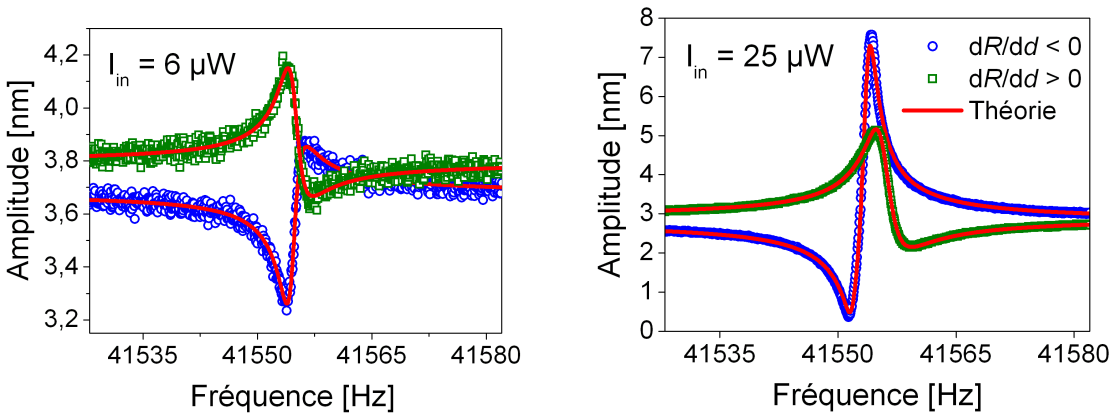


FIGURE 3.26 – Coefficient de réflexion $R = I_{out}/I_{in}$ de la cavité optique formée par l'extrémité d'une fibre optique et le dos d'un microlevier d'AFM en fonction de leur distance de séparation d. Le contraste des interférences augmente avec l'intensité laser incidente I_{in} grâce à l'augmentation de la cohérence laser. Une instabilité (auto-oscillation) est visible sur la courbe lie-de-vin (85 μW) en bas de la pente négative. La détection des déplacements du microlevier s'effectue au point de fonctionnement, là où la pente $\frac{\mathrm{d}R}{\mathrm{d}d}$ est maximale.



(a) (b)

FIGURE 3.27 – Réponse mécanique du microlevier à une modulation d'intensité laser. Ces courbes mettent en évidence la couplage opto-mécanique : la vibration induite par la modulation de lumière s'ajoute au signal $\ll$ direct $\gg$ avec une phase relative qui varie brusquement de π autour de la fréquence de résonance et qui dépend de la pente de la cavité $\mathrm{d}R/\mathrm{d}d$. Les données sont obtenues sur une pente négative (cercles bleus) et positive (carrés verts) pour une laser incidente (a) $I_{in} = 6$ μW et (b) $I_{in} = 25$ μW. Les courbes rouges sont issues de la courbe d'ajustement $|\xi(\omega)|$.

microlevier, comme on l'a vu dans la partie théorique précédente. L'amplitude de vibration du microlevier sous l'action de la modulation de l'intensité du laser est enregistrée en fonction de la fréquence pour cinq puissances laser. La figure 3.27 présente deux d'entre elles : $I_{in} = 6$ μW et 25μW. Regardons de plus près la courbe obtenue à la puissance laser intermédiaire de 25μW (3.27(b)). La réflexion du faisceau $\ll$ direct $\gg$ donne une réponse plate de 2,85 nm et la réponse du microlevier nous donne un pic à la fréquence de résonance. Mais, ces deux facteurs étant corrélés, ils s'additionnent lorsqu'ils sont en phase et se soustraient l'un l'autre quand ils sont en opposition de phase. De plus, la phase du microlevier varie très rapidement de 0 à $-\pi$ au niveau de sa fréquence de résonance (cf. figure 3.22). La réponse totale montre ainsi successivement un pic et un creux autour de la réponse plate dont le sens (creux puis pic ou pic puis creux) dépend de la pente de la cavité ($\mathrm{d}R/\mathrm{d}d$). La présence du pic en dessous de la fréquence de résonance indique que le couplage opto-mécanique augmente la longueur de la cavité et donc pousse le levier comme le ferait la pression de radiation (modèle qualitatif présenté dans le paragraphe précédent). Ce couplage peut aussi provenir d'une force bolométrique qui fléchit le levier dans un sens ou dans l'autre suivant les propriétés des matériaux. Notons que l'aspect asymétrique des réponses à une modulation d'intensité laser ont déjà été vues dans [89, 90].

Les réponses mécaniques du microlevier sont ajustées par la fonction $|\xi(\omega)|$ (équation (3.75)). Chaque courbe donne quatre paramètres :

- la fréquence de résonance $\omega_{opt}/2\pi$ et le coefficient de dissipation $\gamma_{opt}/2\pi$ dus aux effets optiques et que l'on détermine à partir des paramètres effectifs ($\omega_{\text{eff}}/2\pi$ et $\gamma_{\text{eff}}/2\pi$) et des paramètres intrinsèques du microlevier ($\omega_0/2\pi = 41554,77$ Hz et $\gamma_0/2\pi = 2,64$ Hz) en sachant que $\omega_{\text{eff}} = \omega_0 + \omega_{opt}$ et que $\gamma_{\text{eff}} = \gamma_0 + \gamma_{opt}$;
- les paramètres de couplage $\omega_c/2\pi$ et $\gamma_c/2\pi$ qui décrivent la réponse à la modulation d'intensité.

Ces quatre paramètres sont représentés sur la figure 3.28 pour les deux pentes de la cavité et les cinq puissances laser.

Les valeurs de ω_c et ω_{opt} sont similaires : elles ont le même signe et évoluent de la même manière avec la puissance laser. Ce résultat indique un seul couplage opto-mécanique pour les deux phénomènes (l'effet induit par le bruit laser et l'effet optique d'auto-amortissement ou d'auto-oscillation). Leur signe positif pour une pente positive est compatible avec un couplage par pression de radiation. Cependant, la valeur de $C = 2\omega_c/\omega_{\text{eff}}$ est plus grande que celle attendue par la relation (3.78) ($C = \frac{I_{in}}{R}\frac{\mathrm{d}R}{\mathrm{d}d}\frac{2\beta}{ck}\frac{1}{1+\omega_{\text{eff}}^2\tau^2}$) si on utilise $\tau \sim 0$ et $\beta \sim 1$ pour cette cavité de faible finesse. Pour retrouver la même valeur C, il faudrait utiliser $\beta \sim 2000$, ce qui correspond à une très grande amplification du champ par l'effet intra-cavité ; ce qui est peu problable vu la faible finesse. Continuons l'analyse.

Les valeurs de γ_c et γ_{opt} sont également similaires à basse puissance. Ce résultat indique aussi l'existence d'un seul couplage. Par contre, leur signe est opposé à celui attendu par la pression de radiation. L'origine du couplage opto-mécanique

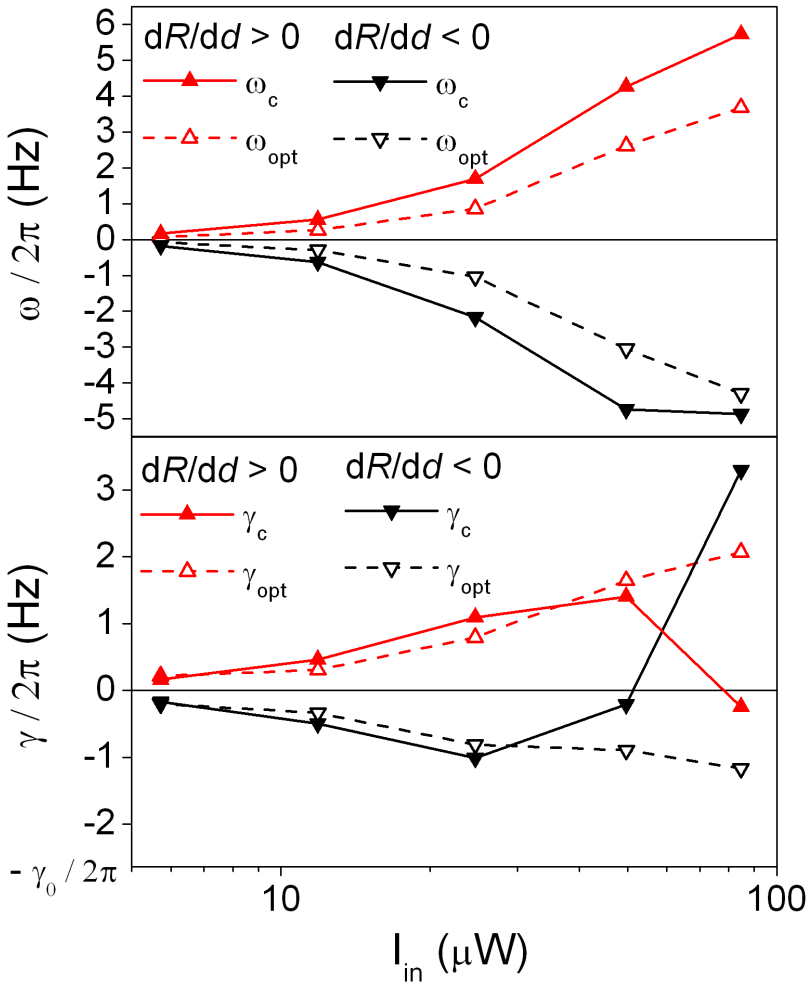


FIGURE 3.28 – Représentation des paramètres de couplage $\omega_c/2\pi$ et $\gamma_c/2\pi$ et des paramètres dus aux effets optiques $\omega_{opt}/2\pi$ et $\gamma_{opt}/2\pi$ obtenus en ajustant $|\xi(\omega)|$ aux courbes d'amplitude du microlevier réalisées par modulation de l'intensité laser (les mesures pour deux puissances laser sont données sur la figure 3.27). La fréquence de résonance optique $\omega_{opt} = \omega_{\text{eff}} - \omega_0$ et le facteur de dissipation optique $\gamma_{opt} = \gamma_{\text{eff}} - \gamma_0$ sont représentés par les symboles ouverts. La fréquence de résonance intrinsèque est $\omega_0/2\pi = 42554,77$ Hz. Le bas de l'axe du graphique (b) correspond au facteur de dissipation intrinsèque $\gamma_0/2\pi = 2,64$ Hz.

proviendrait donc plutôt d'une force bolométrique, force attendue dans le cas de microleviers métallisés. $\theta(\omega)$ étant un filtre passe-bas, il serait intéressant de tracer son diagramme de Bode pour connaître sa fréquence de coupure et ainsi son signe et son retard, comme cela a été fait dans l'article [90]. Mais, nous n'avons pas pu faire ces mesures à basse fréquence : la réponse du microlevier $H_m(\omega)$ est en effet négligeable en dehors de sa fréquence de résonance.

Tournons-nous maintenant vers les deux facteurs du couplage mis en évidence dans la réponse à la modulation d'intensité. ω_c et γ_c ont le même signe à basse puissance, alors que la théorie avec une seule force prédit des signes opposés. Ils proviennent nécessairement de deux couplages opto-mécaniques différents : la pression de radiation et la force bolométrique ou deux forces bolométriques avec des signes différents et des temps de retard τ très différents. En effet, une force avec un petit retard génère un grand ω_c et un petit γ_c alors qu'une force avec un grand retard induit un petit ω_c et un grand γ_c.

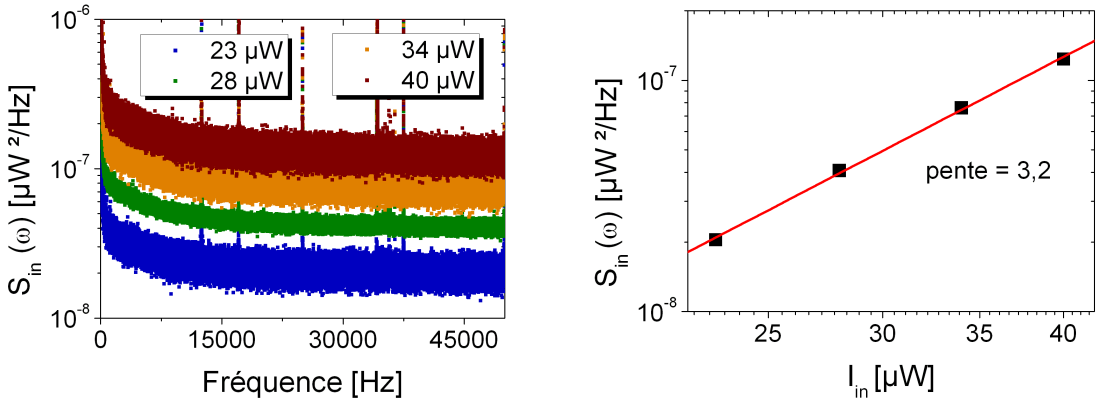
A plus forte puissance laser, on observe un soudain changement de signe de γ_c. Ce nouveau signe suggère l'existence d'une pression de radiation retardée ou d'une autre force bolométrique, comme on vient de le suggérer. Mais, même si la longueur de cohérence du laser augmente à plus grande puissance et donc augmente le retard impliqué dans la pression de radiation, celui-ci reste très petit comparé à la période de vibration du levier. Une force due à une pression de radiation retardée est donc peu probable ici. Par contre, plusieurs forces bolométriques peuvent coexister dans un même levier exposé à un faisceau laser. En effet, l'énergie thermique absorbée à l'extrémité du levier se diffuse dans deux directions : à travers l'épaisseur avec un temps très court, et le long du levier avec un temps plus grand. Si les gradients de température vertical et horizontal induisent une contrainte mécanique opposée, alors ils peuvent induire une flexion du levier de signes opposés. Une analyse thermo-mécanique détaillée devient nécessaire pour mieux expliquer ces couplages opto-mécaniques complexes.

Finalement, le couplage opto-mécanique serait provoqué par deux forces bolométriques avec des retards τ très différents. C'est la seule conclusion qui explique au mieux les variations des paramètres ω_c, γ_c, ω_{opt} et γ_{opt} obtenus dans cette étude de la réponse du microlevier à une modulation d'intensité laser.

Spectres de bruit

Maintenant que nous avons étudié la réponse du microlevier à une modulation d'intensité, tournons-nous vers les mesures de densités spectrales de bruit du microlevier.

L'intensité lumineuse émise par la diode laser et injectée dans la cavité a une fluctuation temporelle caractérisée par sa densité spectrale de bruit $S_{in}(\omega)$ mesurée sur la photodiode n°2 (cf. figure 3.25). $S_{in}(\omega)$ est constante entre 0 et plus de 50 kHz



(a) (b)

FIGURE 3.29 – Densité spectrale de bruit du faisceau laser incident S_{in} mesurée au niveau de la photodiode PhD2 (photodiode : 0,44 A/W et gain de l'amplificateur-convertisseur : 10^5 V/A). (a) Ce bruit est constant jusqu'à 50 kHz et (b) sa valeur dépend de la puissance laser de sorte que $S_{in}(\omega) \propto I_{in}^{3.2}$.

ce qui est typique d'un bruit produit par l'électronique. Ce bruit blanc augmente avec la valeur moyenne de l'intensité I_{in} comme $S_{in}(\omega) \propto I_{in}^{3.2}$ (cf. figure 3.29). Cette variation ne semble pas bouger avec le temps puisqu'on la trouve déjà dans la thèse de G. Jourdan pour ce même laser [4]. Le bruit résultant au niveau de l'intensité réfléchie ($S_{out}^{directe} = 2 \times 10^{-10} \mu W^2/Hz$ pour $I_{in} = 25 \mu W$) domine le bruit de détection de la photodiode et de l'amplificateur-convertisseur que nous avons mesuré laser éteint ($S_{detection} = 3 \times 10^{-11} \mu W^2/Hz$ pour un gain de 10^6 V/A). A cause du couplage opto-mécanique, ce bruit d'intensité laser induit un bruit d'action en retour sur la position du microlevier qui domine le bruit thermique à 4.2 K.

La densité spectrale de puissance (DSP) $S_{out}(\omega)$ de l'intensité réfléchie, convertie en bruit de déplacement du microlevier, est montrée sur la figure 3.30 pour trois puissances laser incidentes. Le bruit d'action en retour étant corrélé au bruit d'intensité direct, les spectres présentent un pic de résonance asymétrique : un des deux côtés du pic est un creux. Le bruit est réduit sur la partie gauche du pic (respectivement, la partie droite) dans le cas d'une cavité sur la pente négative (positive) ce qui est en accord avec les résultats obtenus par modulation d'intensité laser. La réduction du bruit est cependant moins grande que celle attendue par l'expérience précédente. Les spectres expérimentaux sont correctement ajustés par la fonction $|\xi(\omega)|^2$ comme l'indique la relation (3.80) (courbes rouges) mais avec des paramètres différents de ceux trouvés précédemment (figure 3.28). Ces derniers auraient donné un creux beaucoup plus prononcé (courbes grises de la figure 3.30). Les valeurs de ω_{opt} et γ_{opt} sont presque les mêmes pour les deux expériences, mais ω_c est environ 3 fois plus

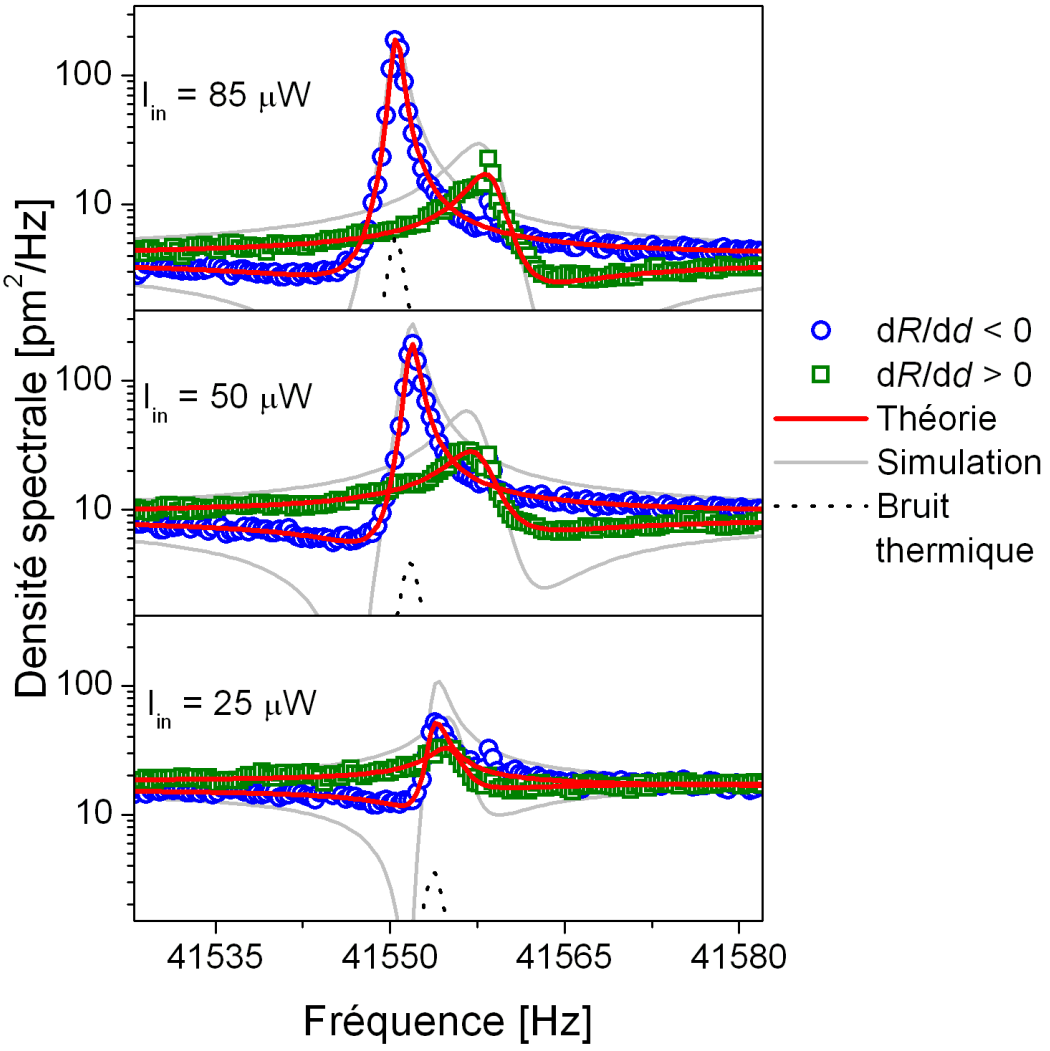


FIGURE 3.30 – Densité spectrale de bruit de la lumière réfléchie $S_{out}(\omega)$ mesurée pour des puissances laser incidentes $I_{in} = 25$, 50 et 85μW, pour des pentes positives (carrés verts) et négatives (cercles bleus) de la cavité. Le bruit d'intensité direct produit un spectre plat qui est corrélé au bruit d'action en retour qui, lui, produit un pic de résonance. Ils génèrent un creux où le bruit est réduit lorsqu'ils sont en opposition de phase. Les courbes rouges sont les résultats de l'ajustement de $|\xi(\omega)|^2$ et les courbes grises sont obtenus en simulant la même fonction $|\xi(\omega)|^2$ mais avec les paramètres de la figure 3.28 obtenus pour l'expérience de modulation de l'intensité laser. Le bruit thermique à 4,2 K est simulé avec les paramètres effectifs $\omega_{\text{eff}} = \omega_0 + \omega_{opt}$ et $\gamma_{\text{eff}} = \gamma_0 + \gamma_{opt}$ (seule la courbe pour la pente négative est visible ; l'autre est beaucoup plus faible à cause du $\ll$ self-cooling $\gg$).

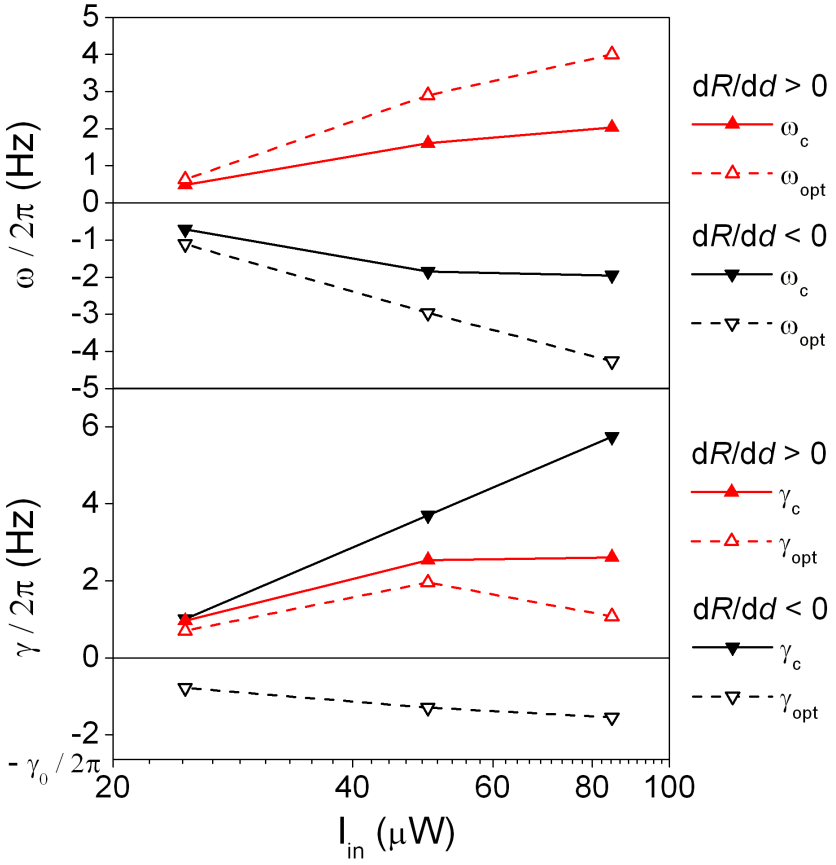


FIGURE 3.31 – Représentation des paramètres de couplage $\omega_c/2\pi$ et $\gamma_c/2\pi$ et des paramètres dus aux effets optiques $\omega_{opt}/2\pi$ et $\gamma_{opt}/2\pi$ obtenus en ajustant $|\xi(\omega)|^2$ aux densités spectrales de bruit (cf. figure 3.30). La fréquence de résonance optique $\omega_{opt} = \omega_{\text{eff}} - \omega_0$ et le facteur de dissipation optique $\gamma_{opt} = \gamma_{\text{eff}} - \gamma_0$ sont représentés par les symboles ouverts. La fréquence de résonance intrinsèque est $\omega_0/2\pi = 42554,77$ Hz. Le bas de l'axe du graphique (b) correspond au facteur de dissipation intrinsèque $\gamma_0/2\pi = 2,64$ Hz.

petit dans les spectres de bruit et γ_c est aussi différent (figure 3.31).

D'un côté, notre modèle (3.80) s'ajuste bien aux courbes expérimentales : notre raisonnement paraît donc correct. Mais d'un autre côté, la différence trouvée entre les paramètres de chaque expérience semble indiquer que d'autres sources de bruit contribuent aux spectres ou que le bruit d'intensité se couple différemment avec le microlevier par rapport à la modulation d'intensité. La contribution du bruit de fréquence laser est très petite : on ne voit pas de bruit supplémentaire sur les pentes d'interférence de la cavité. De même, le bruit de détection, on l'a vu, est aussi beaucoup plus faible. Et de toute façon, soustraire un tel bruit constant en fréquence avant d'ajuster les paramètres, ne change pas énormément les résultats. Le bruit thermique du microlevier calculé avec les paramètres effectifs ω_{opt} et γ_{opt} est aussi négligeable à 4.2 K (courbes en traits pointillés gris de la figure 3.30).

Conclusion

Finalement, l'aspect asymétrique des densités spectrales de bruit peut être expliqué par un effet de couplage opto-mécanique du microlevier avec le bruit laser. L'analyse des courbes tend à conclure que l'origine du couplage opto-mécanique proviendrait de deux forces bolométriques distinctes. Il faudrait une analyse thermo-mécanique détaillée pour confirmer ou non cette conclusion. Par ailleurs, nous pourrions réaliser une troisième série d'expériences en générant un bruit sur le courant de pompage du laser. Les paramètres obtenus se rapprocheraient certainement de ceux issus des courbes de spectres.

3.5.4 Amélioration du rapport signal sur bruit

Les phénomènes d'auto-refroidissement ne permettent pas d'augmenter le rapport signal sur bruit S/N puisque le signal diminue de la même façon que le bruit thermique. Par contre, le couplage opto-mécanique que nous venons de mettre en évidence pourrait augmenter le rapport S/N lorsque le bruit est dominé par les fluctuations d'intensité du laser (cf. figure 3.32). En effet, la densité spectrale montre un minimum de bruit plus petit que le bruit direct d'intensité. On peut donc trouver un optimum de mesure en mode dynamique en faisant vibrer le microlevier à une fréquence légèrement différente de sa fréquence de résonance $\omega_0 = 2\pi f_0$: soit au-dessus, soit en-dessous, suivant la pente de la cavité.

Le signal mesuré à la fréquence ω et généré par une modulation de force $\delta F^{signal}(\omega)$ est donné par :

$$\delta I_{out}^{signal}(\omega) = I_{in}\frac{\mathrm{d}R}{\mathrm{d}d}H_m(\omega)\delta F^{signal}(\omega) \tag{3.81}$$

De plus, l'intensité générée par le bruit est proportionnelle à $\xi(\omega)$:

$$\delta I_{out}^{bruit}(\omega) = R\xi(\omega)\delta I_{in}(\omega) \tag{3.82}$$

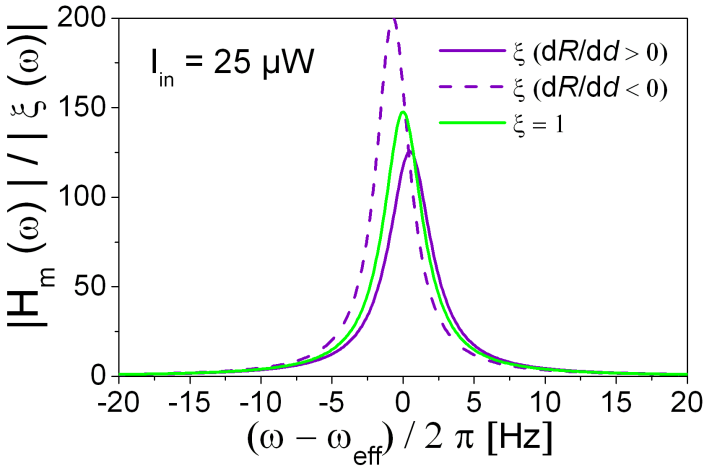


FIGURE 3.32 – Dépendance fréquentielle du rapport signal sur bruit S/N (il est proportionnel au rapport $|H_m(\omega)|\,/\,|\xi(\omega)|$). Les courbes se présentent sous la forme d'une lorentzienne avec une fréquence de résonance $\omega_{\text{eff}} + \omega_c$ et un coefficient d'amortissement $\gamma_{\text{eff}} + \gamma_c$. Les courbes sont issues des paramètres des spectres de bruit obtenus à 25μW. On constate que le rapport S/N peut être amélioré par la présence du couplage (la courbe verte représente le rapport S/N sans couplage : $\xi = 1$).

Le rapport signal sur bruit S/N est donc proportionnel au rapport $\frac{|H_m(\omega)|}{|\xi(\omega)|}$ de sorte que :

$$\frac{S}{N} = \frac{\delta I_{out}^{signal}(\omega)}{\delta I_{out}^{bruit}(\omega)} \propto \frac{|H_m(\omega)|}{|\xi(\omega)|} = \frac{1}{k}\frac{\omega_{\text{eff}}/2}{\sqrt{(\omega_{\text{eff}} + \omega_c - \omega)^2 + (\gamma_{\text{eff}} + \gamma_c)^2/4}} \tag{3.83}$$

Cette expression du rapport signal sur bruit a la même forme que la fonction réponse $H(\omega)$ avec une fréquence de résonance décallée de $\omega_{\text{eff}} + \omega_c$ et un coefficient d'amortissement $\gamma_{\text{eff}} + \gamma_c$.

Sur le graphique 3.33, le rapport S/N a été calculé pour deux jeux de paramètres $\{\omega_{opt}, \gamma_{opt}, \omega_c, \gamma_c\}$: les premières valeurs proviennent des courbes de réponse du microlevier à une modulation d'intensité lumineuse (courbes rouges) et la deuxième série est issue des spectres de bruit (courbes noires). On voit que le rapport calculé avec les paramètres issus des spectres présente un pic moins important que celui prévu par les paramètres issus de la modulation d'intensité.

La figure 3.34 montre le rapport $|H_m(\omega)|\,/\,|\xi(\omega)|$ pour les paramètres issus des spectres de bruit. Le maximum des courbes est décallé de ω_c par rapport à ω_{eff}. Le meilleur rapport est obtenu pour une puissance laser de 25μW sur une pente négative. Mais pour savoir à quelle puissance laser le rapport S/N est le plus grand, il faut tenir compte du facteur $\frac{I_{in}}{\delta I_{in}}\frac{\mathrm{d}R/\mathrm{d}d}{R}\delta F$ dont la variation avec la puissance n'est pas évidente. De plus, sur la pente négative (courbes en pointillées), les maxima

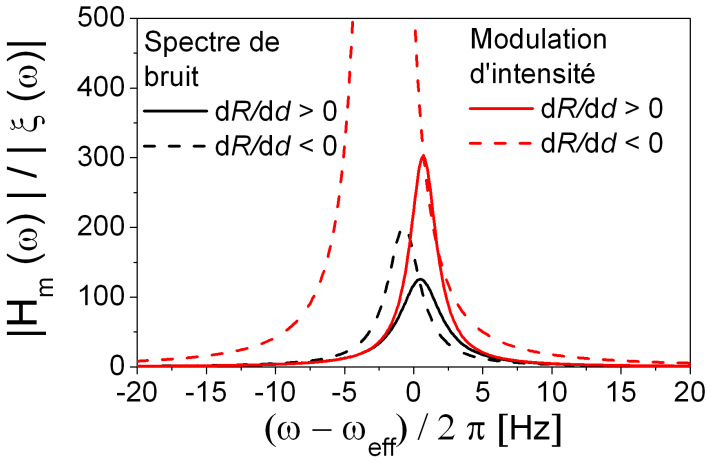


FIGURE 3.33 – Dépendance fréquentielle du rapport signal sur bruit S/N (il est proportionnel au rapport $|H_m(\omega)| \,/\, |\xi(\omega)|$). On compare le rapport S/N obtenu soit en prenant les paramètres déterminés par la modulation d'intensité laser (courbes rouges), soit en prenant ceux issus des spectres de bruit (courbes noires) pour $I_{in} = 25\mu$W. Le maximum de la courbe tronquée est de 15500.

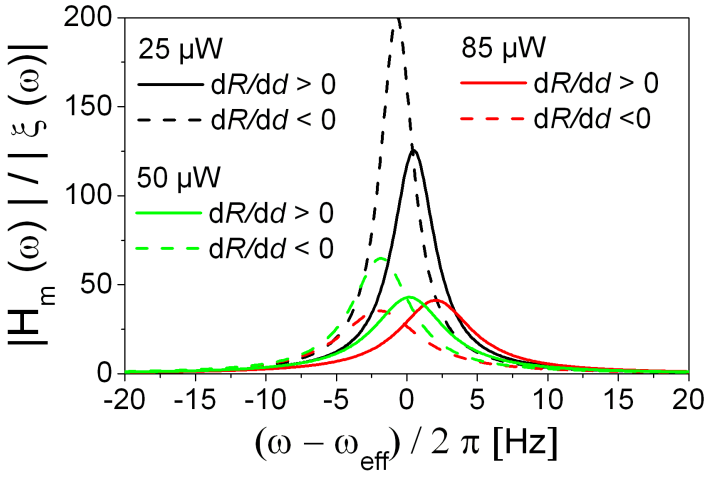


FIGURE 3.34 – Dépendance fréquentielle du rapport signal sur bruit S/N. Le rapport a été calculé avec les paramètres de $\xi(\omega)$ issus des spectres de bruit, pour différentes puissances laser incidentes.

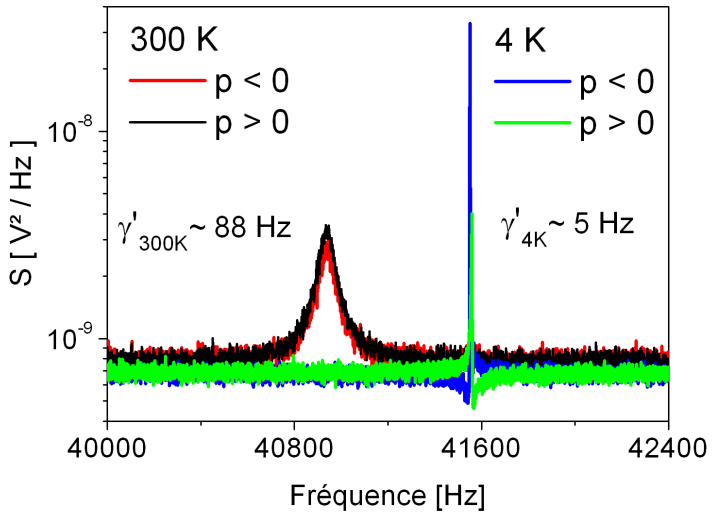


FIGURE 3.35 – Spectres de bruit d'un même microlevier à 300 K et à 4 K obtenus pour des puissances laser semblables (108μW à température ambiante et 85μW à froid). Ces spectres ont été laissés volontairement en V^2/Hz pour une comparaison plus facile (les sensibilités s (en nm/V) étaient très différents d'une mesure à l'autre). A 300 K, les spectres de chaque pente ($p > 0$ et $p < 0$) se superposent contrairement aux spectres asymétriques à 4 K.

décroissent avec la puissance, ce qui paraît contre-intuitif. L'explication est en fait visible sur la figure 3.31 page 115 : le paramètre γ_c est de signe opposé à γ_{opt} et sa valeur est supérieure à celle de $|\gamma_{opt}|$. Enfin, la région spectrale où le bruit est réduit est limitée à quelques hertz et se trouve juste à côté de la région où le bruit est au contraire amplifié. La bande passante de la détection synchrone utilisée doit alors être restreinte à ces quelques hertz pour bénéficier de cet effet.

Pour le moment, nous n'avons fait que la démonstration de principe de l'augmentation du rapport signal sur bruit. Il reste encore à démontrer expérimentalement que pour un choix judicieux de la fréquence de vibration du microlevier le bruit est effectivement diminué lors d'une mesure de force.

3.5.5 Conclusion

A température ambiante, les mesures de force sont limitées par le bruit thermique. La diminution de la température réduisant ce dernier d'un facteur proche de 10, réaliser des mesures à 4 K devrait augmenter la résolution en force. Mais en pratique, ce n'est pas le cas car le bruit laser supplante le bruit thermique et devient le facteur limitant. On peut d'ailleurs remarquer un détail troublant : le bruit laser est important à basse température (et entraîne parfois un bruit aussi important

que le bruit thermique à 300 K) (cf. figure 3.35). Alors pourquoi reste-t-il invisible à température ambiante ? La température du microscope n'affecte pourtant pas la fluctuation de l'intensité laser. En fait, elle jouerait sur le couplage opto-mécanique (bolométrique en particulier) : la réponse du microlevier à une modulation d'intensité à température ambiante est en effet plus faible que celle obtenue à basse température.

Dans tous les cas, pour gagner en résolution (le but premier de notre montage basse température), il faudrait changer le laser actuel pour un modèle moins bruité en intensité.

Chapitre 4

Mesures de la force de Casimir

Sommaire

4.1 La force électrostatique en géométrie sphère-plan 123
4.1.1 Une référence pour l'étalonnage de la sonde de force . . . 123
4.1.2 Expression de la force électrostatique 124
4.1.3 Limites du contrôle de la force capacitive 125
4.1.4 Le facteur de calibration α 127
4.2 Le potentiel de contact V_c 128
4.2.1 Origine 128
4.2.2 Mesures de V_c 129
4.2.3 Dépendance de V_c avec la distance sphère-échantillon . . . 131
4.3 Procédure de mesure de la force de Casimir 135
4.3.1 Mise à froid de la canne de mesure 135
4.3.2 Les composantes du signal de mesure 135
4.3.3 Approche grossière et sécurisée de l'échantillon 138
4.3.4 Procédure d'acquisition des données 139
4.3.5 Traitement des données brutes 143
4.4 Mesures de la force de Casimir 145
4.4.1 Mesure d'une force résiduelle autre que la force de Casimir 145
4.4.2 Mesures or/or et or/silicium dopé 150

La mesure quantitative de la force de Casimir constitue la problématique centrale de la thèse. Cette opération exige une excellente connaissance de l'appareil pour atteindre une résolution expérimentale de quelques pour cent. Pour cette raison, le chapitre 3 a été consacré à notre sonde de force : le microlevier. Cette étude a permis d'identifier les limites de résolution de notre instrument.

La mesure de la force de Casimir nécessite un positionnement absolu des points expérimentaux pour assurer une confrontation théorie-expérience quantitative. Elle suppose une procédure de calibration précise. L'interaction électrostatique entre les miroirs de Casimir est une force de référence que nous avons exploitée pour calibrer la sonde de mesure. La première partie de ce chapitre donne une description succincte de cette force et explique comment obtenir une mesure absolue avec son aide. Nous verrons ensuite les mesures de potentiels de contact. Puis la procédure de mesure expérimentale d'un gradient de force est présentée. Enfin les mesures de la force de Casimir seront exposées. Nous verrons la contribution d'une force additionnelle parasite dont nous avons réussi à trouver l'origine et ainsi à l'éliminer.

4.1 La force électrostatique en géométrie sphère-plan

4.1.1 Une référence pour l'étalonnage de la sonde de force

Le microlevier est au cœur du dispositif de force. Son assimilation à un oscillateur harmonique offre un cadre efficace pour décrire son comportement. La mesure d'un gradient de force $\frac{\partial F}{\partial z}$ est réalisée par l'intermédiaire du décalage en fréquence Δf :

$$\Delta f = -\frac{f_0}{2k}\frac{\partial F}{\partial z} \tag{4.1}$$

où f_0 est la fréquence de résonance du microlevier lorsqu'il est en dehors de toute interaction et k sa raideur. L'étude réalisée au chapitre 3 montre cependant que la constante de raideur extraite du mouvement brownien est non seulement peu précise mais aussi différente de la raideur k intervenant dans la relation (4.1) : le mouvement brownien agit sur toute la surface du microlevier alors que la force d'interaction ne s'applique que sur la sphère. Il résulte de cette analyse que seule l'utilisation d'un gradient de référence permet une calibration de la sonde compatible avec une résolution de l'ordre du pour cent.

Le mode d'action de cette force de référence doit néanmoins être identique à celui de la force de Casimir. La microsphère est l'élément du montage qui permet de répondre à cette demande : elle est essentielle pour assurer une contrainte identique sur le microlevier, quelle que soit la distribution des efforts sur la sphère. Le mouvement du levier engendré dans ces conditions ne dépend pas de la nature de la force. La force électrostatique, par ailleurs bien connue, apparaît ainsi directement comparable à la force de Casimir et devient notre force d'étalonnage.

4.1.2 Expression de la force électrostatique

Lorsqu'on s'intéresse à la force électrostatique entre deux surfaces, on l'exprime souvent sous la forme d'une force capacitive. La microsphère et la surface plane de l'échantillon constituent les armatures d'un condensateur de capacité C qui ne dépend que de la distance de séparation z. Cette capacité est reliée à la charge totale Q par la relation $Q = CV$ où V est la différence de potentiel entre les deux conducteurs. L'énergie du champ électrostatique généré s'élève à :

$$E = \frac{1}{2}CV^2 \tag{4.2}$$

La force exercée entre les deux surfaces dérive de l'énergie E et est attractive :

$$F = -\frac{\partial E}{\partial z} = -\frac{1}{2}\frac{\partial C}{\partial z}V^2 \tag{4.3}$$

La première dérivée de la capacité entre une sphère de rayon R et un plan infini est donné par E. Durand [99] :

$$C'_{sp}(z) = 4\pi\epsilon_0 \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\coth\alpha - n\coth(n\alpha)}{\sinh(n\alpha)} \tag{4.4}$$

où $\cosh\alpha = 1 + \frac{z}{R}$.

Lorsque la distance de séparation z est négligeable devant le rayon de la sphère ($z \ll R$), cette expression devient :

$$C'_{sp}(z) = 2\pi\epsilon_0 \frac{R}{z} \tag{4.5}$$

La force capacitive entre la sonde et l'échantillon est ainsi décrite par :

$$F_{e\,sp}(z) = -\pi\epsilon_0 R\frac{V^2}{z} \tag{4.6}$$

D'un point de vue expérimental, nous avons vu au chapitre 3 que les mesures en mode dynamique (i.e. en faisant osciller le microlevier à sa fréquence de résonance) étaient les plus sensibles. Or, dans ce mode, nous ne mesurons pas la force mais son gradient. La dérivée de (4.6) nous donne ainsi :

$$\frac{\partial F_{e\,sp}}{\partial z} = \pi\epsilon_0 R\frac{V^2}{z^2} \tag{4.7}$$

Pour $z \ll R$, notons que cette expression peut être retrouvée en utilisant l'approximation de Derjaguin comme au chapitre 1 :

$$\frac{\partial F_{e\,sp}}{\partial z} = 2\pi R\frac{F_{e\,pp}}{A} \tag{4.8}$$

En remplaçant la valeur de la dérivée première de la capacité dans une géométrie plan-plan (pp) $C'_{pp} = -\epsilon_0 A/z^2$, avec A la surface en regard des deux armatures, dans la relation (4.3), on obtient à nouveau l'équation (4.7).

L'analyse de nos résultats expérimentaux s'appuie sur l'expression (4.7) plus simple d'utilisation que celle issue de (4.4). La plage de distance explorée comprise entre 20 et 500 nm s'incrit en effet dans la limite $z \ll R$ pour des tailles de sphères voisines de 20 μm.

4.1.3 Limites du contrôle de la force capacitive

Evaluation de l'erreur introduite par l'approximation de la dérivée de la capacité C'_{sp}

L'approximation (4.7) constitue une source d'incertitude systématique sur le facteur de calibration de la sonde (ce facteur sera présenté dans la suite du manuscrit). Il convient d'évaluer l'ordre de grandeur de l'erreur qu'elle est susceptible de produire.

Notons β_G la correction relative entre le gradient de la force exacte et celui de l'approximation :

$$\frac{\partial F_{e\,sp\,exacte}}{\partial z}(z) = \beta_G(x)\pi\epsilon_0 R\frac{V^2}{z^2} \tag{4.9}$$

où $x = z/R$ est un paramètre adimensionné.

Pour comparer, l'approximation $\pi\epsilon_0 R\frac{V^2}{z^2}$ à la formule exacte, on remplace l'expression (4.4) possèdant une forme analytique difficile à exploiter par deux développements approchés. Le premier modèle est extrait d'un calcul de Sylvain Hudlet [100]. En dérivant le champ électrique créé par un système métallique convexe avec une symétrie axiale, il trouve dans le cas d'une géométrie sphère-plan :

$$F_{e\,sp\,Hudlet} = -\pi\epsilon_0 \left[\frac{R^2}{z(z+R)}\right] V^2 \tag{4.10}$$

Cette approximation est valable pour $z \ll R$ et $z \gg R$. En dérivant (4.10), on trouve :

$$\frac{\partial F_{e\,sp\,Hudlet}}{\partial z} = \underbrace{\frac{2x+1}{(x+1)^2}}_{\beta_G}\pi\epsilon_0 R\frac{V^2}{z^2} \tag{4.11}$$

Le second modèle s'appuie sur un développement proposé par Chen et Mohideen [29] :

$$F_{e\,sp\,Chen} = -\pi\epsilon_0 R\frac{V^2}{z}\sum_{i=0}^{7} c_i \left(\frac{z}{R}\right)^i \tag{4.12}$$

avec :

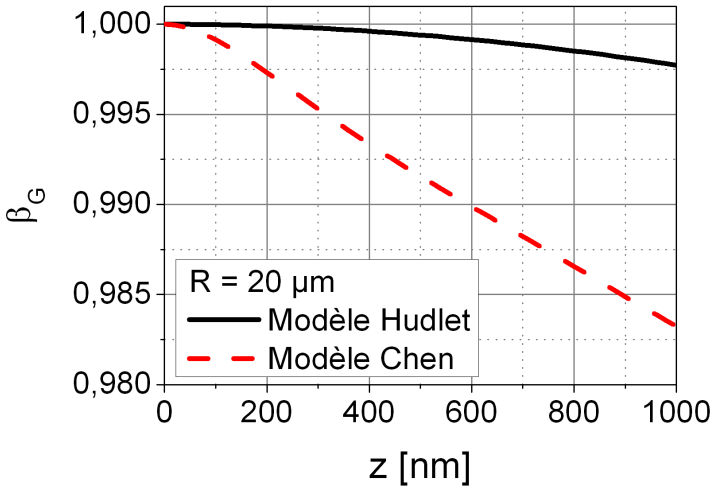


FIGURE 4.1 – Evaluation de l'approximation du gradient de la force électrostatique. Le modèle de Chen présente un écart plus important que le modèle de Hudlet. Le désaccord avec le modèle de gradient est vraisemblablement inférieur à 2% pour une distance $z < 1\mu$m. L'erreur commise ne devrait cependant pas être perceptible compte tenu des autres sources d'incertitude présentes dans le montage.

$$\begin{array}{llll} c_0 = 1 & c_1 = -2.3652 & c_2 = 44.475 & c_3 = -1142.73 \\ c_4 = 19184.9 & c_5 = -180401 & c_6 = 766168 & c_7 = -600714 \end{array}$$

L'écart relatif avec l'expression exacte est selon les auteurs inférieur à 1.5×10^{-5} si z se situe entre 300 nm et 1 μm pour une sphère de 20 μm de rayon (dans leur expérience, le rayon de la sphère est en réalité 5 fois plus élevé ($R = 100$ μm) et l'intervalle d'étude est compris entre 1.8 et 5 μm). Le gradient de cette force s'écrit sous la forme :

$$\frac{\partial F_{e\,sp\,Chen}}{\partial z} = \pi\epsilon_0 R \frac{V^2}{z^2} \underbrace{\left[c_0 - \sum_{i=2}^{7} (i-1) c_i x^i \right]}_{\beta_G} \tag{4.13}$$

β_g est tracé sur la figure 4.1 pour les deux modèles. Selon le modèle de Chen, plus pessismiste mais peut-être aussi plus réaliste que le modèle de Hudlet, l'approximation (4.7) réalisée sur le gradient de la force électrostatique est correcte à 2% près dans la région d'intérêt (en dessous de 1μm) : le facteur de calibration a tendance à être surévalué. L'erreur commise ne devrait cependant pas être perceptible compte tenu des autres sources d'incertitude du montage. Le modèle (4.7) est dans ces conditions acceptable pour la poursuite de l'étude.

Distribution des forces sur la microsphère

Les portions de sphère sur lesquelles s'exercent majoritairement la force de Casimir et la force électrostatique sont différentes. Le gradient de la force capacitive décroît en $1/z^2$, plus lentement que le gradient de la force de Casimir qui lui s'atténue en $1/z^4$ approximativement. Pour une séparation donnée, la taille de la calotte électrostatique est par conséquent plus grande que celle utile pour l'effet Casimir. Donc l'approximation de Derjaguin est moins critique pour la force de Casimir. En outre, la taille de la calotte diminue lorsque l'échantillon se rapproche de la sphère.

Cependant, quelle que soit la différence de distributions des deux forces, la réponse du microlevier sera la même puisque ces interactions s'appliquent toujours sur la microsphère (et non pas sur le levier qui se situe 40μm plus loin). Cette différence entre les deux forces ne remet donc pas en cause le rôle de référence de l'interaction électrostatique.

4.1.4 Le facteur de calibration α

Le gradient de force réduit G/R

L'approximation de Derjaguin pour la géométrie sphère-plan fait intervenir le rayon de la sphère :

$$\frac{\partial F_{c\,sp}}{\partial z} = 2\pi R f_{c\,pp} \tag{4.14}$$

où $f_{c\,pp}$ est la force de Casimir par unité de surface (pression) dans la configuration plan-plan. Cette fonction est déterminée par le modèle de force développé par Serge Reynaud et Astrid Lambrecht, comme on l'a vu au chapitre 1.

La connaissance précise du rayon de la sphère n'est en réalité pas nécessaire : le gradient de la force électrostatique est lui-même proportionnel à ce paramètre. Nous pouvons donc présenter les résultats sous la forme d'un gradient réduit : G/R. Dans le cas de la force de Casimir, on a :

$$\frac{G_c}{R} = \frac{1}{R}\frac{\partial F_{c\,sp}}{\partial z} = 2\pi f_{c\,pp} \tag{4.15}$$

et pour la force électrostatique :

$$\frac{G_e}{R} = \pi\epsilon_0 \frac{V^2}{z^2} \tag{4.16}$$

La tension V et la distance z sont deux paramètres libres de la procédure de calibration. De manière indirecte, la précision de la loi de déplacement du scanner piézoélectrique étudiée au chapitre 2 est essentielle pour assurer la précision associée au gradient réduit G_c/R.

Le facteur de calibration α de la sonde de force

Dans notre expérience, on mesure le décalage de la fréquence de résonance Δf d'un oscillateur harmonique (le microlevier) de raideur k :

$$\frac{G}{R} = \underbrace{-\frac{2k}{f_0 R}}_{\alpha} \Delta f \tag{4.17}$$

Une fois que le facteur de conversion α est déterminé pour la force électrostatique, il est possible d'étalonner tout gradient de force réduit G/R quelle que soit son origine physique, pourvu que le mode d'action mécanique sur la sonde soit identique. L'effet Casimir peut ainsi être étudié quantitativement avec notre montage expérimental.

4.2 Le potentiel de contact V_c

4.2.1 Origine

Même en l'absence de champ électrique extérieur, une différence de potentiel V_c est présente entre la surface de la sonde et la surface de l'échantillon. Elle correspond à la différence des deux niveaux de Fermi (le niveau de Fermi indique la frontière entre les niveaux d'énergie occupés et les niveaux libres). Lorsqu'il y a contact, ceux-ci s'alignent : une réorganisation des charges s'opère à l'interface des deux surfaces afin de créer une différence de potentiel susceptible d'équilibrer leur potentiel chimique. Ce potentiel est appelé le potentiel de contact V_c.

Pour les métaux, les niveaux de Fermi sont définis par leur travail de sortie W qui correspond à l'énergie à apporter pour extraire un électron (l'amener du niveau de Fermi au niveau du vide). Dans le cas de deux surfaces métalliques 4.2(a), le potentiel de contact s'écrit donc comme la différence des travaux de sortie [101] :

$$qV_c = W_1 - W_2 \tag{4.18}$$

où q est la charge élémentaire de l'électron.

Un semi-conducteur est défini entre autre par son affinité électronique χ qui correspond à l'énergie entre le niveau de conduction E_C et le niveau du vide N_V. Pour connaître le travail de sortie, il faut ajouter la différence d'énergie entre E_C et le niveau de Fermi du semi-conducteur $E_{F\,SC}$ de sorte que :

$$W_{SC} = \chi_{SC} + E_C - E_{F\,SC} \tag{4.19}$$

où $E_C - E_{F\,SC}$ dépend du dopage du semi-conducteur.

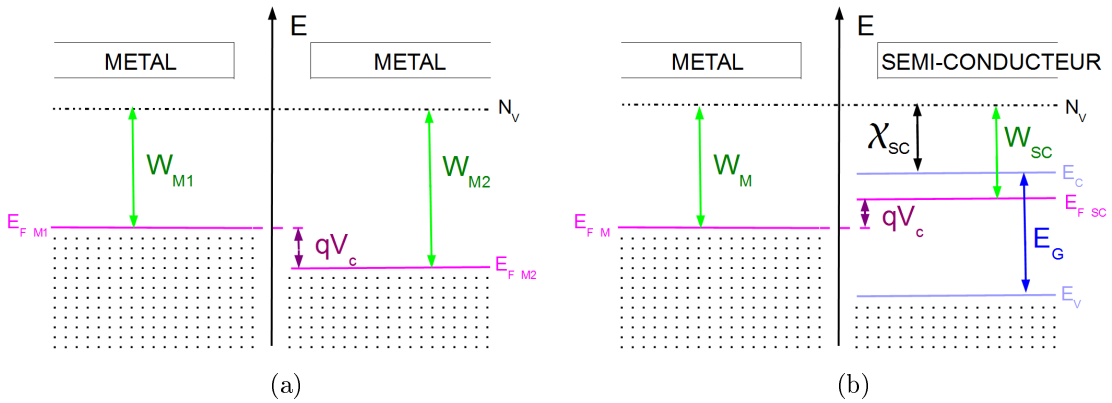


FIGURE 4.2 – Diagrammes d'énergie de deux matériaux (sans contact entre eux). Le potentiel de contact V_c correspond à la différence des niveaux de Fermi. (a) Dans le cas des métaux, les niveaux de Fermi sont caractérisés par leur travail de sortie W qui définit l'énergie à apporter pour extraire un électron. (b) Pour un semi-conducteur, on connait l'affinité électronique χ_{SC}. q est la charge d'un électron $q = |e|$.

Le potentiel de contact dans le cas d'une jonction métal-semiconducteur 4.2(b) correspond à l'énergie de la barrière d'interface d'une diode Schottky V_{bi} (communément appelée ≪ built-in voltage ≫ par les anglo-saxons). On a :

$$qV_c = W_{SC} - W_M \tag{4.20}$$
$$qV_c = \chi_{SC} + E_C - E_{F\,SC} - W_M \tag{4.21}$$

4.2.2 Mesures de V_c

Dans notre expérience, nous avons mesuré ce potentiel de contact en déterminant celui qui minimise la force électrostatique. Cette mesure sera détaillée plus clairement dans la prochaine section. V_c a été évalué pour deux couples de surfaces sonde-échantillon :

- Entre une sonde et un échantillon en or. D'après la définition (4.18), il ne devrait pas exister de potentiel de contact pour deux matériaux identiques. Mais ce n'est pas le cas. On mesure un potentiel de contact de l'ordre de -70 mV. L'existence d'un potentiel de contact non nul peut s'expliquer par une différence d'orientation cristallographique et de l'état de surface. La dispersion de V_c de l'ordre de quelques dizaines de millivolts, d'une expérience à l'autre semble compatible avec cette explication.
- Entre une sonde en or et un échantillon de silicium fortement dopé n (phosphore) : 1.5×10^{19} At./cm^3. Avec ce taux de dopage, le silicium est même dit ≪ dégénéré ≫ : il a passé la transition métal-isolant visible sur la figure 4.3 (se référer à la légende pour plus d'explications). Cet état est nécessaire pour nos mesures à basse température : notre échantillon de silicium reste ainsi conducteur à 4.2 K. Wagner *et al.* [103] indiquent que pour ce taux de dopage, le

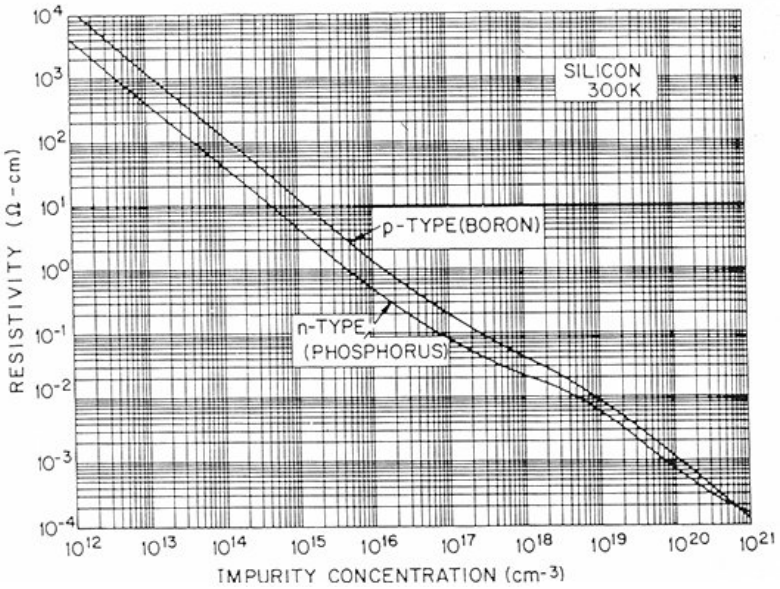


FIGURE 4.3 – Résistivité du silicium à 300 K en fonction du nombre et du type de dopants (n ou p) [102]. Pour que le silicium reste conducteur à basse température, il faut qu'il soit dégénéré, c'est-à-dire qu'il ait passé la transition métal-isolant. Celle-ci a lieu au niveau de la légère bosse visible pour les dopants n autour de 10^{18}-10^{19}At/cm^3 (pour les dopants de type p, la transition n'est pas exactement au même niveau). Notre échantillon étant dopé au phosphore (type n) avec un taux de 1.5×10^{19}At/cm^3, il reste donc conducteur à basse température.

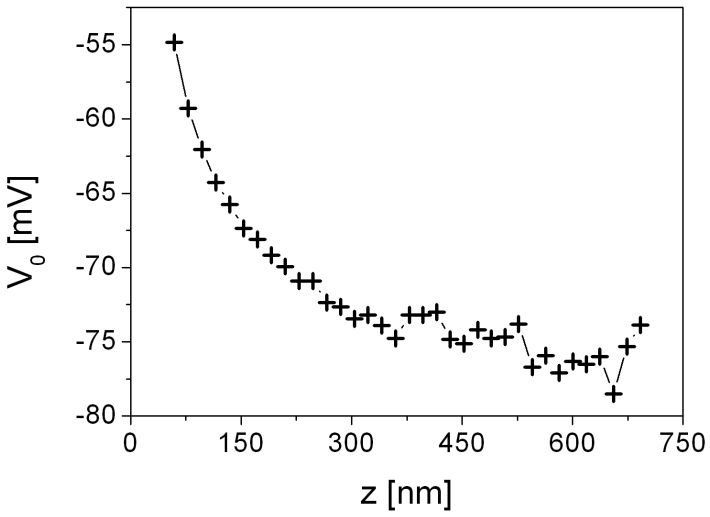


FIGURE 4.4 – Valeur du potentiel qui minimise la force électrostatique en fonction de la distance z entre une sphère et un échantillon d'or. Ce potentiel ne correspond pas au potentiel de contact V_c attendu par la théorie. De plus, il varie légèrement avec la distance entre les surfaces. Appelons alors V_0 ce potentiel qui minimise la force électrostatique.

niveau de Fermi est juste au niveau de la bande de conduction E_C. Le travail de sortie de cet échantillon s'écrit alors : $W_{SC} = \chi_{SC} = 4.05$eV. Par ailleurs, le travail de sortie de l'or est de l'ordre de 5.1eV (dans la littérature, on trouve toute une gamme de valeurs allant de 4.7eV [104] à 5.5eV). On devrait donc obtenir un potentiel de contact de l'ordre de -1V. En pratique, on trouve moitié moins, et comme pour le cas de deux matériaux en or, nous notons des différences de quelques dizaines de millivolts d'une expérience à l'autre que nous pouvons aussi expliquer par une différence d'état de surface.

4.2.3 Dépendance de V_c avec la distance sphère-échantillon

Non seulement, la valeur des potentiels minimisant la force électrostatique ne correspond pas aux valeurs de potentiels de contact V_c attendus par la théorie mais en plus, nos valeurs mesurées varient légèrement avec la distance z séparant la sphère et l'échantillon : la variation est de l'ordre de 20 mV sur près d'1μm (figure 4.4). On peut donc conclure que ce potentiel mesuré n'est pas le potentiel de contact à proprement parler. Appelons-le V_0 pour éviter la confusion.

Notons que cette dépendance singulière (le potentiel de contact V_c n'a en effet aucune raison de dépendre de la distance) est également visible sur d'autres instruments : à l'université de Dartmouth [105], à Amsterdam [106], à l'université de Yale [107], mais aussi sur l'instrument de G. Jourdan [4]. Elle occasionne d'ailleurs

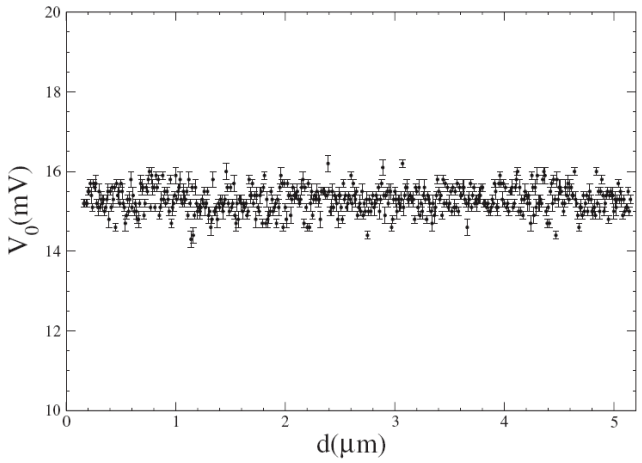


FIGURE 4.5 – Potentiel de contact mesuré sur l'instrument de R. Decca à Indianapolis (USA) en fonction de la distance de séparation d. Il a été mesuré entre une sphère en saphir de 150μm de rayon et une surface plane (surface d'un microrésonateur comme on le voit dans le chapitre 1 figure 1.12 page 32). Les deux surfaces sont recouvertes d'or. Comme on peut le constater, le potentiel ne varie pas avec la distance (mesure effectuée entre 160 et 5100nm). (Graphique issu de [109])

un débat assez vif entre les différents membres de la communauté Casimir comme en témoigne cet échange d'articles [105, 106, 108, 109]. Seule l'expérience de R. Decca, la plus sensible en terme de mesures de force à ce jour, montre un potentiel V_0 assez petit et constant non seulement en z (figure 4.5) mais aussi en scannant la surface de l'échantillon en x et y. Alors comment expliquer ce phénomène ?

On peut utiliser deux modèles :

1. Le premier s'écrit sous la forme :

$$V_0(z)_{Lamoreaux} = a_1 \log z + a_2 \tag{4.22}$$

   Il a été proposé par S. Lamoreaux [111] sans justification théorique. Ce comportement logarithmique a néanmoins été observé pour son expérience entre deux surfaces de germanium [107] (à l'université de Yale), mais aussi sur l'expérience de S. de Man entre deux surfaces d'or [106] (à Amsterdam). Pour ce dernier, le facteur χ^2 réduit était de 0.8 (cf. figure 4.7(a)). Ce facteur permet d'estimer la qualité d'un modèle d'ajustement : plus il est proche de 1, plus le modèle est correct.

2. La dépendance de $\ll V_c \gg$ avec la distance sonde-échantillon ne concerne pas seulement la communité Casimir, elle a été aussi observée en KFM (Kelvin Force Microscope : technique de microscopie qui détermine les travaux de sortie en mesurant le potentiel de contact en chaque point $(x; y)$ des échantillons). Pour expliquer ce phénomène, Hadjadj *et al.* [110] prennent en compte l'interaction de la sonde avec *l'ensemble* de son environnement. Ils regardent, en

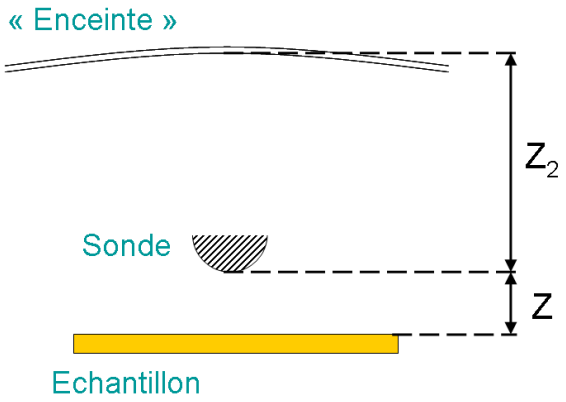
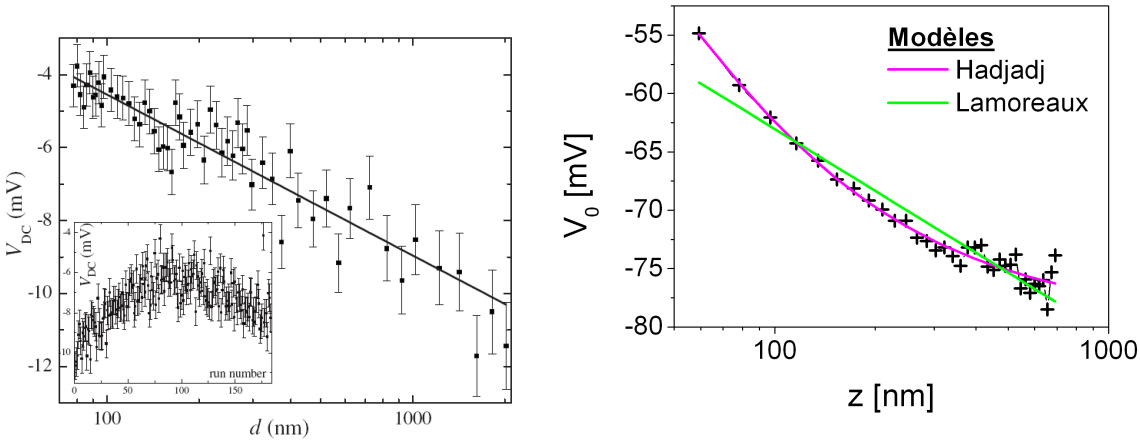


FIGURE 4.6 – Représentation schématique du modèle de Hadjadj *et al.* [110]. Le problème est réduit à trois conducteurs métalliques : la sonde (dans notre cas, le système {sphère + microlevier}), l'échantillon situé à une distance z de la sonde, et une plaque conductrice, située à une distance z_2 de la sonde.



(a) (b)

FIGURE 4.7 – (a) ≪ Potentiel de contact ≫ V_{DC} en fonction de la distance sonde-échantillon d, mesuré sur l'instrument de S. de Man à Amsterdam. Ces mesures ont été effectuées entre une sphère de 100μm de rayon et un échantillon plan. Les deux surfaces ont été recouvertes de 200nm d'or. La variation de V_{DC} suit une loi logarithmique : $V_{DC} = a_1 \log d + a_2$ (avec un χ^2 réduit de 0.8). La courbe insérée montre ce même potentiel pour $d \approx 275$nm en fonction du temps : elle montre que la variation du potentiel de contact avec d est indépendante de la dérive temporelle. (Graphique issu de [106]) (b) ≪ Potentiel de contact ≫ mesuré sur notre instrument entre une sphère et un échantillon plan, recouverts d'or (mêmes données que sur la figure 4.4). Le modèle de Hadjadj (courbe rose) donne un χ^2 réduit plus favorable (0.97) que celui du modèle de Lamoreaux (0.92). Lorsque z tend vers 0, V_0 tend vers V_c dans le modèle d'Hadjadj. Ici, pour deux surfaces d'or, on trouve $V_c = (-10 \pm 16)$ mV sachant que la définition du potentiel de contact prédit que $V_c = 0$V pour deux matériaux identiques.

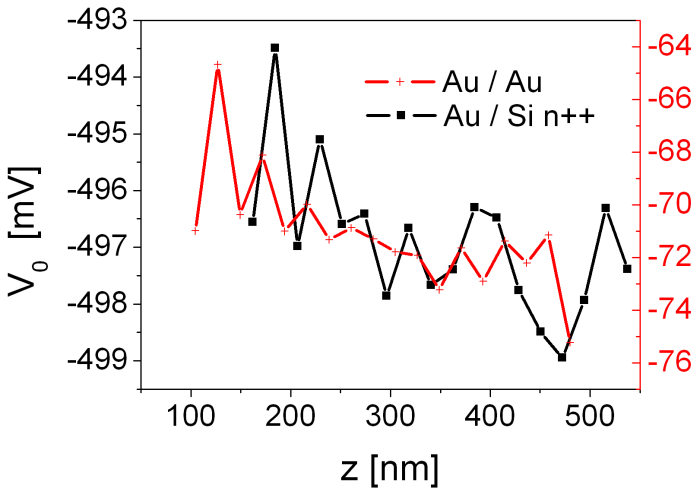


FIGURE 4.8 – Pour une même disposition de la fibre au dessus du microlevier, le potentiel de contact V_0 suit la même dépendance en distance que la sphère soit au dessus de l'or (courbe rouge) ou en face du silicium dopé (courbe noire).

se basant sur un modèle simple d'électrostatique, les effets induits par la présence de capacités dues aux objets métalliques placés au voisinage du système {sonde + échantillon}. Pour simplifier le problème, ils ne considèrent qu'un environnement métallique (pas de diélectrique chargé) et modélisent le voisinage de la sonde par la présence d'une seule autre plaque conductrice située à une distance z_2 de la sonde (cf. figure 4.6). La différence entre le travail de sortie de cette ≪ enceinte ≫ et celui de la sphère sera notée ΔW_2. Ils obtiennent ainsi le modèle :

$$V_0(z)_{Hadjadj} = V_c + \frac{z}{b_1 + b_2 z} \tag{4.23}$$

où b_2 dépend seulement de ΔW_2 et b_1 dépend à la fois de ΔW_2 et de la distance de séparation z_2. Lorsque z tend vers 0, le potentiel V_0 mesuré tend vers le ≪ vrai ≫ potentiel de contact V_c.

Les résultats des deux modèles sont visibles sur la figure 4.7(b). Le modèle proposé par Hadjadj ajuste mieux nos données expérimentales que le modèle purement phénoménologique de Lamoreaux. L'environnement a donc une influence sur le potentiel mesuré entre la microsphère et l'échantillon. On rappelle que la fibre optique est placée à quelques dizaines de micromètres du microlevier. D'ailleurs, pour une même position de la fibre au dessus de ce dernier, on observe la même dépendance en distance, que la sphère soit au dessus de l'échantillon d'or ou au dessus de l'échantillon de silicium dopé (cf. figure 4.8). Enfin, pour renforcer cet argument (i.e. l'influence de l'environnement sur les mesures sondes-échantillon), notons que dans leur instrument, R. Decca *et al.* (qui n'observent pas de dépendance spatiale de V_c) ont contrôlé toutes les pièces diélectriques, soit en mettant des écrans, soit en les métallisant avec une fine couche d'or ; ils ont même été jusqu'à enlever le plastique

des câbles coaxiaux.

Pour conclure cette étude, rappelons qu'une différence de potentiel de 17mV produit une force électrostatique aussi importante que la force de Casimir lorsque la sphère est à 1μm de la surface. Dans notre expérience, il faudra compenser ce potentiel de contact pour supprimer l'interaction électrostatique qu'il génère et pouvoir mesurer la force de Casimir. On le verra dans la prochaine section.

4.3 Procédure de mesure de la force de Casimir

4.3.1 Mise à froid de la canne de mesure

La plupart de nos mesures sont réalisées à la température de l'hélium liquide (4.2 K). Mais la mise à froid est une étape importante et longue : elle prend entre 5 et 6 heures. Il faut en effet conserver la cavité formée par l'extrémité de la fibre et le dos du microlevier. On rappelle qu'à froid, aucun contact visuel n'est possible : si le microlevier n'est plus en face de la fibre, il est impossible de retrouver une cavité. Or, chaque pièce du montage (céramiques piézoélectriques, pièces en aluminium ou en inox) se contracte différemment avec la chute de température. Pour passer de 300 K à 4 K, on place d'abord à température ambiante la fibre au dessus du microlevier de manière à obtenir une cavité. On thermalise ensuite lentement la canne de mesure pour nous laisser le temps de réajuster la position de la fibre. Pour cela, on a injecté une faible pression de gaz d'échange (10 mbar d'hélium gazeux) et on thermalise la canne en l'immergeant par paliers dans le cryostat. La figure 4.9 montre la première heure de thermalisation et les réajustements nécessaires de la position de la fibre. Une fois que la canne est à 4,2K, on scanne l'extrémité du microlevier avec la fibre en utilisant les moteurs pas à pas et on peut ainsi placer la fibre au dessus de la sphère.

Une lente thermalisation a un autre avantage : elle évite un choc thermique qui serait fatal aux céramiques piézoélectriques. De même, le retour à température ambiante est effectué en 3h minimum. Cette dernière étape est plus rapide que la mise à froid : elle ne nécessite pas de garder la cavité fibre-levier. D'ailleurs, il faut absolument attendre la thermalisation complète à 300 K avant d'ouvrir la canne. Autrement, on risque d'amener de la vapeur d'eau qui condenserait et endommagerait à la longue les différents éléments.

4.3.2 Les composantes du signal de mesure

L'enjeu est de déterminer le gradient de la force de Casimir en fonction de la distance absolue entre la sphère et la surface. On doit extraire les trois paramètres d'intérêt - Δf_c, le décalage en fréquence produit par la force de Casimir, le facteur de calibration α et la distance de séparation z - à partir des signaux de mesure. En pratique (cf. figure 4.10), on mesure le décalage en fréquence Δf par une PLL en

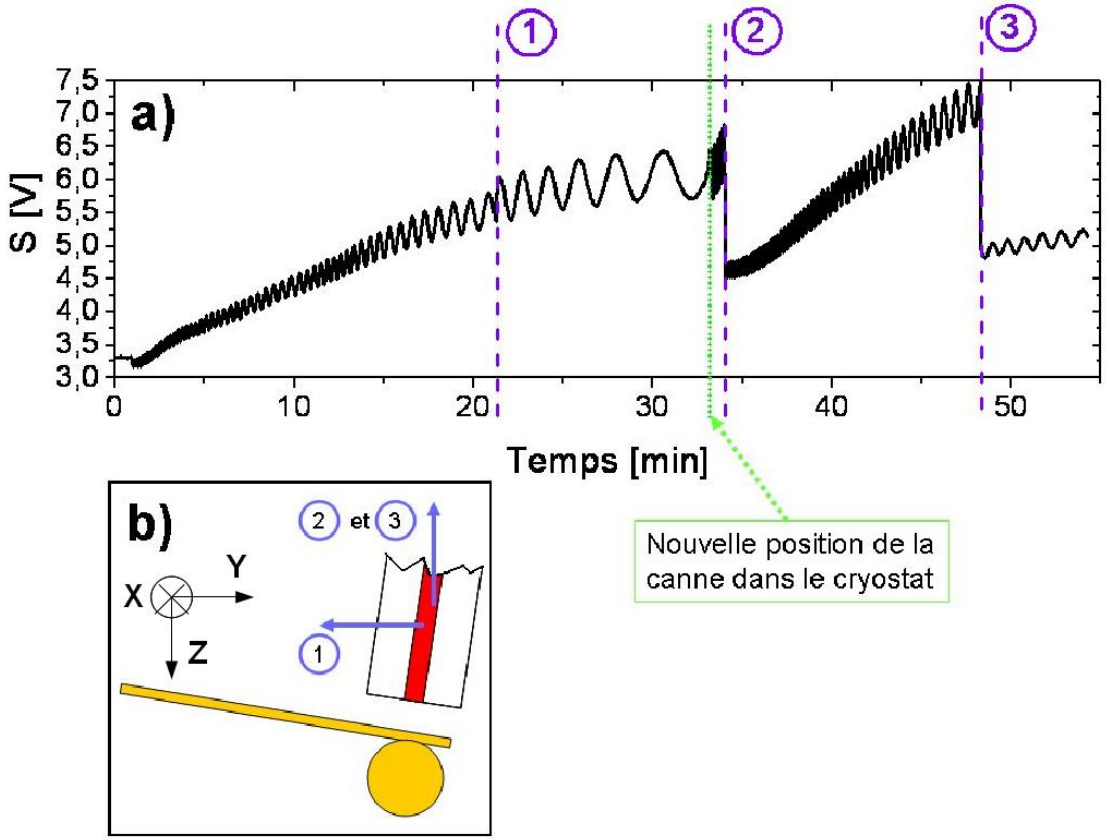


FIGURE 4.9 – (a) Mesure du signal de la cavité formée par l'extrémité de la fibre et le dos du microlevier, pendant une mise à froid de la canne. La fibre et le microlevier ont tendance à se rapprocher : les franges d'interférence sont balayées et on doit réajuster régulièrement la position de la fibre pour garder un signal correct (il ne faudrait pas que la fibre casse le levier) : soit en la reculant (positions 2 et 3), soit en l'éloignant du bord Y du levier (position 1). Au bout d'une demi-heure, on immerge un peu plus la canne (curseur vert). La température change plus rapidement entraînant avec elle une succession rapide des franges d'interférences. (b) Schéma donnant le détail des déplacements de réajustement de la fibre. A cause de l'inclinaison de 10° par rapport à l'horizontal, le rapprochement selon l'axe Z de la fibre la rapproche également de l'extrémité Y du microlevier.

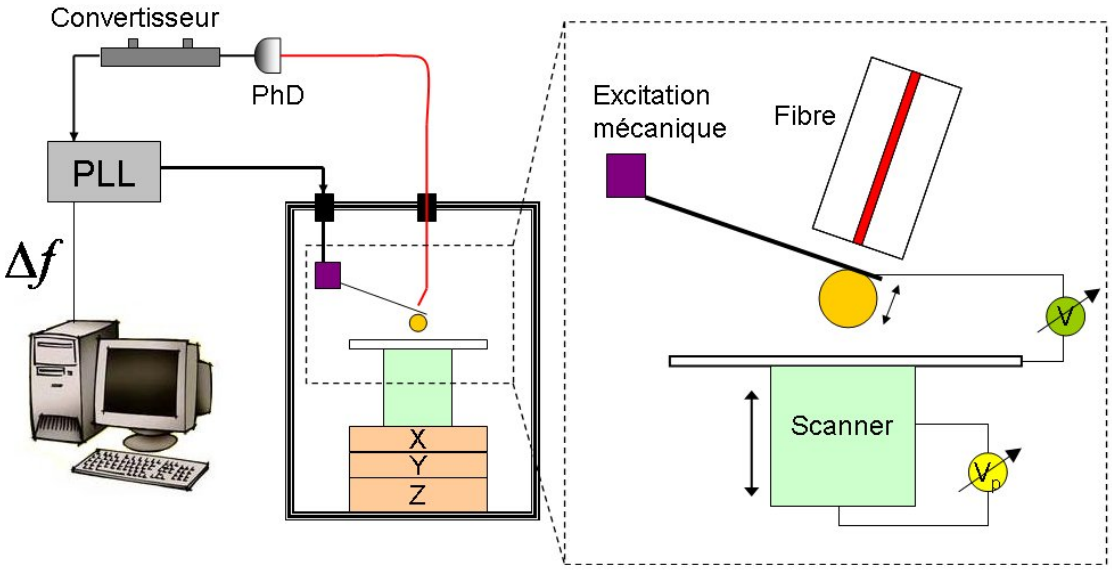


FIGURE 4.10 – Configuration expérimentale : le microlevier est excité mécaniquement à sa fréquence de résonance. Une PLL détermine le décalage Δf de cette fréquence lorsque l'on fait varier la différence de potentiel V et la distance de séparation en actionnant le scanner piézoélectrique. Ce schéma n'est pas à l'échelle.

faisant varier la différence de potentiel V entre la sphère et l'échantillon, et la distance entre les deux surfaces par la tension V_p appliquée au scanner piézoélectrique.

$$\Delta f(V_p, V) = \Delta f_c + \Delta f_e + \Delta f_d \tag{4.24}$$

Le décalage en fréquence Δf est la somme :

- de la composante Δf_c due à la force étudiée ;
- de la composante électrostatique Δf_e : on a vu qu'un potentiel de contact V_0 subsiste entre la microsphère et l'échantillon. Pour extraire Δf_c, il faudra compenser ce potentiel pour annuler la composante électrostatique du décalage en fréquence ;
- de la composante Δf_d due à la dérive temporelle de la fréquence de résonance. Cette dérive n'a été observée qu'à 300 K et on la mesure avant la séquence de mesure pour ensuite la retrancher.

$$z = z_p(V_p) + z_s - z_0 \tag{4.25}$$

La distance de séparation z quant à elle dépend :

- du déplacement du scanner piézoélectrique z_p sous l'action de V_p ;
- de l'origine z_0 ;
- et de la déflexion statique du microlevier z_s : on a vu qu'elle était en dessous du nanomètre pour une distance de séparation de 100 nm et une différence de potentiel de 200 mV. Elle est donc en dessous du niveau de résolution en position.

Le contrôle et l'acquisition des paramètres expérimentaux s'effectuent avec une électronique de pilotage Nanonis (www.specs-zurich.com). Cette dernière peut être pilotée par des programmes Labview et nous avons ainsi pu automatiser au maximum les procédures de mesures.

4.3.3 Approche grossière et sécurisée de l'échantillon

La force de Casimir, ou plus exactement son gradient, ne pourra être détectée par la sonde que si la distance entre les deux surfaces est inférieure au micron. Or, l'échantillon est séparé de la sphère d'une distance d'environ 200μm (distance de sécurité nécessaire pour éviter les contacts entre la sphère et l'échantillon lors des pleins du cryostat notamment). La course maximale de notre scanner n'étant que de 1.5μm à 4 K, on commence la procédure de mesure par une approche rapide de l'échantillon en utilisant les moteurs inertiels Attocube décrits au chapitre 2.

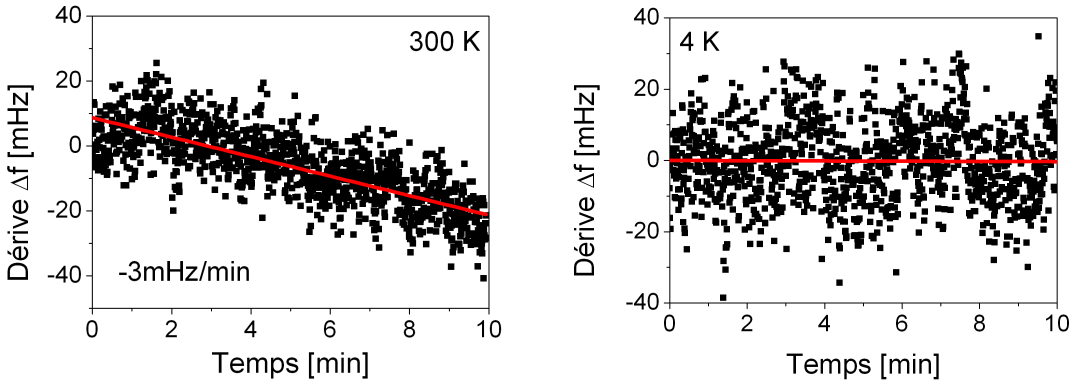
Sachant que le contact entre la microsphère et l'échantillon est absolument proscrit pour préserver leur état de surface, on se sert d'une interaction connue qui dépend de la distance entre les surfaces et qui est à longue portée : la force électrostatique. On applique une différence de potentiel très importante (typiquement 10 V) et on calcule le décalage de la fréquence de résonance $\Delta f_{e\ consigne}$ produit par le gradient de force pour une distance d'approche z_{app} voulue (typiquement 10μm). Pour ce calcul, il vaut mieux sur-estimer par sécurité la constante de raideur k du levier extraite des mouvements browniens à température ambiante (ainsi on sous-estime z_{app}). Le levier est excité mécaniquement et on mesure le décalage en fréquence Δf avec la PLL. On approche la surface de l'échantillon et on s'arrête lorsque $\Delta f = \Delta f_{e\ consigne}$.

Pour automatiser l'approche, on utilise une boucle d'asservissement de type proportionnel-integral. Tant que la consigne $\Delta f_{e\ consigne}$ n'est pas atteinte, le scanner approche l'échantillon de manière continue. S'il arrive en bout de course alors que la consigne n'a pas été atteinte, il se rétracte et le moteur inertiel Z se déplace d'un nombre de pas fixés de manière à ce que l'échantillon avance d'une distance inférieure à l'extension maximale du scanner. On réitère ce processus jusqu'à atteindre la valeur de la consigne désirée.

On peut alors estimer la distance de séparation réelle z, en mesurant le décalage en fréquence Δf pour deux distances différentes 1 et 2 dont on connait précisément la séparation Δz (ces déplacements se font à l'aide du scanner) :

$$\Delta f_1 = -\frac{f_0 \pi \varepsilon_0 R}{2k} \frac{V^2}{(z - \Delta z)^2} \tag{4.26}$$

$$\Delta f_2 = -\frac{f_0 \pi \varepsilon_0 R}{2k} \frac{V^2}{z^2} \tag{4.27}$$



(a) (b)

FIGURE 4.11 – Dérive temporelle du décalage en fréquence Δf (a) à 300 K et (b) à 4 K pour le même levier. Elle n'est observable qu'à température ambiante.

On a alors :

$$z = \Delta z \, \frac{\sqrt{\Delta f_1 / \Delta f_2}}{\sqrt{\Delta f_1 / \Delta f_2} - 1} \tag{4.28}$$

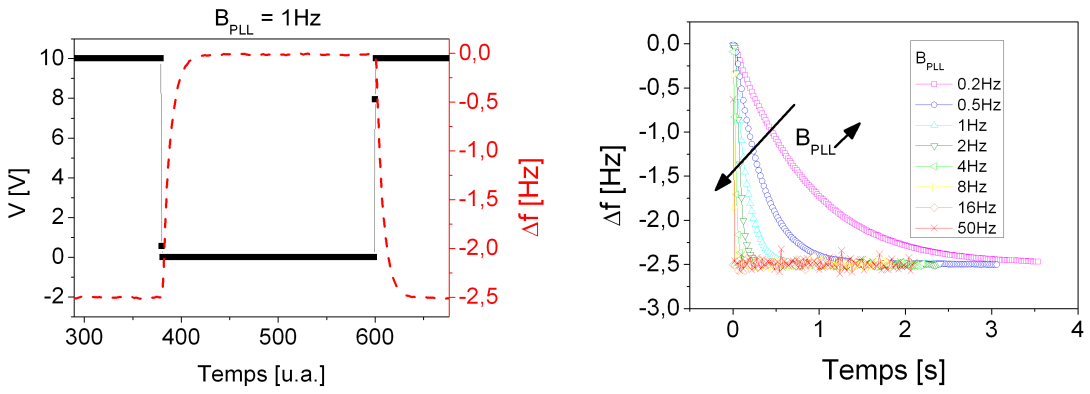
Ensuite, on relance l'approche automatique en augmentant la valeur de consigne $\Delta f_{e\ consigne}$ de la boucle de rétroaction jusqu'à obtenir une distance $z \approx 1.5\mu$m, l'extension maximale du scanner à froid pour $V_p \in [0; 150\text{V}]$ (à 300 K, $V_p \in [0; 10\text{V}]$ pour la même extension, qui est par ailleurs suffisante pour nos mesures). On diminue également le nombre de pas du moteur inertiel Z pour que la consigne soit atteinte lorsque le scanner est quasiment au bout de sa course. On pourra ainsi réaliser les mesures sur une grande plage de distance.

Durant cette étape, les codeurs de position sont très utiles. Ils permettent de savoir si le moteur inertiel Z fonctionne correctement et en outre, ils nous donnent un ordre de grandeur de la position à atteindre. En effet, celle-ci varie peu d'un jour à l'autre.

4.3.4 Procédure d'acquisition des données

Dérive de la fréquence de résonance de l'oscillateur

Une fois que l'échantillon est suffisament près de la surface (typiquement 1.5μm), on mesure la dérive temporelle de Δf pendant quelques minutes. Cette dérive est de l'ordre de quelques millihertz par minute et on ne l'observe qu'à température ambiante (cf. figure 4.11) : elle est donc due aux dérives thermiques.



(a) (b)

FIGURE 4.12 – (a) Réponse de la PLL à un échelon de tension pour une bande passante B_{PLL} de 1 Hz. (b) Réponse de la PLL à un échelon de tension pour différentes bandes passantes B_{PLL}. Plus la B_{PLL} est grand, plus la réponse à un échelon est rapide, mais plus le signal acquis est bruité.

Séquence de mesures

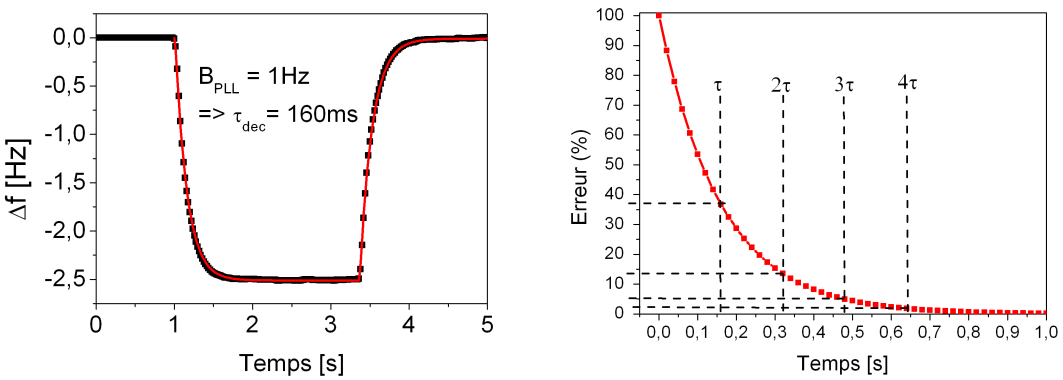
Pour les mesures proprement dites, on fait varier la distance de séparation en utilisant uniquement le scanner piézoélectrique. On approche l'échantillon par des déplacements discrets. Pour chaque position z_p^n, on mesure le décalage en fréquence Δf en variant la différence de potentiel V entre la sphère et l'échantillon (typiquement $\pm$200mV autour de V_0, le potentiel minimisant la force électrostatique). Nous avons automatisé cette procédure par un programme Labview.

Les données sont acquises avec une PLL. Les gains proportionnel-integral (ou plutôt proportionnel P_{PLL} - temps d'intégration τ_{PLL}) sont déterminés automatiquement par l'électronique suivant le facteur de qualité Q du microlevier pour τ_{PLL} ($\tau_{PLL} = Q/(\pi f_0)$) et suivant la bande passante choisie B_{PLL} pour le gain proportionnel P_{PLL} ($P_{PLL} = B_{PLL}\pi/180^\circ$).

En ce qui concerne le choix de la bande passante B_{PLL}, on doit faire un compromis entre la rapidité de la PLL à répondre à une variation et le bruit : plus B_{PLL} est grand, plus la PLL est rapide mais plus le signal Δf est bruité (cf. figure 4.12(b)). En pratique, on choisit généralement $B_{PLL} = 1$ Hz. La réponse à un échelon de tension est visible sur les figures 4.12 et 4.13 : elle suit une courbe de type exponentielle $\exp(-t/\tau_{dec})$ avec :

$$\tau_{dec} = \frac{1}{2\pi B_{PLL}} \tag{4.29}$$

Pour une bande passante de 1 Hz, on trouve $\tau_{dec} \approx 160$ ms (cf. figure 4.13(a)).



(a) (b)

FIGURE 4.13 – (a) Réponse de la PLL à un échelon de tension pour une bande passante B_{PLL} de 1 Hz. On ajuste les données expérimentales avec un modèle de décroissance exponentielle $\exp(-t/\tau_{dec})$ (courbe rouge). On détermine ainsi $\tau \approx 160$ ms soit $(2\pi B_{PLL})^{-1}$. (b) Si on choisit un temps d'attente avant la mesure $\tau_{wait} = 2\tau_{dec}$ soit 320 ms pour $B_{PLL} = 1$ Hz, alors le signal mesuré est à 87% du $\ll$ vrai $\gg$ signal.

Le temps d'attente avant la mesure est choisi de sorte que $\tau_{wait} = 2\tau_{dec}$. Sur la figure 4.13(b), on voit que ce temps n'est pas suffisant : la PLL n'a alors mesuré que 87% de la $\ll$ vraie $\gg$ valeur. Mais il faut trouver un compromis entre le temps que dure l'acquisition des données et l'erreur introduite. Prendre $\tau_{wait} = 4\tau_{dec}$, introduit moins d'erreur (sans être pour autant 0) mais double le temps de mesure qui est déjà assez long (une demi-heure pour chaque approche). Voyons si l'erreur introduite par un temps d'attente insuffisant nous empêche d'obtenir des mesures absolues.

On effectue toujours les mesures de Δf en faisant d'abord varier V à une position z_p^n donnée. Puis, on déplace l'échantillon pour le placer à la distance z_p^{n+1} et on mesure de nouveau $\Delta f(V)$. Au niveau des mesures de $\Delta f(V)$, tout se passe comme si utiliser un temps d'attente insuffisant introduisait un retard à chaque point, ce qui équivaut à obtenir une courbe décalée en tension (en horizontal) mais pas en Δf (en vertical) (cf. figure 4.14). Le retard introduit par un temps d'attente insuffisant n'est donc pas gênant pour la mesure de Δf_c.

Par ailleurs, notons que si pour la position z_p^n, V est balayé entre V_{max} et V_{min}, alors pour la position z_p^{n+1}, V est balayé en sens inverse c'est-à-dire entre V_{min} et V_{max}. Le potentiel de contact V_0 sera différent d'une position z_p à la suivante : en moyenne, il y a quelques millivolts de différence comme on le voit sur la figure 4.14. Finalement, on obtient une bonne mesure de V_0 en moyennant deux à deux les différentes positions z_p^n.

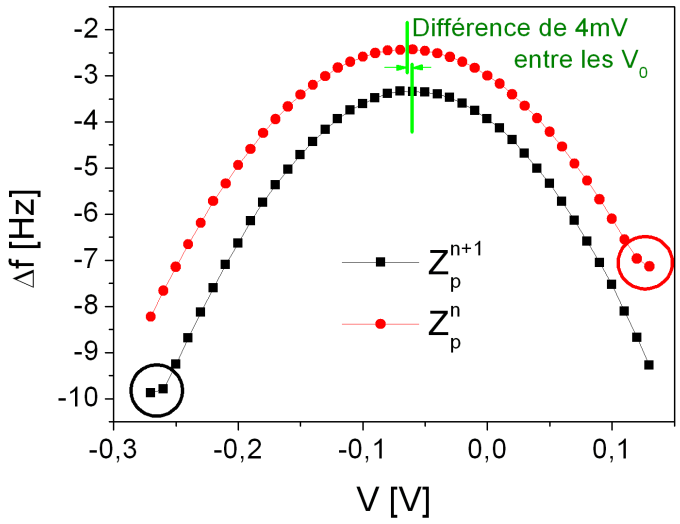


FIGURE 4.14 – Mesure du décalage en fréquence en fonction de la différence de potentiel V appliquée entre la sphère et l'échantillon. Les deux courbes ont été obtenues pour deux positions successives de l'échantillon pendant une approche ($z_p^{n+1} < z_p^n$). A cause du temps d'attente avant la mesure choisi, un retard entre chaque point de mesure est introduit. Ce retard est particulièrement visible sur le premier point de mesure de chaque courbe, lorsque la position de l'échantillon vient juste de changer (point dans les cercles). Le retard est également visible sur la mesure du potentiel de contact : une différence de quelques millivolts apparaît d'une parabole à l'autre.

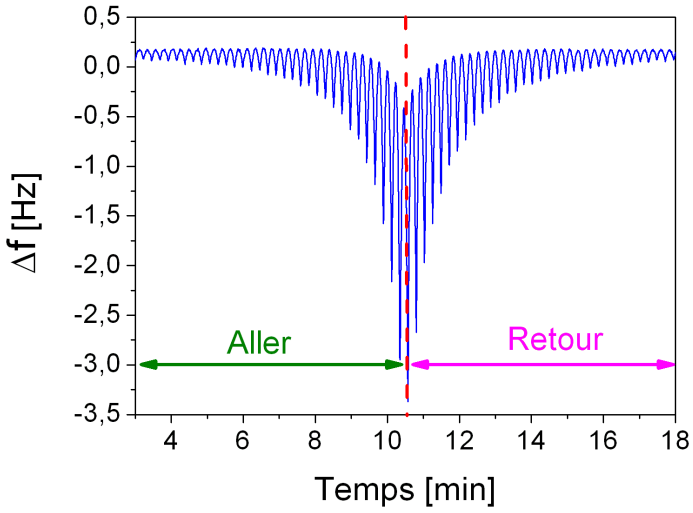


FIGURE 4.15 – Acquisition des données en fonction du temps. On peut séparer l'aller (approche de l'échantillon) du retour (recul).

Cependant, lorsqu'on passe d'une position z_p^n à l'autre, le Δf varie beaucoup car la tension V appliquée entre les surfaces est élevée. On introduit donc une erreur dans la mesure de Δf (premier point de chaque courbe à l'intérieur des deux cercles de la figure 4.14). Pour éviter ce phénomène, il faudrait modifier le programme Labview pour introduire un deuxième temps d'attente, plus grand que le précédent, à utiliser lors des changements de position z_p^n de l'échantillon. Nous ne l'avons pas fait : en pratique, il suffit d'enlever le point déviant de chaque courbe.

On peut donc conclure que choisir un temps d'attente avant la mesure $\tau_{wait} = 2\tau_{dec}$ est un bon compromis temps-mesure absolue.

4.3.5 Traitement des données brutes

Tout le traitement post-expérimental se fait au moyen de programmes informatiques sur Origin. Les données brutes sont enregistrées sous la forme d'un fichier où chaque paramètre (la tension appliquée au scanner V_p, la différence de potentiel appliquée entre la sphère et la surface V, le décalage en fréquence Δf et l'amplitude de vibration du levier) est enregistré en fonction du temps (cf. figure 4.15). On sépare d'abord ce tableau entre chaque trajet du scanner (aller1, retour1, aller2,...). Puis chaque trajet est lui-même découpé pour obtenir la variation de V pour chaque position z_p^n (cf. figure 4.16). L'enregistrement de l'amplitude de vibration permet de vérifier qu'il n'y a pas eu contact entre la sphère et l'échantillon pendant la mesure.

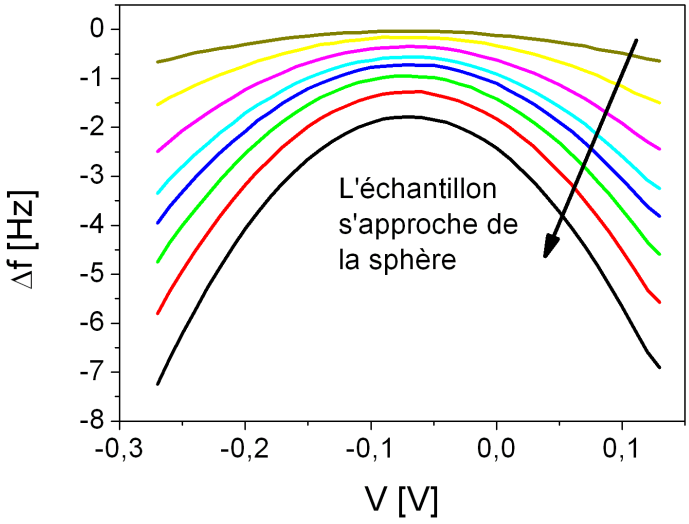


FIGURE 4.16 – Quelques paraboles issues d'un trajet (on a typiquement 80 paraboles par trajet).

Détermination du « potentiel de contact » V_0 et du décalage en fréquence résiduelle Δf_{res}

On ajuste les n paraboles de chaque trajet par un polynôme du deuxième ordre en V (cf. figure 4.17(a)) :

$$\Delta f = \Delta f_{res} + C_p(V - V_0)^2 \tag{4.30}$$

où Δf_{res}, V_0 et C_p sont trois paramètres ajustables. Δf_{res} est le décalage en fréquence dû à la présence d'une force résiduelle (la force de Casimir), V_0, le potentiel qui minimise la force électrostatique (et donc Δf) et C_p, le coefficient de parabolicité.

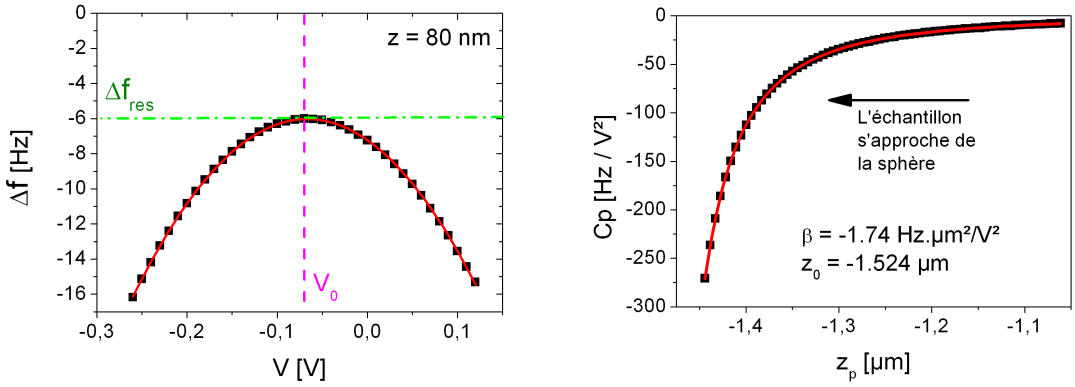
Détermination de la distance absolue z_0 et du facteur de calibration α

Connaissant la tension appliquée aux bornes du scanner piézoélectrique et sa calibration (qu'on a vue au chapitre 2), on remonte au déplacement réel du scanner. On trace alors l'évolution du paramètre C_p (courbure des paraboles) en fonction de z_p (cf. figure 4.17(b)). On ajuste la courbe par la fonction :

$$C_p = \frac{\beta}{(z_p - z_0)^2} \tag{4.31}$$

où β et z_0 sont les deux paramètres d'ajustement. z_0 est l'origine de la distance de séparation et nous permet d'obtenir la distance *absolue* entre la sphère et l'échantillon : $z = z_p - z_0$. Le paramètre $\beta = -\frac{f_0 R}{2k}\pi\epsilon_0$, nous donne le facteur α par la relation :

$$\beta = \frac{\pi\epsilon_0}{\alpha} \tag{4.32}$$



(a) (b)

FIGURE 4.17 – (a) A chaque position z_p^n, on mesure le décalage en fréquence Δf en fonction de la différence de potentiel appliquée V. On ajuste chaque courbe par une parabole (courbe rouge) qui permet de déterminer Δf_{res} et V_0. (b) La courbure de toutes les paraboles d'un trajet est ensuite représentée en fonction de z_p. L'ajustement de cette courbe permet de remonter au facteur de calibration β et à l'origine de la distance de séparation z_0. La distance z entre les deux surfaces est alors $z = z_p - z_0$.

où α est le facteur nous permettant de passer de la mesure de décalage en fréquence au gradient réduit :

$$\frac{G}{R} = \alpha \, \Delta f \tag{4.33}$$

4.4 Mesures de la force de Casimir

4.4.1 Mesure d'une force résiduelle autre que la force de Casimir

Après le traitement des données brutes, on peut tracer le gradient réduit de la force résiduelle en fonction de la distance de séparation z. En regardant la figure 4.18, on voit que la loi de puissance change avec la distance d'une manière bien plus forte et opposée au changement de régime Van der Waals-Casimir (qui fait passer d'un régime en $1/z^3$ à courte distance à un régime en $1/z^4$ à grande distance). Une force $\ll$ parasite $\gg$ vient s'ajouter à la force de Casimir. On peut estimer la force additionnelle par une fonction du type $1/z^P$ en soustrayant la force de Casimir théorique calculée entre deux surfaces d'or. On trouve $P \approx 1.8$ (courbe verte). La puissance en z de la force de Casimir variant entre 3 et 4 dans ce régime de distances, elle domine aux courtes séparations z (courbe rouge). Déterminons l'origine de cette force additionnelle gênante pour les mesures du gradient réduit de la force de Casimir.

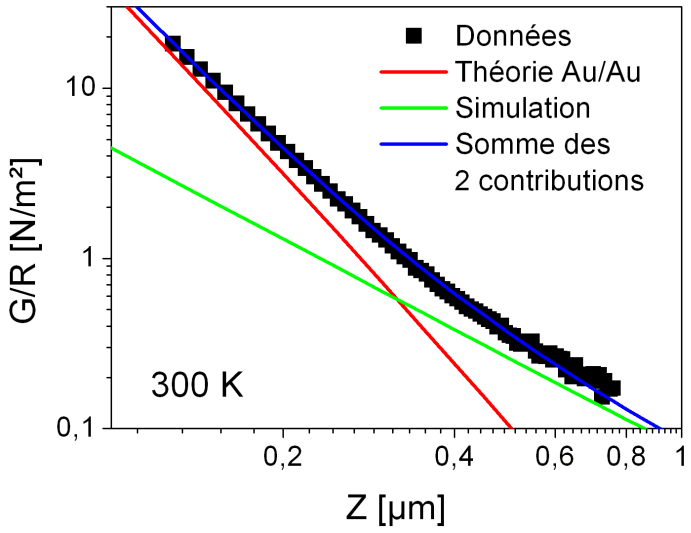


FIGURE 4.18 – Gradient réduit de la force résiduelle en fonction de la distance de séparation z en échelle logarithmique. On voit qu'à grande distance, le gradient change de loi de puissance : il y a donc deux contributions : la force de Casimir qui domine à courte distance (ligne rouge) et une force additionnelle qui domine à grande distance (ligne verte). Cette courbe sera par la suite toujours en vert dans les graphiques de cette partie 4.4.1 pour faciliter les comparaisons.

Effet d'une distribution spatiale du potentiel sur les surfaces

S. Lamoreaux *et al.*, lors d'une mesure de force entre une sphère et un plan de germanium, ont également trouvé deux contributions : la force de Casimir et une deuxième force qu'ils attribuent à une force électrostatique peut-être générée par le ≪ patch effect ≫ [107]. Cet effet, d'abord mis en évidence par C. Speake et C. Tenkel [112], correspond à une variation spatiale, en (x,y), du potentiel de surface. Il peut être causé par la variation des directions cristallographiques d'une surface polycristalline, par une couche d'oxyde, par une couche de contaminants adsorbés en surface ou encore par des impuretés chimiques.

A la suite de C. Speake et C. Tenkel [112], S. Lamoreaux *et al.* ont montré théoriquement que la présence d'une inhomogénéité spatiale du potentiel sur la surface conduit à une force résiduelle qui n'est pas compensée par le potentiel de contact V_0 [113]. Ils ont ajusté leur courbe expérimentale avec ce modèle théorique pour une distance $z > 5\mu$m, c'est-à-dire lorsque la force de Casimir est négligeable. En soustrayant par la suite cette contribution, ils ont montré que la courbe obtenue (pour $z < 5\mu$m) correspondait à la force de Casimir [107].

P. Antonini *et al.* ont construit un instrument afin de mesurer la force de Casimir en géométrie plan-plan sur de grandes distances (5-6μm). Mais la force qu'ils mesurent entre deux surfaces d'aluminium est plus grande que la force de Casimir théorique [114]. Pour voir si elle provient d'un effet de la distribution spatiale du potentiel, ils ont mesuré le travail de sortie de leurs surfaces en KFM. Ils ont ainsi noté des zones de potentiels différents, variant entre 10 et 30 mV, sur des distances de 1 mm. Toutefois cet effet n'est pas suffisant pour expliquer leur mesure de force.

Dans notre cas, si la force additionnelle provient d'un effet de ≪ patch ≫ sur les surfaces d'intérêt, nous devrions avoir des effets différents suivant la position de la sphère sur l'échantillon, ou suivant l'échantillon étudié. La figure 4.19 permet de comparer ces différents cas : on ne constate pas de différence majeure. Si le ≪ patch effect ≫ a un effet sur la force additionnelle, ce n'est en tout cas pas le plus important.

Environnement gazeux

Nos mesures étant réalisées à basse pression d'hélium, nous pouvons nous demander si cet environnement gazeux à un impact sur nos mesures. La figure 4.20 prouve que non pour ce qui est de la contribution parasite à grande distance.

Environnement diélectrique

Nous avons vu dans ce chapitre que l'environnement diélectrique joue un rôle important dans la dépendance en z du potentiel de contact V_0. On peut donc se

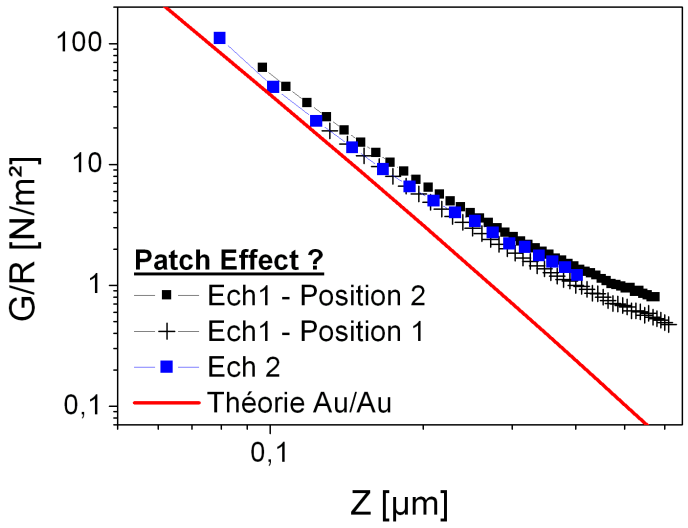


FIGURE 4.19 – Gradients réduits obtenus pour deux positions de la sphère sur l'échantillon d'or n°1 (symboles noirs) distants d'environ 1 mm. On peut également comparer deux échantillons d'or différents. On ne constate pas de différence majeure entre les courbes.

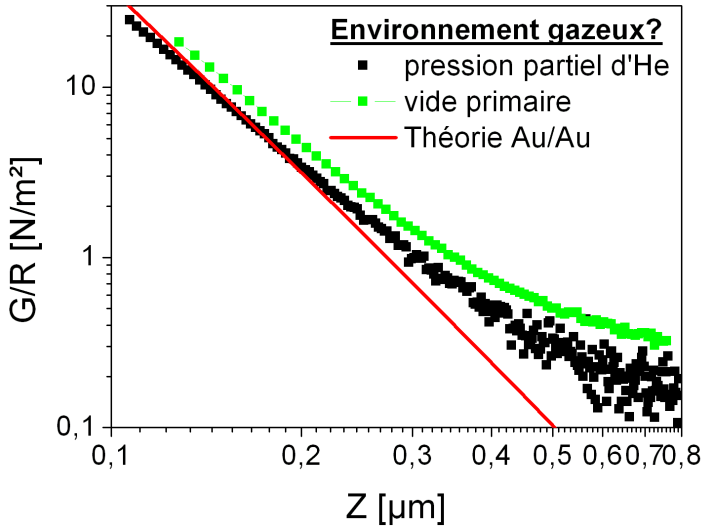


FIGURE 4.20 – Gradients réduits obtenus pour différents environnements : sous vide (courbe verte) ou sous pression partielle d'hélium (10 mbar).

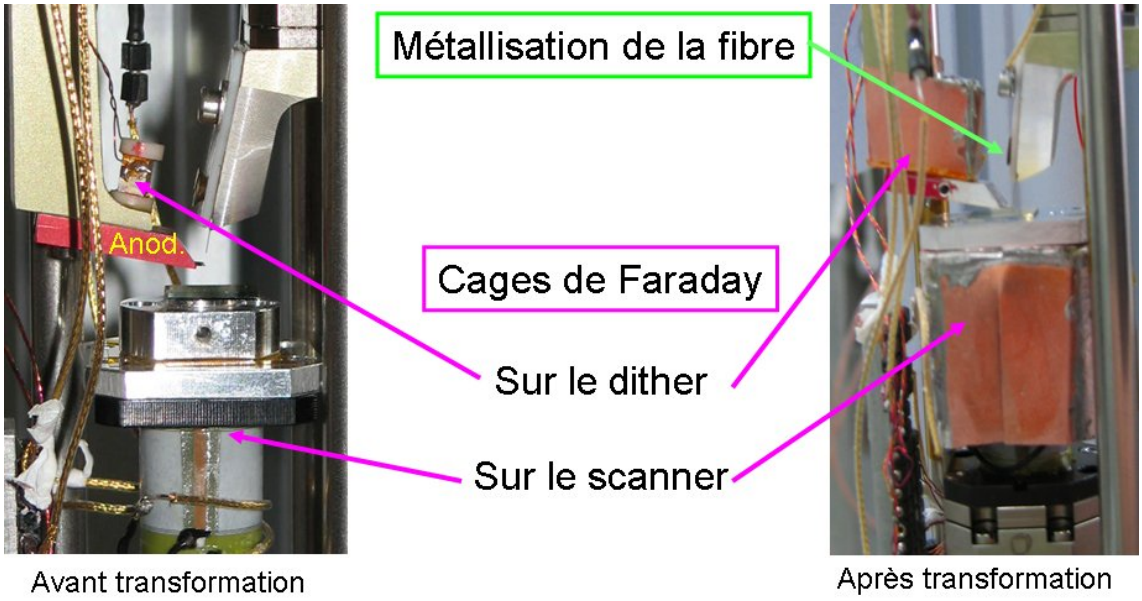


FIGURE 4.21 – Photographies du cœur de l'instrument avant et après changement de l'environnement diélectrique. Nous avons enlevé la couche d'anodisation du support du microlevier (cette couche est en rouge), métallisé la fibre avec une couche semi-transparente d'or, et écranté les céramiques piézoélectriques au moyen de cages de Faraday en cuivre.

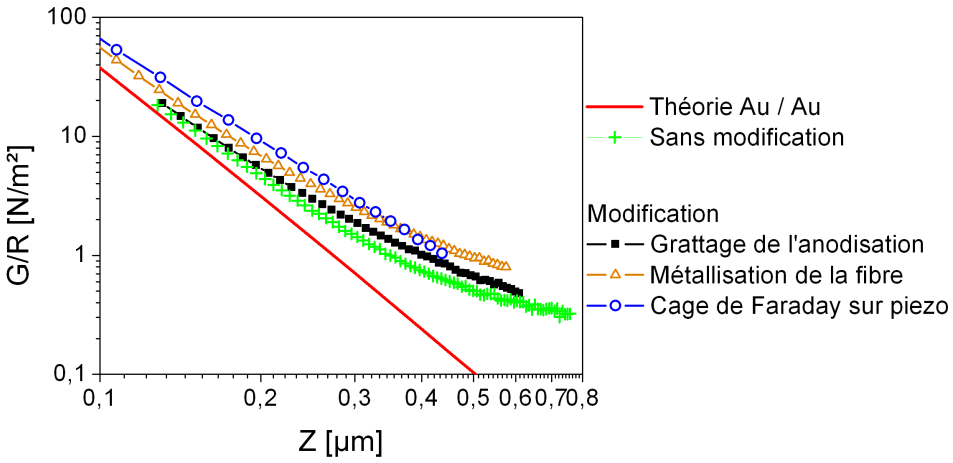


FIGURE 4.22 – Influence sur la force parasite de l'anodisation du support du levier (courbe noire), de la métallisation de la fibre (courbe orange) ou de la présence d'une cage de Faraday autour de l'excitateur piézoélectrique (aussi appelé ≪ dither ≫) et du scanner (courbe bleue).

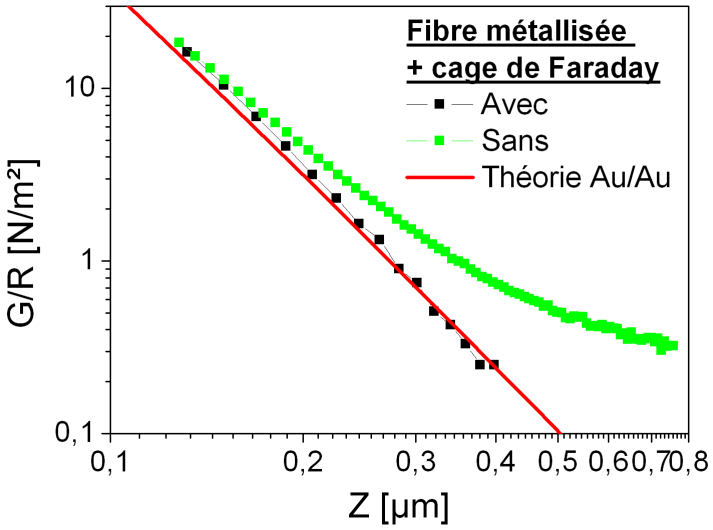


FIGURE 4.23 – Suppression de la force additionnelle par modification de l'environnement diélectrique (métallisation de la fibre et écrantage des charges présentes dans les céramiques piézoélectriques).

demander si l'anodisation du support du microlevier, la fibre et la présence de céramiques piézoélectriques, en particulier l'excitateur mécanique et le scanner, ont une influence sur la force additionnelle (cf. figure 4.21). La figure 4.22 montre que changer un seul paramètre à la fois ne supprime pas la force parasite.

Par contre, en changeant complètement l'environnement diélectrique, c'est-à-dire en mesurant avec une fibre métallisée et des cages de Faraday sur les céramiques piézoélectrique les plus proches, on supprime la force additionnelle (cf. figure 4.23).

Conclusion

On a vu que la force résiduelle, c'est-à-dire la force mesurée en compensant le potentiel de contact V_0, ne correspond pas à la force de Casimir seule : une deuxième contribution, dominante à grande distance, est présente. Par différentes mesures, nous avons pu déterminer l'origine de cette force : elle est issue des charges présentes dans les diélectriques. Un écrantage de toutes les charges les plus proches (par métallisation de la fibre et par des cages de Faraday) a permis de la supprimer.

4.4.2 Mesures or/or et or/silicium dopé

Maintenant que nous avons supprimé la force additionnelle et que nous ne mesurons que la contribution de la force de Casimir, étudions différents matériaux. La figure 4.24 montre un substrat de silicium fortement dopé (densité de phosphore :

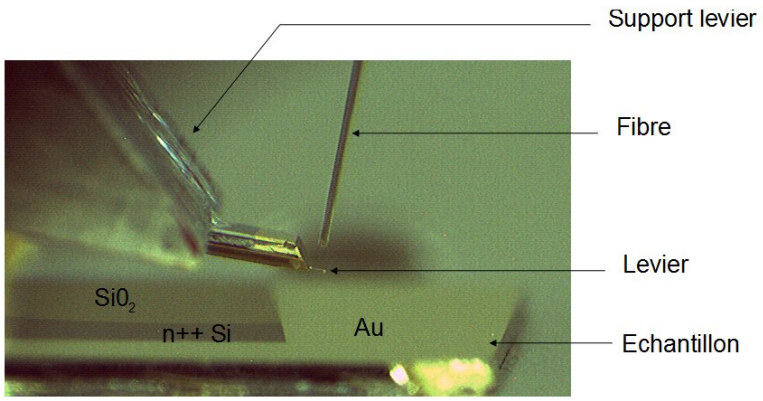


FIGURE 4.24 – Photographie du cœur du microscope. L'échantillon est un substrat de silicium (densité de phosphore : 1.5×10^{19}At/cm^3) qui comporte trois zones distinctes : une zone couverte d'or (150 nm d'épaisseur), une autre couverte d'oxyde de silicium (d'une épaisseur de 200 nm) et une zone ≪ brute ≫ non recouverte et donc en silicium dopé.

1.5×10^{19}At/cm^3) ayant trois zones distinctes : une zone recouverte de 150 nm d'or, une deuxième recouverte de 200 nm d'oxyde de silicium et une troisième non recouverte, i.e. de silicium dopé. La surface d'oxyde de silicium n'a pas pu être étudiée pour des raisons techniques (problème de court-circuit).

Correction de la dérive en fréquence

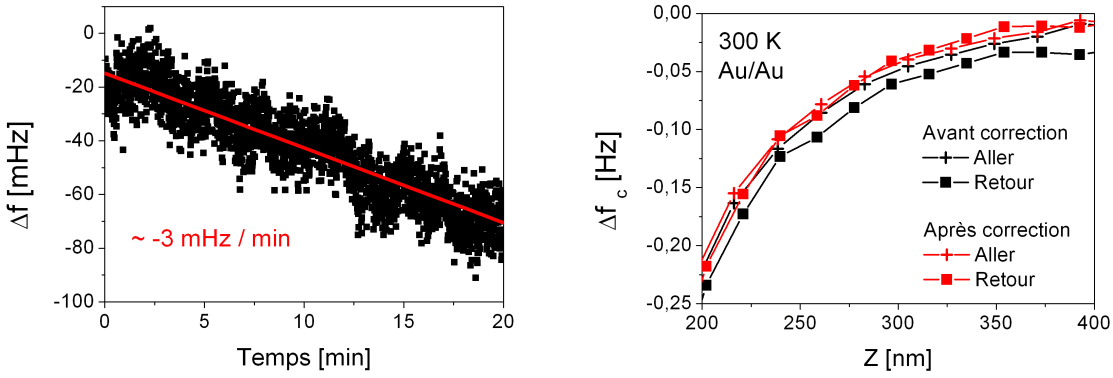
Les données expérimentales obtenues à température ambiante bénéficient d'une correction des dérives en fréquence. Celles-ci sont linéaires avec le temps (cf. figure 4.25(a)). La figure 4.25(b) montre qu'après correction, les deux courbes d'approche et de retrait du cycle de mesure se superposent.

Choix de l'origine du décalage en fréquence

La détermination de la fréquence de résonance f_0 du microlevier en l'absence de toute interaction est assez délicate. Nous ne pouvons pas la réaliser lorsque l'échantillon est à 200μm de la sphère : l'approche nécessite l'utilisation des moteurs inertiels qui modifient tout l'ensemble mécanique et donc f_0. En pratique, on détermine f_0 (et donc l'origine du décalage en fréquence Δf) juste avant de commencer les mesures, lorsque l'échantillon est à environ 1.5μm de la surface. Par la suite, on réajuste légèrement cette valeur pendant le traitement post-expérimental suivant la variation de Δf_c avec la distance (Δf_c tend vers 0 lorsque z augmente).

Résolution en terme de gradient de force

Le niveau de résolution permet de fixer le plus petit signal détectable par l'instrument et par conséquent la borne supérieure de la plage de distance sonde-échantillon pour laquelle le rapport signal sur bruit est supérieur à 1. Dans le chapitre 3, nous



(a) (b)

FIGURE 4.25 – (a) La dérive temporelle du décalage en fréquence est linéaire : de l'ordre de -3 mHz/min pour la mesure à 300 K entre la sphère et la surface en or. (b) Après correction de la dérive, les deux courbes d'approche et de retrait se superposent (courbes rouges).

avons analysé l'origine du bruit : en mode dynamique et à température ambiante, le bruit est dominé par le mouvement brownien, i.e. par le couplage avec le bain thermique.

La figure 4.25(a) fournit le bruit expérimental RMS sur le décalage en fréquence : $\delta f \approx 7$ mHz.

Calculons la résolution théorique donnée par le mouvement brownien. On a vu au chapitre 3 que la densité spectrale de ce bruit est donnée par : $S_{FF} = 4k_{\mathrm{B}}Tm_{\mathrm{eff}}\gamma$. En mode dynamique, le bruit en position associé s'écrit : $S_{ZZ}(\omega_0) = \frac{Q^2}{k^2}S_{FF}$. On peut alors déterminer le bruit sur le gradient réduit produit par le couplage avec la bain thermique par la succession de relations suivante :

$$\delta f = \frac{\gamma}{4\pi}\delta\varphi\sqrt{\frac{B_{PLL}}{B_{DS}}} \tag{4.34}$$

$$\delta\varphi = \frac{\delta z}{z_{max}} \tag{4.35}$$

$$\delta z = \sqrt{S_{ZZ}B_{DS}} \tag{4.36}$$

où z_{max} est l'amplitude de vibration du levier à sa fréquence de résonance et B_{DS} et B_{PLL} sont respectivement la bande passante de la détection synchrone et celle de la PLL. Finalement, on a :

$$\delta f = f_0\sqrt{\frac{k_{\mathrm{B}}T}{kz_{max}^2}}\sqrt{\frac{B_{PLL}}{\gamma}} \tag{4.37}$$

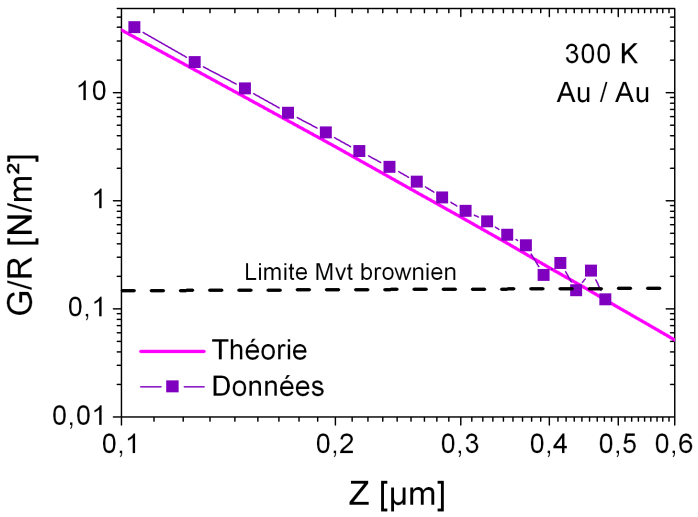


FIGURE 4.26 – Gradient réduit de la force de Casimir en fonction de la distance de séparation z obtenu à 300 K entre deux surfaces d'or. Le bruit expérimental est $\delta\left(\frac{G}{R}\right) \approx 0.14$ N/m^2 et correspond au bruit de mouvement brownien.

Pour des bandes passantes $B_{DS} = 12$ Hz et $B_{PLL} = 1$ Hz, et un microlevier de constante de raideur $k = 7.2$ N/m, de fréquence de résonance $f_0 = 40423$ Hz et de facteur de qualité $Q = 3300$ ($\gamma = Q\omega_0$), oscillant à une amplitude $z_{max} = 12$ nm, on obtient à nouveau $\delta f \approx 7$ mHz. On peut donc conclure que le bruit de mouvement brownien est bien le facteur limitant les mesures en mode dynamique à température ambiante.

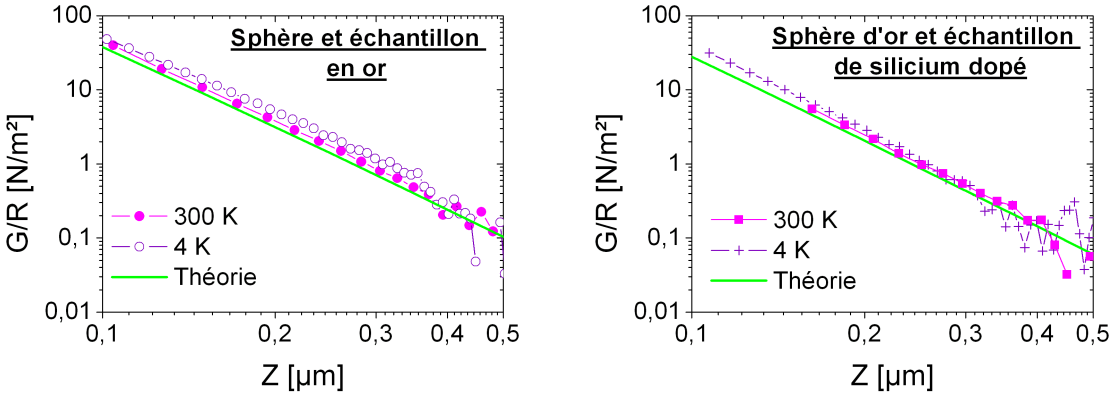
A partir de l'erreur δf, on peut calculer celle induite sur le gradient réduit par la relation :

$$\delta\left(\frac{G}{R}\right) = |\alpha|\ \delta f = \frac{\pi\epsilon_0}{|\beta|}\delta f \tag{4.38}$$

soit $\delta\left(\frac{G}{R}\right) \approx 0.14$ N/m^2 avec $\beta = -1.56$ Hz.μm^2/V^2. Cette limite est représentée sur la figure 4.26.

Accord théorie expérience

La figure 4.27 montre que la température a un effet négligeable sur la force de Casimir pour les gammes de distances z sondées. Ce résultat correspond à ce que nous avons vu théoriquement dans le chapitre 1. On remarque également que la limite de bruit est la même que la mesure soit réalisée à basse température ou à température ambiante. A 300 K, la limite est donnée par le mouvement brownien alors qu'à 4 K, elle est fixée par le bruit laser (chapitre précédent).



(a) (b)

FIGURE 4.27 – Mesure du gradient réduit de la force de Casimir en fonction de la distance de séparation. Que ce soit entre deux surfaces d'or (a) ou entre une sphère en or et un échantillon en silicium dopé, la température n'a aucun effet observable sur cette gamme de distances z.

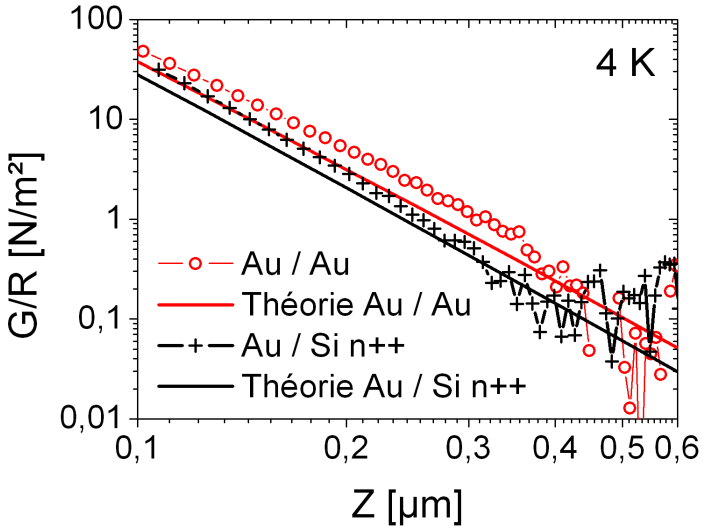
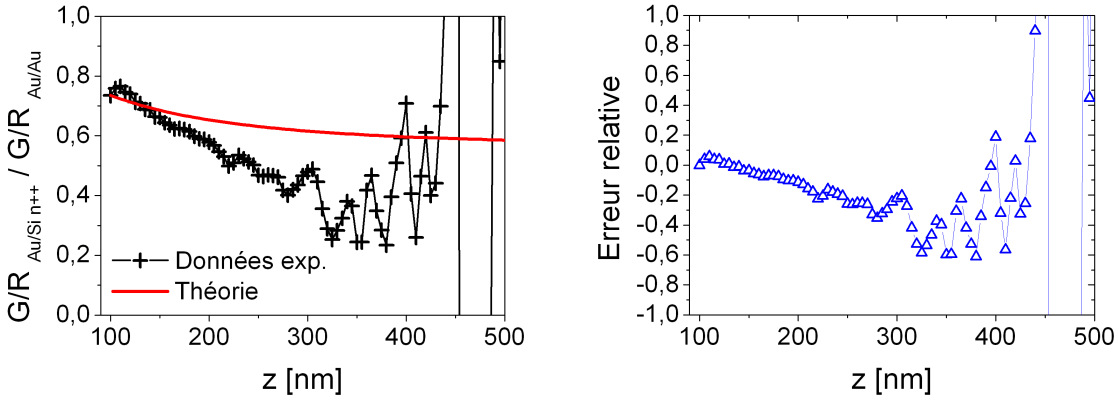


FIGURE 4.28 – Gradient réduit de la force de Casimir en fonction de la distance de séparation z pour deux configurations : la sphère en or au dessus de la zone en silicium dopé (courbe noire) ou au dessus de la zone en or (courbe rouge). La courbe du silicium est en dessous de celle de l'or comme le prévoit la théorie (lignes pleines), mais les données expérimentales restent au dessus des courbes théoriques.



(a) (b)

FIGURE 4.29 – (a) Rapport des gradients réduits : celui obtenu dans la configuration {or-silicium dopé} sur celui de la configuration {or-or}. (b) Erreur relative de la comparaison {or-silicium dopé} et {or-or}.

Comme on le voit sur le graphique 4.28, les mesures lorsque la sphère est au dessus de la zone en silicium dopé sont plus faibles que celles obtenues entre les deux surfaces en or, comme le prévoit la théorie. Le rapport entre les deux configurations de surfaces ({or-silicium dopé} et {or-or}) est représenté sur la figure 4.29. A courtes distances, la mesure relative donne un résultat correct. Au delà de 200 nm, les mesures sur le silicium dopé diminuent plus rapidement avec la distance que les mesures sur l'or par rapport à la théorie : l'erreur relative augmente. On peut conclure que nos mesures sont sensibles à la nature des matériaux. Nous pourrions ainsi imaginer un nouveau mode d'imagerie AFM non contact d'analyse des surfaces qui utiliserait la force de Casimir. Ce mode de microscopie déterminerait en même temps le potentiel de contact en chaque point de la surface comme la microscopie KFM.

Nos mesures restent toutefois au dessus des courbes théoriques. Serait-ce un effet d'une distribution spatiale du potentiel de contact ? Ce phénomène est possible : sur les graphiques 4.27, on voit de légères différences entre les courbes qui ne sont pas dues à la température. De plus, l'or se dépose sous forme de grains de 100 nm de diamètre (cf. chapitre 2) et on peut supposer que chaque grain a une orientation cristallographique différente de celle de ses voisins. Cette inhomogénéité expliquerait aussi la dépendance de V_0 avec la distance de séparation z ; dépendance qui reste toujours présente même avec la transformation effectuée sur l'environnement proche de la sonde. En effet, plus la sphère est proche de la surface, plus la zone d'interaction est petite et donc plus la mesure est sensible à l'orientation cristallographique de chaque grain ; alors qu'à plus grande distance, l'interaction est moyennée sur un

grand ensemble de grains. Pour confirmer cette hypothèse, il faudrait étudier cette même surface en KFM.

Par ailleurs, il faut aussi remarquer que les échantillons et les sondes ne sont pas entreposés sous atmosphère contrôlée. Même si nous les protégeons au maximum, ils se recouvrent de poussières avec le temps. Nous pouvons éviter de placer la sphère au dessus des grosses poussières (visibles à la caméra) mais il reste toujours les petites. La présence de petites particules ne perturbe pas la calibration électrostatique (la surface d'interaction sphère-plan est plus grande que celle de Casimir) et est donc indétectable par ce biais. Par contre, elle induit une force de Casimir plus importante que celle prédite par la théorie pour les courtes distances et affecte la reproductibilité des mesures. Pour les mesures de Casimir, nous devrions envisager de travailler dans une salle blanche (même de faible catégorie) ou même construire un nouvel instrument fonctionnant sous ultra vide et possédant différentes chambres : une chambre pour la préparation des sondes et échantillon et une autre pour les mesures.

Conclusion et perspectives

L'objet du travail de thèse présenté dans ce manuscrit a été de mesurer la force de Casimir entre deux surfaces micrométriques : un échantillon et une microsphère collée à l'extrémité d'une sonde de force (microlevier de microscope à force atomique ou AFM). Cette expérience nécessite de nombreuses fonctionnalités qui sont difficilement disponibles simultanément sur un microscope AFM commercial. Reprenant le concept de mesure et le prototype de microscope mis au point dans la thèse de Guillaume Jourdan, nous avons réalisé un appareil fonctionnant à basse température. A température ambiante, le facteur limitant les mesures est en effet le bruit thermique. L'environnement cryogénique réduisant ce bruit d'un facteur 10, nous pensions augmenter la résolution en force de notre instrument et donc augmenter la gamme de distances sur laquelle mesurer la force de Casimir. Ce ne fut toutefois pas le cas : nous avons vu qu'à basse température le bruit limitant la mesure devient le bruit laser qui est quasiment aussi important que le bruit thermique à 300 K.

Par ailleurs, à basse température, nous avons mis en évidence des effets opto-mécaniques d'action en retour du système de détection optique. Nous avons démontré théoriquement que ce phénomène pourrait augmenter le rapport signal sur bruit. Il reste toutefois des questions fortes intéressantes en suspens notamment en ce qui concerne l'origine exacte du couplage opto-mécanique.

La thermalisation de l'ensemble mécanique nécessitant la présence d'une pression partielle d'hélium (10 mbar), nous avons étudié l'amortissement visqueux de notre sonde de force (un microlevier AFM) induit par le confinement du fluide environnant entre la microsphère (40μm de diamètre) collée à son extrémité et une surface plane. Nous avons ainsi vu que le confinement des molécules de gaz ne tend à geler les modes de vibration du levier qu'à pression ambiante.

Enfin, les mesures de la force de Casimir nous ont amenés à lutter contre une force additionnelle parasite qui dominait aux grandes distances. Contrairement aux autres groupes de la communauté expérimentale de Casimir dont les mesures sont également perturbées par la présence d'une force additionnelle, nous ne nous sommes pas focalisés sur les effets d'une distribution spatiale du potentiel de contact sur les surfaces et nous avons démontré que la sonde de force est sensible à son environnement et en particulier aux éléments diélectriques placés à proximité. En écrantant

les charges piégées dans la fibre et dans les céramiques piézoélectriques, nous avons réussi à éliminer cette force parasite.

Une fois celle-ci éliminée, nous avons comparé les mesures obtenues entre deux surfaces en or et une sphère d'or en face d'un échantillon de silicium. Nos mesures sont différentes de celles prédites par la théorie et peuvent provenir de l'état de nos surfaces. Bien que nous fassions extrêmement attention, les surfaces se recouvrent de poussières et de contaminants adsorbés parce que nous ne travaillons pas sous atmospère contrôlée. Travailler en salle blanche paraît une solution incourtournable pour obtenir une comparaison théorie-expérience quantitative de cet effet. L'expérience montre toutefois la sensibilité de l'appareil à la nature des matériaux présents en surface des échantillons : la force mesurée sur le silicium dopé est inférieure à celle obtenue sur l'or. Nous pourrions ainsi imaginer un nouveau mode d'imagerie AFM non contact d'analyse de surface utilisant la force de Casimir en parallèle des mesures de potentiels de contact de microscopie KFM.

Bibliographie

[1] H. B. G. Casimir. On the attraction between two perfectly conducting plates. *Proc. K. Ned. Akad. Wet.*, 60 :793–795, 1948.

[2] M. J. Sparnaay. Measurements of attractive forces between flat plates. *Physica*, 24 :751–764, 1958.

[3] S. K. Lamoreaux. Demonstration of the Casimir force in the 0.6 to 6μm range. *Phys. Rev. Lett.*, 78 :5, 1997.

[4] Guillaume Jourdan. *Vers un microscope de force de Casimir - Mesure quantitative de forces faibles et nanopositionnement absolu.* PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble 1, 2007. http ://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/27/39/PDF/These_GJ.pdf.

[5] G. Jourdan, A. Lambrecht, F. Comin, and J. Chevrier. Quantitative non-contact dynamic Casimir force measurements. *Europhys. Lett.*, 85 :31001, 2009.

[6] M. Planck. *Verh. Deutsch. Phys. Ges.*, 13 :138, 1911.

[7] Mark Fox. *Quantum Optics : An Introduction*, pages 132–134. Oxford University Press, 2006.

[8] Peter W. Milonni. *The Quantum Vacuum : an Introduction to Quantum Electrodynamics*, chapter 3. Harcourt Brace and Company, 1994.

[9] E. J. W. Verwey and J. Th. G. Overbeek. *Theory of the Stability of Lyophobic Colloids.* 1948.

[10] Casimir and Polder. The influence of retardation on the London-Van der Waals forces. *Phys. Rev.*, 73 :360, 1948.

[11] P.W. Milonni, R.J. Cook, and M.E. Goggin. Radiation pressure from the vacuum : Physical interpretation of the Casimir force. *Phys. Rev. A*, 38 :1621, 1988.

[12] M. Abramowitz and I. A. Stegun. *Handbook of Mathematical Functions*, page Formula 3.6.28. New York, 1971.

[13] E. T. Whittaker and G. N. Watson. *A course of Modern Analysis*, chapter 7.21, page 127. 4th edition, 1965.

[14] E.M. Lifshitz. The theory of molecular attractive forces between solids. *Sov. Phys. JETP*, 2 :73, 1956.

[15] A. Lambrecht and S. Reynaud. Casimir force between metallic mirrors. *Eur. Phys. J. D*, 8 :309, 2000.

[16] A. Lambrecht C. Genet and S. Reynaud. The Casimir force and the quantum theory of lossy optical cavities. *Phys. Rev. A*, 67 :043811, 2003.

[17] Cyriaque Genet. *La force de Casimir entre deux miroirs métalliques à température non nulle*. PhD thesis, Université Paris VI, 2002. http ://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/04/49/77/PDF/tel-00001749.pdf.

[18] Edward D. Palik, editor. *Handbook of optical constants of solids, tome I et II*. Elsevier, 1998.

[19] I. Pirozhenko, A. Lambrecht, and V. B. Svetovoy. Sample dependence of the Casimir force. *New J. Phys*, 8 :238, 2006.

[20] V. B. Svetovoy, P. J. van Zwol, G. Palasantzas, and J. Th. M. De Hosson. Optical properties of gold films and the Casimir force. *Phys. Rev. B*, 77 :035439, 2008.

[21] A. Lambrecht, I. Pirozhenko, L. Duraffourg, and Ph. Andreucci. The Casimir effect for silicon and gold slabs. *Europhys. Lett.*, 77 :44006, 2007.

[22] L. Duraffourg and Ph. Andreucci. Casimir force between doped silicon slabs. *Phys. Lett. A*, 359 :406, 2006.

[23] L. Bergstrom. Hamaker constants of inorganic materials. *Adv. Colloid Interface Sci.*, 70 :125, 1997.

[24] T. J. Senden and C. J. Drummond. Surface chemistry and tip-sample interactions in atomic force microscopy. *Colloids Surfaces A : Physicochem. Eng. Aspects*, 94 :29, 1995.

[25] A. D. Rakic, A. B Djurisic, J. M. Elazar, and M. L. Majewski. Optical properties of metallic films for vertical-cavity optoelectronic devices. *Appl. Opt.*, 37 :5271, 1998.

[26] M. A. Ordal, R. J. Bel, R. W. Alexander, Jr, L. L. Long, and M. R. Querry. Optical properties of fourteen metals in the infrared and far infrared : Al, Co, Cu, Au, Fe, Pb, Mo, Ni, Pd, Pt, Ag, Ti, V and W. *Appl. Opt.*, 24 :4493, 1985.

[27] B. V. Derjaguin, I. I. Abrikosova, and E.M. Lifshitz. *Quart. Rev.*, 10 :295, 1968.

[28] J. Blocki, J. Randrup, W. J. Swiatecki, and C. F. Tsang. Proximity forces. *Annals of Physics*, 105 :427, 1997.

[29] F. Chen, U. Mohideen, G. L. Klimchitskaya, and V. M. Mostepanenko. Experimental test for the conductivity properties from the Casimir force between metal and semiconductor. *Phys. Rev. A*, 74 :022103, 2006.

[30] Paulo A. Maia Neto, Astrid Lambrecht, and Serge Reynaud. Casimir energy between a plane and a sphere in electromagnetic vacuum. *Phy. Rev. A*, 78(1) :012115, 2008.

[31] A. Canaguier-Durand, P. A. Maia Neto, I. Cavero-Pelaez, A. Lambrecht, and S. Reynaud. Casimir interaction between plane and spherical metallic surfaces. *Phys. Rev. Lett.*, 102 :230404, 2009.

[32] A. Canaguier-Durand, P. A. Maia Neto, A. Lambrecht, and S. Reynaud. Thermal Casimir effect in the plane-sphere geometry. *Phys. Rev. Lett.*, 104 :040403, 2010.

[33] C. Genet, A. Lambrecht, and S. Reynaud. Temperature dependence of the Casimir effect between metallic mirrors. *Phys. Rev. A*, 62 :012110, 2000.

[34] C. Genet, A. Lambrecht, P. Maia Neto, and S. Reynaud. The Casimir force between rough metallic plates. *Europhysics Letters*, 62 :484, 2003.

[35] P. A. Maia Neto, A. Lambrecht, and S. Reynaud. Roughness correction to the Casimir force : Beyond the proximity force approximation. *Europhysics Letters*, 69 :924, 2005.

[36] P. A. Maia Neto, A. Lambrecht, and S. Reynaud. Casimir effect with rough metallic mirrors. *Phys. Rev. A*, 72 :012115, 2005.

[37] P. A. Maia Neto, A. Lambrecht, and S. Reynaud. Roughness correction in the Casimir effect with metallic plates. *J. Phys. A : Math. Gen.*, 39 :6517, 2006.

[38] S. Reynaud, P. A. Maia Neto, and A. Lambrecht. Casimir energy and geometry : beyond the proximity force approximation. *J. Phys. A : Math. Theor.*, 41 :164004, 2008.

[39] P. J. van Zwol, G. Palasantzas, and J. Th. M. De Hosson. Influence of random roughness on the Casimir force at small separations. *Phys. Rev. B*, 77 :075412, 2008.

[40] J. N. Israelachvili and D. Tabor. The measurement of van der Waals dispersion forces in the range 1.5 to 130 nm. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 331 :19–38, 1972.

[41] E. S. Sabisky and C. H. Anderson. Verification of the Lifshitz theory of the van der Waals potential using liquid-helium films. *Phys. Rev. A*, 7 :790–806, 1972.

[42] P. H. G. M. van Blockland and J. Th. G. Overbeek. Van der Waals forces between objects covered with chromium layer. *J. Chem. Soc. Faraday Trans. 1*, 74 :2637–2651, 1978.

[43] U. Mohideen and Anushree Roy. Precision measurement of the Casimir force from 0.1 to 0.9μm. *Phys. Rev. Lett.*, 81(21) :4549–4552, Nov 1998.

[44] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop, and F. Capasso. Quantum mechanical actuation of microelectromechanical systems by the Casimir force. *Science*, 291 :1941, 2001.

[45] H. B. Chan, V. A. Aksyuk, R. N. Kleiman, D. J. Bishop, and F. Capasso. Nonlinear micromechanical Casimir oscillator. *Phys. Rev. Lett.*, 87 :211801 211801, 2001.

[46] R. S. Decca, D. Lopez, E. Fischbach, G. L. Klimchitskaya, D. E. Krause, and V. M. Mostepanenko. Tests of new physics from precise measurements of the

Casimir pressure between two gold-coated plates. *Phys. Rev. D*, 75 :077101, 2007.

[47] J. N. Munday, F. Capasso, and V. A. Parsegian. Measured long-range repulsive Casimir-Lifshitz forces. *Nature*, 457 :170, 2009.

[48] P. J. van Zwol, G. Palasantzas, and J. Th. M. DeHosson. Weak dispersive forces between glass and gold macroscopic surfaces in alcohols. *Phys. Rev. E*, 79 :041605, 2009.

[49] P. J. van Zwol, G. Palasantzas, and J. Th. M. De Hosson. Influence of dielectric properties on the van der Waals/Casimir forces in solid-liquid systems. *Phys. Rev. B*, 79 :195428, 2009.

[50] S. de Man, K. Heeck, R. J. Wijngaarden, and D. Iannuzzi. Halving the Casimir force with conductive oxides. *Phys. Rev. Lett.*, 103 :040402, 2009.

[51] D. Iannuzzi, M. Lisanti, and F. Capasso. Effect of hydrogen-switchable mirrors on the Casimir force. *Proc. Natl. Acad. Sci.*, 101 :4019, 2004.

[52] S. de Man and D. Iannuzzi. On the use of hydrogen-switchable mirrors in Casimir force experiments. *New Journal of Physics*, 8 :235, 2006.

[53] T. Ederth. Template-stripped gold surfaces with 0.4 nm rms roughness suitable for force measurements : Application to the Casimir force in the 20-100 nm range. *Phys. Rev. A*, 62 :062104, 2000.

[54] G. Bressi, G. Carugno, R. Onofrio, and G. Ruoso. Measurement of the Casimir force between parallel metallic surfaces. *Phys. Rev. Lett.*, 88(4) :041804, 2002.

[55] R. S. Decca, D. Lopez, E. Fischbach, and D. E. Krause. Measurement of the Casimir force between dissimilar metals. *Phys. Rev. Lett.*, 91 :050402, 2003.

[56] G. Torricelli, P. J. van Zwol, O. Shpak, C. Binns, G. Palasantzas, B. J. Kooi, V. B. Svetovoy, and M. Wuttig. Switching Casimir forces wih phase-change materials. *Phys. Rev. A*, 82 :010101(R), 2010.

[57] G. Jourdan, F. Comin, and J. Chevrier. Mechanical mode dependence of bolometric backaction in an atomic force microscopy microlever. *Physical Review Letters*, 101(13) :133904, 2008.

[58] G. Jourdan, G. Torricelli, J. Chevrier, and F. Comin. Tuning the effective coupling of an AFM lever to a thermal bath. *Nanotechnology*, 18 :475502, 2007.

[59] Frederico Martins. *Scanning-gate microscopy of buried mesoscopic strctures.* PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble 1, 2008.

[60] S. Le Denmat. *Caractérisation AFM et fabrication de microsondes et d'échantillons spécifiques dédiés à la recherche.* Rapport de stage de DUT, Grenoble 1, 2007.

[61] C. Lofton and W. Sigmund. Mechanisms controlling crystal habits of gold and silver colloids. *Adv. Funct. Mater.*, 15 :1197, 2005.

[62] Z. Guoa, Y. Zhang, Y. DuanMua, L. Xua, S. Xie, and N. Gu. Facile synthesis of micrometer-sized gold nanoplates through an aniline-assisted route in ethylene glycol solution. *Colloids and Surfaces A*, 278 :33, 2006.

[63] D. Courjon and C. Bainier. *Le champ proche optique : théorie et applications*, chapter 10, pages 189–197. Springer, 2001.

[64] Andrew N. Cleland. *Foundations of nanomechanics*. 2009.

[65] J. E. Sader. Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope. *J. Appl. Phys.*, 84 :64, 1998.

[66] L. Bellon. Thermal noise of microcantilevers in viscous fluids. *J. Appl. Phys.*, 104 :104906, 2008.

[67] H. J. Mamin and D. Rugar. Sub-attonewton force detection at millikelvin temperatures. *Appl. Phys. Lett*, 79 :3358, 2001.

[68] K. L. Ekinci, Y. T. Yang, and M. L. Roukes. Ultimate limits to inertial mass sensing based upon nanoelectromechanical systems. *J. Appl. Phys.*, 95 :2682, 2004.

[69] C. P. Green and J. E. Sader. Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids near a solid surface with applications to the atomic force microscope. *J. Appl. Phys.*, 98 :114913, 2005.

[70] A. Siria, A. Drezet, F. Marchi, F. comin, S. Huant, and J. Chevrier. Viscous cavity damping of a microlever in a simple fluid. *Phys. Rev. Lett.*, 102 :254503, 2009.

[71] P. Joseph, C. Cottin-Bizone, J.-M. Benoît, C. Ybert, C. Journet, P. Tabeling, and L. Bocquet. Slippage of water past superhydrophobic carbon nanotude forests in microchannels. *Phys. Rev. Lett.*, 97 :156104, 2006.

[72] E. Lauga, M. P. Brenner, and H. A. Stone. *Handbook of Experimental Fluid Dynamics*, chapter 19, page 1219. Springer, New York, 2007.

[73] J. C. Maxwell. *Philos. Trans. R. Soc. London*, 170 :231, 1867.

[74] A. Maali and B. Bhushan. Slip-length measurement of confined air flow using dynamic atomic force microscopy. *Phys. Rev. E*, 78 :027302, 2008.

[75] O. I. Vinogradova. Drainage of a thin liquid film confined between hydrophobic surfaces. *Langmuir*, 11(6) :2213, 1995.

[76] A. Drezet, A. Siria, S. Huant, and J. Chevrier. Giant slip lenghts of a simple fluid at vibrating solid interfaces. *Phys. Rev. E*, 81 :046315, 2010.

[77] J. C. Maxwell. On the viscosity or internal friction of air and another gases. *Philos. Trans. R. Soc. London*, 156 :249, 1866.

[78] F. Sharipov and D. Kalempa. Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures. i. viscous slip coefficient. *Physics of Fluids*, 15(6) :1800, 2003.

[79] M. Fichman and G. Hestroni. Viscosity and slip velocity on gas flow in microchannels. *Physics of Fluids*, 17(12) :123102, 2005.

[80] C. Neto, D. R. Evans, E. Bonaccurso, H.-J. Butt, and V. S. J. Craig. Boundary slip in Newtonian liquids : a review of experimental studies. *Rep. Prog. Phys.*, 68 :2859, 2005.

[81] L. Bocquet and E. Charlaix. From microfluidic application to nanofluidic phenomena issue. *Chem. Soc. Rev.*, 39 :2859, 2010.

[82] N. Pottier. *Physique statistique hors équilibre : équation de Boltzmann, réponse linéaire*, chapter 25, pages 311–312. Notes du cours enseigné au DEA de Physique des Solides de Paris-Orsay de 1992 à 2000, version 1999-2000.

[83] J. Max and J-L. Lacome. *Méthodes et technique de traitement du signal*, pages 62–63. Dunod, 2000.

[84] H-J. Butt and M. Jaschke. Calculation of thermal noise in atomic force microscopy. *Nanotechnology*, 6 :1–7, 1995.

[85] I. Favero and K. Karrai. Optomechanics of deformable optical cavities. *Nature Photonics*, 3 :201, 2009.

[86] C. Metzger and K. Karrai. Cavity cooling of a microlever. *Nature*, 432 :1002, 2004.

[87] O. Arcizet, P.-F. Cohadon, T. Briant, M. Pinard, and A. Heidmann. Radiation-pressure cooling and optomechanical instability of a micromirror. *Nature*, 444 :71, 2006.

[88] S. Gigan, H. R. Bohm, M. Paternostro, F. Blaser, G. Langer, J. B. Hertzberg, K. C. Schwab, D. Bauerle, M. Aspelmeyer, and A. Zeilinger. Self-cooling of a micromirror by radiation pressure. *Nature*, 444 :67, 2006.

[89] I. Favero, C. Metzger, S. Camerer, D. Konig, H. Lorenz, J. P. Kotthaus, and K. Karrai. Optical cooling of a micromirror of wavelength size. *Appl. Phys. Lett*, 90 :104101, 2007.

[90] C. Metzger, I. Favero, A. Ortlieb, and K. Karrai. Optical self cooling of a deformable Fabry-Perot cavity in the classical limit. *Phys. Rev. B*, 78 :035309, 2008.

[91] J. Mertz, O. Marti, and J. Mlynek. Regulation of a microcantilever response by force feedback. *Appl. Phys. Lett*, 62 :2344, 1993.

[92] P. F. Cohadon, A. Heidmann, and M. Pinard. Cooling of a mirror by radiation pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 83 :3174, 1999.

[93] M. Pinard, P. F. Cohadon, Briant T., and A. Heidmann. Full mechanical characterization of a cold damped mirror. *Phys. Rev. A*, 63 :013808, 2000.

[94] A. Hopkins, K. Jacobs, S. Habib, and K. Schwab. Feedback cooling of a nanomechanical resonator. *Phys. Rev. B*, 68 :235328, 2003.

[95] D. Kleckner and D. Bouwmeester. Sub-kelvin optical cooling of a micromechanical resonator. *Nature*, 444 :75, 2006.

[96] M. Poggio, C. L. Degen, H. J. Mamin, and D. Rugar. Feedback cooling of a cantilever's fundamental mode below 5 mk. *Phys. Rev. Lett.*, 99 :017201, 2007.

[97] C. Bradaschia, R. del Fabbro, A. di Virgilio, A. Giazotto, H. Kautzky, V. Montelatici, D. Passuello, A. Brillet, O. Cregut, P. Hello, C. N. Man, P. T. Manh, A. Marraud, D. Shoemaker, J. Y. Vinet, F. Barone, L. di Fiore, L. Milano, G. Russo, J. M. Aguirregabiria, H. Bel, J. P. Duruisseau, G. Le Denmat, P. Tourrenc, M. Capozzi, M. Longo, M. Lops, I. Pinto, G. Rotoli, T. Damour, S. Bonazzola, J. A. Marck, Y. Gourghoulon, L. E. Holloway, F. Fuligni, V. Iafolla, and G. Natale. The VIRGO project : A wide band antenna for gravitational wave detection. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 289 :518, 1990.

[98] A. Abramovici, W. E. Althouse, R. W. P. Drever, Y. Gursel, S. Kawamura, F. J. Raab, D. Shoemaker, L. Sievers, R. E. Spero, K. S. Thorne, R. E. Vogt, R. Weiss, S. E. Whitcomb, and M. E. Zucker. LIGO : The laser interferometer gravitational-wave observatory. *Science*, 256 :325, 1992.

[99] E. Durand. *Electrostatique*, volume 2 : Problèmes généraux - Conducteurs, chapter 3, page 209. Masson et Cie, 1966.

[100] S. Hudlet, M. Saint Jean, C. Guthmann, and J. Berger. Evaluation of the capacitive force between an atomic force microscopy tip and a metallic surface. *Eur. Phys. J. B*, 2 :5–10, 1998.

[101] Neil W. Ashcroft and N. David Mermin. *Physique des Solides*, chapter 18, page 429. 2002.

[102] S. M. Sze and K. N. Kwok. *Physics of semiconductor devices.*

[103] J. Wagner and J. A. del Alamo. Band gap narrowing in heavily doped silicon : a comparison of optical and electrical data. *J. Appl. Phys.*, 63(2) :425, 1988.

[104] B. Pellegrini. Properties of silicon-metal contacts versus metal work-function, silicon impurity concentration and bias voltage. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 9 :55, 1976.

[105] W. J. Kim, M. Brown-Hayes, D. A. R. Dalvit, J. H. Brownell, and R. Onofrio. Anomalies in electrostatic calibrations for the measurement of the Casimir force in a sphere-plane geometry. *Phys. Rev. A*, 78 :020101 (R), 2008.

[106] S. de Man, K. Heeck, and D. Iannuzzi. No anomalous sclaing in electrostatic calibrations for Casimir force measurements. *Phy. Rev. A*, 79 :024102, 2009.

[107] W. J. Kim, A. O. Sushkov, D. A. R. Dalvit, and S. K. Lamoreaux. Measurement of the short-range attractive force between Ge plates using a torsion balance. *Phys. Rev. Lett.*, 103 :060401, 2009.

[108] R. S. Decca, E. Fischbach, G. L. Klimchitskaya, D. E. Krause, D. López, U. Mohideen, and V. M. Mostepanenko. Comment on ≪ Anomalies in electrostatic calibrations for the measurement of the Casimir force in a sphere-plane geometry ≫. *Phys. Rev. A*, 79 :026101, 2009.

[109] W. J. Kim, M. Brown-Hayes, D. A. R. Dalvit, J. H. Brownell, and R. Onofrio. Reply to ≪ Comment on ≪ Anomalies in electrostatic calibrations for the measurement of the Casimir force in a sphere-plane geometry ≫ ≫. *Phys. Rev. A*, 79 :026102, 2009.

[110] A. Hadjadj, B. Equer, A. Beorchia, and P. Roca i Cabarrocas. Contact potential measurements with a local kelvin probe. *Philosophical Magazine B*, 82(11) :1257, 2002.

[111] S. K. Lamoreaux. Electrostatic background forces due to varying contact potentials in Casimir experiments. *e-print arXiv :0808.0885v2.*

[112] C. C. Speake and C. Trenkel. Forces between conducting surfaces due to spatial variations of surface potential. *Phys. Rev. Lett.*, 90(16) :160403, Apr 2003.

[113] W. J. Kim, A. O. Sushkov, D. A. R. Dalvit, and S. K. Lamoreaux. Surface contact potential patches and casimir force measurements. *Phys. Rev. A*, 81 :022505, 2010.

[114] P. Antonini, G. Bimonte, G. Bressi, G. Carugno, G. Galeazzi, G. Messineo, and G. Ruoso. An experimental apparatus for mesuring the casimir effect at large distances. *Journal of Physics : Conference Series*, 161 :012006, 2009.

Résumé

La force de Casimir, du nom du physicien qui prédit en 1948 l'existence de cette force attractive dans la configuration idéale de deux miroirs parfaits, plans et parallèles, est d'origine purement quantique. Elle résulte de l'existence des fluctuations quantiques de point zéro du champ électromagnétique et joue un rôle prépondérant dans le fonctionnement des nanosystèmes mécaniques en cours de développement et qui pourraient dans les années futures révolutionner l'industrie de la microélectronique. Pourtant, les effets correctifs liés à la conductivité des surfaces ou à l'empilement diélectrique des couches commencent seulement à être étudiés. L'objet du travail expérimental développé durant cette thèse a été la réalisation d'un appareil de mesure de forces faibles entre deux surfaces de tailles micrométriques en vue de l'étude de la force de Casimir. Nous avons adapté la technique mise au point au cours de la thèse de G. Jourdan à un environnement cryogénique afin d'atteindre les sensibilités en force requises pour l'étude de surfaces complexes. Ce manuscrit décrit ce nouvel appareil et ses performances. Nous avons ainsi étudié l'amortissement visqueux de notre sonde de force (un microlevier AFM avec une sphère collée à son extrémité) engendré par le confinement du fluide environnant. A 4 K, nous avons mis en évidence des effets opto-mécaniques induits par le bruit laser. Enfin, nos premiers tests entre deux surfaces d'or de faible rugosité nous ont amenés à lutter contre une force parasite. Nous avons déterminé l'origine de cette force et réussi à la contrer. La force de Casimir entre une sphère en or et un échantillon de silicium a alors pu être mesurée.

Mots-clés : Effet Casimir, microlevier AFM, détection interférométrique, cryogénie, action en retour du système de détection, auto-refroidissement, amortissement visqueux.

Abstract

The Casimir force, named after the Dutch physicist who predicted in 1948 the existence of this attractive force in an ideal configuration of two perfectly conducting and parallel plates, is due to quantum-mechanical effects. It results from electromagnetic fluctuations of vacuum and cannot be neglected anymore in the performance of the nano-mechanical systems (NEMS), which are currently developed and could also revolutionize the microelectronics industry. However, the study of the corrections brought by the surface conductivity or by the dielectric stacks has just started. This thesis work presents the achievement of a new instrument dedicated to the measurement of the Casimir force between two surfaces at the micron scale. We have adapted the technique performed during the G. Jourdan's PhD thesis to a cryogenic environment in order to reach the sensitivity needed to investigate complex surfaces. The viscous damping of the force probe (AFM cantilever) due to the environmental fluid confined between the sphere glued at the tip of the AFM cantilever and a sample has been analysed. Measurements at 4K have revealed an opto-mechanical effect induced by laser noise. Finally, our first tests between two low rough gold surfaces have showed the presence of a parasite force. We have found out the origin of this force and succeeded to remove it. The first measurement of the Casimir force between a gold sphere and a silicon sample has been performed.

Keywords : Casimir effect, AFM cantilever, interferometric detection, cryogeny, backaction of the detection system, self-cooling, viscous damping.