HAL open science

Etude optomécanique des forces de proximité et de la dynamique des ondes de charges dans des nanorésonateurs mécaniques

Hugo Weltz

▶ **To cite this version:**

Hugo Weltz. Etude optomécanique des forces de proximité et de la dynamique des ondes de charges dans des nanorésonateurs mécaniques. Physique [physics]. Université Grenoble Alpes [2020-..], 2023. Français. NNT : 2023GRALY063 . tel-04512805

HAL Id: tel-04512805

https://theses.hal.science/tel-04512805v1

Submitted on 20 Mar 2024

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

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

École doctorale : PHYS - Physique
Spécialité : Nanophysique
Unité de recherche : Institut Néel

Étude optomécanique des forces de proximité et de la dynamique des ondes de charges dans des nanorésonateurs mécaniques

Nano-optomechanical exploration of proximity forces and charge waves in suspended nanowire

Présentée par :

Hugo WELTZ

Direction de thèse :

Benjamin PIGEAU — Directeur de thèse
Chargé de recherche, Université Grenoble Alpes

Olivier ARCIZET — Directeur de thèse
Directeur de recherche, Université Grenoble Alpes

Rapporteurs :

Christophe Voisin
Professeur des universités, Université Paris Cité

Philippe Poncharal
Professeur des universités, Université Lyon 1

Thèse soutenue publiquement le 20 octobre 2023, devant le jury composé de :

Edwige Bano — Présidente
Professeure des universités, Université Grenoble Alpes

Benjamin Grevin — Examinateur
Directeur de recherche, CNRS

Rastei Mircea — Examinateur
Maître de conférences, Université de Strasbourg

Julien Pernot — Examinateur
Professeur des universités, Université Grenoble Alpes

Philippe Poncharal — Rapporteur
Professeur des universités Université Lyon 1

Christophe Voisin — Rapporteur
Professeur des universités, Université Paris Cité

Si tu fais de longues études c'est parce que tu en as besoin !
Georges Monzein

Si tu travailles, c'est pour toi.
Gilbert Weltz

Remerciements

Avant toute chose je tiens à te remercier chère lectrice ou cher lecteur du temps que tu vas prendre à lire ma thèse entière ou en partie. J'espère que celle-ci t'aidera dans tes travaux ou, au moins, t'apportera de nouvelles connaissances. Le reste de ces remerciements seront focalisés sur ma famille, mes amis ainsi que mes collègues et mon jury, tu peux donc sauter cette partie pour attaquer ta lecture l'esprit tranquille.

Ne nous mentons pas, les remerciements d'une thèse sont souvent esquivés dans sa lecture (voir même dans sa correction). C'est alors un espace où l'auteur est plus libre de ses paroles et de ses tournures de phrase. Il peut alors ouvrir son cœur et exprimer tout son amour et sa gratitude envers les gens qui font et ont fait partie de sa vie jusqu'à ce point final des études supérieures. Et c'est exactement ce que je vais faire ici ! Ça fait beaucoup de personnes et je sais que la plupart va s'arrêter de lire après avoir vu son nom donc pour vous simplifier la vie voici le *plan des remerciements* : la **première** partie sera dédiée à ma **famille**, la **seconde** à mes **amis** et la **dernière** aux **personnes m'ayant aidé** de près ou de loin, mes **collègues** qu'ils soient encore présents ou non, ainsi qu'à mon **jury**, qui aura pris le temps de lire cette thèse, de l'analyser, de la corriger et qui m'aura par la suite écouté présenter mes travaux pendant 45 minutes. Je terminerai cette partie de remerciements dans laquelle je suis un peu plus libre par une liste d'adresses de restaurants de Grenoble que j'ai trouvé forts bons car de la bonne nourriture ça fait du bien au moral.

À ma famille

J'ai toujours eu la chance de vivre dans une famille aimante, qui s'entraide et qui inculque de belles valeurs, en soit une famille qui pour certains serait, une utopie. Même si, quand à table on se remémore des souvenirs de mon enfance, je n'ai pas toujours été tendre au point d'avoir à Noël un soir, la visite du père Fouettard. Je tiens donc à m'excuser pour toutes ces fois où je n'ai pas été très agréable avec vous et en particulier avec toi, mon petit frère, Lucas. Maintenant pour une note plus agréable, je vais tous vous remercier personnellement et concisément parce que nous sommes nombreux et même si j'aime fortement l'idée de donner un exemple marquant pour chacun d'entre vous, il m'aurait fallu écrire une nouvelle thèse. Donc à mes tantes et oncles Martine, Françoise, Vivianne, Francis, Marie-José, Francis, Daniel, Marie-Pierre et Cédric vous m'avez tous beaucoup apporté. Vous faites partie intégrante de qui je suis aujourd'hui, j'ai dormi chez vous, j'ai joué avec vous, je suis parti en vacances avec vous et j'ai appris avec vous alors merci beaucoup ! Même si on se revoit surtout pour les moments de fête, les repas qui les accompagnent n'auraient tout simplement pas la même saveur sans vous tous autour de la table.

À mes cousines et à mes cousins, Vincent, Robin, Benjamin, Maxime, David, Quentin, Dorian, Maxence, Adrien, Léo, Faustine, Lucile, Félix et Juliette, même si de grands écarts d'âge pouvaient nous séparer nous avons toujours réussi à jouer ensemble et à nous entendre. Vous avez occupé bon nombre de mes vacances chez nos grands-parents et m'avez permis de vivre une des meilleures enfances qu'il soit alors merci beaucoup à vous aussi ! Je vous souhaite le meilleur. Je n'oublie pas non plus mes petites cousines et petits cousins Charlotte, Clémentine, Mathilde, Noah, Aubin, Jean ainsi que Gaston tout juste arrivés qui font d'heureuses arrières grands-mères et que je suis heureux de voir grandir en bonne santé dans une famille aimante comme celle que j'ai pu avoir.

À mes grands-mères et à mes grands-pères Noémie et Gilbert, Suzanne et Georges, je n'ai pas les mots pour vous dire à quel point je vous aime. Vous faites partie des plus belles personnes de ma vie, j'ai eu cette chance formidable de pouvoir passer énormément de temps avec vous et de recevoir un amour qu'il est difficile de recevoir ailleurs. Je ne voulais pas faire d'exemple précis mais pour vous je vais faire une exception. Papi ces parties de 1000 bornes étaient les plus truquées qu'il pouvait exister mais les plus amusantes. Mamie, je pense que jamais je n'aurais mangé autant qu'avec toi. Pépère, ces histoires que tu me racontais sur tes genoux étaient les plus fascinantes. Mémère, je n'ai jamais eu des pulls aussi beaux que ceux que tu m'as tricotés. Jamais je ne pourrais vous remercier assez pour tout ce que vous avez fait pour moi et cette belle famille dans laquelle j'ai pu grandir mais merci, merci beaucoup je vous aime.

À mes deux parents, Véronique et Francis, grâce à vous j'ai toujours pu faire ce que j'avais envie de faire dans ma vie. Vous nous avez toujours soutenus mon frère et moi qu'importe les choix que nous avons fait et vous nous avez aidé autant que vous le pouviez. Vous avez toujours cherché à nous rendre heureux et à ce que nous ne manquions de rien, vous nous avez éduqué dans le respects des autres et avec un amour impossible à décrire. Vous êtes la raison de ce que je suis aujourd'hui et je ne peux qu'être fier d'avoir des parents aussi bienveillants et humains que vous. Des balades nocturnes en voiture pour m'endormir bébé aux balades à vélo ensemble pour profiter du beau temps maintenant, il n'y a rien à changer tout a toujours été parfait avec vous. Je vous dis merci pour tout ce que vous m'avez apporté, merci pour tout ce que vous avez fait pour moi et merci d'avoir toujours été là pour moi. Je vous aime. Finalement, à mon petit frère Lucas, il est rare d'avoir la chance d'avoir un frère comme toi. Nous avons grandis ensemble, nous avons joué, nous nous sommes chamaillés, nous nous sommes même parfois battus, mais nous nous sommes toujours réconciliés. merci pour tout ces moments passés avec toi et il n'y a aujourd'hui pas de grand frère plus fier que moi quand je vois qui tu es aujourd'hui.

Enfin à ma compagne Élise, merci d'être à mes côtés depuis maintenant plus de quatre ans. Pendant tout ce temps, tu as toujours été là pour calmer mes angoisses et pour exalter mes joies. Tout ces moments passés avec toi, les randos, les balades, les restaurants, les vacances, les terrasses, les fêtes, les brunchs, etc. sont inoubliables et j'ai hâte d'en passer de nouveaux avec toi. Te prendre dans mes bras est une des plus belles sensations que j'ai pu ressentir et j'espère t'apporter autant que tu m'apportes chaque jour que je passe avec toi. Merci pour cette vie avec toi, je t'aime.

À mes amis

Dans la partie précédente j'ai grandement remercié ma famille pour ce qu'elle m'a apporté tout au long de ma vie. Cependant, celle-ci n'est pas la seule à avoir grandement participé à qui je suis aujourd'hui et pourquoi j'ai pu réaliser cette thèse. Les amis que j'ai eu de mon collège jusqu'à maintenant ont eux aussi eu une grande influence et m'ont beaucoup apporté. Je vais donc utiliser cette partie pour les remercier.

Alizée et William vous revoir a été une des meilleures décisions de ma vie. C'est une vraie joie d'avoir pu être présent à vos débuts, à votre mariage et je compte bien rester présent pour la suite qui, j'en suis sûr, vous comblera de bonheur avec l'arrivée de l'adorable petite Hailey. Votre couple force le respect tant par la bienveillance que vous avez l'un envers l'autre mais aussi envers vos amis. William tu es mon premier véritable ami et je ne peux pas être plus heureux de voir que tu es et resteras un véritable ami. Alors merci d'avoir été là au collège, lycée et merci d'être à nouveau dans ma vie.

À mes amis de prépa Louis, Fabien, Thomas, Quentin, Alexandre et Florent grâce à vous je peux dire haut et fort que j'ai beaucoup apprécié ma classe prépa, phrase dont beaucoup seront étonnés. En effet nous sortions très peu de notre salle de classe, située sous l'internat avec peu de fenêtres mais pourtant grâce au groupe que nous étions cette salle était très chaleureuse. Que ce soit pendant nos révisions, nos discussions, nos jeux, tout ce qui était fait dans cette salle avec ce groupe était bienveillant. Sans vous jamais je n'aurais pu avoir Phelma donc merci !

Pour mes amis d'école d'ingénieur je vais vous séparer en plusieurs groupes parce qu'un certain groupe m'y oblige. À mes amis de la KAPP 💎 (étendue) Julie, Léa, Ieva, Clémentine, Ilona, Floriane, Myriam, Jade, Martin, Pierre, Hugo, Thomas, François, Arya, Gaspard, Benoit, Alexandre, Thibaut, Charles, Thomas, Pierre, Anthony, Sylvain, François-Xavier et Alexandre tout ces moments passés avec vous au complet ou en groupe, dans une piscine ou sur le canapé d'un appart à 4h du matin ont toujours été incroyables. J'ai la chance de vous revoir souvent malgré la distance nous séparant et je sais que je pourrais toujours compter sur vous. Vous êtes toutes et tous des personnes formidables qui faites de ce groupe, quelque peu sectaire, une seconde famille. Merci pour tout ces moments, ces discussions, ces blagues, ces soirées, ces vacances, tout ces moments d'évasion que je passe en votre présence et tout ceux qui sont à venir.

Pour d'autres moments d'évasion similaires je tiens à remercier Marine, Timothée, Philippe, Lucas, Michael, Nathan, Pierre, Paul et Pierre. Vous n'êtes pas la KAPP mais vous en êtes proches, vous aviez vos groupes d'amis et vous m'y avez accueilli à bras ouverts alors merci à vous. Vous ne le savez peut être pas mais les moments passés avec vous m'ont beaucoup aidé dans des moments creux de ma thèse.

Je vais finir cette partie avec Estelle, Thibault, Clément et Dorian avec qui j'ai commencé cette aventure de 4 ans et qui ont beaucoup adouci ses débuts à base de quiche lorraine, barbecue et guitare. Merci à vous et je vous souhaite bon courage dans la finalisation de vos thèses.

À l'Institut Néel

Cette partie se voudra un peu plus sobre car dédiée à mon entourage professionnel. J'ouvre cependant une parenthèse afin de remercier mes professeurs de classes préparatoires en mathématiques et physique qui m'ont fait garder et même augmenter mon attrait pour la recherche durant cette période qui n'est pas des plus reposantes.

Dans la zone géographique plus restreinte qu'est l'Institut Néel, j'ai eu la chance de rencontrer des personnes qui m'ont beaucoup aidé, qu'elles aient travaillé de près ou de loin avec moi sur mes mesures, mon montage expérimental ou encore sur ma vie à l'Institut. Je tiens donc à remercier Aurélie Laurent, Elodie Ferrara, Florence Pois et Murielle Boyer pour leur gestion administrative très efficace de mon contrat, des mes achats et de mes missions. Je remercie aussi Laurent Del-Rey pour ses conseils sur la réalisation des plans mécaniques, Julien Jarreau pour la réalisation de cette magnifique pièce en titane stabilisant mon montage, Richard Haettel de nous avoir prêté ses fours à induction nous permettant d'avoir des nanofils de qualité, Daniel Lepoittevin d'avoir réalisé de nouvelles photodiodes encore plus performantes que les précédentes ainsi que Gwénaëlle Julie, Bruno Fernandez et Jean-François Motte d'avoir réalisé ces échantillons sans lesquels ma thèse aurait été bien différente ainsi que Quentin Rafhay pour les discussions scientifiques sur mes mesures et celles qui n'avaient rien de scientifique.

Plus présents dans ma vie quotidienne à l'Institut, je remercie toutes les personnes du groupe que j'ai pu côtoyer, Antoine Reigue ancien post-doc qui m'a accompagné à mes débuts dans le groupe pour prendre le montage en main. Mes deux prédécesseurs Francesco Fogliano et Philip Heringlake qui m'ont beaucoup aidé dans la réalisation de mes mesures ainsi que dans la plongée en eaux troubles qu'est la modification des scripts python du logiciel du groupe. Mon *jumeau* de thèse Clément Gouriou pour son aide et ses avis sur mon flipbook. Alex Fontana et Cattleya Dousset d'avoir travaillé sur ce nouveau montage expérimental qui m'a permis d'avoir de nouveaux résultats prometteurs. De manière moins scientifique j'aimerais remercier Jonathan Laurent, Michael Croquette, Eric Clot, Chao Zhang et Lukas Schleicher pour tout les bons moments que j'ai pu passer avec eux que ça soit à midi, derrière le bâtiment K pour faire du *Feuerzangenbowle* ou encore en conférence.

Je tiens à remercier mes deux encadrants de thèse Benjamin Pigeau et Olivier Arcizet. Travailler sous votre supervision a été très agréable, vous avez toujours été disponibles et très impliqués dans mes travaux. Vous m'avez toujours poussé à analyser plus profondément mes résultats et toujours été là pour répondre à mes questions. Ces 4 années passées avec vous ont été aussi bonnes que les pâtisseries de Benjamin du lundi matin. Merci à vous deux.

Je tiens, pour conclure cette partie et ces remerciements, à remercier Christophe Voisin et Philippe Poncharal d'avoir accepté d'être rapporteurs de mon manuscrit, du temps qu'ils ont passé à le lire, à l'analyser et le corriger. Je tiens aussi à remercier Edwige Bano, Benjamin Grevin, Rastei Mircea et Julien Pernot d'avoir accepté d'être les examinateurs de ma soutenance. Les remarques pertinentes apportées par ce jury sur mes travaux m'ont permis d'améliorer la qualité du manuscrit que vous allez lire et de me rendre compte de toute la belle physique qu'il me reste encore à découvrir.

Mes bonnes adresses

Pour les personnes venant à Grenoble et qui cherchent un endroit où bien manger, voici quelques adresses que j'ai eu l'occasion d'expérimenter durant ma thèse. Attention, certains de ces restaurants sont souvent pleins et leur prix peuvent être élevés.

Pour du français :

- Le bouillon A, 5 Pl. Nelson Mandela
- Caffè Forté, 4 Pl. de Lavalette
- Brasserie Neptune, 6 Rue Bressieux (bonnes bières maisons en plus)
- Le Pèr'Gras, 90 Chemin de la Bastille (Gastronomique)

Pour de l'italien :

- Camillo, 36 Av. Félix Viallet (Pizza)
- Le Ciao a te, 2 Rue de la Paix (Pâtes)

Pour de l'asiatique :

- Yamato ramen, 18 Rue Guetal (Ramen)
- L'escale du Japon, 4 Pl. de Gordes (Plats japonais)
- La rivière des parfums, 8 Bd Gambetta (Bobun)
- Mitsuba, 2 Rue Auguste Gaché (Plats à base de pâtes udon)
- Youjung, 1 Rue Auguste Gaché (Coréen)
- Restaurant Namastay, 2 rue Renauldon (Indien)
- Kabuki Canton, 9 Boulevard Gambetta (Sushi de luxe)

Pour d'autres types :

- Brötchen, 4 Rue de Lionne (Kebab)
- Le cèdre, 4 Rue Lazare Carnot (Libanais)
- Le dos argenté, 9 Rue de Turenne (Cuisine fusion africaine)
- Le Roster, 2 Rue Lazare Carnot (Burger)
- Smash You, 4 Place Notre Dame (Smash burger)

Bien sûr si vous cherchez de la cuisine purement savoyarde, vous pouvez toujours allez à La ferme à Dédé (je ne donne pas d'adresse il y en a 3 à Grenoble) mais je le déconseille en été. Pour les bars, il y en a beaucoup de très bons à Grenoble mais voici une liste non exhaustive de certains que j'apprécie : O'Groove, le café Jules Verne, Le Jardin, la passoire, le petit labo, le Levrette café, le Kiltin', les Little Copains, le Not a Beer, le 101, le Commun des mortels, le Bling Pig, le Hasard, le K fée des jeux, etc.

Table des matières

Remerciements **5**

Introduction **15**

1 Mesures de forces avec un nanofil **25**

1.1 Un nanofil comme sonde de force 25

1.1.1 Propriétés mécaniques du nanofil 26

1.1.2 Nanofil dans un champ de forces 29

1.1.3 Réponse du nanofil à une excitation 35

1.2 Les nanofils utilisés 38

1.2.1 Sélection d'un nanofil pour les mesures 38

1.2.2 Installation d'un nanofil 40

1.3 Lecture optique 2D du mouvement du nanofil 43

1.3.1 Principe de la mesure 43

1.3.2 La photodiode à double quadrant 46

1.3.3 Montage expérimental 49

1.3.4 Logiciel de commande 52

1.4 Conclusion 55

2 Étude des forces de proximité à la surface de nanostructures métalliques : des forces électrostatiques aux forces de Casimir **57**

2.1 Mesure de la force électrostatique au-dessus de nanostructures métalliques 59

2.1.1 Tenseur de Maxwell 59

2.1.2 Cartographie de la force électrostatique 64

2.1.3 Comparaison entre les mesures de force et de gradients de force 70

2.2 Mesure de la divergence de la force de Casimir après compensation du champ électrostatique 76

2.2.1 La force de Casimir 76

2.2.2 Détermination statistique du travail d'extraction moyen 78

2.2.3 Échantillons 80
2.2.4 Méthode de compensation vectorielle 83
2.2.5 Vers une mesure plus quantitative et des structures plus complexes 89
2.3 Conclusion 90

3 Étude de la force électro-optique et des ondes de charges au sein du nanofil 93
3.1 Introduction 93
3.2 Dispositif expérimental 95
3.2.1 Excitation optique 95
3.2.2 Génération et contrôle des champs électriques 96
3.2.3 Les nanofils utilisés 98
3.3 Méthode de mesure de la force 99
3.3.1 Linéarité des forces mesurées 100
3.3.2 Séparation des parties réelles et imaginaires de la force 101
3.4 Dépendance de la force électro-optique aux champs électrostatiques 104
3.4.1 Effets des champs électrostatiques transverses en champ longitudinal nul . 104
3.4.2 Effets des champs longitudinaux 112
3.4.3 Étude des réponses large bande 114
3.5 Modélisation microscopique de la force électro-optique 115
3.5.1 Hypothèses microscopiques 116
3.5.2 Modèle théorique 118
3.5.3 Équations d'évolution des densités de charges 119
3.5.4 Cas limite dans le régime statique 122
3.5.5 Régime statique 123
3.5.6 Régime dynamique 124
3.5.7 Ajustement des mesures 131
3.6 Influence du laser de pompe sur la force 136
3.6.1 Dépendance avec la longueur d'onde de pompe 137
3.6.2 Dépendance avec la position du laser de pompe 139
3.6.3 Influence de la puissance moyenne du laser de pompe 140
3.6.4 Bistabilité à forts champs transverses 143
3.7 Effets des champs inhomogènes 144
3.7.1 Mesures dans un champ longitudinal inhomogène 145
3.7.2 Nanofil en champ inhomogène 146
3.8 Conclusion 149

Conclusion et perspectives **151**

Annexe A Acronymes **157**

Annexe B Construction d'un modèle numérique de la répartition de la densité de charge dans une géométrie unidimensionnelle **158**

B.1 Termes de recombinaison 158

B.2 Équations 159

B.3 Champ électrique interne 161

B.4 Résolution numérique 162

Bibliographie **162**

Résumés **175**

Introduction

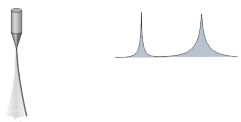
Chronologie de la thèse

Je suis arrivé dans le groupe en 2019 pour mon stage de fin d'études d'école d'ingénieur. Le groupe était alors constitué de O. Arcizet, B. Pigeau, d'un post-doctorat A. Reigue et deux doctorants, F. Fogliano et P. Heringlake. J'ai fait mes premières armes durant ce stage qui portait sur la mesure mécanique de l'état du spin d'un centre NV. Le but de cette mesure était de coupler un spin à un nanofil fonctionnalisé afin de pouvoir lire son état via les modifications des caractéristiques mécaniques du nanofil. Cependant, cette mesure complexe nécessitait de réaliser en amont des mesures de forces électrostatiques et magnétiques avancées.

Lors de mon stage, P. Heringlake finissait de mettre en place une méthode de mesure Lock-In permettant la mesure des champs de force subis par un nanofil via la détermination en quasi-temps réel de ses propriétés mécaniques. Cette accélération de la mesure lui avait permis d'approcher les nanofils des surfaces afin d'étudier les forces de proximité et les forces électrostatiques apparaissant au-dessus de surfaces métalliques nanostructurées. Ces études étaient en partie motivées par la prédiction théorique [1] qui annonçait qu'une aiguille positionnée au-dessus d'un trou foré dans un plan métallique devait ressentir une force de Casimir répulsive verticalement et latéralement. Pour observer les forces de Casimir provenant des fluctuations du vide électromagnétique, il est nécessaire de travailler en champ nul, et donc de compenser les champs électriques apparaissant au-dessus de nanostructures, ce qui a nécessité de comprendre l'origine de ces forces et de développer des protocoles de mesure avancés permettant de minimiser leur impact sur le nanofil.

Ma première année de thèse commença par adapter et améliorer le montage expérimental tout en s'appropriant les techniques de mesure en temps réel. Nous avons simplifié le montage optique et amélioré sa stabilité long terme en fibrant l'injection optique comme décrit dans le Chapitre 1. Des premières mesures ont été réalisées sur des nanodisques en Permalloy recouverts d'or. J'ai tout d'abord réalisé des mesures électrostatiques afin de vérifier la méthode de compensation des champs électrostatiques et de pouvoir compléter les mesures de P. Heringlake avec un échantillon présentant une géométrie complémentaire (un disque) par rapport aux géométries explorées jusqu'ici qui seront présentées dans le Chapitre 2.

Jusque-là, les échantillons étaient de type mono-électrode, comme la plupart des géométries utilisées dans les mesures des gradients de la force de Casimir, les nanostructures étant gravées dans un plan métallique. Nous avons rapidement constaté les limites de cette géométrie qui ne permet de ne compenser qu'une composante du champ électrique quand le nanofil est sensible



à la fois aux champs parallèles et transverses à son axe, les premiers générant une polarisation axiale induisant une force latérale en présence des seconds. Cela nous a conduit à développer des échantillons incorporant plusieurs électrodes supplémentaires afin de mieux compenser les champs électrostatiques agissant sur le nanofil. Par soucis de complétude, je présente dans le Chapitre 2, les mesures effectuées suite à la thèse de Philip sur une tranchée séparant deux électrodes latérales, qui nous a permis de transposer les techniques de compensation mono-électrodes adaptées à une géométrie quasi-unidimensionnelle (plan-plan, plan-sphère) au cas du nanofil. Grâce à ces protocoles, nous avons pu obtenir une mesure des gradients des forces de Casimir au-dessus de la tranchée, en accord qualitatif avec les simulations numériques.

En parallèle de ces mesures, réalisées sur l'expérience de Philip, nous avons fonctionnalisé le nanofil avec des nanoparticules magnétiques, pour le rendre sensible au champ de fuite de ces nanodisques qui hébergent des vortex magnétiques. De premières images magnétiques ont été obtenues, mais nous avons fait face à un nouveau phénomène physique qui a changé le cours de ma thèse.

En effet, durant ma deuxième année, nous avons développé ces nouveaux échantillons permettant de compenser les champs électrostatiques de manière plus efficace, ce qui nous permettait également de générer de forts champs électrostatiques au niveau du nanofil. En étudiant ce nouvel échantillon multi-électrodes, nous avons constaté que ce qu'on appelait la force optique qui servait à exciter les modes propres du nanofil changeait d'orientation en présence de champ électrique et avait tendance à s'aligner avec le champ transverse. L'effet était énorme puisqu'on était capable de faire tourner cette force de 90° et l'orienter perpendiculairement au laser. Cette force est due à la génération de paires électron-trou par le laser de pompe. Une partie de ces charges ne va pas se recombiner sur place et elles vont se propager ensuite le long du nanofil sous l'action du champ électrostatique vertical et générant une force latérale mesurable en présence d'un champ transverse. La modulation d'intensité du laser produit ainsi une modulation de charge dans le nanofil et donc une force latérale modulée qui s'ajoute à la force optique traditionnelle de pression de radiation. C'est ainsi que nous avons mis en évidence ce qu'on a appelé la *force électro-optique* puisqu'elle apparaît en présence d'une combinaison de lumière et de champs électrostatiques, elle sera présentée Chapitre 3.

Ma troisième année de thèse s'est alors focalisée sur l'étude de cette nouvelle force dont les origines restaient à éclaircir. En parallèle, P. Heringlake ayant soutenu sa thèse, a pu reprendre les mesures sur les gradients de la force de Casimir avec la nouvelle méthode de compensation multi-électrodes des champs. Enfin, lors des mois précédant la soutenance, lors du stage de C. Dousset, nous avons réalisé plusieurs séries de mesure des forces électro-optiques sur un montage initialement développé lors du postdoc d'A. Fontana. Nous avons pu changer la longueur d'onde du laser de pompe grâce à l'emploi d'une source supercontinuum filtrée pour étudier les effets des résonances de Mie et du gap du SiC sur les mécanismes de génération des ondes de charge, et étudier comment ces effets dépendaient de la position du laser de pompe.

Plan de la thèse

Ce manuscrit est composé de 3 chapitres. Le premier présente la méthode de mesure de forces utilisée par le groupe. Il débute avec l'étude du mouvement du nanofil ainsi que les effets d'un champ de force externe sur ses propriétés mécaniques et comment la mesure de cet

habillage mécanique permet de mesurer le champ de force externe. La seconde partie passe en revue le dispositif expérimental, en partant du choix des nanofils utilisés comme sondes jusqu'à la description détaillée du montage.

Le second chapitre est consacré aux mesures de forces électrostatiques. On regarde dans un premier temps les forces électrostatiques au-dessus d'un nanodisque d'or puis on présente plus en détail un nouveau type d'échantillon. Ce nouvel échantillon permet la mise en place d'une nouvelle méthode de compensation des champs électrostatiques utilisant des électrodes externes pour compenser les champs parasites à la surface de l'échantillon, afin de se rapprocher de conditions satisfaisantes pour mesurer les forces de proximité en champ nul.

Le troisième chapitre étudie la force électro-optique que nous avons mise en évidence sur ces nouveaux échantillons qui permettaient de produire des champs électrostatiques sur de grandes distances. Cette force est créée par un couplage électro-optique au sein du nanofil. Cette étude est d'abord principalement axée sur l'étude des effets des différentes composantes du champ électrostatique, parallèle ou transverse au nanofil. Elle nous permet de présenter la phénoménologie observée, et d'établir les et hypothèses sur ses origines à partir desquelles on présente un modèle analytique donnant un bon accord avec nos mesures. On a également pu étudier la dynamique des ondes de charges se propageant le long du nanofil, grâce à deux mécanismes : diffusion et conduction assistée par un champ électrique externe, qui ont permis de vérifier la validité du modèle.

Par la suite, le chapitre étudie la dépendance de la force avec le champ optique du laser de pompe ainsi que les premières non-linéarités apparaissant dans le système à forte densité de charge et fort champs électriques. Il est finalement conclu sur l'étude de la force électro-optique dans une situation plus complexe d'un champ longitudinal inhomogène, plus proches de la réalité, permettant une amélioration de notre modèle.

État de l'art

Une des mesures historiques de force avec un oscillateur mécanique remonte à la fin du 18ème siècle avec la mesure de C.-A. Coulomb [2] de la force répulsive entre deux sphères de même charge. Dans cette mesure, C. Coulomb utilise un pendule de torsion formé d'une barre horizontale, supportant une sphère et un papier attachés à ses extrémités suspendue en son centre par une fibre comme le montre la Figure 1. La sphère est conductrice et c'est sur elle que sera appliquée la force électrostatique, le plan de papier permet de plus rapidement stabiliser le pendule à sa position d'équilibre grâce aux frottements de l'air.

Afin de pouvoir lire la rotation du pendule, on place autour de celui-ci un cylindre de verre sur lequel est placé une bande graduée des angles. Ainsi, on lit directement l'angle avec l'emplacement de la sphère. Une seconde sphère immobile est placée contre la sphère du pendule et elles sont en contact lorsqu'aucune des deux sphères n'est chargée.

Avec un petit conducteur électrifié, C. Coulomb vient toucher les deux sphères pour les charger. Les deux sphères ont alors une charge de même signe et se repoussent. La mesure de l'angle de déviation du pendule et des caractéristiques mécaniques du fil supportant la barre permettent de déterminer la force appliquée sur les deux sphères.

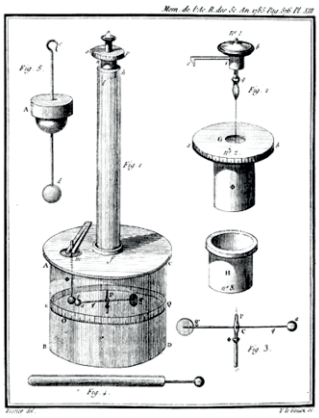


FIGURE 1 – Schéma du montage expérimental donné par Coulomb [2].

Pour obtenir la dépendance de la répulsion entre les deux sphères en fonction de leur distance, un couple supplémentaire est appliqué sur le pendule en tournant son attache. La mesure de la nouvelle position d'équilibre permet de déterminer la force à appliquer pour rapprocher les deux sphères d'une certaine distance. En répétant la mesure pour différents couples, on détermine que la force de répulsion est inversement proportionnelle au carré de la distance séparant les sphères.

Cette mesure historique a été réalisée en utilisant le déplacement statique du pendule. Cette méthode est très intéressante car simple à mettre en œuvre et donne une bonne sensibilité en force. Cependant, cette méthode n'est pas toujours adaptée à la mesure qui doit être réalisée, c'est par exemple le cas de l'expérience de E. F. Nichols et G. F. Hull [3].

Dans cette expérience, ils ont mesuré qualitativement les effets de la pression de radiation en éclairant avec un faisceau lumineux un miroir accroché à un pendule de torsion. Ce montage est placé dans une chambre à vide afin de diminuer au maximum les frottements de l'air sur le pendule et le miroir. Cependant, le gaz résiduel dans l'enceinte à vide peut être localement chauffé par le faisceau lumineux, entrainant une force parasite sur le pendule. L'échauffement du gaz parasite étant lent à s'établir, ils ont utilisé une méthode impulsionnelle qui consiste à éclairer le miroir pendant une courte période et à regarder le premier extremum de la trajectoire du pendule à la place de la position d'équilibre.

On peut mettre en regard ces deux expériences historiques avec les forces qui seront mises en œuvre dans ce manuscrit : la pression de radiation et les forces optiques en général nous servent à exciter les vibrations des nanofils, tandis qu'à très basses températures, la sensibilité en force des nanofils serait suffisante pour mesurer l'interaction de Coulomb entre un électron en bout de fil et un second séparé d'une distance de 100 µm [4].

Avec cette méthode de mesure, nous entrons dans le domaine des mesures dynamiques qui consistent à observer les variations des propriétés d'un système oscillant (fréquence de résonance, amplitude de résonance, etc.). Ces méthodes de mesure bien que plus complexes à mettre en œuvre sont beaucoup plus sensibles que les mesures statiques. Un exemple emblématique plus moderne de l'emploi de résonateurs mécaniques pour étudier des faibles forces est le Microscope à Force Atomique (*Atomic Force Microscope*, AFM), créé en 1986 par G. Binnig, C. Quate et C. Gerber [5], qui a montré dès ses débuts une sensibilité de 100 pN avec un oscillateur ayant un facteur de qualité de 100 oscillant à 5.8 kHz et une masse inférieure à 10^{-7} g.

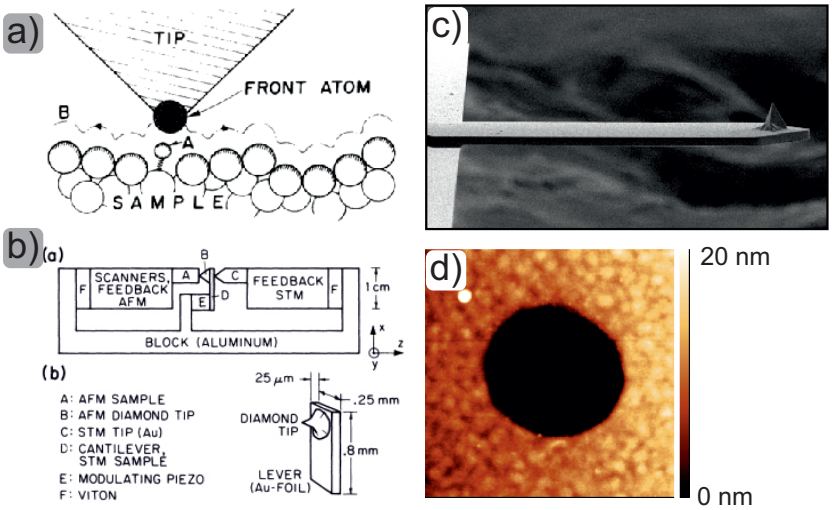


FIGURE 2 – a) et b) Schémas du fonctionnement d'un AFM donné par [5]. a) montre le fonctionnement au niveau de la pointe et, b) un ensemble plus global du montage. c) Image d'une pointe d'AFM commerciale en Silicium. d) Image réalisée avec un AFM sur un échantillon en or sur lequel a été gravé un trou à l'aide d'une Sonde Ionique Focalisée (*Focused Ion Beam*, FIB). L'échelle de couleur donne la hauteur de l'échantillon et on observe très bien la granulosité de l'or.

Leur AFM était constitué d'un levier d'aluminium sur lequel une longue et fine pointe en diamant est collée sur la face en regard de l'échantillon à étudier comme le montre la Figure 2. Afin de détecter les vibrations du levier, ils utilisaient le courant tunnel entre le levier et une pointe en aluminium dirigée vers sa face arrière. Aujourd'hui la plupart des AFM utilisent une détection optique où un laser est envoyé sur le dessus du levier et sa réflexion est captée par une photodiode à 4 quadrants permettant la lecture des vibrations du levier et la mesure de son amplitude ou sa fréquence de résonance.

Dans son mode de fonctionnement *sans contact*, la pointe est approchée de l'échantillon, puis balayée dans le plan au-dessus de l'échantillon. Dans ce mode de fonctionnement, la distance entre la pointe et l'échantillon est asservie afin de garder la fréquence de résonance du levier constante. On a alors accès à la topographie de l'échantillon qui est proportionnelle à la distance pointe-échantillon [6, 7].

Cependant il est aussi possible d'utiliser l'AFM en plaçant la pointe directement au contact de l'échantillon. Dans ce cas, la topographie de l'échantillon est accessible par la déviation du laser sur la photodiode [6, 7]. Avec cette méthode de mesure, l'AFM est devenu un appareil fondamental dans le domaine de la tribologie étudiant les phénomènes de frottement entre 2 matériaux en contact [8, 9, 10, 11].

Le troisième mode de l'AFM nommé *contact intermittent* ou *Tapping* [12, 13] est le mode le plus utilisé aujourd'hui. Il consiste à faire vibrer la pointe à sa fréquence de résonance et de la rapprocher suffisamment près de la surface pour qu'elle rentre en contact avec à chaque cycle d'oscillation. Cette méthode permet de réaliser des mesures de force n'abimant pas les échantillons observés ce qui permet à l'AFM d'être particulièrement intéressant pour le domaine des nanosciences [14].

Grâce à sa pluridisciplinarité, l'AFM a aidé au développement de la Microscopie à Sonde Locale (*Scanning Probe Microscopy*, SPM), permettant le développement de nouveaux outils comme son adaptation aux forces magnétiques, le Microscope à Force Magnétique (*Magnetic Force Microscope*, MFM) [15] utilisé pour l'observation de domaines magnétiques (Figure 3), le Microscope à Force Électrostatique (*Electrostatic Force Microscope*, EFM) [16] pour l'étude des propriétés électrostatiques des surfaces ou encore sa combinaison avec l'imagerie à résonance magnétique donnant le Microscope à Force de Résonance Magnétique (*Magnetic Resonance Force Microscope*, MRFM) [17] qui permit en 2004 à D. Rugar *et al.* [18] de mesurer la force magnétique créée par le retournement d'un spin unique (Figure 3).

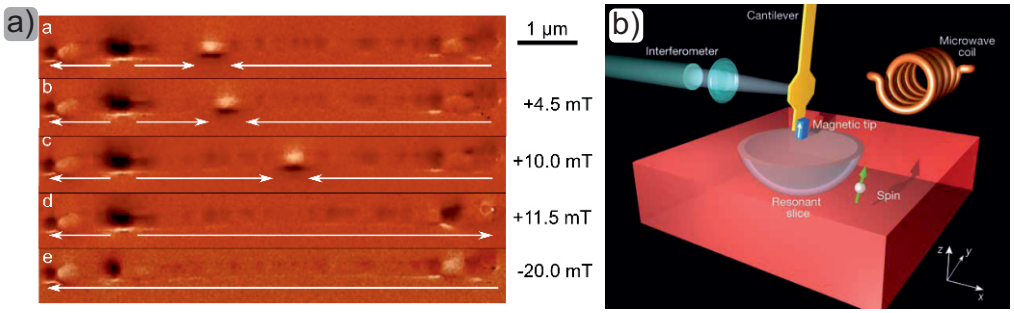


FIGURE 3 – a) De a-e, images réalisées au MFM par le groupe de O. Fruchart [19] d'une paroi magnétique déplacée le long d'un nanofil en Permalloy. b) Schéma du montage expérimental utilisé par le groupe de D. Rugar [18] pour mesurer la force de retournement d'un spin unique.

Cependant, malgré leurs grandes sensibilités, les études menées avec ces microscopes restent principalement focalisées sur des mesures de forces perpendiculaires à la surface de l'échantillon. Dans le cas de l'AFM, la mesure des forces parallèles à la surface de l'échantillon est principalement réalisée en mode *contact* via la torsion latérale du levier [20, 21, 22] et les méthodes de calibration de ces forces sont encore le sujet de nombreuses recherches [23, 24, 25, 26] avec notamment la possibilité d'utiliser le mode *sans contact* [27, 28].

Le MFM permet un accès aux forces latérales plus facile de par la possibilité de créer des pointes dont la magnétisation est contrôlée durant sa création [29, 30, 31]. Cependant l'utilisation d'une pointe trop fortement magnétique peut modifier l'aimantation de l'échantillon étudié [32, 33, 34] ou alors un échantillon trop fortement magnétique à la modification de l'aimantation de la pointe [35]. Dans le but d'éviter ces interaction destructives et d'avoir une sensibilité très grandes aux champs magnétiques, des centres Azote-Lacune (*Nitrogen-Vacancy*, NV) uniques ou en ensemble, sont utilisés comme capteur des champs magnétiques locaux. L'avantage de ces pointes est de pouvoir réaliser des cartographies de champs magnétiques très faibles [36, 37] de part la grande sensibilité de ces défauts aux variations du champ magnétique. Mais les centres NV ont un axe de mesure fixe réalisant une mesure projective du champ externe. En utilisant un ensemble de centres NV, il est possible de réaliser une cartographie des 3 composantes du champ magnétique [38].

Avec l'avancée de la micro et nano-fabrication les oscillateurs utilisés dans la mesure de forces sont devenus de plus en plus petits, de plus en plus légers et déformables augmentant leur sensibilité aux forces. La diminution des dimensions des oscillateurs a permis de les intégrer directement dans des circuits électroniques. La lecture de leurs fréquences de résonance n'est alors plus optique mais électrique (effet capacitif ou magnétomotif), on les appelle alors des Microsystèmes ElectroMécaniques/Nanosystèmes ElectroMécaniques (MEMs/NEMs).

L'arrivée de tels systèmes a permis la mise en place de systèmes de détection intégrés (accéléromètres, gyroscopes, etc.) [39, 40, 41, 42] avec l'utilisation de micropoutres interdigitées pour réaliser des lectures capacitives du mouvement et donc de l'accélération de la partie centrale mobile, Figure 4. Ces résonateurs mécaniques peuvent également servir à mesurer des masses déposées à leur surface [43, 44], ce qui modifie leurs propriétés de vibrations. Un résultat emblématique a été obtenu avec des nanotubes [45] avec une sensibilité record de $\approx 10^{-27}$ kg atteinte par J. Chaste *et al.*, Figure 4. Des expériences remarquables de systèmes électro-opto-mécaniques ont été réalisées avec des nanotubes, pour étudier leur couplage aux propriétés de transport électronique comme cela est fait dans le groupe de A. Bachtold [46, 47]. De manière plus générale la grande sensibilité en force des résonateurs mécaniques utilisés aujourd'hui permet de détecter des variations inférieures à la charge d'un électron dans leur environnement [48].

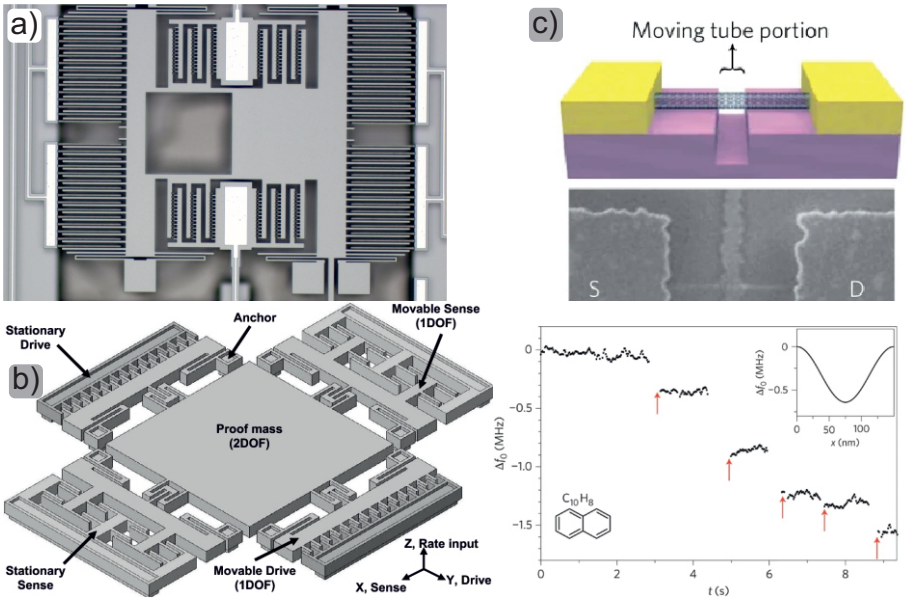


FIGURE 4 – a) Image réalisée au Microscope Électronique à Balayage (MEB) d'un accéléromètre uniaxial fonctionnant sur l'effet capacitif [49]. b) Schéma d'un gyroscope de haute performance basé lui aussi sur l'effet capacitif réalisé par S. E. Alper [50]. c) En haut, schéma et image Microscope Électronique à Balayage (MEB) du système utilisé par J. Chaste [45]. Une nanofil en carbone est suspendu entre 2 électrodes et une troisième électrode vient crée un transistor. Les vibrations du nanofil sont lues via le signal récupéré sur la grille. En bas, décalage de la fréquence de résonance du nanofil mesuré lorsqu'une ou plusieurs de naphtalène sont absorbées par le nanofil.

Cette très grande sensibilité a permis à différents groupe de mesurer les signatures de la force de Casimir [51] créée par les fluctuations quantique du champ magnétique. La première observation fut réalisée en 1958 par M. J. Sparnaay [52] et fut suivie de nombreuses mesures devenant de plus en plus précises [53, 54, 55, 56]. Un grand effort est maintenant fourni dans le domaine des simulations de cette force pour obtenir des simulations plus précises et réalistes [57, 58] afin d'obtenir de meilleurs accords entre théorie et mesure [59, 60, 61].

Parmi les structures NEMs, on retrouve souvent les nanofils qui, de par leur grand rapport d'aspect (>1000) et leur faible masse (<pg), sont des oscillateurs très sensibles naturellement. Ils ont été utilisés dans différents domaines comme la biologie pour créer des détecteurs efficaces [62, 63], dans la conception de transistors [64, 65, 66] ou pour la mesure de forces [67, 68, 69, 56].

Les nanofils suspendus, peuvent être balayés dans l'espace et permettent ainsi de cartographier des champs de force [69, 70], tout en conservant une sensibilité en force extrême allant des atto aux zeptoNewtons entre la température ambiante et les températures d'un cryostat à dilution [4].

Les nanofils en Carbure de Silicium (*Silicon Carbide*, SiC) sont utilisés dans de nombreux montages de nanoélectronique grâce à leur géométrie quasi-unidimensionnelle, et les méthodes de fabrication qu'elles soient *top-down* [71, 72] ou *bottom-up* [73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80] (la plus couramment utilisée) ont été grandement étudiées, ainsi que leur impact sur les propriétés intrinsèques, thermiques en particulier [81, 82, 83].

Les propriétés électriques d'un nanofil sont le plus souvent étudiées en l'intégrant dans un Transistor à Effet de Champ (*Field-Effect Transistor*, FET) en le contactant à la source et au drain. En réalisant des mesures de conductivité selon une tension de grille latérale, il est possible de mesurer les mobilités des porteurs majoritaires. Les nanofils de SiC sont naturellement dopés N, et une vaste littérature existe sur la mobilité des électrons dans ces nano-objets [84, 85, 86] dont le record de mobilité de $\mu_n = 140\,\mathrm{cm}^2/\mathrm{V/s}$ a été réalisé par M. Ollivier [87] en 2014. Des nanofils dopés P, plus rares, ont été étudiés dans le groupe de X. Zhipeng [88].

Les mesures des propriétés de transport de charges dans les nanofils ne se limitent cependant pas seulement aux mesures des mobilités électroniques, on peut également citer des mesures du temps de vie des porteurs de charges minoritaires [89], leurs effets piézoélectriques [90] et leur propriétés de cathodoluminescence [91].

Positionnement du groupe

L'utilisation des nanofils par le groupe est centrée sur la mesure et l'imagerie de champs de force. Les nanofils utilisés sont en SiC initialement utilisés dans des expériences d'émission de champ à l'Institut Lumière Matière (ILM) [92] qui ont d'abord été utilisés pour réaliser une cartographie de la force de pression de radiation appliquée par un laser focalisé sur l'extrémité libre du nanofil par A. Gloppe [93], en une technique pompe-sonde.

Les nanofils ont également été fonctionnalisés par des nanocristaux de diamant contenant un centre NV, afin de réaliser un système hybride spin-oscillateur dont les deux composantes étaient couplées par un fort gradient de champ magnétique [94, 95, 96]. Cela permit, notamment lors de la thèse de S. Rohr, de mesurer l'impact des vibrations du nanofil sur l'état du qubit de spin, dans le régime adiabatique [94] et des bandes latérales résolues [95, 96].

Par la suite L. Mercier de Lépinay développé un nouveau principe de mesure universel des champs de force à deux dimensions, basé sur l'étude du couplage et de l'habillage de ses modes propres mécaniques par le champ de force. Elle a testé ce principe de mesure d'abord sur le champ de force électrostatique créé par une pointe d'AFM [67]. Puis sur le cas d'un champ

de force non-conservatif, c'est-à-dire rotationnel, généré par un faisceau laser focalisé [97]. Cela a permis de mettre en évidence la brisure de l'orthogonalité des modes propres de vibration, la violation du théorème fluctuation-dissipation, ainsi que la possibilité de squeezer le bruit thermique 2D du nanofil.

F. Fogliano a développé une expérience de nano-opto-mécanique en cavité, consistant à insérer un nanofil dans le mode optique d'une microcavité fibrée, et il a pu en particulier cartographier le champ de force optomécanique exercé par le champ intracavité sur le nanofil [98]. Ce travail a permis de démontrer que le nanofil était capable de détecter des forces produites par moins d'un photon dans le mode de cavité, ouvrant ainsi la voie à des expériences d'opto-mécanique en régime de photon unique. En parallèle de ce travail, il a également mis en place un cryostat à dilution et a démontré la possibilité de refroidir et d'observer des nanofils thermalisés à 30 mK, à condition d'envoyer très très peu de lumière sur le nanofil (moins d'un picoWatt), donnant ainsi accès à des sensibilités en force record : $40\,\mathrm{zN}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$, et une sensibilité aux gradients de force de 1 fN/m en 40 s [4].

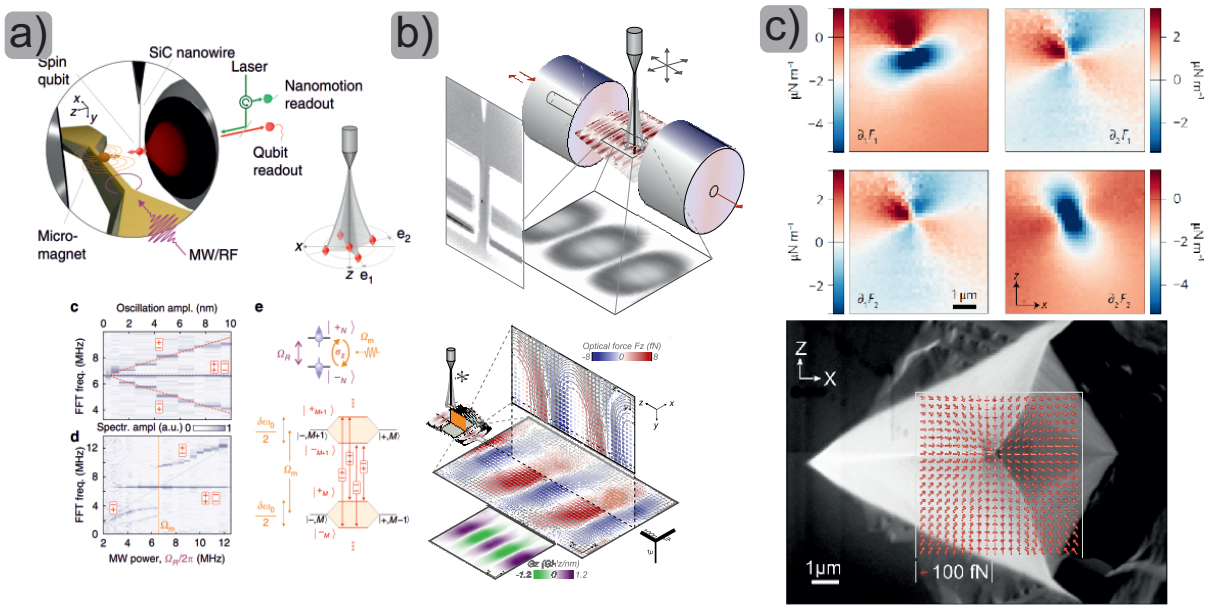


FIGURE 5 – Résumé de quelques mesures de forces réalisées dans le groupe précédemment : a) Système hybride spin qubit-nanofil : observation d'un triplet de Mollow phononique en couplant magnétiquement le spin d'un centre NV (Nitrogen, Vacancy) d'un nanocristal de diamant aux vibrations du nanofil [96]. b) Cartographie du champ de force opto-mécanique ressenti par une nanofil inséré dans une microcavité fibrée [98]. c) Cartographie du champ de force électrostatique produit par une pointe métallique d'AFM [67].

Le travail réalisé lors de la thèse de P. Heringlake a permis la mise en place de protocoles de mesure de champs de force en temps réel [99] en exploitant non plus des trajectoires aléatoires comme dans le travail de Laure, mais des trajectoires cohérentes, excitant simultanément ses deux modes propres de vibration transverse. La mise en place de ces protocoles a alors permis la mesure de forces électrostatiques à la surface d'échantillons métalliques nanostructurés permettant d'imager la topographie de ces surfaces et d'analyser les champs électriques résiduels. Il a également étudié les champs de force restants lorsqu'on compensait au mieux les forces électrostatiques, et en particulier les forces dites de Casimir que nous redécrirons dans ce manuscrit. Enfin, la capacité de lire en temps réel le mouvement du nanofil à deux dimensions a

également été exploitée afin de créer un champ de force artificiel s'exerçant sur le nanofil grâce à une rétroaction 2D, ce qui a permis d'obtenir un contrôle complet de ses propriétés mécaniques ouvrant la voie à de nouveaux protocoles de mesure de champs de force fonctionnant à la fois dans des régimes de faible et fort habillage.

Chapitre 1

Mesures de forces avec un nanofil

À la manière d'un microscope à force atomique, nous allons utiliser un nanofil de Carbure de Silicium (*Silicon Carbide*, SiC) comme sonde de force. Grâce à leur faible masse et leur grand rapport d'aspect, on peut atteindre une sensibilité en force de l'ordre de l'attoN/$\sqrt{\text{Hz}}$ à température ambiante. Nous utiliserons en particulier les premiers modes propres de vibrations longitudinaux de ces fils, chacun étant constitué de deux polarisations orthogonales vibrant perpendiculairement à l'axe du nanofil. Il est alors possible de réaliser une mesure de champs de forces bidimensionnelle dans ce plan.

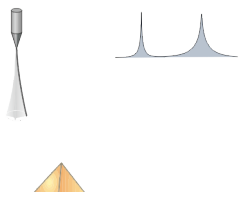
La première partie de ce chapitre traitera de l'utilisation du nanofil comme sonde de force. On commencera par décrire les propriétés mécaniques du nanofil en partant de l'équation d'Euler-Bernoulli puis nous plongerons le nanofil dans un champ de forces qui nous permettra d'observer les effets de ses gradients sur les propriétés mécaniques. La partie sera conclue en décrivant la réponse du nanofil à une force extérieure modulée temporellement.

Une seconde partie présentera plus en détail les nanofils utilisés. Nous présenterons la méthode de sélection des nanofils basée sur la diffusion de la lumière blanche par ceux-ci permettant d'obtenir une approximation de leurs propriétés mécaniques. On terminera la description du protocole de sélection avec l'intégration du nanofil dans le montage expérimental.

Finalement, ce chapitre se terminera en présentant le montage expérimental. On introduira la méthode de mesure du nanofil à deux dimensions qui permettra ensuite de décrire précisément le montage optique et motorisé de l'expérience. Enfin, la description du logiciel réalisé par le groupe pour le contrôle du montage terminera cette partie.

1.1 Un nanofil comme sonde de force

Dans cette partie les propriétés mécaniques fondamentales d'un nanofil suspendu sont décrites. On réalisera dans un premier temps une étude des vibrations transverses du nanofil à une dimension que l'on généralisera à deux dimensions pour obtenir un modèle plus réaliste du nanofil.



1.1.1 Propriétés mécaniques du nanofil

On modélise le nanofil comme une poutre unidimensionnelle attachée à une de ses extrémités et libre avec l'autre. La déformation $u(y,t)$ à une position y le long de la poutre et à un instant t est donnée par l'équation d'Euler-Bernoulli :

$$\rho A \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}(y,t) + EI \frac{\partial^4 u}{\partial y^4}(y,t) = 0 \tag{1.1}$$

Avec ρ la densité volumique, A la section de la poutre, E le module d'Young et I le second moment d'inertie. On peut montrer que les solutions stationnaires de cette équation sont de la forme :

$$u(y) = A\cos(ky) + B\cosh(ky) + C\sin(ky) + D\sinh(ky) \tag{1.2}$$

avec

$$k = \left(\frac{\Omega^2 \rho A}{EI}\right)^{1/4} \tag{1.3}$$

Afin de déterminer les constantes A, B, C, D nous devons utiliser les conditions aux limites. À son point d'attache le nanofil n'est pas déformé et est fixe et à son extrémité libre le couple est nul ainsi que sa dérivée. On a ainsi quatre équations aux limites :

$$u(0) = 0, \quad \frac{\partial u}{\partial y}(0) = 0 \tag{1.4}$$

$$\frac{\partial^2 u}{\partial y^2}(L) = 0, \quad \frac{\partial^3 u}{\partial y^3}(L) = 0 \tag{1.5}$$

qui permettent de relier les coefficients $A = -B$ et $C = -D$. Nous permettant d'obtenir l'équation de dispersion suivante :

$$\cos(kL)\cosh(kL) = -1 \tag{1.6}$$

qui présente des solutions discrètes k_n correspondant aux modes propres longitudinaux du système dont les profils spatiaux sont donnés par :

$$u_n(y) = \cos(k_n y) - \cosh(k_n y) - \frac{\cos(k_n L) + \cosh(k_n L)}{\sin(k_n L)\sinh(k_n L)}\left(\sin(k_n y) - \sinh(k_n y)\right) \tag{1.7}$$

Les profils des quatre premiers modes sont représentés Figure 1.1, et leurs fréquences d'oscillation données par l'équation 1.3 sont présentées Table 1.1.

n	$k_n L$	Ω_n (kHz)
1	1.8751	11.728
2	4.49409	67.370
3	7.85476	205.804
4	10.9955	403.291

TABLE 1.1 – Solutions $k_n L$ de l'équation 1.6 et les fréquences propres obtenues pour un nanofil typique de longueur 175 µm

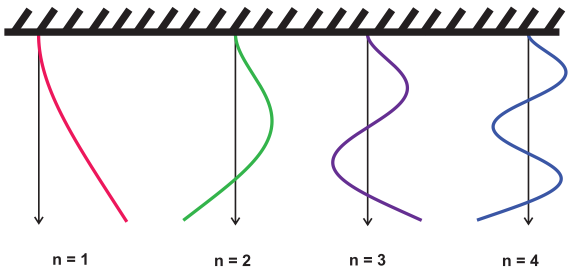


FIGURE 1.1 – Représentation des 4 premiers modes de $\delta r(y)$

On normalise les modes propres $u_n(y)$ adimensionnés par le produit scalaire :

$$\langle \mathbf{a}, \mathbf{b} \rangle = \int_0^L \frac{\mathbf{a}(y)\mathbf{b}(y)}{L} dy \tag{1.8}$$

où $\langle u_n, u_n \rangle = 1$. Ainsi, l'ensemble des modes propres forment une base orthonormée pour ce produit scalaire. La déformation à un instant t et à une position y du nanofil est décrite par le développement modal :

$$\delta r(t, y) = \sum_n a_n(t) u_n(y) \tag{1.9}$$

où $a_n(t)$ est l'amplitude de vibration du mode n à l'instant t et $u_n(y)$ la déformation du mode n à la position y sur le nanofil. Le mouvement d'un seul mode propre est alors obtenu en projetant ce mouvement sur le mode voulu :

$$\delta r_n(t, y) = \langle \sum_n a_n(t) u_n(y), u_n \rangle \tag{1.10}$$

Il est alors possible de montrer que l'extrémité de chaque mode propre se comporte comme un oscillateur harmonique de masse effective $\mathrm{M}_{\mathrm{eff},n}$, dont les ratios avec la masse totale du nanofil sont donnés dans la Table 1.2. Ainsi, la dynamique temporelle de cet oscillateur est décrite par l'équation du mouvement :

$$\ddot{a}_n(t) = -\Omega_n^2 a_n(t) - \Gamma_n \dot{a}_n(t) + \frac{\mathrm{F}_{\mathrm{th}}(t)}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff},n}} \tag{1.11}$$

avec Ω_n la fréquence du mode n, Γ_n le coefficient d'amortissement, F_{th} résultant du théorème de fluctuation-dissipation [100] est la force de Langevin modélisant l'agitation thermique responsable du mouvement Brownien du nanofil.

Lorsque le nanofil est plongé dans un champ de force extérieure, celui-ci s'applique sur tout le nanofil. Ainsi l'effet de ce champ de force sur le mouvement d'un mode propre du nanofil est la projection de sa densité linéique, $f_{\mathrm{ext}}(y, r(t))$, sur ce mode. On définit alors une force équivalente appliquée à l'extrémité libre du nanofil :

$$\mathrm{F}_{\mathrm{ext},n}(r(t)) = \langle f_{\mathrm{ext}}(r(t)), u_n \rangle \tag{1.12}$$

Via la projection sur le mode, on prend en compte son profil, c'est-à-dire que le champ de force au niveau d'un nœud n'aura aucun impact sur le mouvement du mode et à l'inverse, son effet sera maximal au niveau d'un ventre.

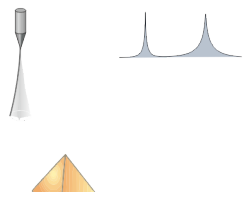
En observant uniquement le mouvement d'un mode n, on peut généraliser l'équation 1.11 :

$$\delta \ddot{r}_n(t) = -\Omega_n^2 \delta r_n(t) - \Gamma_n \delta_n \dot{r}_n(t) + \frac{\delta \mathrm{F}_{\mathrm{th}}(t) + \mathrm{F}_{\mathrm{ext},n}(r(t))}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff},n}} \tag{1.13}$$

où $\delta \mathrm{F}_{\mathrm{th}}$ est la force de Langevin aléatoire s'exerçant sur le mode n dont la densité spectrale est donnée par le théorème de fluctuation-dissipation. Dans l'espace de Fourier, l'équation précédente devient :

$$\delta r_n[\Omega] = \frac{\delta \mathrm{F}_{\mathrm{th}}[\Omega] + \mathrm{F}_{\mathrm{ext},n}[\Omega]}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff},n}(\Omega_n^2 - \Omega^2 - i\Gamma_n \Omega)} = \chi_n[\Omega](\delta \mathrm{F}_{\mathrm{th}}[\Omega] + \mathrm{F}_{\mathrm{ext},n}[\Omega]) \tag{1.14}$$

Comme le premier mode de vibration longitudinal, de par sa géométrie, est le plus sensible aux forces et a les plus grands déplacements à l'extrémité libre, nous allons dans toute la suite étudier le mouvement de ce mode.



n	1	2	3
$\mathrm{M}_{\mathrm{eff},n}/M$	0.25	0.25	0.2433

TABLE 1.2 – Ratios entre les masses dynamiques et effectives du nanofil des 3 premiers modes quand on suppose que la force est appliquée à son extrémité libre.

Susceptibilité mécanique d'un oscillateur harmonique

On s'intéresse ici à l'interaction entre le nanofil et son environnement sans force extérieure. Les chocs entre le nanofil et les particules environnantes créent une force stochastique aléatoire nommée force de Langevin, responsable du mouvement brownien du nanofil. On définit la densité spectrale de cette force par :

$$2\pi\delta(\Omega+\Omega')S_{\delta\mathrm{F_{th}}}[\Omega] = \langle\delta\mathrm{F_{th}}[\Omega]\delta\mathrm{F_{th}}[\Omega']\rangle_{\mathrm{m}} \tag{1.15}$$

où $\langle ...\rangle_{\mathrm{m}}$ représente la moyenne sur toutes les configurations possibles du réservoir, ce qui équivaut dans notre cas à une moyenne temporelle. Le théorème de Wiener-Khintchine donne la relation entre la densité spectrale d'une force stochastique et sa fonction d'autocorrélation :

$$S_{\delta\mathrm{F_{th}}}[\Omega] = \mathcal{F}\langle\delta\mathrm{F_{th}}(t)\delta\mathrm{F_{th}}(t+\tau)\rangle_{\mathrm{m}} \tag{1.16}$$

avec $\mathcal{F}$ la transformée de Fourier $\mathcal{F}f(t) = \int_{-\infty}^{\infty} f(t)e^{-i\Omega t}dt$. Or, la fonction d'autocorrélation temporelle de la force de Langevin étant un delta de Dirac, elle est donc un bruit blanc dont la densité spectrale est indépendante de la fréquence :

$$S_{\delta\mathrm{F_{th}}}[\Omega] = 2\mathrm{M_{eff}}\Gamma k_B T \tag{1.17}$$

Enfin en appliquant le théorème de Wiener-Khintchine à l'équation 1.14 sans force extérieure, on obtient la relation entre la densité spectrale de bruit de vibration du nanofil et le spectre de la force de Langevin.

$$S_{\delta r}[\Omega] = |\chi[\Omega]|^2 S_{\delta\mathrm{F_{th}}} \tag{1.18}$$

Comme le spectre de la force de Langevin est constant, le spectre du mouvement du nanofil est déterminé par sa susceptibilité représentée Figure 1.2.

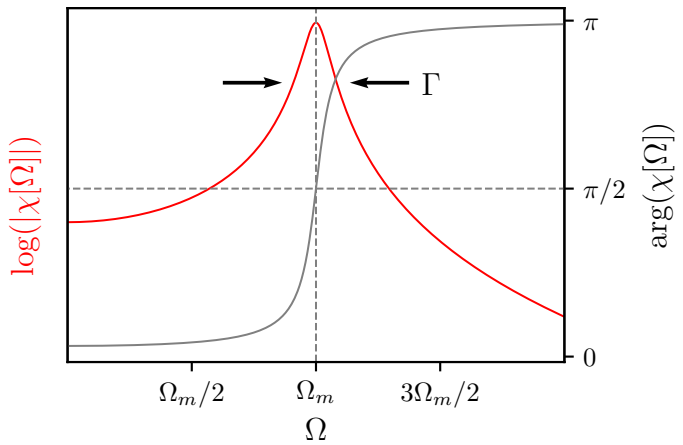


FIGURE 1.2 – Amplitude et argument de la susceptibilité mécanique χ

1.1.2 Nanofil dans un champ de forces

On s'intéresse ici aux effets du champ de force sur la mécanique du nanofil. Le nanofil oscille autour d'une position d'équilibre r_0, sa position à un instant t s'écrit $r(t) = r_0 + \delta r(t)$. Si le nanofil est plongé dans un champ de force extérieur, on modélise l'interaction par une force équivalente $\mathrm{F}_{\mathrm{ext}}(r(t))$ appliquée à l'extrémité libre du nanofil. L'équation du mouvement du nanofil est donc :

$$\ddot{r}(t) = -\Omega_m^2 r(t) - \Gamma \dot{r}(t) + \frac{\delta \mathrm{F}_{\mathrm{th}} + \mathrm{F}_{\mathrm{ext}}(r(t))}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}} \tag{1.19}$$

avec Ω_m la fréquence de résonance du premier mode longitudinal ($n = 1$).

Dans le cas statique, les fluctuations $\delta r(t)$ de l'extrémité libre du nanofil ne sont pas prises en compte. La force appliquée déplace alors la position d'équilibre r_0 du nanofil en une nouvelle position r_1 :

$$r_1 = r_0 + \frac{\mathrm{F}_{\mathrm{ext}}(r_1)}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}\Omega^2} \tag{1.20}$$

Dans le cas dynamique, les oscillations du nanofil vont générer une variation temporelle de la force appliquée au nanofil. En effet si les oscillations $\delta r(t)$ du nanofil restent faibles devant la taille caractéristique sur laquelle varie le champ de force externe, on peut développer à l'ordre 1 la force à l'extrémité libre du nanofil :

$$\mathrm{F}_{\mathrm{ext}}(r_0 + \delta r) = \mathrm{F}_{\mathrm{ext}}(r_0) + \left.\frac{\partial \mathrm{F}_{\mathrm{ext}}}{\partial r}\right|_{r_0} \delta r \tag{1.21}$$

Si on réinjecte ce développement dans l'équation du mouvement dynamique unidimensionnel du nanofil, on obtient :

$$\delta\ddot{r} = -\Omega_m^2 \delta r(t) - \Gamma \delta\dot{r} + \frac{\delta \mathrm{F}_{\mathrm{th}}}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}} + \frac{1}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}} \left.\frac{\partial \mathrm{F}_{\mathrm{ext}}}{\partial r}\right|_{r_0} \delta r \tag{1.22}$$

Ainsi, le gradient de la force extérieure ajoute une raideur effective et modifie la fréquence de résonance du nanofil :

$$\Omega'_m = \sqrt{\Omega_m^2 - \frac{1}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}} \left.\frac{\partial \mathrm{F}_{\mathrm{ext}}}{\partial r}\right|_{r_0}} \tag{1.23}$$

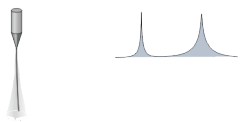
Nanofil à deux dimensions

En réalité le nanofil est cylindrique, ainsi chaque solution propre n de l'équation d'Euler-Bernoulli a deux polarisations dégénérées. Cependant des asymétries situées à l'encastrement ainsi que des défauts dans le nanofil lèvent cette dégénérescence, généralement de quelques pourcent. Les polarisations non dégénérées sont alors orthogonales de directions $\mathbf{e}_1$ et $\mathbf{e}_2$. Le nanofil oscille à deux dimensions $\delta\mathbf{r}(t)$ autour d'une position d'équilibre $\mathbf{r}_0$ dans un champ de force bidimensionnel, générant une force équivalente bidimensionnelle $\mathbf{F}_{\mathrm{ext}}(\delta\mathbf{r}(t))$. Le développement à l'ordre 1 du champ de forces devient :

$$\mathbf{F}_{\mathrm{ext}}(\mathbf{r}_0 + \delta\mathbf{r}) = \mathbf{F}_{\mathrm{ext}}(\mathbf{r}_0) + (\delta\mathbf{r} \cdot \nabla)\, \mathbf{F}_{\mathrm{ext}}\big|_{\mathbf{r}_0} \tag{1.24}$$

On définit alors les gradients normalisés du champ de force :

$$g_{ij} = \frac{1}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}} \left.\frac{\partial \mathrm{F}_{\mathrm{ext},i}}{\partial r_j}\right|_{\mathbf{r}_0} \tag{1.25}$$



Ce qui permet d'écrire l'équation du mouvement des deux polarisations orthogonales d'un mode propre longitudinal du nanofil à deux dimensions dans la base ($\mathbf{e}_1$, $\mathbf{e}_2$) du nanofil :

$$\delta\ddot{\mathbf{r}} = -\begin{pmatrix} \Omega_1^2 - g_{11} & -g_{21} \\ -g_{12} & \Omega_2^2 - g_{22} \end{pmatrix} \delta\mathbf{r} - \begin{pmatrix} \Gamma_1 & 0 \\ 0 & \Gamma_2 \end{pmatrix} \delta\dot{\mathbf{r}} + \frac{\delta\mathbf{F}_{\text{th}}}{\text{M}_{\text{eff}}} \tag{1.26}$$

En se plaçant dans le domaine de Fourier, on peut définir la matrice de susceptibilité qui relie le déplacement du nanofil aux forces extérieures, dont l'inverse est donné par :

$$\chi^{-1}[\Omega] = \text{M}_{\text{eff}} \begin{pmatrix} \Omega_1^2 - \Omega^2 - i\Gamma_1\Omega - g_{11} & -g_{21} \\ -g_{12} & \Omega_2^2 - \Omega^2 - i\Gamma_2\Omega - g_{22} \end{pmatrix} \tag{1.27}$$

Ce qui nous permet d'obtenir la nouvelle matrice de susceptibilité :

$$\chi[\Omega] = \frac{1}{\det(\chi^{-1}[\Omega])} \begin{pmatrix} \Omega_2^2 - \Omega^2 - i\Gamma_2\Omega - g_{22} & g_{21} \\ g_{12} & \Omega_1^2 - \Omega^2 - i\Gamma_1\Omega - g_{11} \end{pmatrix} \tag{1.28}$$

avec

$$\frac{\det(\chi^{-1}[\Omega])}{\text{M}_{\text{eff}}} = (\Omega_1^2 - \Omega^2 - i\Gamma_1\Omega - g_{11})(\Omega_2^2 - \Omega^2 - i\Gamma_2\Omega - g_{22}) - g_{12}g_{21} \tag{1.29}$$

le déterminant de la matrice susceptibilité inversée. On voit alors que les gradients de forces diagonaux (g_{ii}) vont décaler les fréquences de résonance du nanofil qui deviennent :

$$\Omega_{||,1}^2 = \Omega_1^2 - g_{11},\ \Omega_{||,2}^2 = \Omega_2^2 - g_{22} \tag{1.30}$$

Les gradients antidiagonaux ($g_{i\neq j}$) vont coupler les deux polarisations entre elles, définissant deux nouveaux vecteurs propres. Ces nouveaux vecteurs propres sont des combinaisons linéaires des vecteurs propres originaux, et sont donc responsables d'une rotation de la base de vibration. On notera que le raisonnement présenté ci-dessus s'applique aux champs de force instantanés. Il est également applicable aux champs de force retardés à conditions de donner une partie imaginaire aux gradients g_{ij}.

En se plaçant à $\Omega = 0$, il est possible de diagonaliser la susceptibilité dans une nouvelle base ($\mathbf{e}_+$, $\mathbf{e}_-$). Pour ce faire, on utilise le fait que les vecteurs propres de χ^{-1} sont aussi vecteurs propres de χ. Ainsi, on doit résoudre l'équation $\det(\chi^{-1}[0] - \text{Id}\lambda_\pm) = 0$ ayant pour solutions $\lambda_\pm = \text{M}_{\text{eff}}\Omega_\pm$ avec

$$\Omega_\pm = \frac{\Omega_{||,1}^2 + \Omega_{||,2}^2}{2} \pm \sqrt{\frac{(\Omega_{||,2}^2 - \Omega_{||,1}^2)^2}{4} + g_{12}g_{21}} \tag{1.31}$$

les nouvelles fréquences du nanofil. Les nouveaux vecteurs propres du nanofil s'écrivent dans la base ($\mathbf{e}_1$, $\mathbf{e}_2$) :

$$\begin{aligned} \mathbf{e}_- &= \frac{1}{\sqrt{g_{12}^2 + (\Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2)^2}} \begin{pmatrix} \Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2 \\ g_{12} \end{pmatrix} \\ \mathbf{e}_+ &= \frac{1}{\sqrt{g_{21}^2 + (\Omega_+^2 - \Omega_{||,1}^2)^2}} \begin{pmatrix} -g_{21} \\ \Omega_+^2 - \Omega_{||,1}^2 \end{pmatrix} \end{aligned} \tag{1.32}$$

On remarquera que les nouvelles orientations des modes de vibrations ne sont plus forcément perpendiculaires après rotation. On peut poser $\delta\theta_- = \theta_- - \theta_1$ et $\delta\theta_+ = \theta_+ - \theta_2$ les rotations des modes propres dans la base ($\mathbf{e}_1$, $\mathbf{e}_2$). On peut ainsi réécrire les nouveaux vecteurs propres en fonction de $\delta\theta_\pm$:

$$\mathbf{e}_- = \begin{pmatrix} \cos\delta\theta_- \\ \sin\delta\theta_- \end{pmatrix},\ \mathbf{e}_+ = \begin{pmatrix} \cos\delta\theta_+ \\ \sin\delta\theta_+ \end{pmatrix} \tag{1.33}$$

Ce qui nous permet de relier les rotations aux g_{ij} avec

$$\tan\delta\theta_- = \frac{g_{12}}{\Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2},\ \tan\delta\theta_+ = \frac{\Omega_+^2 - \Omega_{||,1}^2}{-g_{21}} \tag{1.34}$$

On cherche maintenant à exprimer les gradients spatiaux de la force selon les caractéristiques mécaniques du nanofil. On pose pour cela $\Delta\Omega_{||}^2 = \Omega_{||,2}^2 - \Omega_{||,1}^2$, et en remarquant que $\Omega_+^2 - \Omega_{||,1}^2 = \Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2 = \frac{1}{2}(\Delta\Omega_{||}^2 + \Omega_+^2 - \Omega_-^2)$ on peut écrire

$$g_{12}g_{21} = \frac{\mu}{4}(\Delta\Omega_{||}^2 + \Omega_+^2 - \Omega_-^2)^2 \tag{1.35}$$

avec $\mu = \tan\delta\theta_- / \tan\delta\theta_+$. Ainsi la différence des deux nouvelles fréquences de résonance devient

$$(\Omega_+^2 - \Omega_-)^2 = (\Delta\Omega_{||}^2)^2 + \mu(\Delta\Omega_{||}^2 + \Omega_+^2 - \Omega_-^2)^2 \tag{1.36}$$

une équation du second degré selon $\Delta\Omega_{||}^2$ qui peut être résolue pour obtenir

$$\Delta\Omega_{||}^2 = (\Omega_+^2 - \Omega_-^2)\frac{-\mu \pm 1}{\mu + 1} \tag{1.37}$$

Cependant la solution négative implique que le produit $g_{12}g_{21}$ soit nul, ce qui est une condition triviale. On ne peut donc avoir comme solution seulement $\Delta\Omega_{||}^2 = (\Omega_+^2 - \Omega_-^2)\frac{1-\mu}{1+\mu}$. Finalement en utilisant cette différence dans la somme des nouvelles fréquences de résonance $\Omega_+^2 + \Omega_-^2 = \Omega_{||,1}^2 + \Omega_{||,2}^2 = \Omega_1^2 + \Omega_2^2 - g_{11} - g_{22}$, on obtient :

$$g_{11} = \Omega_1^2 - \frac{1}{1+\mu}(\Omega_-^2 + \mu\Omega_+^2) \tag{1.38}$$

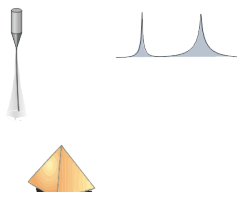
$$g_{22} = \Omega_2^2 - \frac{1}{1+\mu}(\Omega_+^2 + \mu\Omega_-^2) \tag{1.39}$$

Ces expression des deux gradients diagonaux permettent alors de trouver les formes des gradients antidiagonaux

$$g_{12} = \frac{\tan\delta\theta_-}{1+\mu}(\Omega_+^2 - \Omega_-^2) \tag{1.40}$$

$$g_{21} = \frac{\tan\delta\theta_+}{1+\mu}(\Omega_+^2 - \Omega_-^2) \tag{1.41}$$

Il existe donc un lien univoque entre les quatre gradients spatiaux du champ de forces et les quatre grandeurs caractéristiques du nanofil (fréquences, orientations). Ces quatre quantités devront être mesurées en chaque position spatiale dans le champ de forces. Le principe de cette mesure sera expliqué plus tard dans ce chapitre.



Phénoménologie de l'effet des gradients de forces

Il est possible de combiner ces gradients spatiaux afin de faire apparaître quatre composantes fondamentales du champ de forces :

— La **divergence** : $g_{11} + g_{22}$
— La composante **hyperbolique** : $g_{22} - g_{11}$
— Le **cisaillement** : $g_{12} + g_{21}$
— Le **rotationnel** : $g_{12} - g_{21}$

dont on va étudier les effets sur les caractéristiques mécaniques du nanofils qui sont résumés sur Figure 1.3.

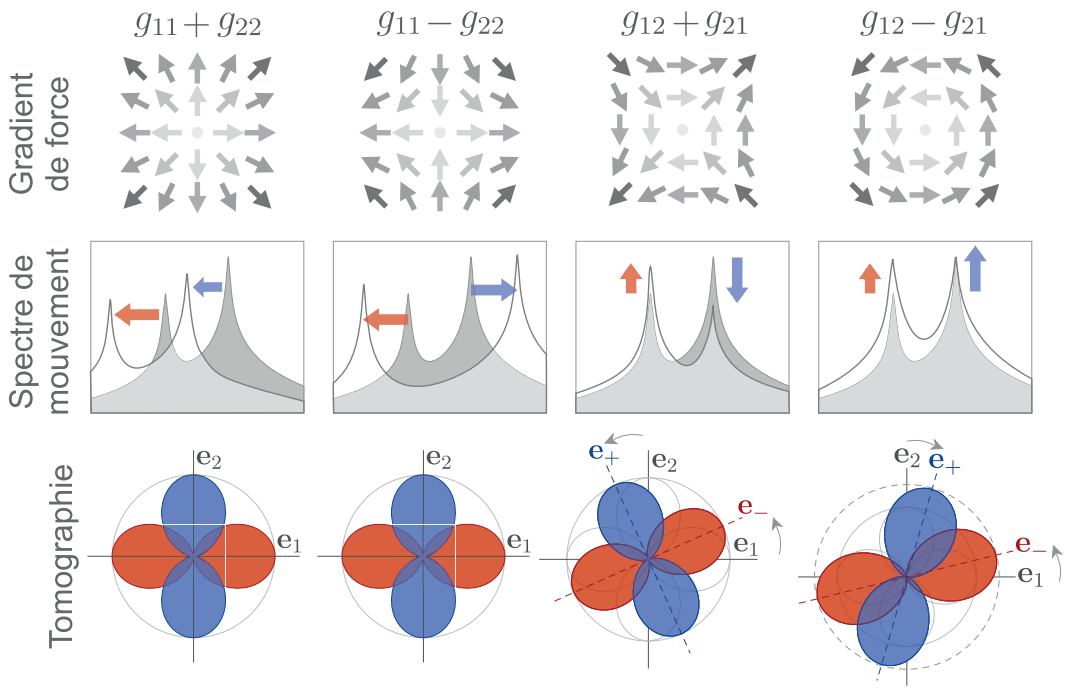


FIGURE 1.3 – Résumé des signatures des composantes du champ de force sur les caractéristiques mécaniques du nanofil. La première ligne montre la composante du gradient, la seconde les effets de cette composante sur les fréquences propres mesurées selon une direction. La dernière ligne montre les tomographies spatiales indiquant les rotations des modes propres ainsi que leurs variations d'amplitudes.

En utilisant les égalités 1.38 et 1.39, on obtient

$$\mathrm{div}(\mathbf{F}_{\mathrm{ext}}) = \mathrm{M}_{\mathrm{eff}}((\Omega_1^2 + \Omega_2^2) - (\Omega_+^2 + \Omega_-^2)) \tag{1.42}$$

Ainsi la divergence du champ de forces a pour effet de déplacer en bloc les fréquences de résonance. La divergence du champ de force peut donc être mesurée expérimentalement en réalisant un suivi des fréquences du nanofil, ce qui permet d'en avoir une détermination simple et robuste.

En réalisant le même travail sur la composante hyperbolique, on obtient

$$g_{22} - g_{11} = \Omega_2^2 - \Omega_1^2 - \frac{1}{1+\mu}\left(\Omega_+^2 - \Omega_-^2 + \mu(\Omega_-^2 - \Omega_+^2)\right) \tag{1.43}$$

en supposant de faibles gradients antidiagonaux, soit peut de rotation et $\mu \to 0$, on peut approximer la formule précédente par

$$g_{22} - g_{11} \approx (\Omega_2^2 - \Omega_1^2) - (\Omega_+^2 - \Omega_-^2) \tag{1.44}$$

On voit alors que cette composante pilote l'écart entre les fréquences de résonance du nanofil.

Afin de pouvoir obtenir l'effet du cisaillement du champ de force, on pose $g_{12} = g_{21}$, ainsi la composante rotationnelle devient nulle. On a alors

$$g_{12} = g_{21} \Leftrightarrow (\Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2)\tan(\delta\theta_-) = -\frac{\Omega_+^2 - \Omega_{||,1}^2}{\tan(\delta\theta_+)} \tag{1.45}$$

Si on utilise le fait que $\Omega_+^2 - \Omega_{||,1}^2 = \Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2$, on obtient que $\tan(\delta\theta_-)\tan(\delta\theta_+) = -1$. On peut alors avec cette égalité affirmer que

$$\delta\theta_+ = \delta\theta_- + \frac{\pi}{2} \tag{1.46}$$

La composante cisaillante fait donc tourner les angles de vibrations en conservant leur orthogonalité. Et si on suppose que les gradients sont faibles, dans ce cas $\Omega_{||,i} \to \Omega_i$ et $\Omega_- \to \Omega_1^2$, ce qui nous permet d'obtenir par approximation :

$$\delta\theta_- \approx \arctan(\frac{g_{12}}{\Omega_2^2 - \Omega_1^2}) \tag{1.47}$$

Pour l'étude de la composante rotationnelle, nous prenons $g_{12} \neq g_{21}$. Ainsi, après rotation, l'orthogonalité des modes est brisée :

$$\mathbf{e}_-.\mathbf{e}_+ = \frac{(g_{12} - g_{21})(\Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2)}{\sqrt{\left(g_{12}^2 + (\Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2)^2\right)\left(g_{21}^2 + (\Omega_{||,2}^2 - \Omega_-^2)^2\right)}} \tag{1.48}$$

qu'on peut simplifier au premier ordre selon $g_{ij}/\Omega_{1,2}$ et obtenir :

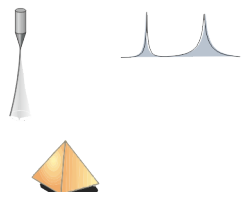
$$\mathbf{e}_-.\mathbf{e}_+ \approx \frac{g_{12} - g_{21}}{\Omega_2^2 - \Omega_1^2} \tag{1.49}$$

On remarque que pour un champ cisaillant ou rotationnel, la rotation des modes est directement liée à l'espacement des fréquences de départ. Ainsi plus les fréquences de départ seront proches plus le nanofil sera sensible aux composantes cisaillantes et rotationnelles du champ de force.

Les quatre composantes du champ de forces ont donc des effets définis et distincts sur les caractéristiques mécaniques du nanofil. La divergence **déplace les fréquences de résonance en bloc**, la composante hyperbolique **modifie l'espacement de celles-ci**, la composante cisaillante impose **une rotation en bloc des directions de vibrations** et la composante rotationnelle **brise l'orthogonalité des modes**. Ainsi la mesure expérimentale des fréquences et angles de vibration du nanofil permet de remonter de manière univoque aux quatre gradients du champ de forces.

Calcul de la densité spectrale de bruit de vibration

Une première méthode expérimentale permettant de mesurer les fréquences et directions de vibrations propres du nanofil est d'analyser son mouvement Brownien. Nous allons maintenant



calculer la densité spectrale de bruit de vibration du nanofil projetée dans une direction de mesure arbitraire et soumis à un champ de force externe. Notons cette direction $\mathbf{e}_\beta = (\cos(\beta), \sin(\beta))$ dans la base $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ avec β l'angle que réalise le vecteur de mesure avec la direction du premier mode propre du nanofil. On projette le déplacement du nanofil selon cette direction :

$$\delta r_\beta(t) = \mathbf{e}_\beta.\delta\mathbf{r}(t) \tag{1.50}$$

qui peut s'écrire dans le domaine de Fourier

$$\delta r_\beta[\Omega] = \cos(\beta)\left(\chi_{11}[\Omega]\delta \mathrm{F}_{th,1}[\Omega] + \chi_{12}\delta \mathrm{F}_{th,2}[\Omega]\right) + \sin(\beta)\left(\chi_{21}[\Omega]\delta \mathrm{F}_{th,1}[\Omega] + \chi_{22}\delta \mathrm{F}_{th,2}[\Omega]\right) \tag{1.51}$$

où les χ_{ij} sont les composantes de la matrice susceptibilité définie à l'équation 1.28. En utilisant la formule 1.18, on obtient la densité spectrale du mouvement projeté :

$$S_{\delta r_\beta}[\Omega] = S_{\mathrm{F_{th},1}}[\Omega]\left|\cos(\beta)\chi_{11}[\Omega] + \sin(\beta)\chi_{21}[\Omega]\right|^2 + S_{\mathrm{F_{th},2}}[\Omega]\left|\cos(\beta)\chi_{12}[\Omega] + \sin(\beta)\chi_{22}[\Omega]\right|^2 \tag{1.52}$$

Dans le cas où les modes ne seraient pas couplés ($g_{12} = g_{21} = 0$), l'expression de la densité spectrale se réduit à

$$S_{\delta r_\beta}[\Omega] = \cos^2(\beta)|\chi_{11}[\Omega]|^2 S_{\mathrm{F}_{th,1}}[\Omega] + \sin^2(\beta)|\chi_{22}[\Omega]|^2 S_{\mathrm{F}_{th,2}}[\Omega] \tag{1.53}$$

On retrouve une somme incohérente des spectres mécaniques des deux modes que l'on représente Figure 1.4. Si on suppose que les largeurs spectrales des deux modes sont les mêmes ($\Gamma_1 = \Gamma_2 = \Gamma$), alors $S_{\mathrm{F}_{th,1}}[\Omega] = S_{\mathrm{F}_{th,2}}[\Omega] = 2\Gamma k_B T \mathrm{M_{eff}}$ et la différence d'amplitudes entre les deux pics sur le spectre est due aux facteurs de projection $\cos(\beta)$ et $\sin(\beta)$.

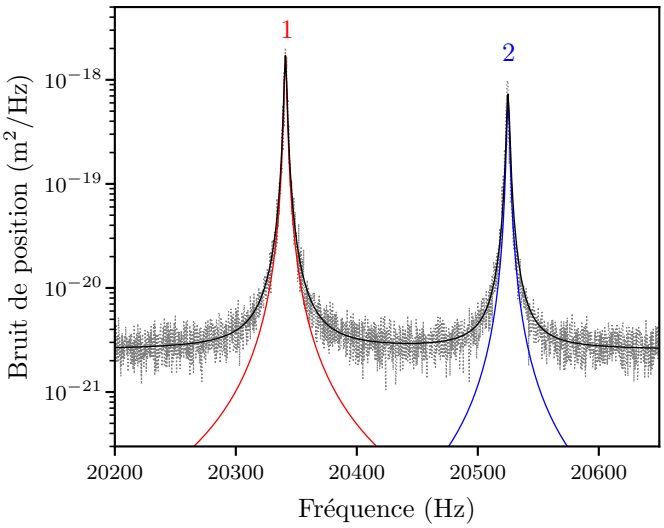


FIGURE 1.4 – Densité spectrale de bruit de position mesurée selon une direction arbitraire $\mathbf{e}_\beta$ représentée sur une plage spectrale centrée sur les 2 polarisations transverses de la première famille longitudinale. La densité a été ajustée (trait noir) par la somme de deux lorentziennes réelles incohérentes représentées en rouge (fréquence basse) et bleu (fréquence haute).

En plaçant le nanofil dans un champ de forces, les gradients spatiaux vont modifier la matrice de susceptibilité. La densité spectrale de bruit de vibration 1.52 devient :

$$S_{\delta r_\beta}[\Omega] = \frac{2k_B T \mathrm{M_{eff}}}{\det(\chi^{-1})}\begin{pmatrix} \Gamma_2\cos^2(\beta)((\Omega_{||,2}^2 - \Omega^2)^2 + \Omega^2\Gamma_2^2 + g_{21}^2) \\ +\Gamma_1\sin^2(\beta)((\Omega_{||,1}^2 - \Omega_2)^2 + \Omega^2\Gamma_1^2 + g_{12}^2) \\ +\sin 2\beta(g_{12}\Gamma_2(\Omega_{||,2}^2 - \Omega^2 - g_{22}) + g_{21}\Gamma_1(\Omega_{||,1}^2 - \Omega^2) - g_{11}) \end{pmatrix} \tag{1.54}$$

À partir de la formule 1.54 il est possible de remonter de manière univoque aux quatre gradients du champ de forces mesuré. Il est possible de mesurer les décalages des deux fréquences propres du nanofil à partir d'une seule mesure de spectre. Cependant, la détermination des deux angles de vibrations nécessite de mesurer la projection du spectre dans deux directions non-colinéaires, car ceux-ci peuvent être non orthogonaux sous l'action d'un champ de force rotationnel.

1.1.3 Réponse du nanofil à une excitation

Nous venons de voir les modifications apportées aux caractéristiques mécaniques du nanofil par les gradients spatiaux d'un champ de force statique. Il est cependant possible, dans certains cas, de moduler temporellement ce champ de force. Dans ce cas la force modulée appliquée au nanofil va exciter ses modes de vibrations et modifier son mouvement sans modifier ses caractéristiques mécaniques. Pour l'étude de ce mouvement, on ajoute à la force de Langevin une force de pompe monochromatique :

$$\delta r[\Omega] = \chi[\Omega]\left(\delta \mathrm{F_{th}} + \delta \mathrm{F_p}[\Omega]\right) \tag{1.55}$$

avec $\delta \mathrm{F_p}[\Omega] = \mathrm{F_p}\delta(\Omega - \Omega_\mathrm{p})$. On suppose que la force de Langevin et la force de pompe sont décorrélées, le déplacement du nanofil observé est donc la réponse à la somme des deux forces. La puissance mesurée par un analyseur de spectre correspond à l'intégration de la densité spectrale dans une bande passante (RBW pour *Resolution Bandwidth* en anglais). La puissance mesurée à la fréquence de modulation Ω_p est donc :

$$P_{\delta r}[\Omega_\mathrm{p}] = |\chi[\Omega_\mathrm{p}]|^2\left(S_{\mathrm{F_{th}}}[\Omega]\,\mathrm{RBW} + \delta \mathrm{F}^2\right) \tag{1.56}$$

Cette formule permet de déterminer la force minimale que l'oscillateur peut détecter. On définit cette sensibilité lorsque le rapport signal sur bruit est égal à un :

$$\delta \mathrm{F_{min}} = \sqrt{2\mathrm{M_{eff}}\Gamma k_B T \times \mathrm{RBW}} \tag{1.57}$$

Il s'agit d'une limite fondamentale pour la détection des forces modulées qui est imposée par le mouvement brownien du nanofil. L'augmentation de la sensibilité en force peut se faire par plusieurs moyens, soit une diminution de la *Resolution Bandwidth* (RBW) qui entraine une augmentation du temps de mesure et qui n'est donc pas toujours souhaitable. Soit une diminution de la température du nanofil qui nécessite un système cryogénique et peut avoir d'autres problématiques comme l'apparition d'effets photothermiques. Les nanofils que nous utilisons ayant une masse de quelques femtokilogrammes et une largeur spectrale de quelques Hertz, leur sensibilité à température ambiante approche l'attonewton en une seconde de bande passante.

En balayant la fréquence de modulation de la force autour des fréquences de résonance du nanofil on peut obtenir la réponse mécanique en amplitude et phase représentées Figure 1.5. À la traversée des fréquences de résonance, la phase de la réponse augmente de π. Comme la force excite de manière cohérente les deux modes de vibration, il peut y avoir des effets d'interférence constructive ou destructive dans la mesure de réponse projetée des vibrations du nanofil.

Dans le plan réel, les trajectoires du nanofil excité sont des ellipses, représentées Figure 1.5.b, avec un grand rapport d'aspect et dont le grand axe est dirigé selon le mode de vibration. Le mouvement du nanofil excité à une fréquence Ω s'écrit alors :

$$\delta \mathbf{r}(t) = \Re\left[\left(|\delta r_x[\Omega]|e^{i\phi_x[\Omega]}\mathbf{e}_x + |\delta r_z[\Omega]|e^{i\phi_z[\Omega]}\mathbf{e}_z\right)e^{-i\Omega t}\right] \tag{1.58}$$

avec $\phi_{x,z}[\Omega] = \arg(\delta r_{x,z}[\Omega])$. On peut alors déterminer les longueurs des grands et petits axes de l'ellipse ainsi que l'angle Φ que fait le grand axe avec l'axe x :

$$r_{\max}^2 = \frac{|\delta r_x^2| + |\delta r_z|^2}{2} + \frac{1}{2}\sqrt{(|\delta r_x|^2 - |\delta r_z|^2)^2 + 4|\delta r_x \delta r_z|^2 \cos^2(\phi_z - \phi_x)} \tag{1.59}$$

$$r_{\min}^2 = \frac{|\delta r_x^2| + |\delta r_z|^2}{2} - \frac{1}{2}\sqrt{(|\delta r_x|^2 - |\delta r_z|^2)^2 + 4|\delta r_x \delta r_z|^2 \cos^2(\phi_z - \phi_x)} \tag{1.60}$$

$$\psi = \frac{\pi}{2} + \frac{1}{2}\arctan\left(\frac{2|\delta r_x \delta r_z|\cos(\phi_z - \phi_x)}{|\delta r_x|^2 - |\delta r_z|^2}\right) \tag{1.61}$$

Ainsi en mesurant la réponse du nanofil projetée sur deux vecteurs de mesure non-colinéaires, il est possible avec l'amplitude et la phase à résonance de remonter à la force d'excitation ainsi qu'aux directions de vibration et les fréquences à résonance, soit tous les ingrédients nécessaires pour avoir accès aux gradients spatiaux du champ de forces. Notons que dans le cas où les deux modes seraient perpendiculaires, la mesure projetée sur une seule direction est suffisante pour déterminer ces valeurs.

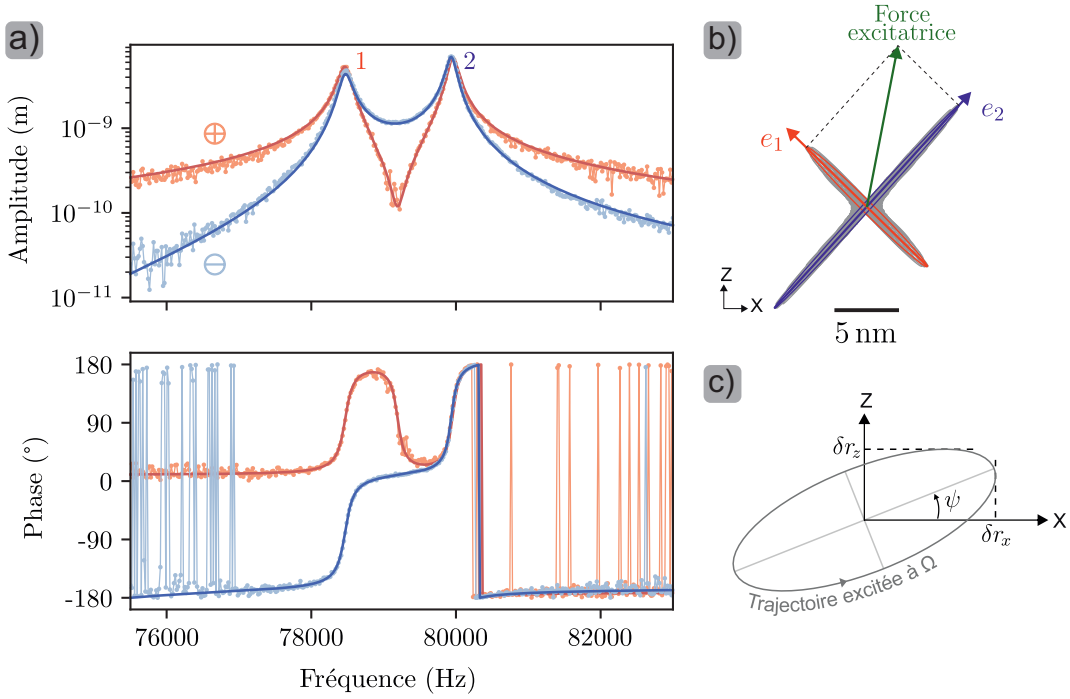


FIGURE 1.5 – Le balayage de la fréquence de modulation de la force autour des fréquences de résonance du nanofil permet d'obtenir la réponse de celui-ci en amplitude et en phase à la modulation de la force, a). la mesure de cette réponse projetée sur deux directions non-colinéaires $\mathbf{e}_\ominus$ (bleu) et $\mathbf{e}_\oplus$ (orange) et on réalise leur ajustement (traits pleins) avec la susceptibilité mécanique 1.14. La mesure de la réponse sur deux directions non-colinéaires permet de reconstruire les trajectoires du nanofil pour chaque fréquence de modulation de la force, b). Ces trajectoires sont des ellipses dont l'amplitude dépend de la direction et amplitude de la force modulée, c). On remarquera que les deux ellipses en rouge et bleu représentant les ellipses obtenues lorsque la fréquence de modulation de la force est égale à une des fréquences de résonance du nanofil dont les amplitudes, sont les plus grandes et sont perpendiculaires, donnant les directions de vibration du nanofil.

Il est possible que la force de pompe soit retardée, c'est-à-dire qu'il existe un délai entre la force et la réponse du nanofil lié au temps d'établissement du processus physique responsable de celle-ci. C'est notamment le cas avec les forces photothermiques où la température au sein du nanofil met quelques millisecondes pour atteindre son état stationnaire, ce qui est plus lent que les périodes de vibrations. La force électro-optique, étudiée dans le Chapitre 3 de ce manuscrit, est aussi un bon exemple de force retardée, car les charges mettent un temps fini et mesurable pour se propager le long du nanofil. La latence d'application de la force amène alors l'ajout d'un terme de retard $e^{i\Omega\tau}$ à la transformée de Fourier de la force et donne ainsi à la réponse une partie imaginaire provenant de ce retard. L'apparition d'une partie imaginaire de la force de pompage se traduit par le fait que la phase à résonance de $\delta\mathbf{r} = \chi\delta\mathbf{F}$ n'est plus égale à $\frac{\pi}{2}$.

On peut alors adapter les méthodes de mesure utilisée en AFM, où on excite le levier à résonance et on regarde le signal démodulé à cette même fréquence, en venant exciter les modes de vibration du nanofil avec une force bichromatique.

$$\delta\mathbf{F}_{\mathrm{p}}(t) = \mathrm{F}_0\mathbf{e}_{\mathrm{F}} + |\delta\mathrm{F}|(\cos(\Omega_1 t + \phi) + \cos(\Omega_2 t + \phi))\mathbf{e}_{\mathrm{F}} \tag{1.62}$$

Afin d'exciter les deux modes avec la même amplitude de force, on aligne généralement la force de pompage à 45° des modes mécaniques du nanofil.

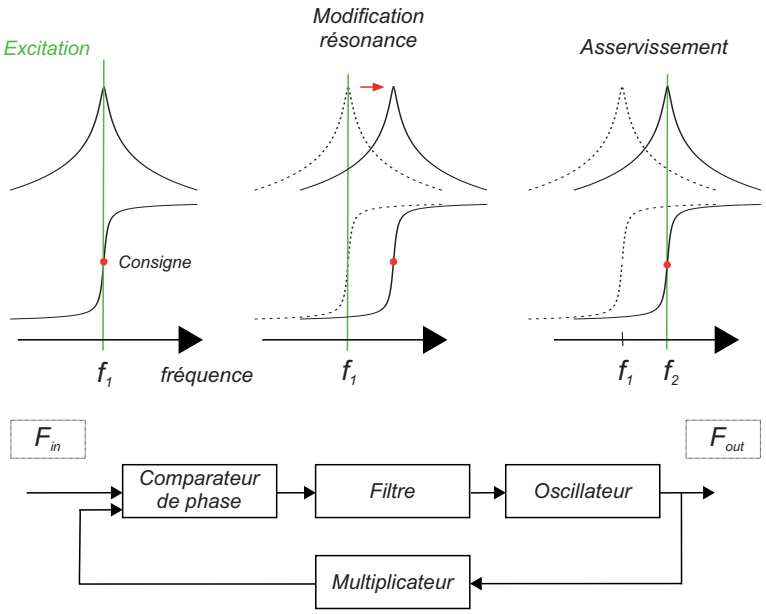


FIGURE 1.6 – Schémas résumant le principe d'une boucle à verrouillage de phase. En haut le schéma de fonctionnement sur la réponse du nanofil. Une force de référence excite le nanofil à sa fréquence de résonance. Lorsque la résonance du nanofil est modifiée, la phase du signal reçu le sera aussi. La fréquence de la force de référence est alors modifiée par l'asservissement pour obtenir de nouveau la phase de consigne et ainsi exciter le nanofil à résonance. En bas le schéma de base du traitement du signal d'une PLL issu de [101]. Le signal d'entrée est démodulé afin d'avoir accès à sa phase qui est soustraite à la phase de consigne pour construire un signal d'erreur. Ce signal est multiplié par un gain réglable et vient s'ajouter à la fréquence d'excitation de la force de référence.

L'asservissement utilisé dans nos mesures nécessite la mise en place d'instruments à détection synchrone. Pour cela, nous utilisons un Boucle à verrouillage de Phase (*Phase Locked Loop*, PLL) [102]. Cette technique de mesure permet le suivi en temps réel des fréquences de résonance du nanofil en l'excitant avec une force de référence (optique ici, mais qui peut être mécanique, électrostatique, etc.). En excitant le nanofil avec une force de référence, il est possible de connaître la réponse en amplitude et en phase du nanofil. On réalise alors un asservissement sur la phase de la réponse du nanofil à la force de référence. Cet asservissement est réalisé en modifiant les fréquences de la force de pompe. Ainsi, en donnant comme consigne la phase à résonance d'un des modes, on peut suivre sa fréquence de résonance en temps réel comme l'explique le schéma Figure 1.6.

1.2 Les nanofils utilisés

Nous utilisons comme sondes pour nos mesures des nanofils en Carbure de Silicium (*Silicon Carbide*, SiC), c'est un semiconducteur à grand gap indirect dont les trois formes cristallines principales, 4H, 6H et 3C présentent des bandes interdites optiques à 385, 405 et 525 nm. Grâce à la faible densité ($\rho = 3210\,\mathrm{kg.m^{-3}}$) et le grand module d'Young ($E > 400\,\mathrm{GPa}$) du matériau, qui peut être cru sous la forme de très grands rapports d'aspect, on peut réaliser des nanofils en SiC très légers qui présentent une très grande sensibilité en force, avec des facteurs de qualité mécanique compris entre 10^3 et 10^4 à température ambiante.

De plus les nanofils utilisés sont très bien adaptés à une détection optique. En effet le grand indice de réfraction $n_{\mathrm{SiC}} = 2.6$ dans le visible place ces nanofils dans le régime de la diffusion de la lumière de Mie pour lequel des résonances optiques internes amplifient l'interaction lumière-matière. Finalement leur grande conductivité thermique $\kappa_{SiC} = 360\,\mathrm{W/m/K}$ permet d'envoyer sur les nanofils des faisceaux laser intenses ($\approx$10 mW à pression ambiante et $\approx$ 100 µW sous vide) sans risquer de les faire fondre.

Les nanofils utilisés dans le groupe ont des diamètres variants entre 100 à 300 nm avec des longueurs variables de 50 à 500 µm. Ils montrent généralement un facteur de qualité de 1000 à 10000 sous vide secondaire avec une masse effective de l'ordre de 10^{-15} kg avec des fréquences de résonance comprises entre 5 kHz et 50 kHz pour les premiers modes longitudinaux du nanofil. Avec ces paramètres, il est possible d'atteindre une sensibilité en force maximale de $10^{-18}\,\mathrm{N.Hz^{-1/2}}$. Les nanofils en SiC permettent donc une mesure de forces faibles précise à des fréquences assez hautes pour ne pas être gêné par le bruit basse fréquence.

1.2.1 Sélection d'un nanofil pour les mesures

Avant toute expérience, il est important de choisir le nanofil adapté. Selon l'intensité des forces ou des gradients de force que l'on souhaite mesurer, le type de force (optique, électrostatique, de proximité, magnétique, etc.), le choix de la longueur d'onde de lecture, etc., on visera un type particulier de nanofil. Pour les champs de force très faibles, on cherchera à travailler avec des fils très sensibles, plus à même de les détecter, alors qu'on ne pourra pas les utiliser dans des champs de force intenses, à cause des rotations induites ou des instabilités mécaniques. Nous présentons dans cette section comment il est possible d'obtenir une bonne

détermination des caractéristiques mécaniques du nanofil en l'observant avec un microscope optique sous lumière blanche ainsi que le protocole d'intégration du nanofil dans le montage.

Le grand indice de réfraction du nanofil lui permet d'héberger des résonances optiques de volumes, appelées résonances de Mie qui dépendent fortement de son diamètre. La théorie de Mie décrivant la lumière diffusée par un cylindre est analytique [103]. Il est donc possible de calculer la lumière réfléchie par le nanofil pour différentes longueurs d'onde et pour différents diamètres. Pour des diamètres allant de 100 nm à 400 nm, plusieurs longueurs d'ondes permettent de satisfaire une condition de résonance, ce qui rend les nanofils très colorés. Cependant, pour chaque longueur d'onde et diamètre, la diffusion de la lumière par le nanofil est angulairement structurée ce qui modifie la puissance lumineuse perçue selon une direction donnée et selon l'angle de collection de la lumière.

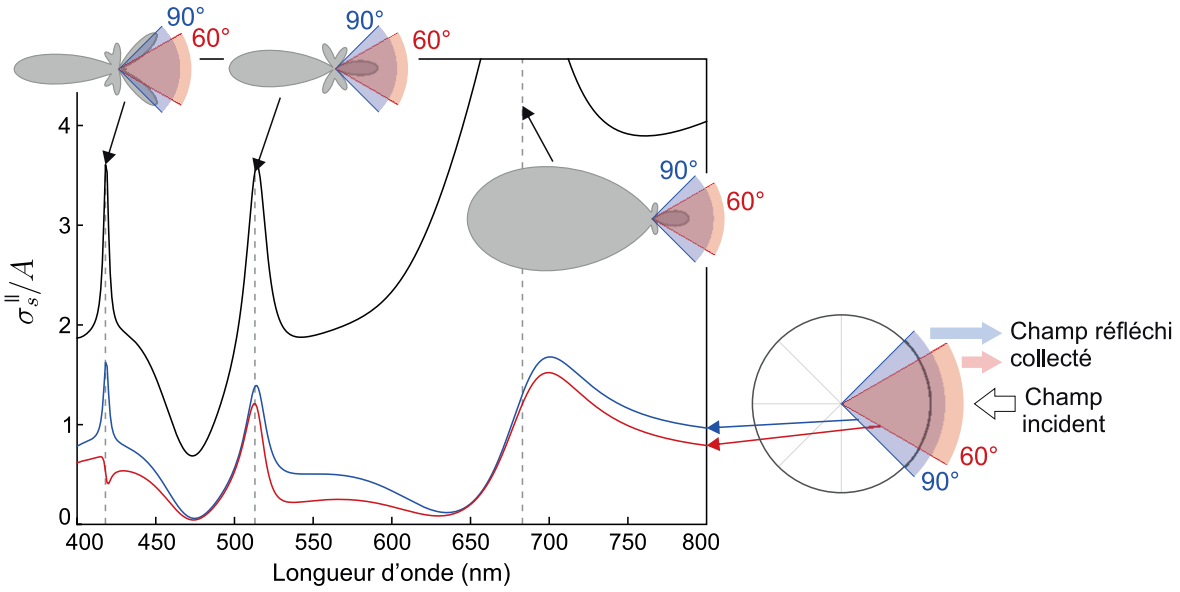


FIGURE 1.7 – Section efficace de diffusion d'un nanofil de 300 nm de diamètre pour des longueurs d'onde allant de 400 nm à 800 nm (ligne noire). En bleu et rouge, on représente cette même section efficace collectée dans des angles solides respectifs de 90° et 60° correspondant à nos objectifs de microscopes. En gris, sont représentés les diagrammes de rayonnement des nanofils pour quelques couleurs.

Ainsi la réflexion d'un nanofil éclairé sous lumière blanche sera définie par la contribution cohérente des différentes résonances de Mie mises en jeu, Figure 1.8. Comme il est possible de déterminer pour chaque diamètre et longueur d'onde la puissance optique diffusée par le nanofil selon n'importe quel angle, on peut alors obtenir la couleur mesurée en réflexion. En prenant en compte les propriétés de réflexion du microscope optique, du spectre RGB des pixels de la caméra CCD et de l'écran de l'ordinateur sur lequel on affiche l'image du nanofil ainsi que l'ouverture numérique de l'objectif utilisé, on peut alors construire un abaque colorimétrique de la couleur observée en réflexion sous éclairage blanc, mais polarisé, Figure 1.8.

La connaissance des propriétés mécaniques du SiC (module d'Young, densité, coefficient de Poisson) associée à la résolution de l'équation d'Euler-Bernoulli permet de déterminer en fonction du diamètre et de la longueur du nanofil, sa masse ainsi que les fréquences de résonances des modes mécaniques du nanofil. Cela permet alors de déterminer la sensibilité en force et le bruit

thermique du nanofil qui vont dépendre différemment de son diamètre et de sa longueur comme présenté sur l'abaque présenté Figure 1.9.

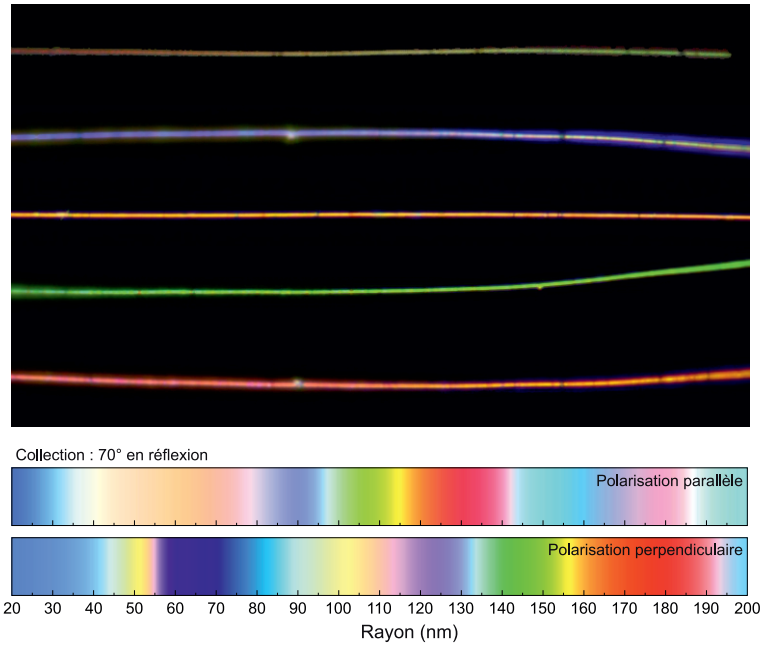


FIGURE 1.8 – En haut : image prise au microscope optique de différents nanofils en SiC pour différentes polarisations de la lumière incidente. Chaque couleur est associée à un diamètre, les nanofils présentés ayant une couleur uniforme mettent donc en évidence la constance de leur diamètre. Les zones sombres observables sont en général dues soit à une particule diffusante déposée sur le nanofil, soit à une réduction locale du diamètre du nanofil, d'extension souvent plus petite que la longueur d'onde et associé à un changement de phase allotropique local. En bas : abaque colorimétrique pour un nanofil en SiC selon son rayon (20 nm à 200 nm) tiré de [97].

Pour les mesures, on recherche des nanofils avec une grande sensibilité en force. Afin d'assurer une bonne homogénéité de la mesure optique le long du fil, il est utile de travailler avec des nanofil très uniformes, afin d'être moins affecté par des variations locales dans la force optique ou l'interaction lumière-nanofil par exemple.

On cherchera pour nos mesures des nanofils fins (100 - 200 nm de diamètre) et longs d'une centaine de microns, correspondant à des fréquences de résonance, pour le premier mode mécanique, comprises entre 10 kHz et 50 kHz ainsi qu'une sensibilité en force de l'ordre de la dizaine d'attoN.Hz$^{-1/2}$ à température ambiante. Cette sensibilité n'est pas la plus grande possible, mais elle permet de mesurer les forces explorées dans ce manuscrit tout en limitant les effets néfastes des trop forts gradients sur la mécanique du nanofil (instabilité dynamique, rotation excessive rendant impossible l'usage d'une PLL, etc.).

1.2.2 Installation d'un nanofil

Nous utilisons des nanofils produits en grande quantité de manière industrielle. Ils sont livrés sous forme de poudre et on sélectionne le nanofil voulu dans la poudre à l'aide d'un microscope

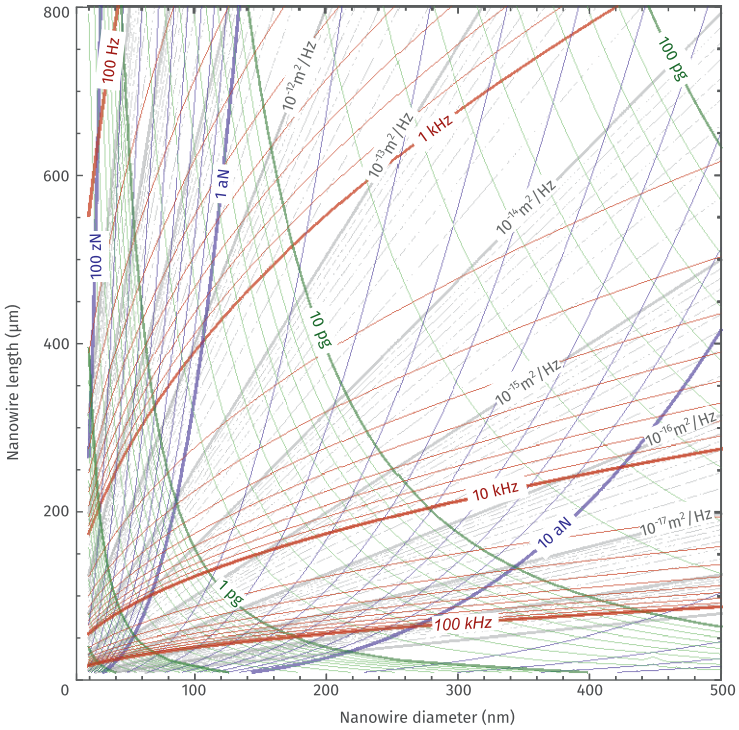


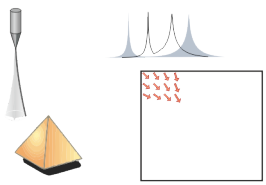
FIGURE 1.9 – Abaque tiré de [4] illustrant les caractéristiques mécaniques (fréquences de résonance, masse, sensibilité en force, bruit thermique) d'un nanofil en fonction de sa longueur et de son diamètre. Cet abaque donne les valeurs théoriques à température ambiante pour un facteur de qualité $Q = 10\,000$.

optique. Une fois le nanofil trouvé, on vient à l'aide d'un translateur à 3 dimensions coller le nanofil sur une pointe en tungstène. Le collage est réalisé en ayant au préalable enduit la pointe de colle carbone. Afin d'assurer un collage le plus fort possible, le translateur tient la pointe en tungstène dans un support chauffant (150 °C max). Ainsi en déposant le nanofil contre la pointe sur une grande distance et en chauffant la pointe en tungstène afin de faire durcir la colle, on obtient un collage robuste et de bonne qualité.

L'utilisation de pointes en tungstène permet de facilement pouvoir stocker, transporter et intégrer les nanofils dans le montage expérimental. Si le collage est idéal, le nanofil va suivre une génératrice de la pointe. Il est donc important d'avoir des pointes les plus fines et pointues possibles afin d'avoir des nanofils droits par rapport à l'axe de la pointe. La création des pointes est réalisée par gravure chimique sur des fils en tungstène de 400 µm de diamètre. Cette méthode a été historiquement utilisée pour réaliser des sondes de microscopes à effet tunnel [104, 105, 106]. Le fil de tungstène est plongé dans une solution de soude (NaOH) concentrée à 2mol.L^{-1}. On réalise alors avec l'aide d'un générateur de courant l'oxydation du tungstène :

$$\mathrm{W} + 2\mathrm{HO}^- + 2\mathrm{H_2O} \rightarrow \mathrm{WO_4^{2-}} + 3\mathrm{H_2} \tag{1.63}$$

Le montage utilisé présenté Figure 1.10.a,b découle de celui de décrit par [106], utilisé pour créer des pointes en tungstène pour les microscopes à effet tunnel. Le centre du fil en tungstène (anode) est placé, à l'aide d'un micro-manipulateur, dans un anneau d'or (cathode) sur lequel on vient déposer une goutte de solution de soude. Le fil de tungstène ainsi que l'anneau en or sont respectivement reliés aux bornes d'un générateur de courant qui délivrera 160 mA. L'asservissement en courant permet une vitesse de gravure constante, ce qui donne des pointes



plus homogènes entre plusieurs gravures, Figure 1.10.c. La gravure du fil de tungstène à partir de son milieu présente un double intérêt, tout d'abord lorsque la gravure sera terminée la partie basse du fil se détachera ce qui arrêtera la réaction juste au bon moment. Et il est possible de récupérer la partie inférieure avec une cuve en téflon spécialement créée pour la maintenir droite et récupérable. Pour la pointe supérieure, il convient d'éteindre le courant au bon moment. Nous obtenons alors avec une gravure 2 pointes en tungstène. La gravure dure typiquement une minute et l'on peut préparer des dizaines de pointes en une journée.

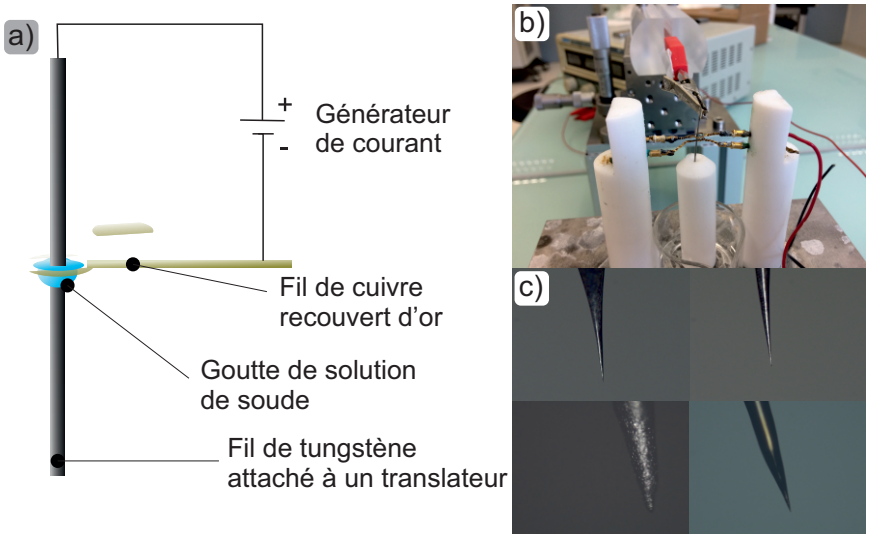


FIGURE 1.10 – a) Schéma du montage utilisé pour la réalisation des pointes en tungstène. Un fil de tungstène de 400 µm de diamètre est mécaniquement attaché à un micro-translateur et est électriquement relié à la borne positive d'un générateur de courant. Le centre du fil est placé dans un anneau d'or qui est relié à la borne négative du générateur. Une goutte de soude concentrée à 2 mol/L vient fermer le circuit et le générateur est asservi en courant à 160 mA. b) Photo du montage. c) Photos prises au microscope des pointes réalisées.

Il arrive que le nanofil attaché à la pointe puisse emporter avec lui d'autre nanofils ou des poussières. On le plonge alors dans une goutte d'eau afin de les lui retirer grâce aux effets de tension superficielle, Figure 1.11.a,b. Une fois le nanofil propre et droit, on réalise une seconde analyse colorimétrique afin d'être plus précis sur son diamètre et sa longueur, Figure 1.11.c. En effet lorsqu'il est dans la pelote, la nanofil est souvent orienté dans une direction aléatoire et n'est pas parallèle au plan d'observation, ce qui peut modifier la couleur perçue.

L'insertion du nanofil dans le montage est réalisé avec un porte-pointe en titane qui s'insère dans le montage avec une vis, Figure 1.11.e. Le porte-pointe a été conçu avec l'aide de Laurent Del'Rey, il est composé de deux parties semblables à un porte-mine de critérium : une partie dans laquelle la pointe est insérée et une seconde partie vissée au-dessus de la première qui permet de mécaniquement bloquer la pointe de tungstène. Ce porte-pointe utilise un serrage mécanique réversible, on peut ainsi facilement ajuster la hauteur de la pointe ou encore la changer pour une autre pointe avec un autre nanofil si celui utilisé ne nous convient pas.

Avant d'insérer cet ensemble dans le montage expérimental, on réalise son recuit dans un four à induction pendant environ 10 minutes à 700 °C, Figure 1.11.d. Le chauffage de la pointe en tungstène est assuré par le contact entre la pointe et le porte-pointe sur 10 mm. Cela permet

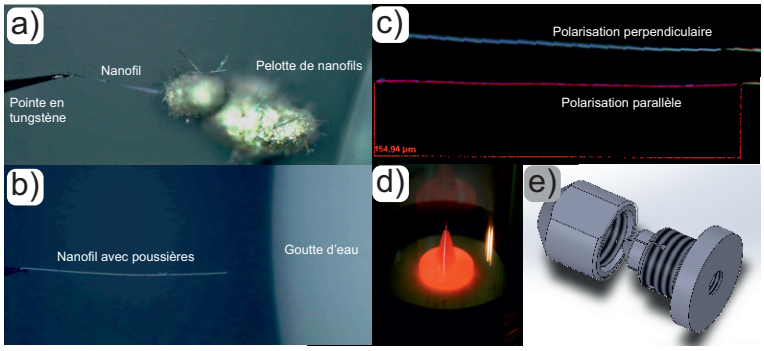


FIGURE 1.11 – Résumé des différentes étapes de la préparation du nanofil après sa sélection dans la pelote. Le nanofil est nettoyé lors d'un trempage contrôlé dans une goute d'eau grâce aux effets de la tension superficielle b). Le nanofil est caractérisé optiquement pour déterminer son diamètre et vérifier sa bonne homogénéité c). La pointe est placée dans le porte-pointe e) et on réalise le recuit du nanofil à 700 °C dans un four à induction d).

dans un premier temps de durcir encore plus la colle carbone et donc d'améliorer le facteur de qualité mécanique, typiquement d'un facteur 50 à 100.

1.3 Lecture optique 2D du mouvement du nanofil

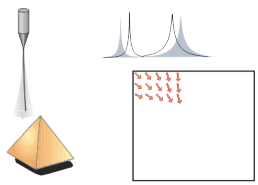
Nous avons vu qu'un gradient cisaillant ou rotationnel était responsable d'une rotation des modes du nanofil avec une possible brisure de leur orthogonalité. Il est possible dans le cas d'une rotation en bloc de pouvoir connaître les directions des modes avec un seul vecteur de mesure, cependant si l'orthogonalité est brisée, il faut utiliser deux directions de mesures non-colinéaires. Nous allons décrire dans cette section la méthode de mesure utilisée pour lire le mouvement du nanofil projeté sur deux vecteurs de mesure non-colinéaires ainsi que le montage expérimental.

Le nanofil à cause de son fort indice de réfraction diffuse fortement la lumière visible ce qui permet de l'observer optiquement malgré son diamètre sub-longueur d'onde. On réalise donc la mesure optique du mouvement du nanofil grâce à une Photodiode à Double Quadrants (*Quadrant PhotoDiode*, QPD) réalisée par Daniel Lepoittevin.

1.3.1 Principe de la mesure

On focalise un laser, dit de *sonde*, de longueur d'onde 633 nm sur l'extrémité libre du nanofil à l'aide d'un objectif de microscope adapté pour le vide. L'objectif de microscope a un grossissement 100x et une ouverture numérique de 0,75. Un système de déplacement piézo-électrique permet de déplacer le nanofil dans les 3 dimensions de l'espace. Le nanofil est alors placé dans la partie focalisée du laser, appelée *waist*, ne faisant qu'un peu moins 500 nm de large.

On récupère la lumière réfléchie par le nanofil via l'objectif de microscope et on la sépare de la lumière incidente grâce à un cube non-polarisant 90/10 et on la détecte sur la QPD. Les



mouvements du nanofil dans le waist vont modifier la lumière réfléchie, ses vibrations sont donc encodées dans la variation de la lumière captée par la QPD.

La QPD est constituée de deux capteurs spatialement séparés et fournit la différence $\ominus$ et la somme $\oplus$ des photo-courants produits par les deux quadrants en séparant les signaux Basse Fréquence (BF) et Haute Fréquence (HF). Les 4 signaux renvoyés par la QPD ($V^{\mathrm{BF}}_{\ominus,\oplus}$, $V^{\mathrm{HF}}_{\ominus,\oplus}$) encodent le mouvement du nanofil et peuvent s'écrire :

$$V^{\mathrm{BF,HF}}_{\ominus,\oplus}(\mathbf{r}_0 + \delta\mathbf{r}(t)) \approx \underbrace{V^{\mathrm{BF,HF}}_{\ominus,\oplus}(\mathbf{r}_0)}_{\text{statique}} + \underbrace{\delta\mathbf{r}(t) \cdot \boldsymbol{\nabla} V^{\mathrm{BF,HF}}_{\ominus,\oplus}(\mathbf{r}_0)}_{\text{dynamique}} \tag{1.64}$$

Où on rappelle $\mathbf{r}_0$ la position d'équilibre du nanofil et $\delta\mathbf{r}(t)$ les fluctuations autour de la position d'équilibre. La coupure entre les voies BF et HF est en général autour de 1 kHz, si bien que les voies BF vont servir à mesurer les signaux statiques, tandis que les vibrations du nanofil seront encodées sur les voies HF. On voit alors qu'en déplaçant le nanofil dans le waist, les sorties BF de la QPD vont permettre d'obtenir une image de la réflexion du nanofil et ainsi permettre de connaître la position du nanofil dans le waist. Les voies HF convertissent les fluctuations rapides de position du nanofil en fluctuation de tension mesurables via les gradients spatiaux de la réflectivité du système.

Ainsi les voies HF donnent accès à la projection du mouvement bidimensionnel du nanofil sur les deux vecteurs de mesure donnés par :

$$\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus} = \boldsymbol{\nabla} V_{\ominus,\oplus}(\mathbf{r}_0) \tag{1.65}$$

On peut alors définir deux vecteurs normalisés sur lesquels le mouvement du nanofil est projeté :

$$\delta r_{\ominus,\oplus}(t) \equiv \mathbf{e}_{\ominus,\oplus} \cdot \delta\mathbf{r}(t) \quad \text{avec} \quad \mathbf{e}_{\ominus,\oplus} \equiv \frac{\boldsymbol{\nabla} V_{\ominus,\oplus}(\mathbf{r}_0)}{|\boldsymbol{\nabla} V_{\ominus,\oplus}(\mathbf{r}_0)|} \tag{1.66}$$

La voie $\ominus$ est donnée par la différence des signaux des quadrants et donc la différence entre la lumière réfléchie sur les quadrants de gauche et de droite. Elle est donc plus sensible au mouvement perpendiculaire à l'axe optique. La voie $\oplus$ donne leur somme et est donc plus sensible au mouvement parallèle à l'axe optique.

On représente Figure 1.12 les cartes spatiales BF obtenues avec la QPD sur les voies $\ominus$ et $\oplus$ sur une région de 5 µm x 5 µm autour du waist du laser. Ces cartes donnent les variations statiques de la lumière réfléchie dans le plan sous forme de tension après amplification et soustraction ou sommation des signaux provenant de chaque quadrant.

Les vecteurs affichés sur chaque carte montrent la direction du vecteur de mesure local donné par les voies BF. On observe bien que sur l'axe optique $\boldsymbol{\beta}_{\ominus}$ et $\boldsymbol{\beta}_{\oplus}$ sont respectivement perpendiculaire et parallèle à l'axe optique.

En notant $\beta_{\ominus,\oplus}$ les angles des vecteurs de mesure $\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus}$ formés avec l'axe x, il est possible de les décomposer dans la base spatiale de la mesure $(x,\, z)$:

$$\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus} = \begin{pmatrix} \frac{\partial V_{\ominus,\oplus}}{\partial x} \\ \frac{\partial V_{\ominus,\oplus}}{\partial z} \end{pmatrix} \tag{1.67}$$

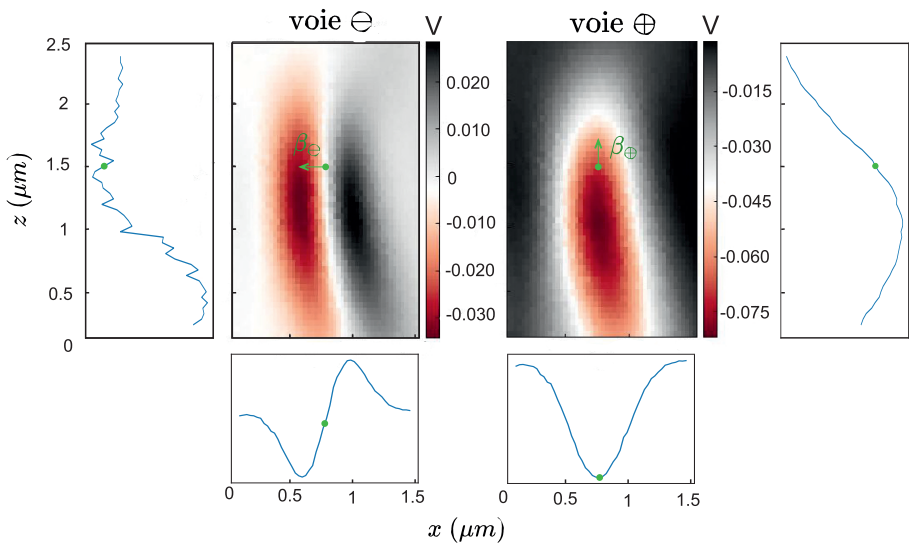


FIGURE 1.12 – Cartes sur les voie ⊖ et ⊕ BF obtenues en déplaçant le nanofil dans le plan horizontal autour du waist du laser. Les courbes sur les côtés montrent les coupes obtenues à travers le point vert placé sur chaque carte montrant une position optimisant les vecteurs de mesure (en norme et en orthogonalité). Les flèches partant des points montrent la direction des vecteurs de mesure associés.

Le mouvement mesuré étant le mouvement du nanofil projeté sur les vecteurs de mesure, on peut décomposer le mouvement mesuré dans la base $(x,\, z)$:

$$\begin{pmatrix} \delta r_\ominus \\ \delta r_\oplus \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos(\beta_\ominus) & \sin(\beta_\ominus) \\ \cos(\beta_\oplus) & \sin(\beta_\oplus) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta r_x \\ \delta r_z \end{pmatrix} \tag{1.68}$$

Dans le cas où $\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus}$ seraient non-colinéaires, il est possible d'inverser cette égalité pour reconstruire les mouvements du nanofil dans la base $(x,\, z)$ à partir des signaux mesurés :

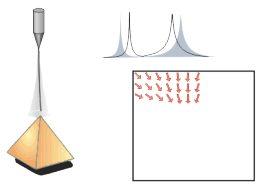
$$\begin{pmatrix} \delta r_x \\ \delta r_z \end{pmatrix} = \frac{1}{\cos(\beta_\ominus)\sin(\beta_\oplus) - \sin(\beta_\ominus)\cos(\beta_\oplus)} \begin{pmatrix} \sin(\beta_\oplus) & -\sin(\beta_\ominus) \\ -\cos(\beta_\oplus) & \cos(\beta_\ominus) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta r_\ominus \\ \delta r_\oplus \end{pmatrix} \tag{1.69}$$

La reconstruction du mouvement mesuré dans la base $(x,\, z)$ nécessite donc une très bonne connaissance des vecteurs de mesure.

Afin d'effectuer une bonne mesure de $\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus}$, un protocole a été mis au point par Arnaud Gloppe et Laure Mercier de Lépinay. On déplace le nanofil par pas de 20 nm selon une figure d'escargot qui est représentée Figure 1.13. À chaque pas on mesure les tension $V^{\mathrm{BF}}_{\ominus,\oplus}$. On obtient alors deux nappes de tensions qu'on ajuste avec un polynôme d'ordre 3, que l'on dérive ensuite pour obtenir les gradients locaux. L'itération de cette mesure permet d'atteindre une précision suffisante sur les gradients locaux pour chaque voie de mesure.

Pour améliorer la précision, on calcule aussi les gradients dans la base $(x,\, z)$ tournée de 45°. Afin de limiter les erreurs de mesure, on répète la mesure des gradients locaux une dizaine de fois et on moyenne les résultats obtenus. On obtient avec cette méthode une bonne estimation des vecteurs de mesure (normes et directions) ainsi que l'erreur statistique de la mesure qui se situe au niveau de quelques pourcents.

Nous avons pour les mesures de force, besoin de détecter précisément les déplacements du nanofil ainsi que l'orientation de ses modes. Il est donc important que les vecteurs de mesure



aient une grande norme ce qui permettra d'observer de faibles mouvements. Aussi, il est plus simple pour l'analyse du mouvement mesuré que les vecteurs de mesure soient alignés avec les axes x et z. On obtient de tels vecteurs de mesure *idéaux* en amont et aval du waist signalé par un point vert sur la Figure 1.12.

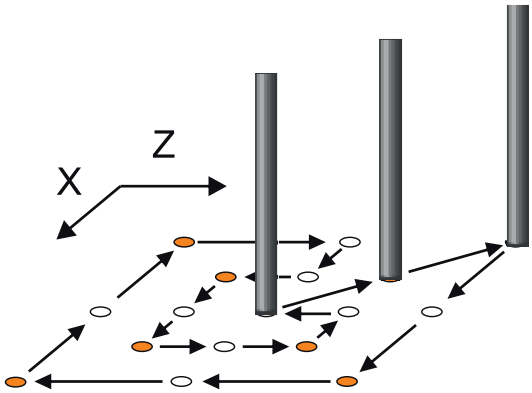


FIGURE 1.13 – Illustration du chemin parcouru par le nanofil autour du point de mesure pour la détermination des vecteurs de mesure $\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus}$. Ce parcours en forme d'*escargot* permet de faire la mesure des gradients dans le plan XZ ainsi que dans le même plan tourné de 45°.

1.3.2 La photodiode à double quadrant

La photodiode utilisée est un modèle de chez Hamamatsu à deux quadrants, A et B. Ils sont séparés par une zone insensible de 20 µm et ont une efficacité quantique de 85 % à 633 nm. Les deux quadrants sont reliés à un étage d'amplification réalisé à l'Institut Néel par D. Lepoittevin. L'étage d'amplification permet la séparation des signaux BF et HF ainsi que leurs amplifications. Après amplification, les signaux sont sommés ou soustraits et envoyés aux 4 sorties de la QPD où les sortie $\ominus$ renvoient A-B et les sorties $\oplus$ -A-B.

Les signaux BF et HF sont amplifiés séparément, ils ont donc deux gains différents (H et G). Ainsi les signaux renvoyés par la QPD en fonction de la puissance $P^{A,B}$ reçue par chaque quadrant s'écrivent :

$$\begin{pmatrix} V_\ominus^{\mathrm{BF}} \\ V_\oplus^{\mathrm{BF}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} H_\ominus^A & -H_\ominus^B \\ -H_\oplus^A & -H_\oplus^B \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P^A \\ P^B \end{pmatrix}, \quad \begin{pmatrix} V_\ominus^{\mathrm{HF}} \\ V_\oplus^{\mathrm{HF}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} G_\ominus^A & -G_\ominus^B \\ -G_\oplus^A & -G_\oplus^B \end{pmatrix} \begin{pmatrix} P^A \\ P^B \end{pmatrix} \tag{1.70}$$

où H et G dépendent de la fréquence du signal.

L'amplitude et la direction des vecteurs $\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus}$ sont mesurées via les signaux BF de la QPD. Or les mesures du mouvement du nanofil sont réalisées avec les signaux HF. Il faut donc corriger ceux-ci de la différence d'amplification. Pour cela, nous avons besoin du facteur de conversion HF/BF de la QPD :

$$\begin{aligned} \begin{pmatrix} V_\ominus^{\mathrm{HF}} \\ V_\oplus^{\mathrm{HF}} \end{pmatrix} &= \frac{1}{H_\ominus^A H_\oplus^B + H_\oplus^A H_\ominus^B} \begin{pmatrix} G_\ominus^A H_\oplus^B + G_\ominus^B H_\oplus^A & -G_\ominus^A H_\ominus^B - G_\ominus^B H_\ominus^A \\ -G_\oplus^A H_\oplus^B + G_\oplus^B H_\oplus^A & G_\oplus^A H_\ominus^b + G_\oplus^B H_\ominus^A \end{pmatrix} \begin{pmatrix} V_\ominus^{\mathrm{BF}} \\ V_\oplus^{\mathrm{BF}} \end{pmatrix} \\ &= \begin{pmatrix} \alpha_{--} & \alpha_{+-} \\ \alpha_{-+} & \alpha_{++} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} V_\ominus^{\mathrm{BF}} \\ V_\oplus^{\mathrm{BF}} \end{pmatrix} \end{aligned} \tag{1.71}$$

Dans cette expression les termes diagonaux α_{--} et α_{++} donnent les coefficients de conversion HF/BF utilisés pour la conversion des vecteurs de mesure. Les termes antidiagonaux α_{+-} et

α_{-+} donnent les erreurs d'acquisition entre les quadrants à cause du fait que les sommateurs et soustracteurs ne sont pas parfaits. En pratique, les amplificateurs sont très symétriques et les termes non-diagonaux sont en général très petits devant les termes diagonaux.

Les gains des signaux HF dépendent de la fréquence du signal à analyser. Ainsi, les coefficients de conversion HF/BF dépendent eux aussi de la fréquence du signal observé. Les mesures de forces étant faites sur une large plage de fréquences, il importe de calibrer ces facteurs HF/BF sur une large plage de fréquences.

On réalise la mesure de la fonction de transfert de chaque sortie de la QPD à une modulation d'intensité connue envoyée sur ses deux quadrants. Pour cela, on focalise un laser modulé en amplitude via un Modulateur Acousto-Optique (*Acousto-Optic Modulator*, AOM) sur un des quadrants et on récupère les signaux de chaque sortie avec un analyseur de réseau. On obtient alors les fonctions de transfert de chacune des sorties de la QPD qui sont représentées Figure 1.14.

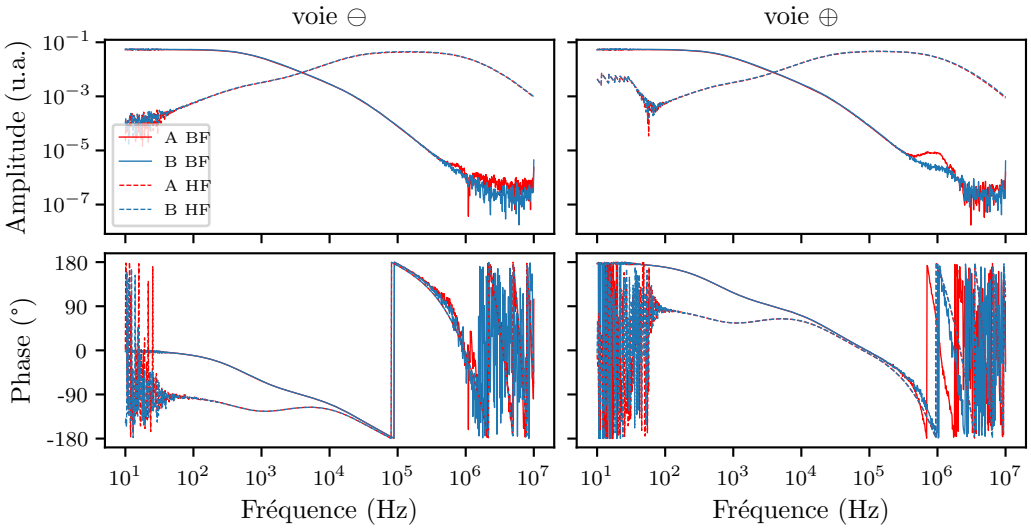


FIGURE 1.14 – Fonctions de transfert des sorties de la QPD pour chaque quadrant. L'excitation de chaque quadrant a été réalisée avec un laser modulé en amplitude.

On observe que les sorties BF se comportent comme des filtres passe-bas avec des fréquences de coupure proche du kilohertz. Les sorties HF se comportent comme des filtres passe-bande allant de la dizaine de kilohertz au mégahertz. On remarque aussi que les fonctions de transfert pour chaque quadrant sont très proches ce qui permet de vérifier que les facteurs de contamination sont très faibles. On peut donc poser $H^A_{\ominus,\oplus} = H^B_{\ominus,\oplus} = H_{\ominus,\oplus}$ et $G^A_{\ominus,\oplus} = G^B_{\ominus,\oplus} = G_{\ominus,\oplus}$.

On peut alors avec les mesure des fonctions de transfert des sorties de la QPD obtenir les coefficients HF/BF des sorties $\ominus$ et $\oplus$ qui sont représentés Figure 1.15. Pour les mesures de spectres, seuls le facteur de conversion en amplitude importe et on peut alors déterminer les spectres calibrés et dimensionnés en $\mathrm{m}^2.\mathrm{Hz}^{-1}$

$$S_{\delta r_{\ominus,\oplus}}[\Omega] = \frac{S_{\delta V^{\mathrm{HF}}_{\ominus,\oplus}}[\Omega]}{|\boldsymbol{\nabla} V^{\mathrm{BF}}_{\ominus,\oplus}|^2} \left(\frac{H_{\ominus,\oplus}[0]}{G_{\ominus,\oplus}[\Omega]} \right)^2 \tag{1.72}$$

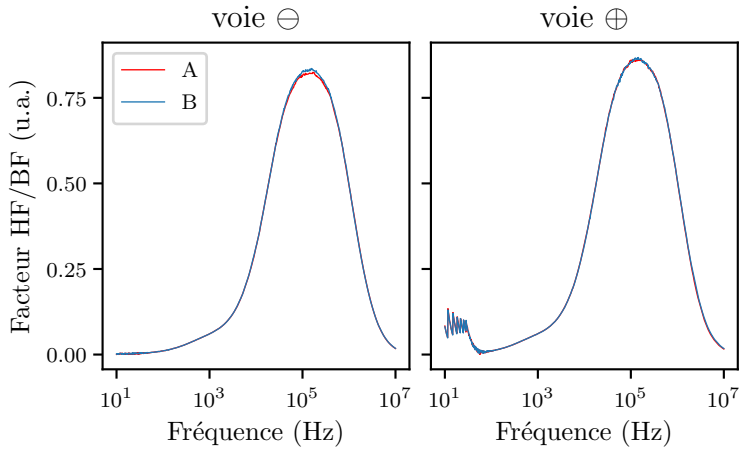


FIGURE 1.15 – Facteur de conversion HF/BF des quadrants A et B sur les voies ⊖ et ⊕. Le facteur de conversion utilisé pour les mesures est la moyenne arithmétique des deux quadrants.

On peut aussi, en connaissant les vecteurs de mesure, retourner aux déplacements dans la base (x, z) :

$$\delta r_x[\Omega] = \frac{\sin(\beta_\oplus)\frac{\delta V_\ominus[\Omega]}{|\boldsymbol{\beta}_\ominus|}\frac{H_\ominus[0]}{G_\ominus[\Omega]} - \sin(\beta_\ominus)\frac{\delta V_\oplus[\Omega]}{|\boldsymbol{\beta}_\oplus|}\frac{H_\oplus[0]}{G_\oplus[\Omega]}}{\cos(\beta_\ominus)\sin(\beta_\oplus) - \cos(\beta_\oplus)\sin(\beta_\ominus)} \tag{1.73}$$

avec une expression similaire pour δr_z.

Les mesures des fonctions de transfert des sorties de la QPD amènent aussi un coefficient HF/BF sur la phase. Ce facteur de phase n'est pas utile dans le cas de mesures de spectres. Cependant, il donne le déphasage du signal induit par la QPD, il sera alors important de le prendre en compte lors de mesures de réponses à une force externe.

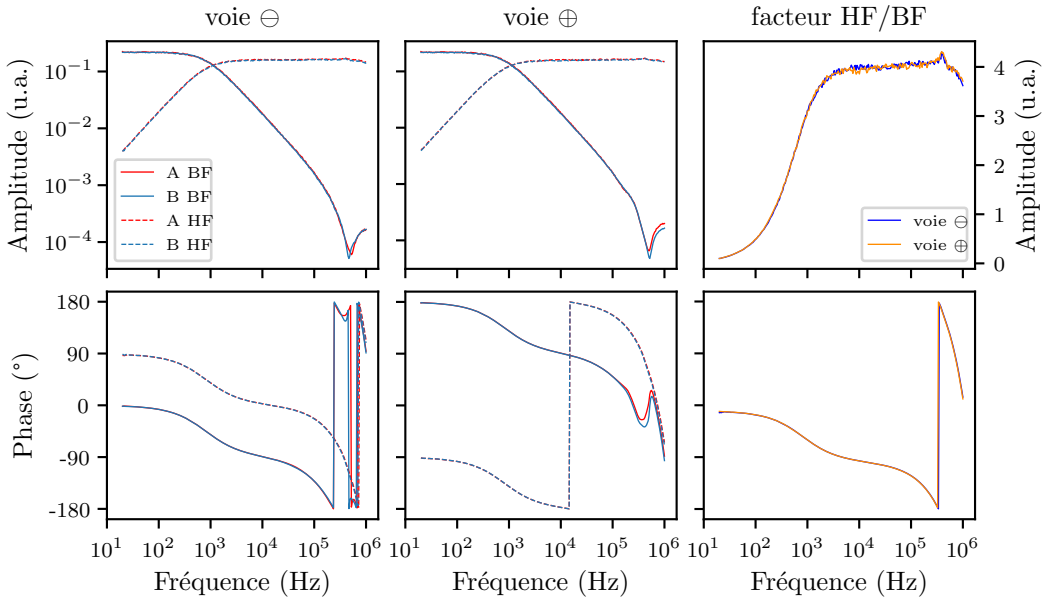


FIGURE 1.16 – Fonctions de transfert des sorties de la QPD de dernière génération et les facteurs de conversion associés à chaque voie.

Au cours de la thèse, une nouvelle génération d'étage amplificateur a été réalisée par D. Lepoittevin. Dans cette nouvelle génération, un filtre en T présent dans l'étage d'amplification a été

retiré ce qui a permis d'annuler des masses virtuelles aux bornes des amplificateurs opérationnels. On a ainsi une meilleure réponse HF, plus plate avec une fréquence de coupure basse plus proche du kilohertz. On présente Figure 1.16 les réponses des quadrants d'une photodiode de dernière génération ainsi que ses facteurs HF/BF pour les voies $\ominus$ et $\oplus$.

Le gain total de la QPD a aussi été multiplié par 5. Le montage électronique incorpore également un ajustement de la tension moyenne sur les voies HF. En injectant ce signal lors de la sommation ou soustraction des signaux HF, on peut recaler le signal autour de zéro. Les générateurs de courant sont alimentés par l'alimentation principale du montage qui alimente aussi les quadrants de la photodiode. Le nouveau schéma électronique de principe de l'amplificateur de la photodiode est représenté Figure 1.17.

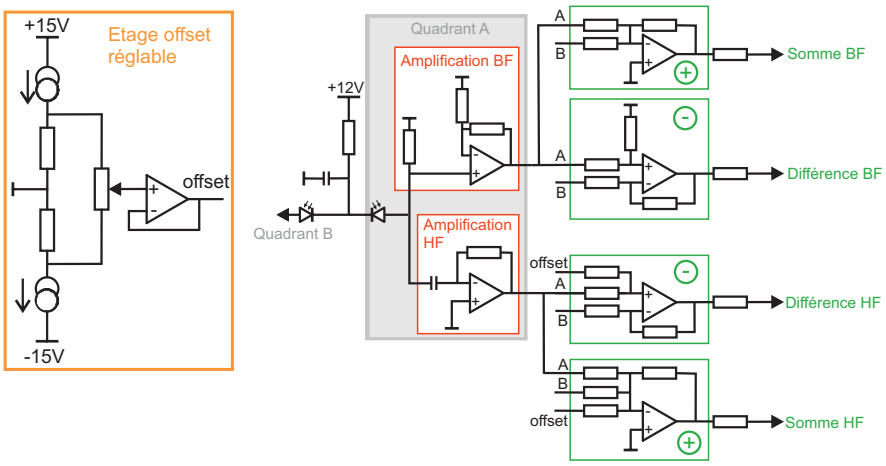


FIGURE 1.17 – Schéma de principe du montage amplificateur des Photodiode à Double Quadrants de dernière génération.

1.3.3 Montage expérimental

Les mesures de forces peuvent être réalisées en analysant le spectre de vibration du nanofil ou en mesurant sa réponse à une force extérieure dite de référence. La force de référence la plus simple à appliquer est la force de pression de radiation. Nous utiliserons donc deux lasers, un laser dit de *sonde* de 633 nm (rouge) utilisé pour lire le mouvement du nanofil et un laser dit de *pompe* de 532 nm (vert) pour appliquer la force. Le montage expérimental détaillé est représenté Figure 1.18.

Montage optique

Le réglage des intensités de chaque laser est réalisé par une lame demi-onde ($\lambda/2$) suivie par un Cube Polarisant (*Polarizing BeamSplitter*, PBS). La lame demi-onde permet de régler la polarisation du laser et le cube laisse passer les photons polarisés horizontalement et dévie ceux polarisés verticalement. On a donc après le PBS un faisceau laser polarisé horizontalement dont on peut régler l'intensité. Afin de pouvoir régler la polarisation du laser atteignant le nanofil, une seconde lame demi-onde est placée après le PBS.

Afin de pouvoir contrôler temporellement les intensités optiques (asservissement en puissance, modulation d'intensité, etc.), chaque faisceau laser passe par un modulateur acousto-optique adapté à sa longueur d'onde. Les AOM sont placés sur des pieds rotatifs, ce qui permet de régler l'angle du Crystal de l'AOM par rapport à la direction du faisceau laser. On sélectionne ensuite l'ordre 1 en diffraction en sortie de l'AOM avec un diaphragme.

Les faisceaux laser sont ensuite fibrés. Chaque faisceau passe par deux lentilles convergentes réalisant un télescope qui permet d'adapter le diamètre du faisceau tandis que l'injection est réalisée à l'aide d'une lentille asphérique montée sur un translateur linéaire permettant le réglage de la focalisation du faisceau sur le cœur de la fibre. Les deux faisceaux sont injectés dans des fibres séparées et sont ensuite recombinés dans un combineur fibré adapté à leurs longueurs d'onde.

Le chemin optique fibré permet d'obtenir une meilleure stabilité temporelle de l'expérience sur le long terme comparé à un chemin optique ouvert. De plus, la fibre permet un grand gain de place dans un objectif de miniaturiser le montage dans le futur.

Les mesures sont réalisées sous vide pour obtenir un meilleur facteur de qualité mécanique du nanofil et empêcher la contamination ou détérioration des échantillons observés. Le montage est alors placé dans une enceinte à vide en aluminium anodisé. La fibre optique entre dans l'enceinte via un joint en téflon percé qui est serré mécaniquement afin d'en assurer l'étanchéité.

L'éclairage du nanofil est réalisé par un objectif de microscope Zeiss Epiplan Neofluar EC LD 100x d'ouverture numérique NA=0.75, qui peut être utilisé sous vide. Afin de pouvoir séparer la lumière transmise de la lumière réfléchie, un circulateur optique est réalisé avec un Cube Non Polarisant (*Non Polarizing BeamSplitter*, NPBS) réfléchissant 10 % de la lumière placé avant l'entrée l'objectif. On collimate la lumière de la fibre avec un télescope compact à lentilles.

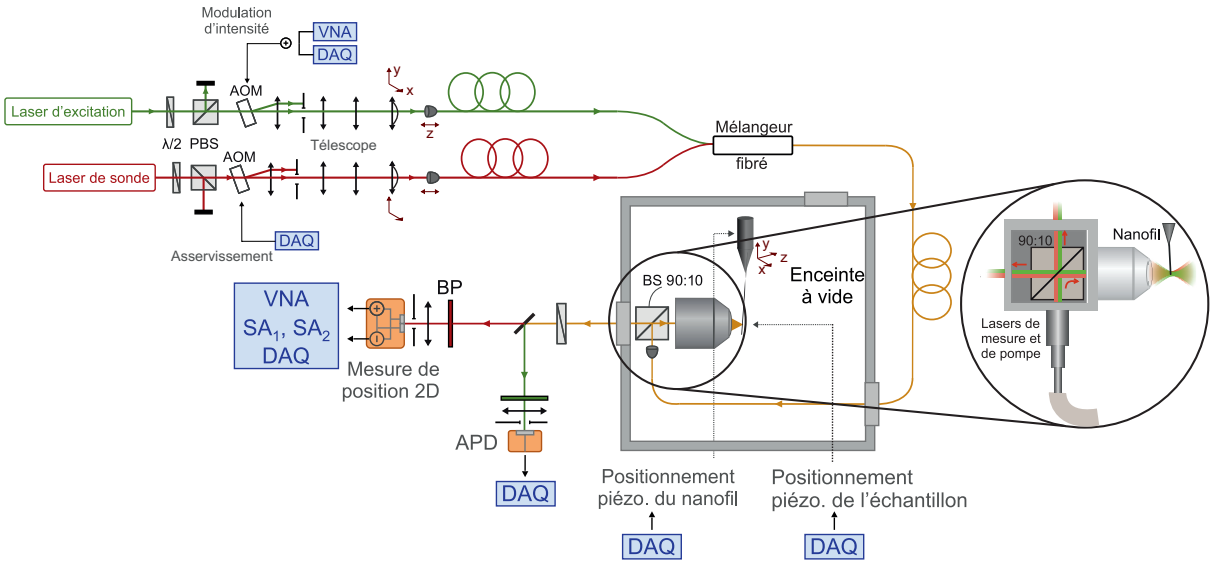


FIGURE 1.18 – Schéma détaillé du montage expérimental. Un zoom sur la pièce en inox assurant l'injection du faisceau lumineux dans l'objectif de microscope est montré sur le côté. Le schéma optique de la lumière blanche est omis pour rendre le schéma plus lisible.

Afin de limiter le nombre d'optiques dans l'enceinte à vide et d'avoir un système d'éclairage stable dans le temps, une pièce en inox sur mesure a été réalisée à l'Institut Néel par J. Jarreau

du pôle ingénierie expérimentale. On attache sur cette pièce, montrée plus en détail Figure 1.18, le collimateur fibré et l'objectif de microscope. Au centre de la pièce, on place le cube 90/10. La pièce a été réalisée de manière à ce que le centre du cube 90/10 soit aligné avec la sortie du télescope compact et l'entrée du microscope. Il n'y a ainsi pas besoin d'otique pour régler l'injection du faisceau laser dans le microscope, qui est centré par construction.

Grâce à ce montage, on injecte 10 % de la lumière du faisceau optique dans l'objectif. Cette perte est peu importante, car les lasers utilisés permettront toujours d'avoir une puissance lumineuse suffisante sur le nanofil. On peut ainsi récupérer 90 % de la lumière réfléchie par le nanofil contenant le signal qui nous intéresse.

La lumière réfléchie par le nanofil sort de l'enceinte en espace libre via un hublot. La séparation de la lumière rouge et de la lumière verte est réalisée par un miroir dichroïque. Les faisceaux séparés passent par des filtres passe-bande centrés sur leur longueur d'onde afin de minimiser les contaminations possibles entre les lasers. Des lentilles convergentes les focalisent ensuite sur des récepteurs optiques. Il s'agit de la QPD pour le faisceau rouge de lecture et d'une photodiode Thorlabs pour le faisceau vert.

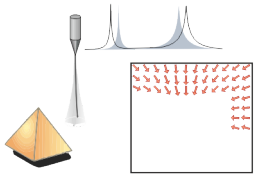
On ajoute aussi la possibilité d'éclairer le nanofil et l'échantillon avec de la lumière blanche afin d'avoir une image complète du système nanofil-échantillon. Cet éclairage sous lumière blanche est très utilisé pour réaliser un positionnement grossier du nanofil dans le waist et d'approcher l'échantillon du nanofil. La lumière d'une lampe blanche est collimatée et injectée via un hublot à l'arrière de l'enceinte à vide. On obtient ainsi une image en transmission du nanofil et de l'échantillon. La lumière collectée à travers l'objectif de microscope est ensuite séparée du chemin des QPD via un miroir basculable qui l'envoie sur une caméra CCD.

Positionnement grossier et fin

Tout le montage expérimental est construit autour de l'objectif de microscope, et donc des lasers, qui est fixe. Il est donc nécessaire de pouvoir positionner le nanofil dans le laser pour pouvoir l'étudier optiquement. Une fois les bons vecteurs de mesure obtenus, le nanofil restera fixe dans le waist. Les cartes de force seront alors réalisées en déplaçant l'échantillon par rapport au nanofil. Nous devons donc mettre en place deux systèmes de déplacement en cascade, un permettant le déplacement du nanofil et un permettant le déplacement de l'échantillon.

Pour réaliser ces deux étages, l'échantillon est placé au-dessus d'une petite tour piézoélectrique Attocube ANS100. Cette tour a une course de 40 x 40 x 24 µm et est placée dans une cuve en titane permettant le passage des câbles de connexion. La cuve de titane est insérée dans une platine piézoélectrique PI P-733, de course 30 x 30 x 10 µm. La platine piézoélectrique permet donc le déplacement en groupe du nanofil et de l'échantillon, la tour piézoélectrique permet elle de déplacer l'échantillon par rapport au nanofil.

Sur la cuve contenant la tour, on vient visser un kiosque en titane. Ce kiosque permet de tenir le support sur lequel est attaché le porte-pointe et donc le nanofil. Le support tenant le porte-pointe est le toit du kiosque. Il est constitué d'une pièce en maccor en forme de dôme isolant électriquement le nanofil. La vis sur laquelle s'attache le porte-pointe passe par deux pièces de serrage mobile. Ce toit incurvé permet de rectifier l'angle du nanofil par rapport à l'échantillon de ±10°.



La platine piézoélectrique est placée sur un support en acier inoxydable et cuivre représenté Figure 1.19. Ce support est connecté à 3 translations motorisées pas à pas selon les 3 axes de la base de mesure pour pouvoir réaliser des déplacements grossiers de l'ensemble sur de longues distances. Ces translations sont surtout utilisées au début de la phase alignement, pour approcher l'extrémité libre du nanofil dans le waist.

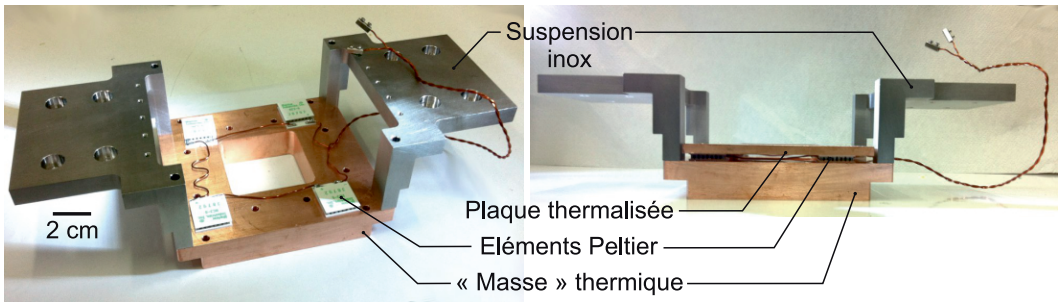


FIGURE 1.19 – Support sur lequel est placé la platine piézo-électrique. On voit sur la photo de gauche les modules Peltier permettant l'asservissement thermique du montage.

Le support de la platine piézoélectrique a aussi pour but de stabiliser sa température. La dilatation thermique des pièces de l'ensemble de motorisation engendre des déplacements considérables aux échelles spatiales de nos mesures. Pour cela, le support est constitué d'une grosse plaque en cuivre jouant le rôle de masse thermique. Quatre modules Peltier montés en série sont placés sur les coins de cette masse thermique. Ils serviront à réaliser un asservissement en température de l'ensemble du cœur de l'expérience. Puis, une plaque de cuivre plus fine, sur laquelle on place la platine piézoélectrique, est posée sur les modules Peltier afin de jouer le rôle de conducteur de la chaleur. Afin de permettre un meilleur chauffage et asservissement en température, les deux plaques en cuivre sont serrées par des vis en nylon pour presser les modules Peltier le plus possible. Finalement, deux suspensions en acier inoxydable sont attachées aux bords de la masse thermique et attachées aux translations motorisées. Le montage complet est présenté en 3 photos sur la Figure 1.20.

1.3.4 Logiciel de commande

Les déplacements du nanofil et de l'échantillon sont gérés par 2 cartes National Instrument qui ont 4 entrées et 4 sorties. Les entrées de ces cartes permettent l'acquisition de données des voies BF de la QPD pour mesurer les vecteurs de mesures, tandis que les sorties contrôlent de manière synchronisée les tensions appliquées aux platines piézoélectriques. Afin de pouvoir synchroniser les déplacements avec l'acquisition des données et créer des routines d'acquisition, un programme écrit en langage Python a été réalisé par le groupe depuis plusieurs années et est toujours en développement.

La structure principale du programme a été développée par A. Gloppe puis reprise par L. Mercier de Lépinay et F. Fogliano. Le programme est nommé *NanoImaging-Lab* (NIL) et permet de réaliser à la fois le positionnement et la lecture du nanofil par le laser sonde ainsi que la mesure de carte de force en synchronisant les différents appareils (analyseurs de spectre, de réseaux et Lock-In). Le programme est composé de 3 classes principales.

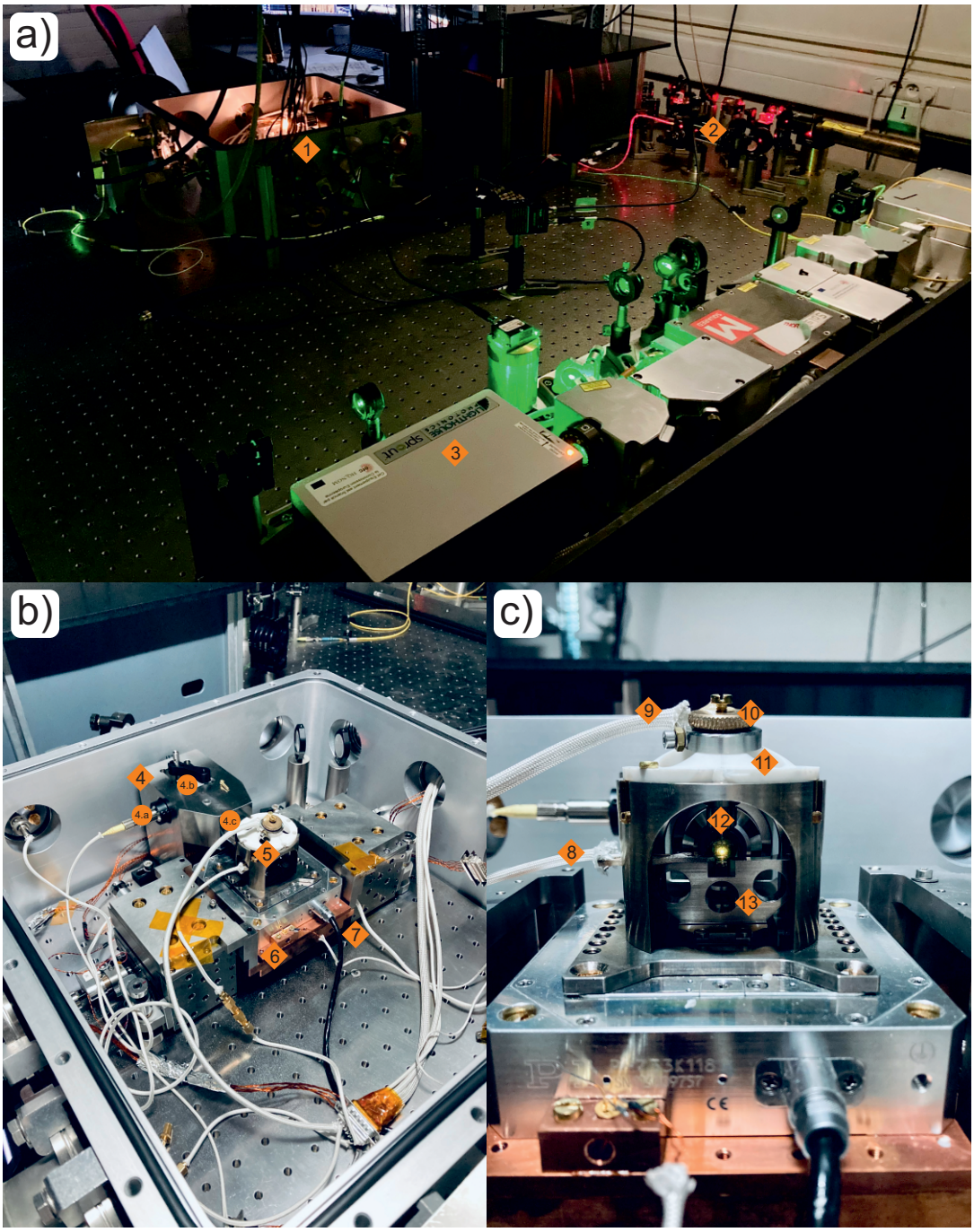


FIGURE 1.20 – Photos du montage expérimental. La photo a) montre l'enceinte à vide (1), le chemin optique du laser de sonde (2) et du laser de pompe (3). L'image b) montre une photo de l'intérieur de l'enceinte avec la pièce en inox (4) sur laquelle sont connectés le collimateur fibré (4.a) et l'objectif de microscope (4.c) avec en son centre le cube non-polarisant 90/10 (4.b). Le kiosque et son couvercle en maccor (5) est placé sur le montage de motorisation (6). On peut voir les câbles de connexion de la tour et de la platine piézoélectrique (7). La dernière photo c) se concentre sur le kiosque. Le toit du kiosque est constitué d'une pièce en maccor (11) courbée et gravée avec une pièce de serrage (10) en métal relié à la masse électrique des instruments de mesure. On appose aussi un petit module piézoélectrique (9) sur la pièce de serrage afin de pouvoir exciter mécaniquement le nanofil placé dans le porte-pointe (12). Finalement, on peut voir l'échantillon posé sur son support (13) relié électriquement (8) à l'ordinateur contrôlant la mesure.

La classe **Instruments** est une classe contenant les pilotes des instruments utilisés. Les pilotes écrits peuvent être associés à des interfaces graphiques dédiées si cela est pertinent pour l'utilisation de l'instrument.

La classe **Scripts** contient tous les protocoles de manipulation des entrées et sorties des cartes National Instruments, mais aussi des autres instruments. Cette classe est utilisée pour créer des routines de mesure. Elle contient notamment le protocole de déplacement du nanofil au-dessus de l'échantillon, point par point, permettant de réaliser des cartes de différentes données.

La classe **Interfaces** regroupe les interfaces graphiques de chaque instrument utilisé. Elle permet aux scripts couramment utilisés où à ceux demandant des réglages complexes d'avoir une interface graphique dédiée simplifiant leur utilisation.

Un programme mère nommé *mother* permet de définir les instruments, scripts et interfaces utilisés pour les mesures. Une fois le choix fait, ce programme crée un programme d'interface Python en associant des fichiers de configuration et un code permettant de charger les éléments choisis dans mother.

Le travail de P. Heringlake a permis l'ajout du HF2LI de Zurich Instruments qui est un amplificateur à détection synchrone. Il contient 2 voies d'entrée ainsi que 2 voies de sortie et 6 démodulateurs avec la possibilité de réaliser 2 PLLs simultanément. Son implémentation dans le programme NIL permet de réaliser des cartographies en temps réel des fréquences de résonance et des amplitudes de vibration du nanofil, amenant la possibilité de la mesure de forces en temps réel.

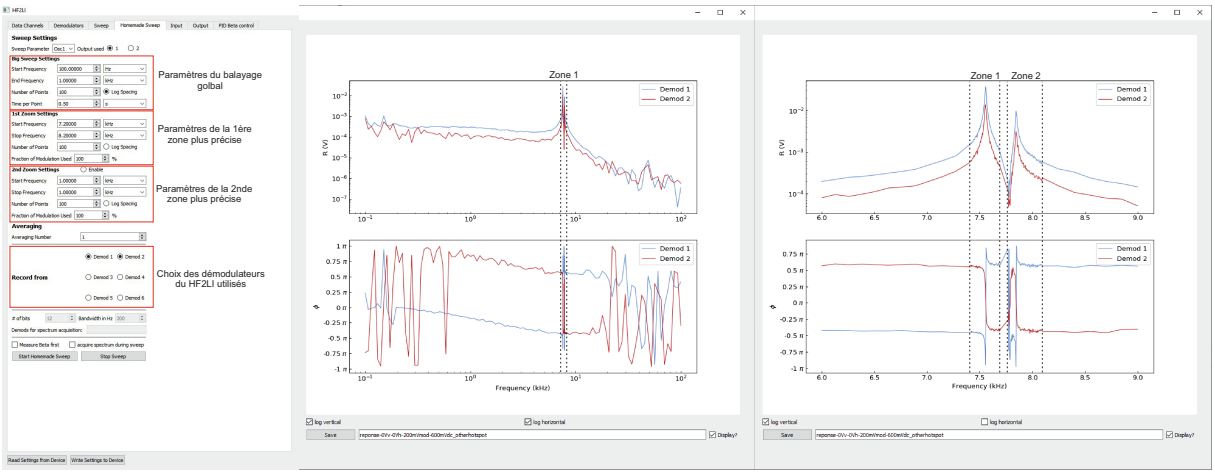


FIGURE 1.21 – Capture d'écran de l'interface utilisée pour réaliser des balayages en fréquence personnalisés interfaçant le Lock-In Zurich Instrument. La zone de gauche permet de rentrer les paramètres du balayage global (fréquence de départ, d'arrêt, nombre de points de mesure, temps d'acquisition par point). Une fois le balayage lancé, on peut avoir sur la droite de la fenêtre un affichage en temps réel de la réponse obtenu sur les démodulateurs de la HF2LI choisie. On a représenté la réponse large avec un zoom sur la résonance au centre et une réponse avec une zone par pic sur la droite.

On montre l'exemple d'une des interfaces du HF2LI Figure 1.21. Cette interface permet de réaliser des mesures de réponse personnalisées. Pour cela, on définit les paramètres : la fréquence de départ, de fin, le nombre de points de mesure et le temps de moyennage pour chaque point.

Il est aussi possible d'inclure une plage de fréquences restreinte mieux échantillonnée. L'intérêt premier de cette fonctionnalité est de réaliser des mesures de réponse large bande (de 100 Hz à 100 kHz typiquement) avec une bonne mesure de la réponse à résonance qui ne s'étale que sur quelques kilohertz.

1.4 Conclusion

Ce chapitre a permis la présentation de notre sonde de force ainsi que du montage de l'expérience et la méthode de mesure. La première partie du chapitre s'est focalisée sur la formalisation des mouvements du nanofil où on a exposé sa décomposition en une somme de modes discrets.

Nous avons ainsi pu présenter l'impact des signatures d'un champ de forces sur ses propriétés mécaniques. La mesure de ces perturbations permet d'obtenir les gradients spatiaux du champ de forces dans lequel est plongé le nanofil. Ceci est la base de notre méthode de mesure des champs de force bidimensionnels s'exerçant sur le nanofil.

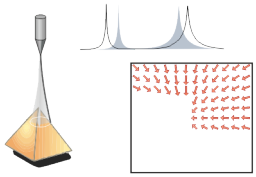
On a également présenté la réponse bidimensionnelle du nanofil soumit à une force excitatrice. L'analyse de la réponse du nanofil à une force de référence permet de mettre en place une mesure de champs de force en temps réel.

Dans la seconde partie de ce chapitre, nous avons présenté en détail la fabrication et l'insertion de nanofils dans le montage expérimental. Les nanofils sont choisis par observation sous lumière blanche au microscope optique. La couleur réfléchie par les nanofils permet alors de déterminer leur longueur et leur diamètre et donc leurs propriétés mécaniques. Ils sont ensuite collés sur une pointe en tungstène gravée électro-chimiquement.

Finalement, le chapitre se termine sur une section présentant le montage expérimental introduisant le protocole de mesure du mouvement du nanofil à 2 dimensions. Ce protocole nécessite un amplificateur de photodiode faible bruit réalisé au sein de l'Institut Néel qui ne cesse d'être amélioré et dont la dernière génération a été installée durant la thèse.

Les montages optiques et de motorisation ont ensuite été présentés en détail, permettant d'introduire les modifications réalisées sur le montage durant cette thèse. Ces modifications ont permis une amélioration de la stabilité du montage en utilisant une fibre optique en injection ainsi que par l'apport d'une pièce d'injection robuste sans réglage.

Finalement, la présentation du programme de contrôle du montage expérimental finalise le chapitre. Ce programme, constitué de 3 grandes parties, permet le contrôle du nanofil et de l'échantillon ainsi que des instruments utilisés. Il permet l'acquisition des données et la mise en place de routines de mesure sous la forme de scripts.

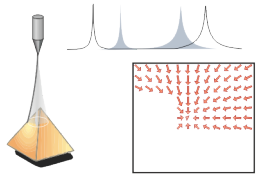


Chapitre 2

Étude des forces de proximité à la surface de nanostructures métalliques : des forces électrostatiques aux forces de Casimir

La grande sensibilité en force des nanofils et leur capacité à mesurer des forces vectorielles, transverses à leur axe, les rendent particulièrement adaptés pour venir sonder les forces de proximité à la surface d'un échantillon, notamment les forces électrostatiques et de Casimir. Ces deux forces, d'origine électromagnétique, présentent en effet de fortes structurations spatiales lorsqu'on s'approche de nanostructures, à cause des effets géométriques qui exacerbent localement les champs électriques (effets de pointe par exemple), et donc les forces que va ressentir le nanofil. Ce dernier, de par son caractère diélectrique, va en effet être attiré vers les zones de fort champ électrique. Ainsi, la mesure de ces forces va permettre d'obtenir une information forte sur la topographie de l'échantillon, mais aussi sur la présence d'imperfections, de champ parasites, de contaminants. D'un point de vue plus fondamental, si on disposait d'un échantillon idéal, ne présentant aucun des défauts précédents, on pourrait alors travailler dans le vide électromagnétique, et il ne resterait alors que les fluctuations quantiques dites de point zéro du champ électromagnétique, responsables des forces de Casimir. Les forces électromagnétiques étant quadratiques en champ, ces fluctuations vont être capable de générer des forces à la surface du nanofil. Si ces fluctuations sont isotropes, leur résultante sera nulle, mais si on approche le nanofil d'une autre surface, cela va asymétriser les fluctuations autour de ce dernier, et ainsi générer une force non nulle. Les forces de Casimir ont été prédites, il y a plus de 70 ans, elles ont été mesurées dans des géométries quasi-unidimensionnelles : entre deux plans, une sphère et un plan. Aujourd'hui, la théorie et les expériences ont progressé conjointement pour atteindre des niveaux de compréhension quasi-métrologiques.

L'enjeu est important, car les forces de Casimir sont par essence une conséquence directe de la description du champ par l'électrodynamique quantique, et toute déviation pourrait suggérer



une faille dans la théorie (pourtant extrêmement robuste jusqu'à présent). Jusqu'à présent, les forces de Casimir ont toujours été mesurées comme étant attractives dans le vide dans des géométries quasi-1D utilisées jusque-là. Des développement récents, notamment numériques réalisés en 2010 dans le groupe de Johnson [1] ont commencé à pouvoir simuler des configurations nouvelles et à la grande surprise de la communauté, il a été démontré que la force de Casimir entre une aiguille et un trou foré dans un plan métallique pouvait devenir verticalement et latéralement répulsive lorsque l'aiguille était placée au-dessus du trou. Les forces annoncées étaient relativement faibles, environ 10 aN pour une aiguille de 20 nm de diamètre, 320 nm de long et placée environ 100 nm au-dessus du trou comparé à environ 0.1 pN pour les mesures sur les structures classiques [107, 57], c'est pourquoi cette prédiction n'a pas pu être vérifiée expérimentalement. La géométrie du nanofil se rapproche naturellement de celle d'une aiguille (de taille finie dans l'article), et l'observation de ces forces de casimir latéralement répulsives a été un objectif emblématique des travaux de l'équipe ces dernières années, réalisé en collaboration avec le groupe de Serge Reynaud du LKB.

Afin d'observer les forces de Casimir, il est nécessaire de travailler dans le vide électromagnétique. Si l'échantillon était parfait, complètement homogène et exempt de contaminants, joints de grain, etc. il suffirait d'ajuster son potentiel pour annuler le champ électromagnétique à sa périphérie. Cependant, cette situation idéale n'existe pas dans la réalité, et comme on a pu l'observer avec des nanofils, il existe de forts champs résiduels à leur surface, qui ne peuvent être compensés complètement avec le seul potentiel de contrôle de l'échantillon : en effet, si le champ produit par la nanostructuration n'est pas localement orienté dans la même direction que le champ résiduel, on ne pourra jamais l'annuler complètement. Cette situation est donc spécifique aux géométries non quasi-1D : dans ces dernières, on peut toujours compenser le champ résiduel à cause de la forte symétrie du système, et les imperfections dues aux champs résiduels apparaissent comme une correction à appliquer aux mesures, basée sur une étude statistique de ces potentiels résiduels. Ce n'est plus le cas dans notre géométrie, où il va falloir compenser beaucoup plus fortement ces champs résiduels, grâce à l'emploi de plusieurs électrodes de contrôle. Pour cela, il va être nécessaire de mettre en place une méthodologie nouvelle, qui sera décrite dans ce chapitre.

Nous allons dans ce chapitre étudier dans un premier temps les effets de la force électrostatique sur le nanofil. Notamment, nous allons l'utiliser pour venir sonder la surface de nos échantillons, leur topographie, mais aussi à leurs imperfections naturelles comme les joints de grain.

Nous allons ensuite exposer une première approche pour tenter de compenser au mieux les forces électrostatiques. Cette méthode est basée sur une cartographie des champs de force réalisée à différentes tensions d'échantillon, suivie d'une analyse statistique visant à retrouver la tension de compensation moyenne de l'échantillon. Cette méthode permet de réaliser une compensation partielle du champ électrostatique et permet d'obtenir une pré-estimation des forces résiduelles, dont les forces de Casimir, qui bien souvent permet d'obtenir un champ de force en accord avec la phénoménologie attendue, mais ne peut en aucun cas être considérée comme une mesure quantitative.

C'est pour tenter d'aller au-delà et de réaliser une meilleure compensation des champs résiduels que nous avons développé de nouveaux échantillons permettant de générer des champs électrostatiques réglables en intensité et en direction grâce à plusieurs jeux d'électrodes externes entourant la structure d'intérêt. On terminera le chapitre par la présentation d'une méthodologie permettant une compensation plus complète des champs résiduels, grâce à l'emploi de plusieurs

électrodes de contrôle. Nous la mettrons en œuvre dans la mesure des forces électrostatiques et de Casimir au-dessus d'une tranchée étendue latéralement, dans une configuration invariante par translation, permettant de se limiter à deux électrodes de compensation. Comme nous ne mesurons pas des forces, mais des gradients de force, il sera nécessaire de réaliser des intégrations spatiales des gradients mesurés, ce pourquoi nous présenterons une validation expérimentale en amont. Cette méthodologie à deux électrodes, permet de compenser les champs résiduels dans la limite où ils restent relativement homogènes sur la taille de l'extrémité du nanofil, ce qui est vrai à suffisamment grande distance des patches électrostatiques ($h > 100\,\mathrm{nm}$), mais nous a permis d'obtenir un champ de force à champ nul, en bon accord qualitatif avec les simulations numériques réalisées. Nous exposerons donc les différentes étapes de cette analyse.

2.1 Mesure de la force électrostatique au-dessus de nanostructures métalliques

2.1.1 Tenseur de Maxwell

Lorsqu'il est placé dans un champ électrostatique, le nanofil va subir une force électrostatique. La composante longitudinale $\mathrm{E}_{\parallel}$ du champ électrique va polariser le nanofil selon son axe, laissant ainsi une charge induite non nulle en bout de fil, qui va ensuite subir l'action de la composante transverse $\mathbf{E}_{\perp}$ du champ et créer une force transverse. La force subie par le bout du fil va donc s'écrire qualitativement $\mathbf{F}_{\perp} \propto \mathrm{E}_{\parallel}\mathbf{E}_{\perp}$.

Afin de calculer quantitativement la force électrostatique appliqué au fil, on doit intégrer le tenseur des contraintes de Maxwell [108] sur la périphérie du nanofil :

$$\mathbf{F} = -\oint_S \langle \mathbf{T} \rangle_t \cdot \hat{\mathbf{n}} dS \tag{2.1}$$

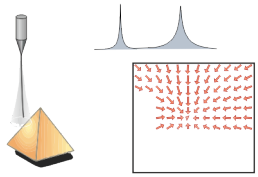
avec S la surface du nanofil, $\hat{\mathbf{n}}$ la direction normale à la surface pointant vers l'extérieur, $\mathbf{T}$ le tenseur de Maxwell et $\langle\rangle_t$ représente la moyenne temporelle. Dans notre cas électrostatique, le tenseur de Maxwell s'écrit :

$$T_{ij} = \epsilon_0 \left(\mathrm{E}_i \mathrm{E}_j - \frac{1}{2}\mathrm{E}^2 \delta_{ij} \right) \tag{2.2}$$

où ϵ_0 est la permittivité du vide. Selon les faces du nanofil et la direction de la force que l'on considère, on sera donc sensible plutôt à des termes hors-diagonaux, ou à des termes diagonaux du tenseur.

Simulations de la force électrostatique dans un champ quasi-homogène

Tout d'abord, il convient de rappeler qu'en champ homogène, les particules diélectriques ne subissent pas de force. Cependant, les particules allongées peuvent s'aligner avec un champ externe, ce qui signifie que les densités de forces électrostatiques sont non nulles uniformément et que c'est bien leur somme sur toute la surface qui se compense.



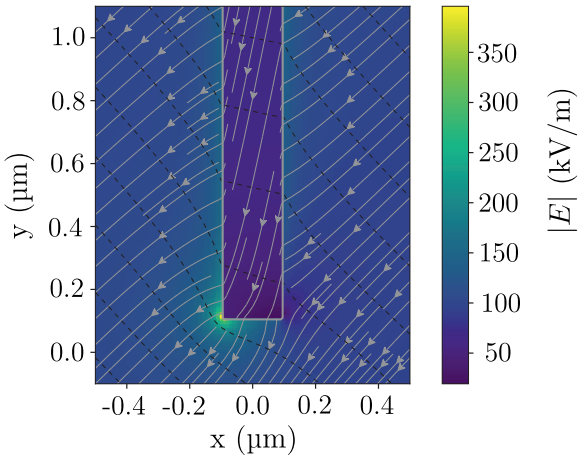


FIGURE 2.1 – Simulation du champ électrostatique aux environs de l'extrémité d'un nanofil cylindrique. L'échelle des couleurs représente la norme du champ, les lignes grises avec les flèches les lignes de champ et les lignes noires en pointillés, les iso-potentielles.

C'est aussi le cas avec nos nanofils, et nous allons dans cette section étudier la distribution surfacique des forces électromagnétiques, afin de mieux comprendre comment le nanofil va pouvoir permettre de sonder les champs électrostatiques produits par la surface.

Afin de comprendre plus précisément les variations de la force électrostatique ressentie par le nanofils en fonction de sa géométrie (longueur, diamètre, forme de l'extrémité), on a réalisé une simulation par éléments finis en trois dimensions, avec le logiciel COMSOL, de la force électrostatique appliquée sur le nanofil plongé dans un champ électrostatique homogène.

Pour cette simulation, un cylindre de rayon R et de longueur L est placé dans un champ homogène de direction θ. Les paramètres R, L et θ sont tous les trois modifiables, ce qui permet d'étudier la force électrostatique pour différents rayons et longueurs de nanofil ainsi que pour différentes directions de champ homogène. Le champ total est représenté sur la Figure 2.1, pour un angle d'incidence de 45°. On constate qu'il est relativement homogène autour du corps du nanofil, et qu'en bout de fil, on observe un renforcement ou une baisse si on l'évalue dans la direction du champ externe ou bien perpendiculairement. Les effets de pointes sont également bien visibles et sont fortement corrélés à la courbure du bout du nanofil. La force transverse est ensuite calculée en utilisant seulement la moitié inférieure du nanofil.

On réalise une première simulation de la force en utilisant un cylindre de rayon $R = 200\,\mathrm{nm}$ pour différentes longueurs et avec un champ homogène dont la direction varie dans le plan vertical XY. On a représenté dans la Figure 2.2 les résultats de cette simulation.

La norme de la force transverse présente une dépendance angulaire quadratique ($\mathrm{F} \propto \cos^2(\theta)$) et s'annule lorsque le champ électrique est perpendiculaire ou parallèle au nanofil. On retrouve bien la dépendance de la force au produit $\mathbf{E}_\perp \mathrm{E}_\parallel$ en bout de fil. Cependant, la force totale dépend de la longueur du nanofil et ne varie quasiment plus lorsque la longueur dépasse de $10\,\mu\mathrm{m}$.

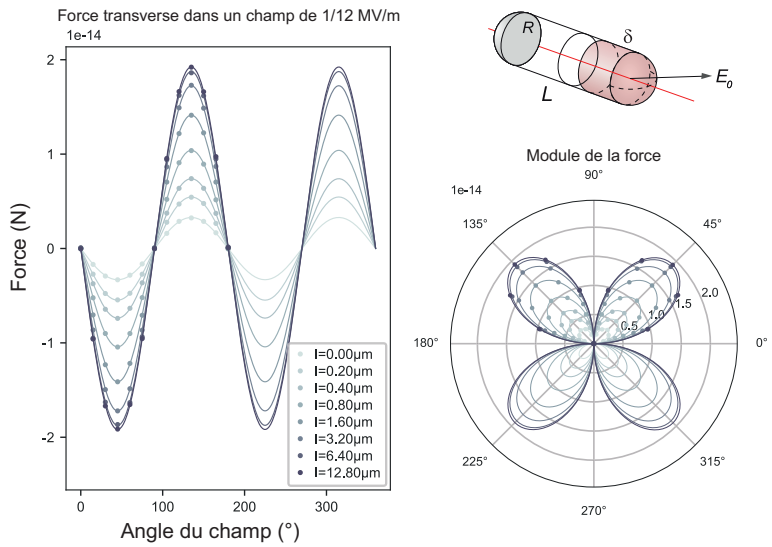


FIGURE 2.2 – Simulation de la force électrostatique appliquée sur la moitié d'un cylindre de longueur L variable, plongé dans un champ électrostatique dont la direction varie entre 0 (parallèle au fil) et 2π. L'extrémité du fil est une demi-sphère de rayon $R = 200\,\text{nm}$ dont on a mis la représentation en haut à droite. À gauche sont représentées les variations de l'amplitude de la composante transverse de la force pour chaque longueur de cylindre selon l'angle du champ appliqué. On remarque que la force sature lorsque le cylindre atteint la dizaine de microns. À droite les mêmes courbes sont représentées de façon polaire.

Les effets de saturation de la force avec la longueur proviennent du fait que le champ électrique externe homogène est modifié localement par le nanofil comme le montre la Figure 2.1. L'extrémité du nanofil va, selon sa forme, impacter le champ à sa surface, mais la force totale ressentie, ne dépendra que du produit $\mathbf{E}_\perp \mathrm{E}_\parallel$ dans les configurations étudiées.

Calcul analytique pour la demi-sphère

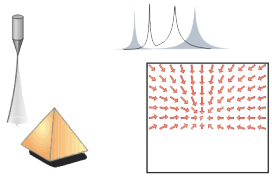
Pour vérifier les prédictions des simulations numériques qui nous ont servi à étudier la dépendance des forces selon la géométrie du nanofil, nous avons vérifié que nous retrouvions les mêmes résultats dans le cas analytique d'une sphère plongée dans un champ homogène. Une sphère diélectrique placée dans un champ homogène $\mathrm{E}_0\mathbf{e}_0$ se polarise selon la direction $\mathbf{e}_0$. Cette polarisation génère des charges surfaciques générant un champ électrique supplémentaire qui s'ajoute au champ total. Le champ extérieur à la sphère s'écrit alors :

$$\mathbf{E} = \mathrm{E}_0\mathbf{e}_0 + \mathrm{E}_{\text{pola}} R^3 \frac{3(\mathbf{e}_r \cdot \mathbf{e}_0)\mathbf{e}_r - \mathbf{e}_0}{r^3} \tag{2.3}$$

où $\mathbf{e}_r$ représente le vecteur radial défini dans l'espace de la demi-sphère du bas, $\mathrm{E}_{\text{pola}} = \mathrm{E}_0 \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2}$ avec ϵ_r la permittivité relative du SiC, R le rayon de la sphère et r la distance par rapport au centre de la sphère. On reconnaît le champ externe et un champ dipolaire induit.

Afin de calculer la force électrostatique appliquée sur le nanofil, on ne s'intéresse qu'à la demi-sphère du bas qui représente l'extrémité libre du nanofil. On pose $\mu = \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2}$, ainsi le champ à la périphérie de la demi-sphère s'écrit :

$$\mathbf{E}/\mathrm{E}_0 = (1 - \mu)\mathbf{e}_0 + 3\mu(\mathbf{e}_r \cdot \mathbf{e}_0)\mathbf{e}_r \tag{2.4}$$



Les vecteurs $\mathbf{e}_0$ et $\mathbf{e}_r$ décomposés dans la base sphérique de la demi-sphère s'écrivent :

$$\mathbf{e}_0 = \begin{pmatrix} \cos(\theta_0) \\ \sin(\theta_0) \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \mathbf{e}_r = \begin{pmatrix} \cos(\theta) \\ \sin(\theta)\cos(\phi) \\ \sin(\theta)\sin(\phi) \end{pmatrix} \tag{2.5}$$

La force électrostatique appliquée à la demi-sphère s'écrit alors :

$$\mathbf{F} = -\epsilon_0 \int_S (-\frac{\mathrm{E}^2}{2}\mathbf{e}_r + (\mathbf{E}\cdot\mathbf{e}_r)\mathbf{E})dS \tag{2.6}$$

avec $dS = R^2\sin(\theta)d\theta d\phi$. Les deux termes de cette intégrale peuvent s'écrire :

$$\begin{aligned} \mathrm{E}^2/\mathrm{E}_0^2 &= (1-\mu)^2 + \mu(6+3\mu)(\mathbf{e}_r\cdot\mathbf{e}_0)^2 \\ \mathbf{E}\cdot\mathbf{e}_r &= (1+2\mu)\mathrm{E}_0(\mathbf{e}_r\cdot\mathbf{e}_0) \end{aligned} \tag{2.7}$$

ce qui permet de développer l'intégrale précédente :

$$\begin{aligned} \mathbf{F} = -\epsilon_0\mathrm{E}_0^2 \int_S \Big(&(1+2\mu)(\mathbf{e}_0\cdot\mathbf{e}_r)\big((1-\mu)\mathbf{e}_0 + 3\mu(\mathbf{e}_r\cdot\mathbf{e}_0)\mathbf{e}_r\big) \\ &- \frac{1}{2}\big((1-\mu)^2 + \mu(6+3\mu)(\mathbf{e}_r\cdot\mathbf{e}_0)^2\big)\mathbf{e}_r\Big)dS \end{aligned} \tag{2.8}$$

Finalement en réalisant l'intégration en coordonnées sphériques avec $\theta : 0 \to \pi/2$, on obtient les deux composantes de la force électrostatique :

$$\mathbf{F}_\perp = -\epsilon_0\pi R^2 \frac{9(\epsilon_r+1)^2}{4(\epsilon_r+2)^2}\mathrm{E}_\parallel\mathbf{E}_\perp \approx -1.88\epsilon_0\pi R^2\mathrm{E}_\parallel\mathbf{E}_\perp \tag{2.9}$$

$$\begin{aligned} \mathrm{F}_\parallel &= -\epsilon_0\pi R^2\left(\frac{-9(\epsilon_r^2+2\epsilon_r+3)}{8(\epsilon_r+2)^2}\mathrm{E}_\perp^2 + \frac{9(\epsilon_r^2+2\epsilon_r-1)}{4(\epsilon_r+2)^2}\mathrm{E}_\parallel^2\right) \\ &\approx -\epsilon_0\pi R^2\left(0.59\mathrm{E}_\perp^2 + 1.21\mathrm{E}_\parallel^2\right) \end{aligned} \tag{2.10}$$

où on a pris $\epsilon_r \approx 9.7$ pour le SiC.

Le calcul réalisé ici donne une expression analytique exacte de la force électrostatique sur une demi-sphère. La force transverse est bien proportionnelle au produit des composantes du champ comme le laissait penser la simulation avec Comsol.

Les simulations affichées dans la Figure 2.3.a ont été réalisées en allongeant la demi-sphère pour la transformer progressivement en un bâtonnet arrondi. On voit que la force totale sature lorsque la longueur du nanofil dépasse quelques micromètres, et que la contribution de la face inférieure reste toujours d'au moins 50% de la force totale. On a également varié la forme de la pointe : en testant un cylindre où on a arrondi les angles ($R_c = 20\,\mathrm{nm}$) : la force est plus intense au départ, mais converge vers une valeur identique pour des géométries plus allongées, ce qui signifie que la forme exacte du nanofil n'aura que peu d'impact dans cette situation de champ homogène. En pratique, ce ne sera plus le cas, car les champs varieront rapidement avec la distance à l'échantillon. Ainsi, on retiendra qu'en champ homogène, la force latérale s'exprime :

$$|\mathbf{F}_\perp| \approx 8.8\epsilon_0\pi R^2\mathrm{E}_\parallel\mathbf{E}_\perp \tag{2.11}$$

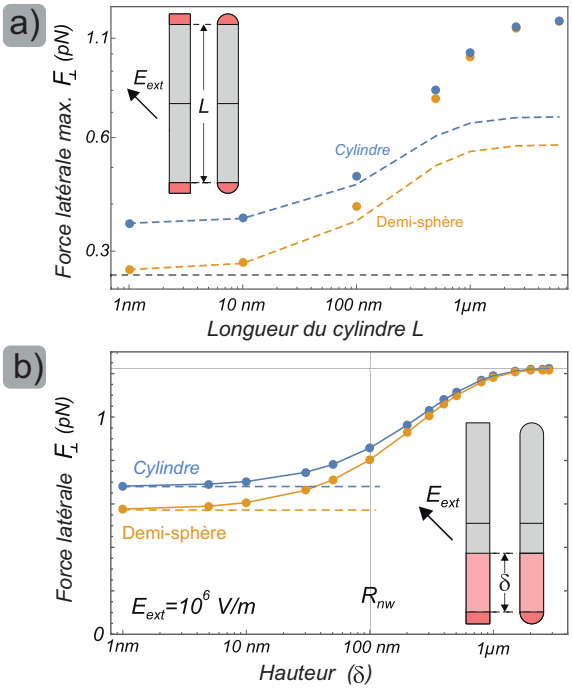


FIGURE 2.3 – Des simulations ont été réalisées sur deux cylindres avec des extrémités différentes, une extrémité cylindrique représentée sur le cylindre de gauche (points bleus, 10 nm d'arrondi) et une extrémité en forme de demi-sphère représentée sur le cylindre de droite (points oranges) a) Simulation de la variation de la force électrostatique transverse appliquée sur la moitié du cylindre en fonction de sa longueur L. On représente en pointillés la force générée par l'extrémité basse du cylindre (rouge) et avec des points la force intégrée sur la moitié basse. On remarque que l'extrémité représente au minimum 50% de la force électrostatique appliquée sur la moitié du cylindre. b) La même simulation est réalisée en faisant varier la hauteur δ (représentée en rouge clair sur les cylindres) sur laquelle est intégré le tenseur de Maxwell. La ligne verticale en pointillés représente le rayon des cylindres (100 nm), le champ appliqué et de 1 MV/m et est orienté à 45°.

Afin de mieux comprendre la localisation des forces électrostatiques le long du nanofil, une simulation est réalisée pour deux cylindres de rayon $R = 100$ nm et de longueur fixe $L = 6$ µm dans un champ homogène à 45°. Le premier cylindre a ses extrémités en forme de demi-sphère et le second est rectangulaire avec un petit arrondi de 10 nm ajouté à ses bords. La force transverse est simulée sur chaque type de nanofil en intégrant le tenseur de Maxwell sur la face inférieure (rouge sombre) et sur une hauteur δ de la partie cylindrique (rouge clair) variant de 0 à $\frac{L}{2}$ comme le montre la Figure 2.3.b.

On observe que la force électrostatique est largement localisée en bout de fil, et qu'elle atteint 90% de la force totale pour $\delta \approx 3R$. Ainsi, dans un champ homogène, les nanofils en SiC subissent une force électrostatique essentiellement localisée à ses extrémités. Si on ajoute le fait que la sensibilité locale en force du nanofil est maximale à son extrémité libre, cela renforce encore plus que le fait que lorsque le champ externe est relativement homogène sur la taille du fil, ce dernier va uniquement sonder les effets du champ à son extrémité libre.

Cependant les champs électrostatiques réels générés par nos échantillons nanostructurés sont généralement inhomogènes et baissent rapidement lorsqu'on s'éloigne de la surface. Les

simulations précédentes permettent de définir un domaine de validité pour exploiter le nanofil en tant que sonde de champs électrostatiques. On peut considérer la mesure comme ponctuelle si le champ électrique externe est suffisamment homogène transversalement sur la largeur du nanofil. On verra par la suite que les nano-structurations employées sont souvent comparables ou plus grandes que le diamètre de nos nanofils (300-1000 nm ¿ 200 m), cependant les champs résiduels provenant des joints de grain, varient à une échelle beaucoup plus petite (50 nm typiquement), ce qui va nous empêcher d'exploiter nos mesures de force quantitativement à trop courte distance.

2.1.2 Cartographie de la force électrostatique

En utilisant une double boucle à verrouillage de phase, nous pouvons mesurer en temps réel les variations des fréquences de résonance du nanofil et donc remonter de manière robuste à la divergence du champ de force mesuré, comme présenté section 1.1. Les mesures de la divergence de la force électrostatique ont été réalisées sur différents échantillons métalliques nanostructurés, présentés sur la Figure 2.4. Nous avons commencé cette étude par la cartographie de disques de Permalloy (NiFe) de diamètre microniques et d'épaisseur 50 nm. Ceux-ci sont recouverts d'une fine couche d'or connectée électriquement afin de contrôler le potentiel nanofil-échantillons.

Par la suite, nous nous concentrerons sur des structures de types trous et tranchées de quelques centaines de nanomètres creusées au Sonde Ionique Focalisée (*Focused Ion Beam*, FIB) au gallium dans un film métallique de 100 nm.

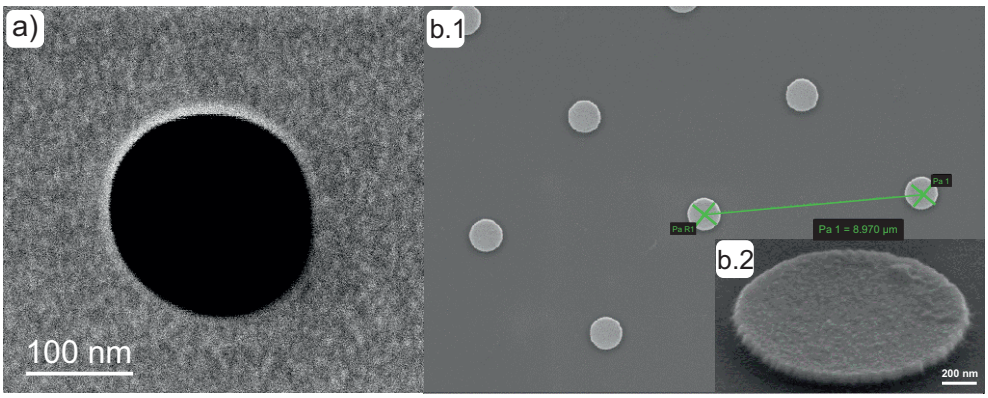


FIGURE 2.4 – Images au microscope électronique à balayage des différents échantillons utilisés pour les mesures. a) Image d'un trou d'environ 200 nm de diamètre creusé au FIB par J.-F. Motte et G. Julie. b) Image de la matrice de disques en Permalloy recouverte d'or (1) et un zoom sur un seul disque (2). Les disques sont espacés d'environ 10 µm et ont un diamètre de 1.5 µm.

On représente Figure 2.5 les cartes de divergence de la force électrostatique obtenues à environ 300 nm au-dessus d'un disque pour différentes tensions nanofil-échantillon variant de 0 V à 0.7 V. L'échelle de couleur est la même pour toutes les cartes. On observe à la fois une variabilité spatiale qui permet d'identifier le disque, ainsi qu'une forte dépendance de la divergence selon la tension de contrôle.

Spatialement, la force électrostatique varie fortement sur le périmètre du disque, là où les champs électriques sont les plus intenses par effet de pointe. La variation en fonction de la

tension présente principalement une dépendance non-linéaire semblant symétrique par rapport à une tension extrémale située entre 0.17 et 0.34 V.

À partir de la modélisation la force électrostatique appliquée au nanofil présentée précédemment dans ce chapitre, nous pouvons modéliser les différentes composantes de la divergence que l'on voit apparaître dans la mesure précédente.

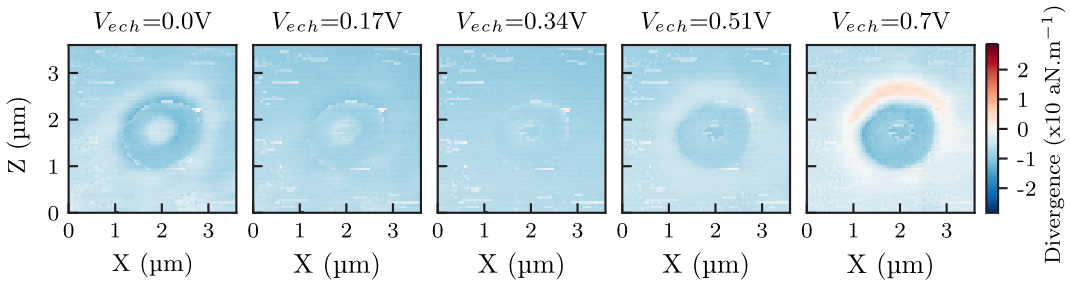


FIGURE 2.5 – Cartes de divergence réalisées avec une double PLL au-dessus d'un disque en Permalloy pour différentes valeurs de tension d'échantillon. Les cartes ont été réalisées dans le plan XZ à une hauteur de 300 nm approximativement, elles ont une taille de 3.4 x 3.4 µm et ont la même échelle de couleur.

Le champ électrique généré par l'échantillon peut se décomposer en trois sources distinctes. La première provient du champ qui s'établit entre la pointe en Tungstène portant le nanofil et la surface. Si la surface est parfaite, iso-potentielle, le champ sera structuré spatialement par la topographie de l'échantillon. Il va dépendre linéairement de la tension appliquée à l'échantillon et nous le noterons $\mathbf{E}_V(V)$. À cause de la différences de travail de sortie des électrons entre l'or de l'échantillon et la pointe en tungstène, ces champs peuvent être non nuls à tension nulle.

La surface d'un métal est généralement constituée de grains cristallins de quelques dizaines de nanomètres de diamètre dont l'orientation cristalline varie arbitrairement d'un grain à l'autre, générant un champ résiduel local très intense qui va s'établir entre les grains. En effet, les différences d'orientations cristallographiques des grains induisent une variation locale du potentiel d'extraction de quelques dizaines de millivolts [109, 110, 111]. Rapporté à la distance inter-grains cet effet produit des champs transverses au nanofil pouvant atteindre 10^6 V/m. Ces inhomogénéités électrostatiques sont souvent appelées *patchs* électrostatiques, en incluant toutes les autres imperfections de la surface (contaminants, etc.). Le champ résiduel qu'ils créent est donc indépendant de la tension appliquée, nous le noterons $\mathbf{E}_{\text{res}}$.

Finalement, nous verrons qu'à ces champs classiques et quasi-statiques, viennent se rajouter les fluctuations du champ électromagnétique, et en particulier les fluctuations quantiques qui sont responsables de la force de Casimir que nous étudierons par la suite. Notons que nous n'avons pas observé de variabilité lente notable sur des échelles de temps de quelques minutes à heures des effets de patch, ce qui suggère que les fluctuations lentes du paysage électrostatique résiduel sont négligeables. Pour ce qui concerne les fluctuations rapides des champs résiduels, elles vont se moyenner quadratiquement comme les fluctuations quantiques, et nous n'aurons malheureusement pas de moyen immédiat de les évaluer. C'est bien sûr le cas dans toutes les expériences de Casimir réalisées jusqu'à présent. Cependant, aux dimensions auxquelles nous allons travailler, avec des tailles caractéristiques de quelques centaines de nanomètres, correspondant à des longueurs d'onde optiques, les forces de Casimir sont en général dominées par la densité de bruit présent à ces fréquences, qui souffrent peu des fluctuations parasites ou d'un peuplement thermique notable.

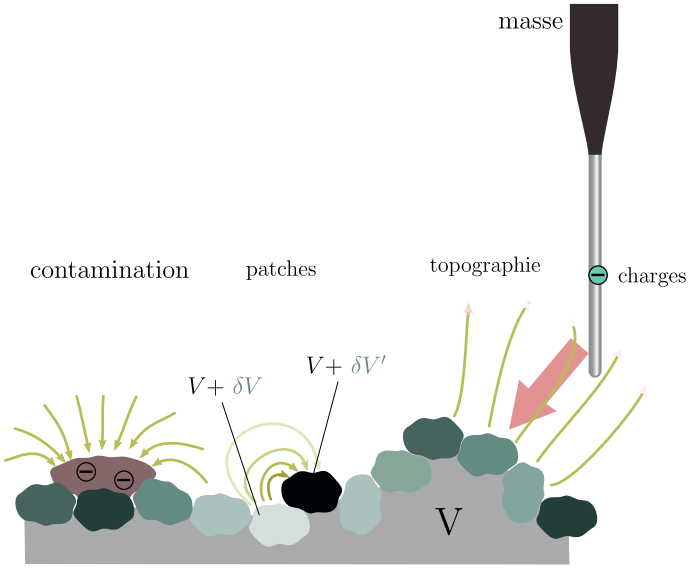


FIGURE 2.6 – Schéma présentant les différentes sources de variation du champ électrique à la surface d'un échantillon.

Si on oublie pour l'instant les fluctuations quantiques du champ électromagnétique, on peut décomposer le champ électrostatique total en la somme du champ généré par la topographie $\mathbf{E}_V$ et un champ résiduel $\mathbf{E}_{\text{res}}$ indépendant de la tension. En injectant cette décomposition dans la forme quadratique de la force transverse présentée au début du chapitre, on obtient :

$$\begin{aligned}\mathbf{F}_\perp &\propto (\mathbf{E}_{V,\perp} + \mathbf{E}_{\text{res},\perp})(\mathrm{E}_{V,\parallel} + \mathrm{E}_{\text{res},\parallel}) \\ &\propto \mathbf{E}_{V,\perp}\mathrm{E}_{V,\parallel} + \mathbf{E}_{V,\perp}\mathrm{E}_{\text{res},\parallel} + \mathrm{E}_{V,\parallel}\mathbf{E}_{\text{res},\perp} + \mathbf{E}_{\text{res},\perp}\mathrm{E}_{\text{res},\parallel} \\ &\propto \boldsymbol{\alpha}V^2 + \boldsymbol{\beta}V + \boldsymbol{\gamma}\end{aligned} \tag{2.12}$$

où $\mathbf{E}_{V,\perp} = \boldsymbol{\alpha}_\perp V$, $\mathrm{E}_{V,\parallel} = \alpha_\parallel V$, $\boldsymbol{\alpha} = \boldsymbol{\alpha}_\perp \alpha_\parallel$, $\boldsymbol{\beta} = \boldsymbol{\alpha}_\perp \mathrm{E}_{\text{res},\parallel} + \alpha_\parallel \mathbf{E}_{\text{res},\perp}$ et $\boldsymbol{\gamma} = \mathbf{E}_{\text{res},\perp}\mathrm{E}_{\text{res},\parallel}$. Nous observons donc que la partie *topographique* crée une force électrostatique présentant une dépendance parabolique à la tension appliquée. Les champs résiduels rajoutent d'abord une contribution linéaire en V, qui va à la fois déplacer le minimum des paraboles et modifier la valeur de leur extremum. Lors de nos mesures, nous mesurons la divergence de la force qui est de la forme :

$$\mathrm{div}(\mathbf{F}_\perp) \propto \mathrm{div}(\boldsymbol{\alpha})\, V^2 + \mathrm{div}(\boldsymbol{\beta})\, V + \mathrm{div}(\boldsymbol{\gamma}) \tag{2.13}$$

afin de simplifier les notations, on notera $\alpha_{\text{div}} = \mathrm{div}(\boldsymbol{\alpha})$, $\beta_{\text{div}} = \mathrm{div}(\boldsymbol{\beta})$ et $\gamma_{\text{div}} = \mathrm{div}(\boldsymbol{\gamma})$.

Topographie de l'échantillon

Le champ électrique de contrôle pilotable par la tension extérieure, est fortement structuré par la topographie de l'échantillon. On peut considérer en première approximation que le champ généré par une structure géométrique décroît sur une distance comparable au rayon de courbure de celle-ci. Cette partie du champ va donc décroître sur une centaine de nanomètres au-dessus des trous et disques que nous avons observés. Ces dimensions sont légèrement supérieures à la taille du nanofil, on peut don s'attendre à ce que le terme quadratique donne une bonne image de la topographie de l'échantillon et que ces signaux se propagent à bonne distance de l'échantillon.

L'étude de ce terme est réalisée en effectuant une carte de divergence durant laquelle la tension appliquée à l'échantillon a été variée en chaque point de l'espace. Un ajustement quadratique des paraboles obtenues en chaque point spatial permet alors de déterminer le terme α_{div}. Deux cartes de la composante quadratique en tension de la divergence sont représentées Figure 2.7. À gauche, on représente la carte obtenue au-dessus d'un disque de 1 µm de diamètre et à droite la carte obtenue au-dessus d'un trou de 400 nm de large. Les cartes ont été réalisées à des hauteurs différentes (300 contre 80 nm), ce qui explique en partie pourquoi les valeurs du terme quadratique diffèrent autant entre les deux cartes.

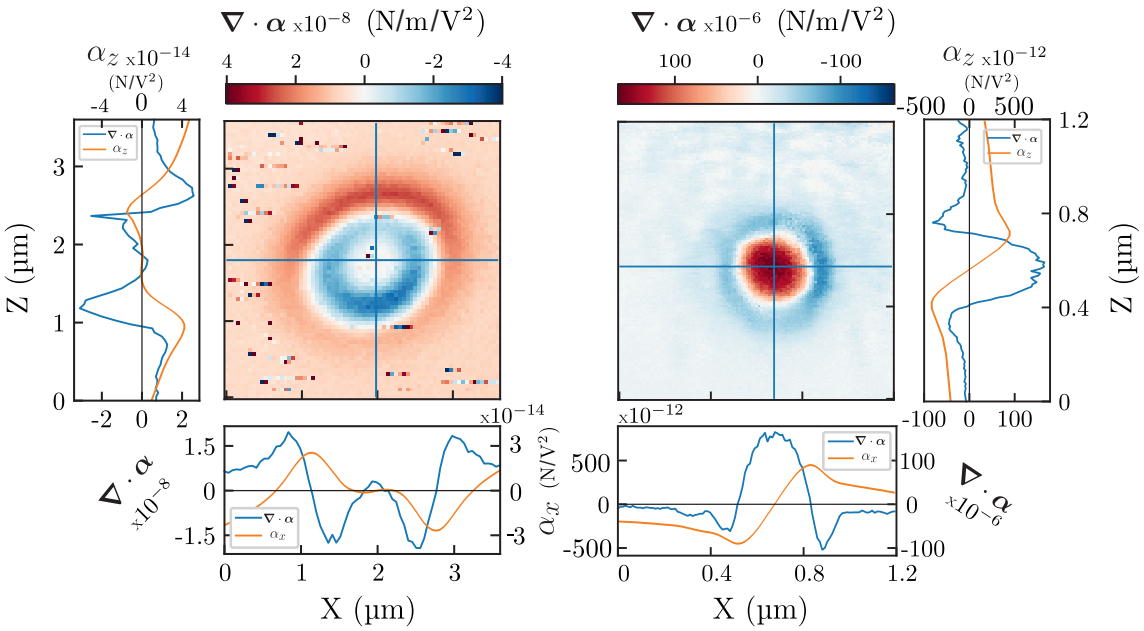
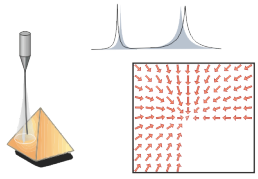


FIGURE 2.7 – Cartes mesurées dans le plan XZ de la dépendance quadratique de la divergence avec la tension d'échantillon au-dessus d'un disque en Permalloy (gauche) et au-dessus d'un trou (droite). Sur les côtés des cartes, sont représentées en bleu les coupes de cette carte selon les deux lignes bleues affichées dessus et en orange l'intégration spatiale de ces coupes. Les intégrations spatiales sont représentées sur la même échelle que les coupes.

On retrouve sur ces cartes une force très structurée par les bords des échantillons. On constate ainsi sur les cartes et leurs coupes que l'anneau sur lequel la divergence passe par zéro correspond précisément au diamètre du disque (1.5 µm) et du trou (400 nm). Le profil de la divergence est cependant inversé entre les deux nanostructures. Le nanofil est attiré au centre du disque, tandis qu'il est repoussé du centre du trou.

Les courbes oranges sont obtenues par intégration des gradients de force et représentent donc la force latérale mesurée, en supposant qu'elle s'annule au centre des nanostructures : on peut ainsi visualiser la variation de la force selon x pour la coupe horizontale et selon z pour la coupe verticale (Les échelles sont les mêmes que pour la divergence). Il est à noter que la force ne s'annule pas totalement lorsque le nanofil s'éloigne des structures. Nous interprétons cet effet en invoquant un léger écart à la perpendicularité entre le nanofil et la surface. La force, purement orientée selon $\mathbf{e}_y$ au-dessus du plan métallique uniforme aura une projection non nulle sur un des axes transverse du nanofil. Cet angle du nanofil, de quelques degrés, explique aussi l'asymétrie gauche/droite observée Figure 2.7 sur la divergence.



Sur la Figure 2.8 nous présentons une simulation électrostatique du produit des champs électriques E_xE_y générés par un trou et une protubérance, afin d'illustrer notre propos. Cette simulation a été réalisée en utilisant les fonctions de Green et montre dans un plan vertical XY le produit des composantes du champ électrostatique généré par une protubérance (à droite) et par un trou (à gauche) auxquels une tension de 1 V a été appliquée.

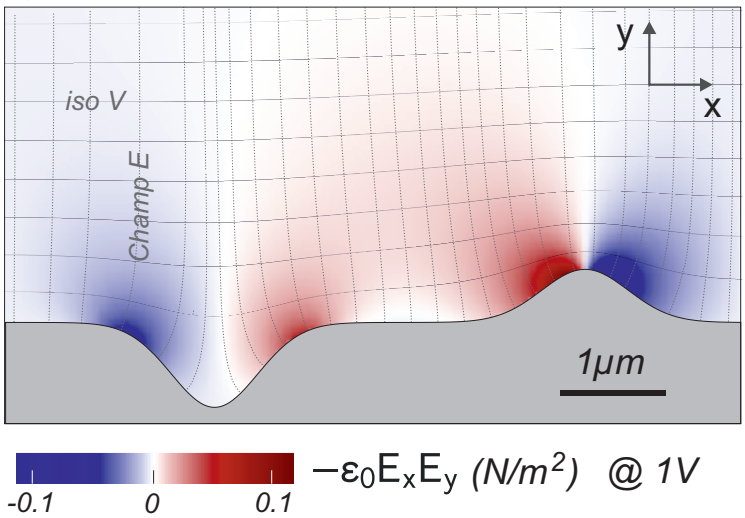


FIGURE 2.8 – Simulation du produit des composantes d'un champ électrique généré dans un plan vertical XY par un échantillon de métal de potentiel 1 V présentant un trou et une protubérance. Les lignes de champ sont représentées en pointillés, les isovaleurs de V en trait plein et l'échelle de couleur correspond au produit des composantes du champ reflétant l'évolution attendue de la force latérale F_x subie par le nanofil. On observe clairement le comportement répulsif du trou et attractif de la protubérance. On observe aussi que la modification du champ par la structuration de l'échantillon est significative sur une hauteur de l'ordre du rayon de courbure de la structure.

On retrouve ainsi les profils inversés de divergence que l'on observe expérimentalement. Ainsi, la cartographie de la composante quadratique en tension de la divergence de la force électrostatique permet donc de cartographier finement la topographie d'un échantillon. Ceci est également visible sur les zones plates de la carte de droite de la Figure 2.7, où on observe une structuration de 50 nm typiquement, qui correspond aux joints de grains (ils présentent une rugosité de surface de 1-10 nm typiquement).

Effets des champs résiduels

Le terme linéaire des paraboles est un mélange des champs résiduels et des champs créés par la tension de contrôle appliquée à l'échantillon. Ce terme provenant d'une modulation spatiale du potentiel local au-dessus de l'échantillon, il est intéressant de factoriser l'équation 2.13 afin de faire apparaître une modulation $V_0(\mathbf{r})$ du potentiel extrémal, qui est directement apparent dans les mesures :

$$\mathrm{div}(\mathbf{F}_\perp) \propto \alpha_{\mathrm{div}}(V - V_0)^2 + \lambda_{\mathrm{div}} \tag{2.14}$$

avec $V_0 = \frac{-\beta_{\mathrm{div}}}{2\alpha_{\mathrm{div}}}$ et $\lambda_{\mathrm{div}} = \gamma_{\mathrm{div}} - \frac{(\beta_{\mathrm{div}})^2}{4\alpha_{\mathrm{div}}}$ avec V_0 défini comme un potentiel local dépendant de la position. Dans les mesures traditionnelles d'EFM, le suivi de cette valeur extrémale permet d'obtenir des informations sur la structure de l'échantillon et les joints de grain par exemple,

car il est directement affecté par les variabilités des travaux de sortie. On va voir que dans notre configuration, ce potentiel de sortie nécessite une interprétation plus délicate, car il combine les champs verticaux et horizontaux, mais présente une variabilité assez étonnante au premier abord au-dessus de nos échantillons.

On représente Figure 2.9 une carte de ce potentiel V_0 mesurée au-dessus du disque. La composante quadratique de la divergence s'annulant au bord du disque, le potentiel V_0 va diverger à cet endroit tout en changeant de signe. Ces zones permettent donc de facilement localiser les bords du disque. On note que l'extremum des paraboles a pu être mesuré comme variant sur des plages de plusieurs volts en ces lieux, alors que les inhomogénéités de potentiel de sortie sont bien plus faibles. Une mesure EFM réalisée sur nos échantillons n'a d'ailleurs pas révélé de variabilité supérieure à quelques millivolts, avec une rugosité de surface de l'ordre de quelques nanomètres.

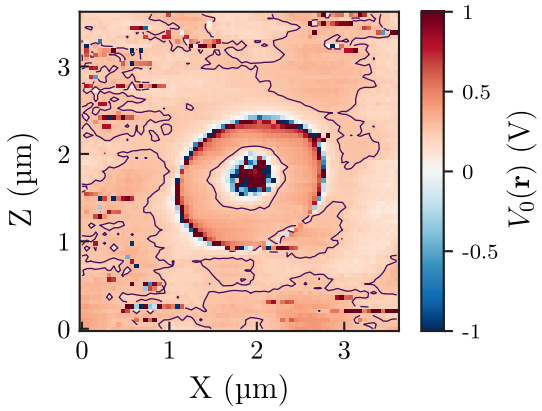


FIGURE 2.9 – Carte du potentiel extremum V_0 mesuré au-dessus du disque. On a représenté l'isovaleur $V_0 = 0.3\,\mathrm{V}$ afin de mettre en évidence les zones de tensions résiduelles différentes.

On a représenté l'isovaleur $V = 0.3\,\mathrm{V}$ avec les lignes violettes. Cette carte a été obtenue à une hauteur d'environ 300 nm, où lorsqu'on se trouve au-dessus de l'échantillon, loin du disque, le terme quadratique est relativement homogène. La variabilité observée est donc plus à attribuer aux variations des champs résiduels.

Afin d'étudier plus en détail l'influence de ces champs résiduels, la Figure 2.10 représente une succession de cartes mesurées dans le plan XZ de α_{div}, V_0 et λ_{div} réalisées au-dessus d'une surface non structurée en platine pour différentes hauteurs séparées d'environ 200 nm (le contrôle de la hauteur n'étant pas très fiable sur ces mesures très longues).

Les cartes de α_{div} (à gauche) révèlent, lorsque le nanofil est très proche de la surface, la granulosité de l'échantillon. Plus on s'éloigne de la surface plus les effets des grains du métal se moyennent pour donner une structure lisse.

Les deux autres quantités représentées sont la tension résiduelle V_0 (au centre) et la divergence résiduelle λ_{div} (à droite). Ces deux quantités montrent des structurations de mêmes tailles que celles de α_{div} lorsque proche de l'échantillon. Ils traduisent les forts champs électriques transverses qui s'établissent entre les grains. On observe en particulier que l'effet des champs résiduels se fait sentir à plus longue distance que la topographie et tend à longue distance vers une valeur moyenne non-nulle.

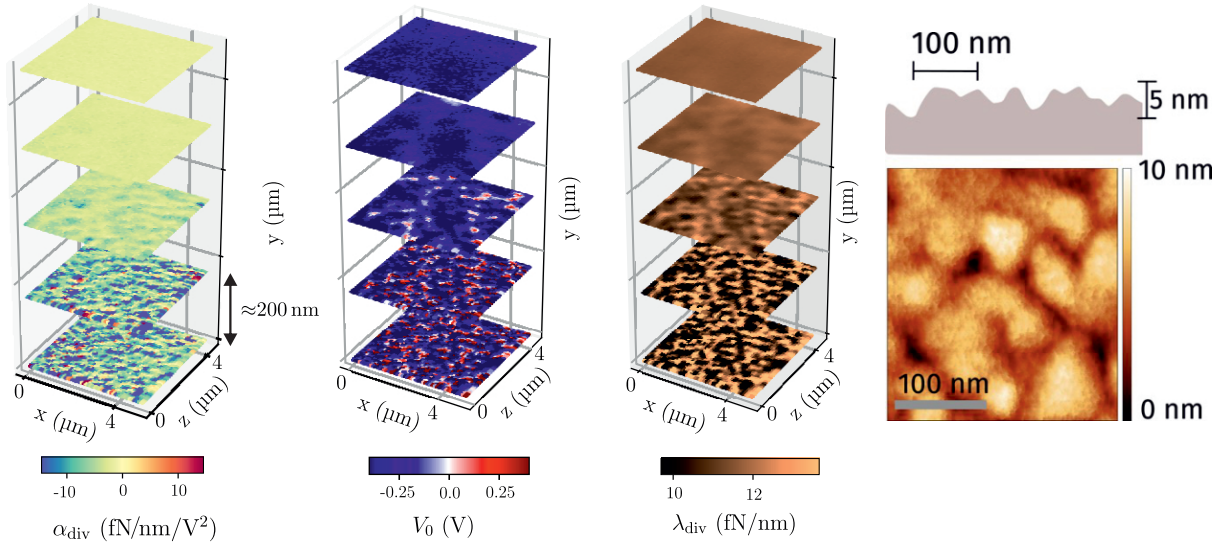


FIGURE 2.10 – Cartes de 5 x 5 µm de la composante quadratique α_{div} (gauche), de la tension résiduelle V_0 (centre) et de la composante résiduelle λ_{div} (droite) de la divergence au-dessus d'une surface uniforme de Platine. Les cartes ont été réalisées à différentes distances de l'échantillon (hauteur mal définie mais croissante) et montrent une forte structuration à courte distance, traduisant la présence de patchs électrostatiques. La structuration à courte distance présente une forte corrélation avec la topographie mesurée en AFM (à droite) qui révèle la structure des joints de grains.

On peut ainsi distinguer 2 zones de mesure distinctes. Une première proche de l'échantillon où on peut clairement observer les effets de la granulosité de l'échantillon. Les champs électriques résiduels y sont très intenses et très structurés. Une seconde plus haute où les effets de la granulosité et des patchs se sont partiellement moyennés. Les champs générés dans cette zone sont homogènes sur le diamètre du nanofil et il devrait être possible par la suite de réaliser des mesures plus quantitatives.

On comprend donc que les champs résiduels vont être trop forts à courte distance pour espérer les compenser correctement. Cela sera plus envisageable à plus grande distance, de quelques centaines de nanomètres, à condition que les nano-structurations soient également de taille comparable, leur champ de fuite évoluant sur des tailles similaires.

2.1.3 Comparaison entre les mesures de force et de gradients de force

Les analyses présentées jusqu'ici étaient basées sur la mesure des gradients de force, en exploitant l'habillage des propriétés mécaniques du nanofil par les gradients de force ressentis. Dans le cas d'une force électrostatique produite par une électrode, on peut bien sûr moduler le potentiel d'électrode et mesurer directement la force ressentie par le nanofil, et ce, à différentes positions. Comme il sera important par la suite de jongler entre les forces et les gradients, nous avons cherché à vérifier que les deux techniques de mesure donnaient des résultats comparables. C'est l'objet de cette section.

Si on est capable de moduler temporellement la force s'appliquant sur le nanofil à des fréquences de modulation proche de sa fréquence de résonance, alors il est possible de mesurer directement l'intensité et la direction de cette force résonante, comme on l'a présenté dans l'introduction.

En modulant la force aux fréquences de résonance mécaniques, l'amplitude du déplacement du nanofil résultant est amplifiée par son facteur de qualité, facilitant la détection, tandis que le nanofil permet également de mesurer l'orientation de cette force dans le plan transverse. De plus, mesurer la réponse mécanique à une force modulée permet d'isoler celle-ci des autres forces s'appliquant sur le nanofil et possiblement responsables d'un habillage supplémentaire.

En appliquant une modulation à la tension appliquée à l'échantillon $V(t) = V_{\text{ech}} + \delta V(t)$, on peut linéariser la forme quadratique de la force électrostatique :

$$\delta \mathbf{F}_{\perp}[\Omega] = 2\boldsymbol{\alpha} V_{\text{ech}}\, \delta V[\Omega] + \boldsymbol{\beta}\, \delta V[\Omega] \tag{2.15}$$

on voit donc que la force variant linéairement avec le potentiel va nous donner accès à la force quadratique tandis que l'offset sera lié aux termes croisés. L'équation 1.14 nous permet d'obtenir la relation entre la réponse du nanofil et la modulation de la force électrostatique :

$$\begin{aligned} \delta \mathbf{r}[\Omega] &= \chi[\Omega] \left.\frac{\partial \mathbf{F}_{\perp}}{\partial V}\right|_{V_{\text{ech}}} \delta V[\Omega] \\ &\equiv \chi[\Omega] \delta \mathbf{F}_{\perp}[\Omega], \end{aligned} \tag{2.16}$$

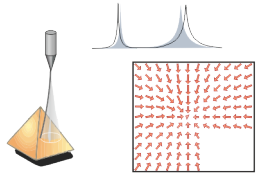
relation qui sera exploitée pour reconstruire la force ressentie à deux dimensions à partir de la réponse résonante du nanofil.

Nous présentons ici une séquence de mesure permettant une détermination simultanée de la force électrostatique et de ses gradients au-dessus d'un échantillon test : la pointe métallisée d'un levier d'AFM dont on va varier le potentiel tout en appliquant une modulation de tension. Cette mesure va permettre de comparer les gradients mesurés et ceux dérivés de la mesure de force. Nous pourrons ainsi valider la méthode d'intégration spatiale des gradients qui nous servira dans l'analyse des forces de Casimir.

Mesure simultanée de la force et de la divergence

Comme présenté sur la figure 2.11, la séquence de mesure alterne modulation de la force et mesure des fréquences de résonance du nanofil. Dans un premier temps, un laser de pompe modulé en intensité applique une force étalon sur le nanofil, ce qui permet de réaliser une boucle à verrouillage de phase, permettant de suivre les fréquences de résonance et de calculer ainsi la divergence de la force. Dans cette première phase, on n'applique pas de modulation électrostatique, mais on va varier les potentiels DC d'échantillon.

Dans un deuxième temps, la modulation du laser de pompe est éteinte et une tension modulée simultanément aux deux fréquences de résonance est appliquée à la pointe métallique. On peut ainsi mesurer le vecteur force. Cette procédure est répétée en faisant varier la différence de tension statique avec le nanofil afin de parcourir la parabole de force électrostatique. Ce protocole est alors répété en chaque point de mesure spatial selon une carte XZ horizontal au-dessus de la pointe.



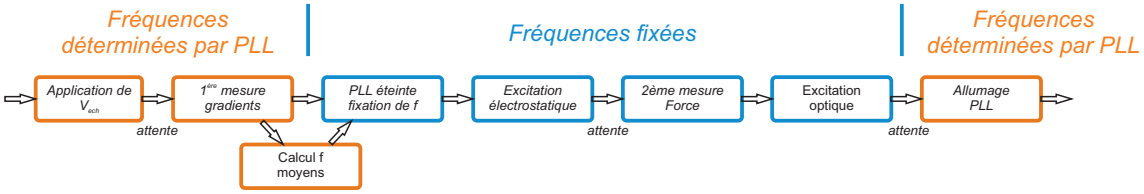


FIGURE 2.11 – Schéma représentant le protocole de la mesure simultanée de la force électrostatique et de sa divergence en un point de l'échantillon. La partie orange mesure la divergence et la partie bleue la force. Cette séquence dure environ 500 ms et est itérée pour différentes positions et tensions de contrôle.

On représente Figure 2.12 les fréquences de résonance et les réponses en amplitude et en phase du mode 1 du nanofil mesurées en un point au-dessus de la pointe métallique d'AFM. Afin de détecter de potentielles hystérésis des forces et des sauts de la PLL, la tension appliquée à l'échantillon en chaque point est variée de manière croissante d'une tension de départ jusqu'à une tension d'arrivée puis de manière décroissante jusqu'à la tension de départ. On a ainsi pour chaque tension 2 points de mesure.

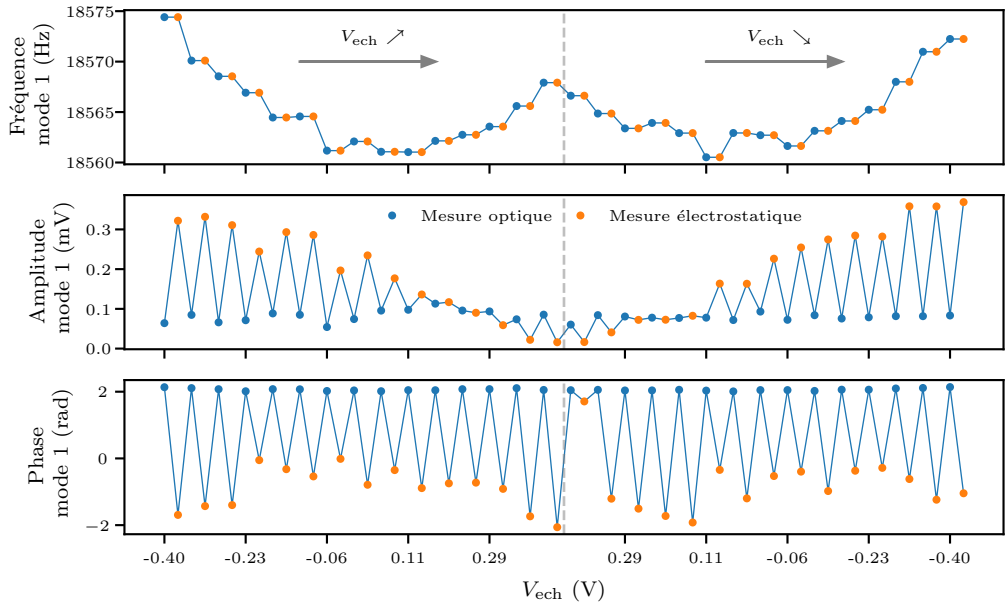


FIGURE 2.12 – Représentation simultanée des quantités mesurées sur le mode 1 du nanofil lors de l'excitation alternante électrostatique et optique en un point de l'échantillon. Le panneau du haut montre la fréquence du mode, avec en bleu la fréquence moyenne mesurée par la PLL et en orange la fréquence de modulation de la force électrostatique. Le panneau du centre donne la réponse en amplitude du nanofil pour l'excitation optique et l'excitation électrostatique et le panneau du bas la réponse en phase. Les mesures ont été réalisées en faisant varier le potentiel en aller-retour afin de pouvoir déceler de potentiels artefacts.

Le panneau central présente les amplitudes de réponse du mode 1 en projection sur le vecteur de mesure $\boldsymbol{\beta}_{\ominus}$. La valeur constante de l'amplitude mesurée lors de l'excitation optique montre que les modes de résonance du nanofil ne tournent pas ou peu [67]. Les amplitudes mesurées en

réponse de la force électrostatique varient linéairement avec la tension appliquée. Comme nous mesurons la réponse à la modulation de tension, la pente observée provient du terme $2\boldsymbol{\alpha}V_{\text{ech}}$ émergeant de la linéarisation de la force électrostatique autour du point de fonctionnement de l'équation 2.15. L'ordonnée à l'origine de la courbe renseigne également sur la valeur de $\boldsymbol{\beta}$ au point de mesure.

Finalement, le dernier panneau représente la phase mesurée pour chaque type d'excitation et chaque tension appliquée. Lors de l'excitation optique, la PLL est allumée et la phase est alors constante, car c'est la valeur de consigne de la boucle. À l'inverse la phase de la force électrostatique est elle variable à cause d'effets retardés (de type RC) ou encore du changement de la direction de la force générant une inversion de phase lorsque sa projection sur les modes propres varie.

Les mesures typiques présentées dans la Figure 2.12 sont réalisées sur le mode 1 du nanofil et sur la voie $\ominus$ de la QPD. Cependant, les projections des deux modes sur les deux voies de mesures ont été enregistrées. Ainsi, nous avons accès à :

$$\delta r^{1,2}_{\beta_{\oplus,\ominus}} = i\frac{(\delta\mathbf{F}_\perp \cdot \mathbf{e}_{1,2})(\mathbf{e}_{1,2} \cdot \mathbf{e}_{\oplus,\ominus})}{\Gamma_{1,2}\Omega_{1,2}} \tag{2.17}$$

La connaissance des directions des modes propres et des directions de mesure, permet donc de reconstruire la projection du vecteur force sur la base des modes propres et donc ensuite les composantes de la force dans la base horizontale $(x,\, z)$.

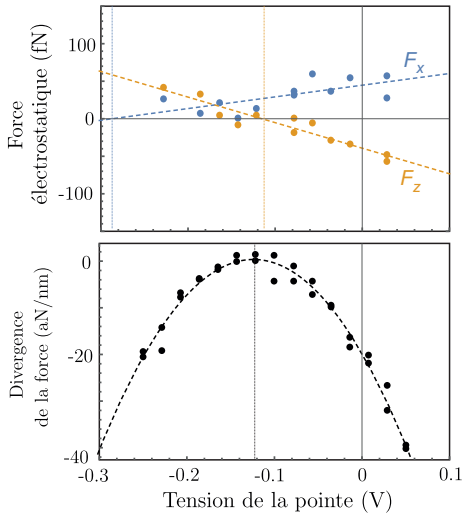
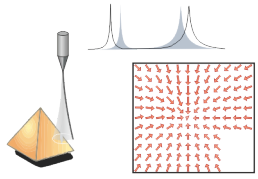


FIGURE 2.13 – Variation selon la tension appliquée à la pointe des composantes planaires de la force électrostatique (en haut) et de la divergence (en bas) en un point de mesure spatial. Les points correspondent aux mesures et les traits en pointillés à des ajustements réalisés avec une fonction affine pour la force et une fonction quadratique pour la divergence.

En appliquant cette méthode aux réponses électrostatiques typiques obtenues à la Figure 2.12 on peut avoir pour chaque tension les valeurs des composantes dans le plan de la force électrostatique ainsi qu'une mesure de la divergence du champ de force totale ressenti par le nanofil, grâce à la mesure des fréquences de la PLL. Lors de l'analyse, il y a de nombreux biais expérimentaux à vérifier : que les PLLs restent bien à résonance et compenser une éventuelle déviation, prendre en compte ou post-vérifier que les modes propres ne tournent pas trop, mesurer et prendre en compte les retards des forces optiques et électrostatiques.



Les résultats sont présentés Figure 2.13. Le graphique du haut donne les variations des composantes planaires de la force électrostatique avec la tension de la pointe en un point spatial de mesure donné. Le graphique du bas montre la variation de la divergence obtenue à la même position.

Les courbes en pointillés des deux graphiques sont des ajustements réalisés avec la formule linéaire $\delta \mathrm{F}_{x,z}/\delta V = 2\alpha_{x,z}V + \beta_{x,z}$ pour la force et quadratique $\mathrm{div}(\mathbf{F}_\perp) = \alpha_{\mathrm{div}}V^2 + \beta_{\mathrm{div}}V + \gamma_{\mathrm{div}}$ pour la divergence. On notera que l'extremum de la divergence n'est pas aligné avec le zéro d'une des composantes de la force puisque la force est une quantité locale, tandis que la divergence est une quantité non-locale, qui dépend des forces autour du point de mesure.

Comparaison force/divergence

La mesure des composantes planaires de la force électrostatique en fonction de la tension appliquée en chaque point permet de reconstruire une cartographie du champ de force électrostatique vectoriel et d'en particulier obtenir des cartes de ses composantes linéaires et résiduelles. Ces termes sont représentés sur la Figure 2.14 de manière vectorielle.

Le terme linéaire montre une force attractive vers la pointe comme attendue par la géométrie de la structure. Le terme résiduel présente les mêmes caractéristiques, ce qui indique qu'à la distance de travail de la mesure, les champs résiduels ont globalement la même structure que le champ topographique. On notera cependant des légères différences entre les deux champs de force, en particulier les deux points vers lesquels semblent converger les deux champs ne se trouvent pas exactement au même endroit. Cette différence entre les deux champs de force signifie qu'il ne sera pas possible d'annuler simultanément les différentes composantes des champs résiduels et des champs de contrôle avec une seule électrode de contrôle. C'est cette observation qui nous a conduits à développer une architecture de contrôle à plusieurs électrodes qui sera décrite par la suite.

Afin de pouvoir réaliser la comparaison force/gradients, on calcule les gradients locaux des termes linéaires et résiduels du champ de force. On utilise pour cela une dérivation locale, entre les 8 plus proches voisins du point de calcul, c'est-à-dire les mesures réalisées sur une grille de 3 x 3 points de 100 nm de maille. On dispose donc d'une carte des vecteurs force pour chaque composante transverse (F_x, F_z) des termes linéaires et résiduels de la force comme le montre la Figure 2.14. Chaque composante est ensuite ajustée avec un plan linéaire de la forme $f_{x,z} = a_x x + a_z z + b$ où a_x et a_z sont les gradients locaux selon x et z des composantes de chaque contribution à la force électrostatique.

Ces ajustements nous permettent d'obtenir en chaque point les gradients de force bidimensionnels et donc les valeurs des divergences des termes linéaires et résiduels selon la tension de contrôle de la force. On présente Figure 2.15 la comparaison des termes quadratiques de la divergence obtenus par les deux méthodes. Les deux méthodes sont en accord quantitatif, les écarts résiduels étant probablement liés à un temps de mesure un peu trop rapide, mais ce résultat permet de valider néanmoins toute la chaîne de mesure et de calibration de l'expérience.

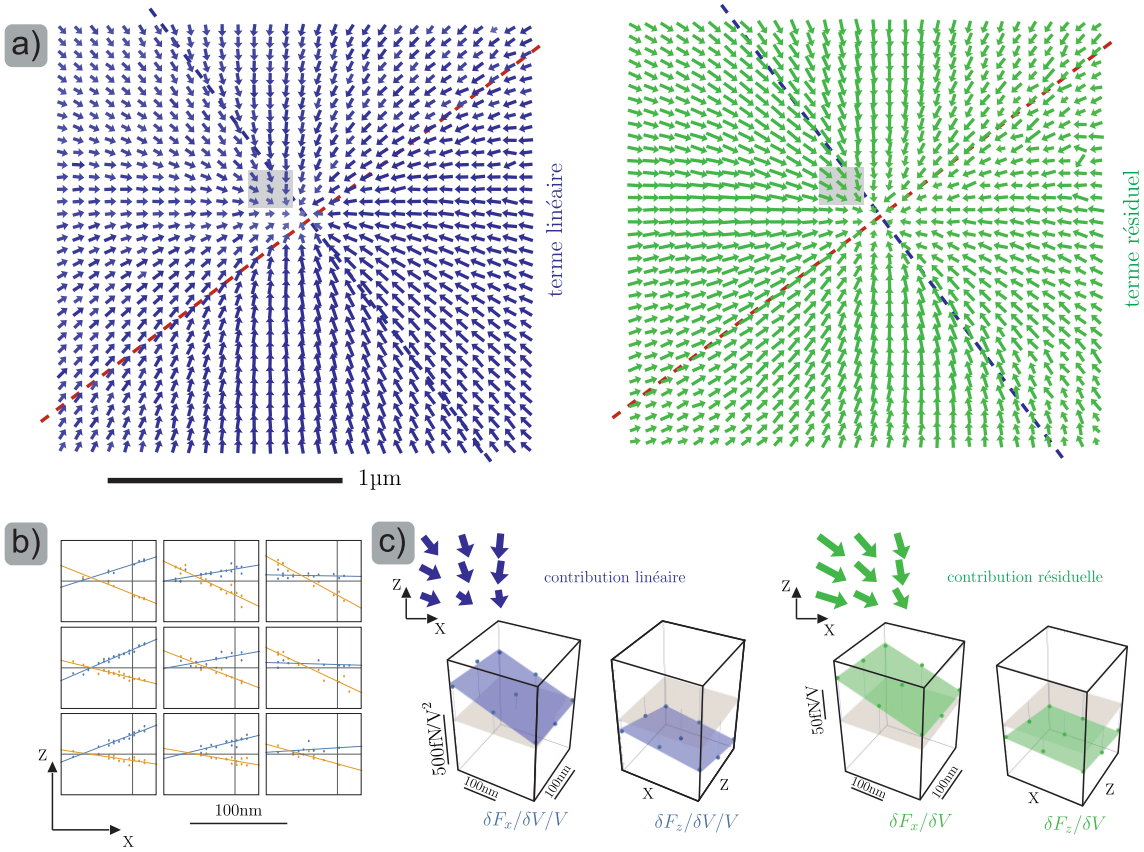
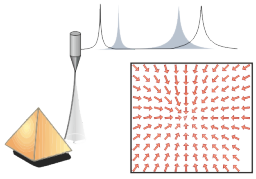


FIGURE 2.14 – a) Cartes vectorielles du terme linéaire et du terme résiduel de la force électrostatique. Ces cartes ont été obtenues en réalisant un ajustement linéaire des variations des composantes planaires de la force en chaque point. Les lignes en pointillés représentent les directions de vibration des modes 1 (rouge) et 2 (bleu) du nanofil. Afin de calculer les gradients du champ de force électrostatique, on réalise une dérivation spatiale à deux dimensions du champ de force en un point donné en utilisant les mesures réalisées sur les points adjacents, soit un ensemble de 9 points. b) Représente les variations des composantes de la force avec la tension en ces 9 positions, séparées de 100 nm. c) Les champs de force bleus et verts correspondent aux composantes linéaires et résiduelles respectivement en ces 9 positions, et pour obtenir les gradients de force locaux, on ajuste chaque composante (en x et en z), par deux plans tangents, dont les vecteurs normaux nous donnent accès aux 4 gradients de force, $\partial_{x,z}\mathrm{F}_{x,z}$ et ce pour chaque composante, linéaire et résiduelle du champ de force. On réitère ensuite cette étape de calcul en chaque point de mesure pour obtenir la carte des gradients de force.

Ceci nous assure que l'on peut mesurer des forces grâce à des mesures de réponse, ou des gradients de force grâce à la mesure des perturbations des propriétés mécaniques du nanofil causées par le champ externe et obtenir des résultats compatibles entre eux. Ce constat sera important pour valider la méthode de reconstruction du champ de force de Casimir.

On a aussi tracé une coupe selon z des 2 cartes obtenues et de celles obtenues pour $\mathrm{div}(\boldsymbol{\beta})$ et β_{div}. On observe encore une fois un bon accord entre les deux méthodes de mesure pour les deux termes. Ces mesures permettent donc d'affirmer que les gradients mesurés lors des mesures avec la PLL sont bien dominés par les gradients du champ de force électrostatique dans lequel est plongé le nanofil. De plus, la mesure de la force électrostatique via la modulation



de la tension de l'échantillon permet de déterminer précisément et de manière vectorielle les contributions quadratiques et linéaires. L'utilisation de cette méthode de mesure permet une meilleure analyse du champ électrostatique de l'échantillon et pourra être utilisée pour atteindre le vide électrostatique.

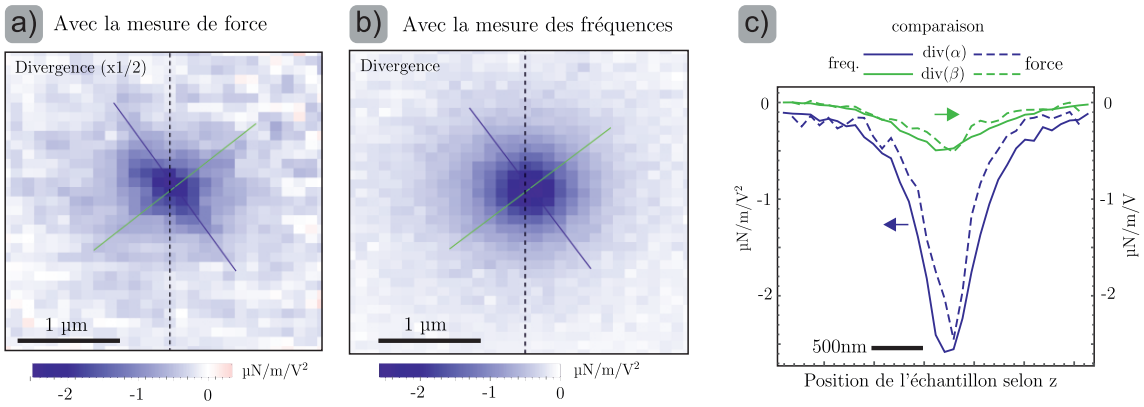


FIGURE 2.15 – On représente les deux cartes du terme quadratique de la divergence de la force électrostatique, obtenues en dérivant spatialement la force mesurée en chaque point a), et en utilisant la mesure des décalages des fréquences de résonance avec la double PLL b). Le trait vertical en pointillés montre une ligne de coupe utilisée pour une comparaison plus précise des deux mesures qui sont représentées en c). Les coupes obtenues pour le terme quadratique et linéaire de la divergence montrent un bon accord entre les deux méthodes utilisées.

2.2 Mesure de la divergence de la force de Casimir après compensation du champ électrostatique

Aux distances auxquelles nous observons les échantillons, jusqu'à une cinquantaine de nanomètres, les forces électrostatiques sont dominantes. De manière à pouvoir observer d'autres catégories d'interaction avec la surface, en particulier des forces magnétiques ou la force de Casimir, il est nécessaire de compenser localement les champs électrostatiques.

Dans cette section, nous présenterons une première tentative pour minimiser les champs électrostatiques en utilisant le seul potentiel d'échantillon, puis nous proposerons une méthode plus satisfaisante, basée sur l'emploi de plusieurs électrodes de contrôle pour compenser séparément les différentes composantes du champ électrostatique et permettant d'obtenir un champ de force résiduel en bon accord avec les prédictions numériques.

2.2.1 La force de Casimir

Notre motivation principale en cherchant à compenser la force électrostatique est de mesurer la divergence de la force de Casimir. La théorie quantique des champs, conduit à décrire le champ électro-magnétique comme présentant des fluctuations quantiques autour de sa valeur moyenne, décrite par les théories classiques de l'électromagnétisme. Ces fluctuations quantiques sont une manifestation du principe d'Heisenberg et au cœur de l'électrodynamique quantique.

Ces fluctuations sont de moyenne temporelle nulle. Cependant, la description des forces électromagnétiques exercées sur le nanofil fait appel au tenseur de Maxwell qui fait intervenir des termes quadratiques en champ qui peuvent donc être non nuls, malgré leur moyenne temporelle nulle. On comprend que si les fluctuations du champ électromagnétique autour du nanofil sont isotropes, alors les contributions de chaque facette verticale vont se compenser à zéro : ainsi le nanofil va pouvoir ressentir une force de Casimir non nulle, uniquement lorsqu'il se rapproche d'une structure qui va modifier les fluctuations du vide autour de sa périphérie.

H. Casimir décrit, en 1948, les fluctuations de point zéro des champs électromagnétiques dans un système constitué de deux plaques de métal placées en regard dans le vide et calcula la force attractive qui s'exerce sur celles-ci [51], appelée force de Casimir. D'autres approches plus générales ont ensuite vu le jour [112, 113]. En 1958 M. J. Sparnaay, montre la première observation de la force de Casimir [52], mais c'est l'équipe de U. Moheedin qui réalisa une première mesure de la force de Casimir avec une bonne précision en 1998 [107] suite à laquelle, de nombreuses expériences plus poussées ont vu le jour.

Ces développements expérimentaux ont été accompagnés par des développements théoriques de plus en plus poussés prenant en compte la température finie de l'expérience et des propriétés réelles des matériaux [57, 114], permettant de mieux comprendre les différents effets systématiques apparaissant dans ces expériences. Plus récemment, les progrès numériques ont permis de réaliser des simulations de la force de Casimir pour des géométries plus complexes et multidimensionnelles [115, 58]. En particulier le groupe de G. Johnson à l'Institut de Technologie du Massachusets (*Massachusets Institute of Technology*, MIT) a calculé en 2010 [1] la force de Casimir appliquée sur une aiguille métallique de taille finie au-dessus d'un trou foré dans une surface métallique très fine. Cette géométrie, comparée à la plupart de celles étudiées et mesurées jusqu'à présent, donne une force de Casimir répulsive qui n'a pas encore été observée.

La plupart des mesures ont étudié cette force dans des géométries sphère-plan ou sphère-sphère, c'est-à-dire dans une géométrie quasi-unidimensionnelle où la force électrostatique peut être presque parfaitement compensée grâce à l'emploi d'une seule électrode de contrôle permettant de faire le vide électromagnétique entre les deux objets en regard. Dans notre cas, le nanofil mesure une force transverse résultant du produit des champs transverses et longitudinaux. Il est donc nécessaire de réaliser une compensation complète de ces champs pour espérer réaliser une mesure quantitative des forces de Casimir dans une configuration nouvelle.

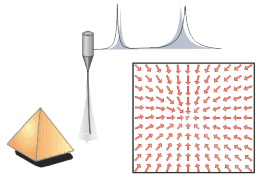
En introduisant un peu naïvement les fluctuations quantiques du champ électromagnétique $\delta\mathbf{E}$, le champ électromagnétique dans lequel est plongé le nanofil peut s'écrire :

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_V + \mathbf{E}_{\text{res}} + \delta\mathbf{E} \tag{2.18}$$

La force électromagnétique appliquée sur le nanofil se fait toujours en intégrant le tenseur de Maxwell, et on obtient :

$$\begin{aligned}\mathbf{F}_\perp &\propto \langle \mathbf{E}_\perp \mathrm{E}_\parallel \rangle_t \\ &\propto \mathbf{F}_\perp^{\text{stat}}(V) + \langle (\mathbf{E}_{V,\perp} + \mathbf{E}_{\text{res},\perp})\delta\mathrm{E}_\parallel \rangle_t + \langle (\mathrm{E}_{V,\parallel} + \mathrm{E}_{\text{res},\parallel})\delta\mathbf{E}_\perp \rangle_t + \langle \delta\mathbf{E}_\perp \delta\mathrm{E}_\parallel \rangle_t \\ &\propto \mathbf{F}_\perp^{\text{stat}}(V) + \langle \delta\mathbf{E}_\perp \delta\mathrm{E}_\parallel \rangle_t\end{aligned} \tag{2.19}$$

car les fluctuations du champ électrostatique ont une moyenne temporelle nulle. Ainsi, les fluctuations du vide sont responsables de la force de Casimir qui se rajoute comme une force supplémentaire aux effets statiques discutés précédemment, $\mathbf{F}_\perp^{\text{stat}}$.



Le problème qui se pose alors est celui de la compensation des forces classiques et donc des champs électrostatiques. Nous commencerons par présenter une méthode approchée utilisant un champ de contrôle généré par une seule électrode, celle que constitue l'échantillon. Elle permet une première étude des mécanismes en jeu. Puis nous nous placerons dans une géométrie bidimensionnelle où sera mis en place une compensation locale et quantitative des champs électriques longitudinaux et transverses grâce à deux électrodes.

2.2.2 Détermination statistique du travail d'extraction moyen

Cette méthode de compensation est la plus simple à réaliser, car elle utilise directement l'échantillon contenant la structure. Elle ne permet cependant pas de réaliser une compensation complète du champ résiduel. En effet, l'échantillon étant majoritairement planaire, le champ de compensation généré est majoritairement longitudinal alors que les effets de patch peuvent être fortement transverses.

Nous appliquons cette méthode sur un des disques en Permalloy métallisés présenté dans la section précédente. La géométrie est donc opposée à celle de la simulation de M. Levin. Or, comme nous l'avons vu précédemment ces deux géométries donnent des produits $\mathbf{E}_\perp \mathrm{E}_\parallel$ de signes opposés. Ainsi, on peut s'attendre à mesurer une divergence de la force de Casimir opposée à celle du trou, car le coté peu perturbatif du nanofil diélectrique, permet de considérer qu'il se comporte comme une sonde locale de la structure spatiale des fluctuations du vide.

Lorsqu'on travaille près d'un échantillon, on observe une forte variabilité des paraboles, l'extremum des paraboles étant fortement dépendant des champs résiduels locaux, on ne peut pas comme dans une géométrie quasi-unidimensionnelle, estimer que l'on compense bien les champs résiduels en se plaçant à l'extremum des paraboles. Pour trouver le potentiel moyen de la surface, on va utiliser l'observation suivante : si les champs résiduels fluctuent un peu autour d'une valeur moyenne, alors les paraboles vont être décalées et relevées de manière corrélée tel qu'on peut l'apprécier en rajoutant $\delta\mathbf{E}_{\mathrm{res}}$ dans $\mathbf{E} = \mathbf{E}_V + \mathbf{E}_{\mathrm{res}} + \delta\mathbf{E}_{\mathrm{res}}$.

Cette nouvelle parabole va être construite avec un terme linéaire, légèrement différent, ce qui va décaler la parabole initiale en laissant un point fixe, d'abscisse V_{res}. On peut donc espérer trouver le vrai potentiel de surface en déterminant de manière statistique ce point fixe.

Cette approche statistique, permet donc de connaître le potentiel de référence, qui décrit les effets moyens des champs résiduels. Et c'est autour de cette valeur qui peut être vue comme un travail de sortie moyen pour la structure, que l'on va extraire les gradients de force restant, parmi lesquels on trouvera la contribution de Casimir, mais aussi des fluctuations des champs résiduels autour de cette valeur moyenne.

Comme nous l'avons vu avec la Figure 2.7, la partie quadratique de la divergence varie énormément au-dessus d'une zone structurée. On réalise alors la détermination du potentiel de surface moyen avec les paraboles mesurées sur les bords de la carte. Pour ce faire, on réalise un histogramme des valeurs de divergence mesurées en tout point de la zone test, pour chaque tension de contrôle. L'histogramme obtenu pour chaque tension est ajusté par une fonction gaussienne dont on extrait l'écart-type.

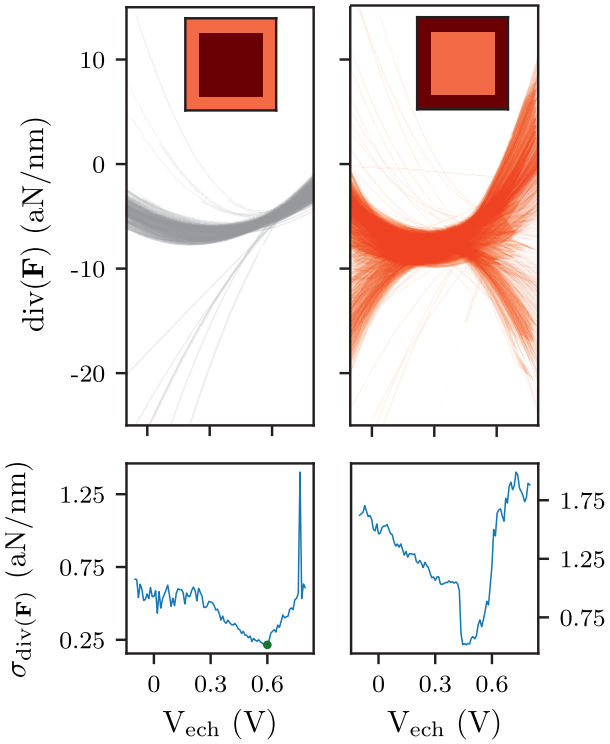


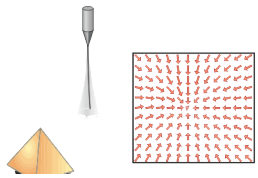
FIGURE 2.16 – Afin de trouver la tension V_{res} moyenne de l'échantillon, on réalise un histogramme des paraboles ajustées en chaque point de la carte au-dessus du disque de la Figure 2.7. On peut distinguer 2 zones, celle où les effets de la topographie ne sont pas ou peu ressentis (à gauche) et la zone au-dessus de la structure (à droite). Les paraboles de la zone éloignée de la structure montrent des courbures similaires à l'inverse de la zone de la structure où il y a une inversion de la courbure. L'ajustement de l'histogramme obtenu pour chaque tension d'échantillon peut être ajusté par une gaussienne afin d'en extraire le point fixe minimisant sa largeur. Le point de variance minimale correspond à la tension V_{res} représentée par un point vert.

La valeur de V_{res} qui définit le travail d'extraction moyen de l'échantillon et minimise ainsi l'impact des champs résiduels sur l'échantillon est donc la tension pour laquelle l'écart-type est le plus faible. La Figure 2.16 résume avec les mesures réalisées sur le disque la détermination du V_{res} moyen.

On obtient avec cette méthode la tension moyenne résiduelle de l'échantillon observé. On peut alors décomposer la tension obtenue avec les ajustements des paraboles brutes en un terme statique V_{res} et des variations spatiales $\delta V_{\text{res}}(\mathbf{r})$ qu'on introduit dans la formule d'ajustement :

$$\begin{aligned}\text{div}(\mathbf{F}_\perp) =& \alpha_{\text{div}}(V - V_{\text{res}} - \delta V_{\text{res}}(\mathbf{r}))^2 + \lambda_{\text{div}} + \text{div}(\mathbf{F}_\perp^{\text{Cas}}) \\ =& \alpha_{\text{div}}(V - V_{\text{res}})^2 - 2\alpha_{\text{div}}(V - V_{\text{res}})\delta V_{\text{res}}(\mathbf{r}) + \lambda_{\text{div}} + \text{div}(\mathbf{F}_\perp^{\text{Cas}}) + \alpha_{\text{div}}\delta V_{\text{res}}(\mathbf{r})^2 \\ =& \alpha_{\text{div}}(V - V_{\text{res}})^2 - 2\alpha_{\text{div}}(V - V_{\text{res}})\delta V(\mathbf{r}) + \text{div}(\mathbf{F}_\perp^{\text{comp}})\end{aligned} \tag{2.20}$$

On a réécrit la formule des paraboles autour de la tension V_{res}, qui compense l'effet moyen des champs résiduels. En moyenne sur la zone de compensation, à cette tension là, le champ électrostatique est nul. Les fluctuations des champs résiduels, vont donc décaler les paraboles latéralement et les déplacer verticalement, mais ces deux effets sont pris en compte dans la structure d'ajustement de sort qu'on puisse les soustraire du terme résiduel total. On a donc



accès aux effets linéaires des variations spatiales des tensions des patchs, et le terme résiduel total est composé de la divergence cible ainsi que des effets résiduels des variations spatiales des tensions de patch.

On représente sur la Figure 2.17 la carte du terme résiduel obtenu avec cette méthode, $\mathrm{div}(\mathbf{F}_{\perp}^{\mathrm{comp}})$. Au niveau du disque, la variation du terme résiduel est de même forme que celle du terme quadratique. Cette forme traduit une force attractive vers le centre du disque, ce qui est attendu. La carte obtenue est donc cohérente avec nos attentes, mais encore un fois peu quantitative, car on ne peut pas compenser les effets des champs résiduels de la sorte.

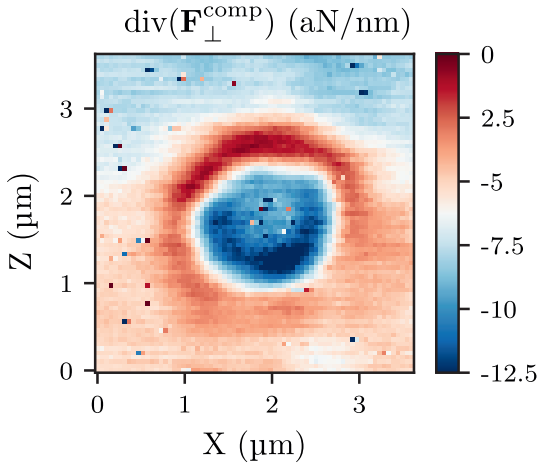


FIGURE 2.17 – Carte dans le plan XZ de la divergence du champ de force associé au terme résiduel compensé. On observe la même structuration au niveau du disque que pour la partie quadratique avec une asymétrie selon z.

On observe également, en dehors du disque, une pente linéaire dans le terme résiduel selon z. Cette pente dans les mesures, doit probablement découler d'un angle résiduel entre l'échantillon et le nanofil comme nous l'avions observé sur la Figure 2.7.

2.2.3 Échantillons

Pour compenser complètement les champs électrostatiques résiduels locaux, il est nécessaire de générer trois champs de compensation, indépendants de l'échantillon, dans les trois directions de l'espace.

Pour cela, on a imaginé un nouveau type d'échantillon dont le schéma est représenté Figure 2.18 et dont des photos et images MEB sont données Figure 2.19. L'échantillon est composé de 5 électrodes en or placées sur un substrat comportant une couche isolante en SiO_2 ou en Si_3N_4 au-dessus d'un wafer en Si. On grave au FIB sur une électrode dite *centrale*, les structures que l'on veut observer (lignes, trous, croix).

Les 4 autres électrodes dites de *contrôle* sont réparties autour de l'électrode centrale de manière symétrique, Figure 2.19.a, f. Dans cette configuration, les 4 électrodes de contrôle permettent de créer un champ transverse d'amplitude et de direction contrôlées en chaque point de l'électrode centrale. L'électrode centrale permet de générer la composante longitudinale du

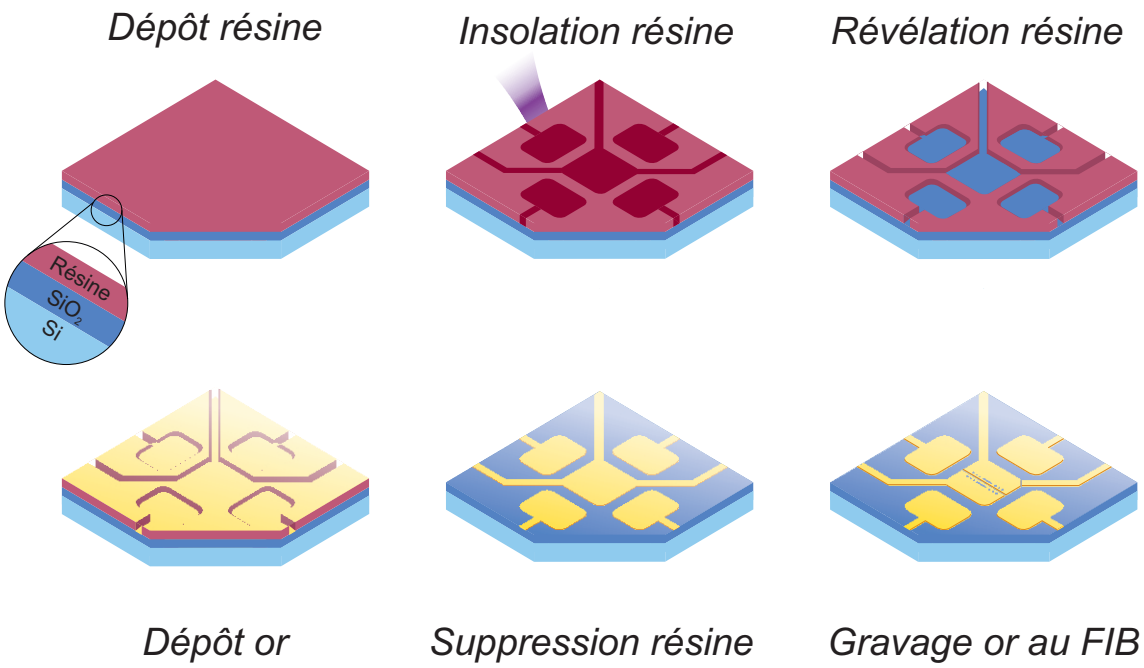


FIGURE 2.18 – Schéma des étapes de création d'un échantillon de mesure : une couche de résine photosensible est déposée sur l'échantillon, un laser insole ensuite le motif des électrodes sur la résine qui est ensuite révélé en enlevant la résine insolée. Une couche de 100 nm d'or est déposée sur la totalité de l'échantillon et en retirant la résine non insolée, on fait apparaître l'échantillon. Finalement, les nanostructures sont gravées au FIB (ion Gallium), sur une profondeur de 200 nm environ. Les étapes de lithographie ont été réalisées à Nanofab, par B. Fernandez, tandis que la gravure FIB a été réalisée par G. Julie et J.-F. Motte.

champ de compensation. Ces électrodes sont reliées à des générateurs de tensions indépendants, mais partageant une masse commune qui est aussi imposée au support du nanofil.

Les électrodes d'or font 100 nm de hauteur et ont été réalisée par lithographie laser par B. Fernandez de l'équipe NanoFab de l'Institut Néel. Nous avons testé diverses couches isolantes de SiO_2 ou de SiN de quelques centaines de nanomètres déposées sur des wafer de Si intrinsèques (non dopés) ou très faiblement conducteurs, avec des résultats variables. Les échantillons les plus robustes avec lesquels nous avons effectué la plupart des mesures définitives étaient des échantillons de Si intrinsèque avec une couche isolante de 400 nm de SiO_2, les autres ayant tendance à claquer sous vide après quelques semaines d'utilisation, même à faible tension de polarisation (± 1 V).

Pour microfabriquer ces systèmes d'électrodes, une résine photosensible est ensuite étalée de manière uniforme. Une fois la résine durcie, on découpe les zones qui vont accueillir les échantillons : nous avons en effet besoin que les électrodes se trouvent au plus près du bord de l'échantillon. On évite ainsi les bourrelets de résine apparaissant sur les bords des wafers.

La résine du futur échantillon est ensuite insolée par un laser qui dessine le motif de l'échantillon avec une définition maximale de 1 µm. La révélation du motif est réalisée en attaquant chimiquement la résine insolée. Une couche d'or de 100 nm environ est ensuite évaporée sur tout l'échantillon par pulvérisation sous vide. Finalement, en retirant la résine non insolée, on obtient l'échantillon que l'on souhaite. Une gravure au FIB réalisée par J.-F. Motte permet de

définir les nanostructures d'intérêt sur l'électrode centrale. La Figure 2.18 représente les étapes de la lithographie laser utilisée pour la création de l'échantillon.

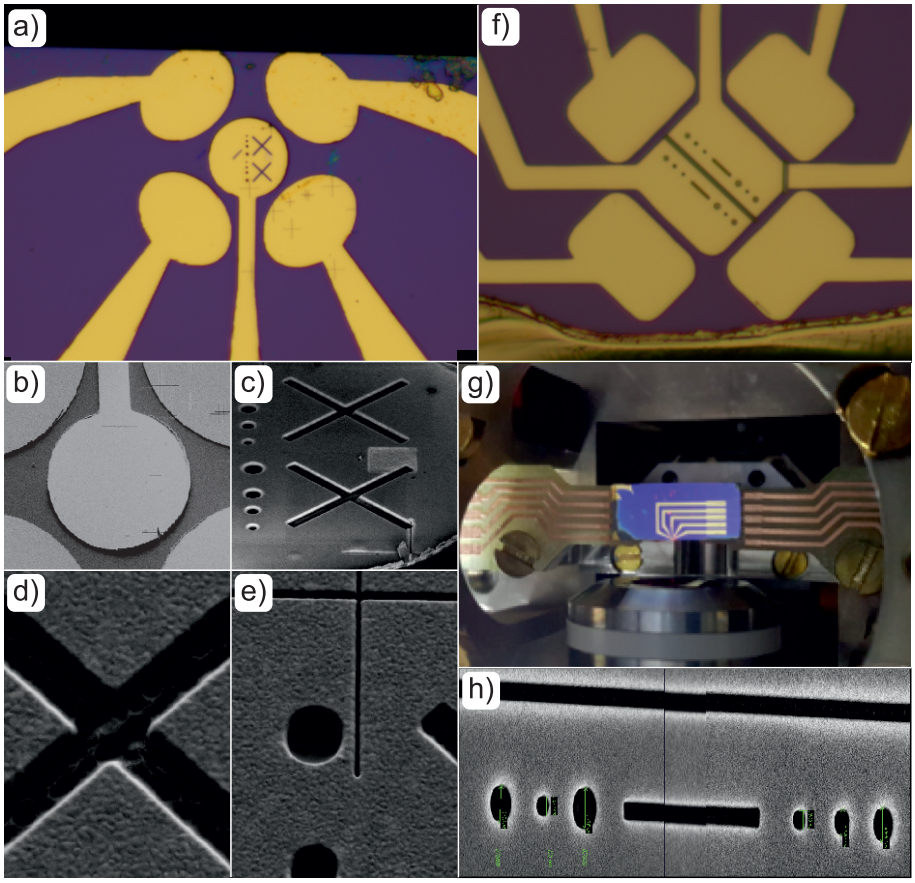


FIGURE 2.19 – Images optiques et électroniques de deux types d'échantillons utilisés pour la compensation des champs résiduels. a) Image optique du 1er échantillon utilisé avec des électrodes rondes. b) Image MEB de l'électrode centrale de l'échantillon avant la gravure au FIB. c) Image MEB de l'électrode centrale après gravure. d) Zoom sur la croix gravée. e) Zoom sur un des cercles gravés, on peut voir une partie d'une croix d'alignement pour la gravure. f) Image optique du dernier type d'échantillon utilisé avec des électrodes rectangulaire. g) Photo de l'échantillon inséré dans le montage expérimental. h) Zoom avec un MEB sur la coupure et les gravures réalisées sur les électrodes centrales.

Dans le futur, nous essaierons d'utiliser la lithographie électronique qui utilise un MEB pour réaliser l'insolation de la résine. Cette méthode permet d'avoir une définition de 10 nm ce qui est bien plus précis qu'avec le laser. Il serait alors possible de directement réaliser les structures que l'on souhaite observer pendant la lithographie sans utiliser de gravure au FIB. Cela permettrait un gain de temps considérable avec en plus la non contamination de l'échantillon par les ions du FIB.

On représente Figure 2.19 des images prises au microscope optique et électronique de deux types d'échantillon réalisés. Sur la gauche, les photos a-e sont celles du premier échantillon réalisé. Cet échantillon a des électrodes rondes et a une couche de substrat en SiO_2 fine. À droite les photos f-h sont celles du dernier type d'échantillon réalisé, qui a des électrodes rectangulaires afin de générer des champs plus homogènes et dont le substrat en SiO_2 est plus épais (ce qui explique la différence de couleur entre les deux photos a et f).

On voit sur les photos a et f que les électrodes sont placées au bord de l'échantillon, afin d'assurer la lecture optique des vibrations du nanofil sans écranter le laser de lecture. Les structures gravées sont des trous de différents diamètres (de 350 nm à 700 nm) ainsi que des tranchées ou des croix dont les brins font 400 nm d'épaisseur (photos b, c, d, e, g et h). Les photos f, g et h montrent un échantillon dont l'électrode centrale a été coupée en deux, il sera utilisé dans la suite pour mettre en œuvre la compensation bidimensionnelle des forces électrostatiques.

2.2.4 Méthode de compensation vectorielle

Avec les échantillons présentés ci-dessus, il est théoriquement possible de compenser n'importe quel champ électrique au-dessus de l'échantillon. Cependant une telle compensation nécessite l'utilisation des 5 électrodes de l'échantillon. Cela augmente considérablement le temps de mesure ainsi que la difficulté de l'analyse des données et des ajustements à réaliser. Nous avons alors fait le choix de simplifier la configuration de mesure afin de se limiter à l'utilisation de deux électrodes, réduisant le temps d'acquisition des données ainsi que la complexité de leur analyse pour, dans un premier temps, valider la méthode de compensation des champs résiduels.

Dans cette partie, nous allons décrire une méthode de compensation complète des champs électriques transverses et longitudinaux au-dessus d'une nanostructure quasi-unidimensionnelle. Afin de pouvoir générer des champs de compensation transverses et longitudinaux, nous avons besoin d'au moins 2 électrodes. Afin de simplifier la géométrie et de pouvoir générer des champs d'amplitudes et de directions contrôlées nous allons réaliser des mesures au-dessus d'une tranchée séparant 2 électrodes indépendantes représentée Figure 2.20.

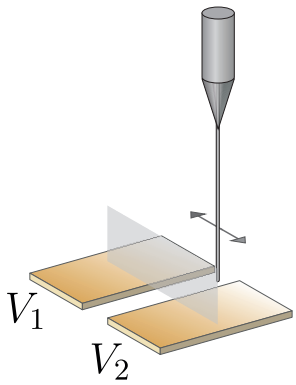
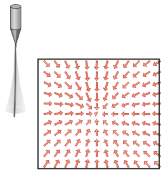


FIGURE 2.20 – Schéma de la géométrie utilisée pour une meilleure compensation du champ résiduel. La structure est une tranchée séparant deux électrodes d'or de tensions indépendantes et le nanofil réalisera des balayages dans le plan, représenté en gris, perpendiculaire à l'axe de la tranchée.

Équation bidimensionnelle de la force

Nous décrivons ici une nouvelle méthode de compensation des champs électrostatiques résiduels de l'échantillon. Avec cette méthode, le champ dans lequel est plongé le nanofil est créé par deux électrodes de tensions V_1 et V_2. De plus de part la géométrie de l'échantillon utilisé, l'étude peut être restreinte à un plan vertical perpendiculaire à la tranchée entre les deux



électrodes. Dans ce cas $\mathbf{E}_\perp$ est un scalaire et on peut relier le champ topographique aux tensions des électrodes :

$$\begin{pmatrix} \mathrm{E}_{V,\perp} \\ \mathrm{E}_{V,\parallel} \end{pmatrix} = \underbrace{\begin{pmatrix} \alpha_{1,\perp} & \alpha_{2,\perp} \\ \alpha_{1,\parallel} & \alpha_{2,\parallel} \end{pmatrix}}_{\boldsymbol{\alpha}} \cdot \begin{pmatrix} V_1 \\ V_2 \end{pmatrix} \tag{2.21}$$

La force appliquée au nanofil dans ce plan devient elle aussi scalaire

$$\mathrm{F}_\perp \propto -\epsilon_0 S \mathrm{E}_\perp \mathrm{E}_\parallel + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \tag{2.22}$$

En utilisant la décomposition matricielle du champ topographique, on peut obtenir la dépendance de la force aux tensions des électrodes :

$$\begin{aligned} \frac{\mathrm{F}_\perp}{\epsilon_0 S} =& \alpha_{1,\perp}\alpha_{1,\parallel} V_1^2 + \alpha_{2,\perp}\alpha_{2,\parallel} V_2^2 + (\alpha_{1,\perp}\alpha_{2,\parallel} + \alpha_{2,\perp}\alpha_{1,\parallel}) V_1 V_2 + (\alpha_{1,\perp}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} + \alpha_{1,\parallel}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp}) V_1 \\ &+ (\alpha_{2,\perp}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} + \alpha_{2,\parallel}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp}) V_2 + \mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \end{aligned}$$

On retrouve une forme quadratique en tension obtenue au début de ce chapitre. C'est donc un paraboloïde le plus souvent hyperbolique (i.e. en *selle de cheval*) mais il peut aussi être elliptique. On représente Figure 2.21 une simulation de la carte de la force électrostatique en fonction de V_1 et V_2 au-dessus de la tranchée.

L'extremum de ce paraboloïde est appelé *point selle* ($\mathbf{V}_c$) et correspond au point où les dérivées partielles selon les tensions contrôle sont simultanément nulles. On a donc en ce point :

$$\partial_{V_1}\mathrm{F}_\perp(\mathbf{V}_c) = 0\,, \quad \partial_{V_2}\mathrm{F}_\perp(\mathbf{V}_c) = 0 \tag{2.23}$$

Les tensions de ce point extremum se trouvent donc en résolvant le système suivant :

$$\begin{cases} 2\alpha_{1,\perp}\alpha_{1,\parallel} V_{1,\mathrm{c}} + (\alpha_{1,\perp}\alpha_{2,\parallel} + \alpha_{2,\perp}\alpha_{1,\parallel}) V_{2,\mathrm{c}} + \alpha_{1,\perp}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} + \alpha_{1,\parallel}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp} = 0 \\ 2\alpha_{2,\perp}\alpha_{2,\parallel} V_{2,\mathrm{c}} + (\alpha_{1,\perp}\alpha_{2,\parallel} + \alpha_{2,\perp}\alpha_{1,\parallel}) V_{1,\mathrm{c}} + \alpha_{2,\perp}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} + \alpha_{2,\parallel}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp} = 0 \end{cases} \tag{2.24}$$

De manière matricielle, ce système peut-être réécrit comme :

$$\begin{pmatrix} \alpha_{1,\parallel} & \alpha_{1,\perp} \\ \alpha_{2,\parallel} & \alpha_{2,\perp} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \alpha_{1,\perp} & \alpha_{2,\perp} \\ \alpha_{1,\parallel} & \alpha_{2,\parallel} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} V_{1,\mathrm{c}} \\ V_{2,\mathrm{c}} \end{pmatrix} = - \begin{pmatrix} \alpha_{1,\parallel} & \alpha_{1,\perp} \\ \alpha_{2,\parallel} & \alpha_{2,\perp} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp} \\ \mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} \end{pmatrix} \tag{2.25}$$

La simplification de cette équation matricielle nous permet d'obtenir :

$$\boldsymbol{\alpha} \cdot \mathbf{V}_c + \mathbf{E}_{\mathrm{res}} = 0 \tag{2.26}$$

qui est l'équation permettant d'obtenir les tensions qui annulent le champ total à l'extrémité du nanofil. Ainsi, l'extremum du paraboloïde coïncide avec les tensions permettant de compenser le champ électrostatique au bout du nanofil. C'est donc en ce point que les mesures de la force de Casimir doivent être réalisées, il n'y aura pas non plus de contribution quadratique des champs résiduels.

Pour simplifier les calculs, on peut réécrire l'équation 2.2.4 sous une forme plus condensée :

$$\begin{aligned} \mathrm{F}_\perp &= \alpha_{11} V_1^2 + \alpha_{22} V_2^2 + \alpha_{12} V_1 V_2 + \beta_1 V_1 + \beta_2 V_2 + \mathrm{E}_{\mathrm{res},\perp}\mathrm{E}_{\mathrm{res},\parallel} + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \\ &= \mathbf{V}^t \cdot f_\alpha \cdot \mathbf{V} + f_\beta \cdot \mathbf{V} + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{res}} + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \end{aligned} \tag{2.27}$$

avec

$$f_\alpha = \begin{pmatrix} \alpha_{11} & \alpha_{12}/2 \\ \alpha_{12}/2 & \alpha_{22} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad f_\beta = \begin{pmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \end{pmatrix} \tag{2.28}$$

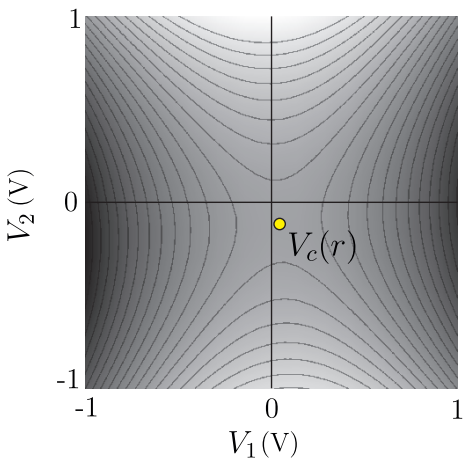


FIGURE 2.21 – Simulation Comsol d'une carte de la force électrostatique en un point au-dessus de la tranchée. La carte représente la variation de la force électrostatique avec les tensions V_1 et V_2 des deux électrodes. On observe clairement une dépendance parabolique et un point selle mis en évidence en jaune. Ce point selle correspond à l'extrema de la parabole 2D ainsi qu'au point où le champ électrostatique est annulé.

Sous cette forme, la tension de compensation trouvée précédemment s'écrit :

$$\mathbf{V}_c = -\frac{1}{2} f_\alpha^{-1} \cdot f_\beta \tag{2.29}$$

ce qui permet de réécrire la factorisation comme :

$$\begin{aligned} \mathrm{F}_\perp &= (\mathbf{V}-\mathbf{V}_c)^t \cdot f_\alpha \cdot (\mathbf{V}-\mathbf{V}_c) + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{res}} - \tfrac{1}{4} f_\beta^t \cdot f_\alpha^{-1} \cdot f_\beta + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \\ &= (\mathbf{V}-\mathbf{V}_c)^t \cdot f_\alpha \cdot (\mathbf{V}-\mathbf{V}_c) + \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \end{aligned} \tag{2.30}$$

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, nous réalisons la mesure des gradients du champ de forces. Les tensions appliquées aux électrodes 1 et 2 sont indépendantes de la position du nanofil, ainsi en posant $\partial_\perp f_\alpha = f'_\alpha$ et $\partial_\perp f_\beta = f'_\beta$, on peut écrire la divergence de la force mesurée comme

$$\partial_\perp \mathrm{F}_\perp = \mathbf{V}^t \cdot f'_\alpha \cdot \mathbf{V} + f'_\beta \cdot \mathbf{V} + \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{res}} + \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \tag{2.31}$$

qui est aussi une forme quadratique selon les tensions appliquées. On peut donc trouver un couple de tensions $\widetilde{\mathbf{V}}_c$ qui donne l'extremum de la divergence mesurée comme le montre la Figure 2.22.

$$\partial_\perp \mathrm{F}_\perp = (\mathbf{V}-\widetilde{\mathbf{V}}_c)^t \cdot f'_\alpha \cdot (\mathbf{V}-\widetilde{\mathbf{V}}_c) + \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{res}} - \frac{1}{4} f_\beta'^t \cdot f_\alpha'^{-1} \cdot f'_\beta + \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \tag{2.32}$$

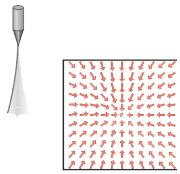
En calculant la divergence de l'équation 2.30, on peut par identification obtenir l'expression de $\widetilde{\mathbf{V}}_c$ et fonction de $\mathbf{V}_c$:

$$\widetilde{\mathbf{V}}_c \equiv \mathbf{V}_c + \partial_\perp f_\alpha^{-1} \cdot f_\alpha \cdot \partial_\perp \mathbf{V}_c \tag{2.33}$$

Avec un peu de mathématiques, on peut alors montrer que :

$$\begin{aligned} \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} &= \mathbf{V}_c^t \cdot f'_\alpha \cdot \mathbf{V}_c + f'_\beta \cdot \mathbf{V}_c + \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{res}} + \partial_\perp \mathrm{F}_\perp^{\mathrm{Cas}} \\ &= \partial_\perp \mathrm{F}_\perp|_{\mathbf{V}_c} \end{aligned} \tag{2.34}$$

qui indique que le gradient de la force de Casimir doit être calculé au point $\mathbf{V}_c$.



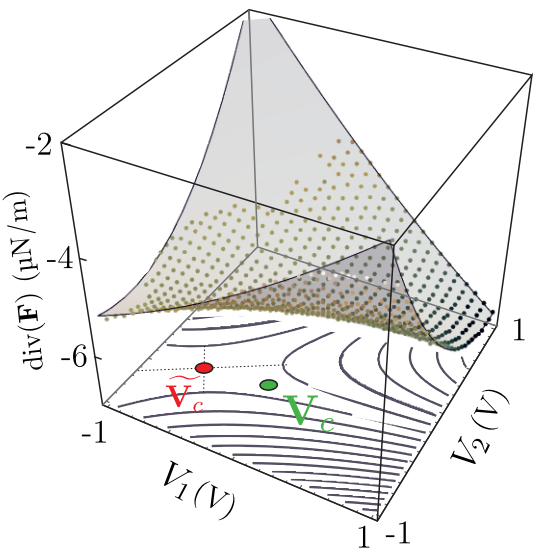


FIGURE 2.22 – Carte expérimentale de divergence mesurée en un point au-dessus de la tranché. On retrouve une dépendance quadratique à 2 dimensions avec un point selle $\widetilde{\mathbf{V}_c}$ (rouge) différent du point de compensation des forces V_c (vert) qui correspond à la situation de champ total nul. Afin de réaliser une mesure correcte de la divergence de la force de Casimir, il est nécessaire de connaître les tensions $\mathbf{V}_c$ de compensation des champs en chaque point de mesure.

L'enjeu est donc de connaître la position du vecteur $\mathbf{V}_c$ en chaque point au-dessus de l'échantillon, afin d'y évaluer la divergence de Casimir. Pour ce faire, au vu de son expression ci-dessus, nous allons devoir reconstruire les composantes, f_α et f_β, ce qu'on va pouvoir réaliser grâce à une intégration des composantes $\partial_\perp f_\alpha$ et $\partial_\perp f_\beta$ mesurés lors de nos protocoles. On peut aussi, comme on l'a fait lors de la comparaison force/gradient, mesurer la réponse à une modulation appliquée sur chacune des électrodes, pour reconstruire directement les coefficients de la forme quadratique des forces.

Ce raisonnement à deux électrodes se généralise directement à trois dimensions, mais pour le valider expérimentalement, on a préféré le faire dans une géométrie invariante par translation, dans laquelle on suppose que les champs horizontaux parallèles à la tranchée, sont nuls par symétrie.

Mesure de la divergence de la force de Casimir

On réalise la mesure de la divergence de la force de Casimir au-dessus de la tranchée séparant les deux électrodes centrales de l'échantillon présenté Figure 2.19. Les 4 électrodes extérieures sont à la masse, commune aux électrodes centrales et à la pointe afin d'éviter de générer des champs parasites.

On obtient en chaque position de l'espace un paraboloïde bidimensionnel dont un exemple est représenté Figure 2.22. L'ajustement de chaque paraboloïde avec une forme quadratique donnée dans l'équation 2.27 nous permet alors de déterminer les coefficients quadratiques $\partial_\perp f_\alpha$ et linéaires $\partial_\perp f_\beta$ de la divergence en chaque point.

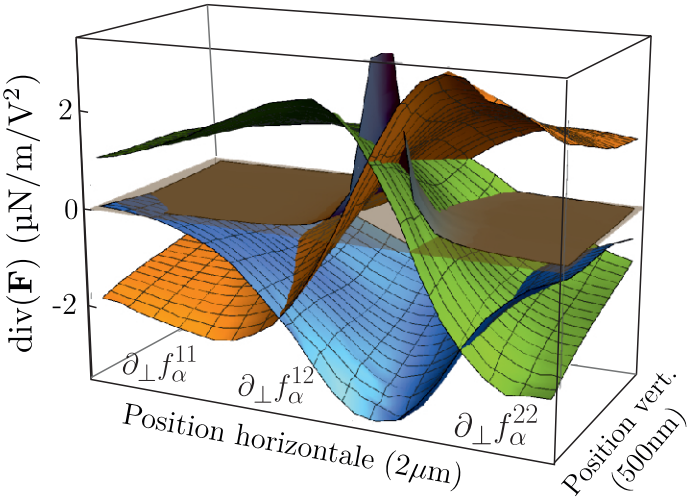


FIGURE 2.23 – Cartes verticales des coefficients quadratiques de la divergence de la force $\partial_\perp f_\alpha^{11}$ (orange), $\partial_\perp f_\alpha^{22}$ (vert) et $\partial_\perp f_\alpha^{12}$ (bleu).

On représente sur la Figure 2.23 les cartes spatiales dans le plan XY des composantes quadratiques de la divergence ($\partial_\perp f_\alpha^{11}$, $\partial_\perp f_\alpha^{12}$ et $\partial_\perp f_\alpha^{22}$) au-dessus de la tranchée. On observe que les composantes $\partial_\perp f_\alpha^{11}$ et $\partial_\perp f_\alpha^{22}$ ont des variations opposées car propres à chaque électrode. La composante $\partial_\perp f_\alpha^{12}$ est symétrique car créée par le couplage des deux électrodes.

Afin de déterminer le point de compensation des champs $\mathbf{V}_c$, il nous faut avoir accès à la force électrostatique et pas seulement à sa divergence. Une possibilité pour cela est d'intégrer spatialement la divergence le long de la dimension $\mathbf{e}_\perp$. Pour cette intégration, il est nécessaire de définir une constante d'intégration sur chaque quantité. Pour les termes quadratiques, on peut se baser sur des simulations numériques et des considérations générales de symétrie (f_α^{11} s'annulera loin de l'électrode 1, etc.), mais ce n'est pas le cas pour les composantes linéaires f_β puisque l'on connaît pas à priori les champs résiduels qui y participent.

Nous avons finalement convergé vers l'argument suivant, qui nous semble le plus raisonnable et qui fonctionne sur toutes les mesures réalisées : puisque les deux électrodes centrales de notre échantillon ont été réalisées en découpant au FIB une même électrode, nous pouvons supposer que leurs contributions seront identiques à suffisamment grande distance, lorsqu'on ne distingue plus les patchs individuels, mais qu'on ne ressent qu'un travail de sortie non nul moyen. Cette hypothèse ne fonctionnera donc pas trop près de l'échantillon, mais on sait que si les champs sont inhomogènes à l'échelle des dimensions du nanofil, le nanofil ne peut plus être considéré comme une sonde locale des champs locaux. Les constantes d'intégration sont alors choisies de manière à minimiser l'écart entre f_β^1 et f_β^2 moyenné sur une ligne de mesure horizontale. On va ainsi chercher à minimiser la quantité $\int |f_\beta^1 - f_\beta^2| dx$, en variant les deux constantes d'intégration des composantes linéaires de la force.

Dans les premières séries de mesure réalisées sur un premier type d'échantillon, les contributions des termes linéaires étaient presque négligeables et n'impactaient que peu le résultat final (c'est le cas des mesures présentées ici). Par contre, après avoir réalisé un nouvel échantillon, ce n'était plus le cas et nous avons dû étudier plus longuement l'impact des termes linéaires sur les résultats finaux, le champ de force de Casimir. Et c'est cette méthode qui a donné les résultats les plus robustes et que nous avons donc adoptée.

La divergence de la force résiduelle mesurée sur une ligne et évaluée aux tensions $\mathbf{V}_c(x)$ est représentée en orange sur la Figure 2.24 pour la position la plus basse des cartes de la Figure 2.23. Celle-ci est tout d'abord comparée à la divergence mesurée aux points selle $\widetilde{\mathbf{V}_c}$, représentée en pointillés.

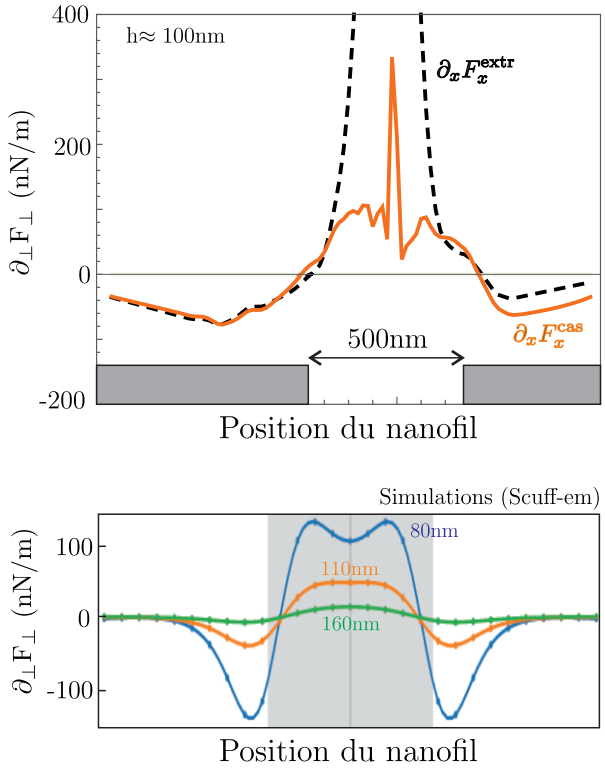


FIGURE 2.24 – a) Divergence de la force de Casimir mesurée au-dessus de la tranchée de l'échantillon de la Figure 2.19.f pour une unique altitude d'environ 100 nm. b) Simulation numérique avec le logiciel Scuff-em de cette même force appliquée par la tranchée sur des nanofils de trois rayons différents.

Lorsque le nanofil est loin de la tranchée, les deux courbes coïncident. Loin de microstructures, les champs électriques résiduels sont homogènes au-dessus de celles-ci. Ainsi, il n'y a pas de variation dans l'espace du point de compensation de la force électrostatique ($\partial_\perp \mathbf{V}_c = 0$) ce qui entraine une égalité des deux tensions extrémales des formes quadratiques de la force et de sa divergence.

Cependant, au-dessus de la tranchée, on peut voir une nette différence entre les deux courbes. Les champs résiduels vont varier fortement dans l'espace, entrainant un fort décalage des points extrémaux, et notamment de ceux de la divergence.

Enfin, on peut comparer la courbe de divergence obtenue à des simulations numériques de type Différences Finies dans le Domaine Temporel (*Finite Difference Time Domain*, FDTD) réalisées par P. Heringlake avec le programme Scuff-em. Ces simulations, présentées en bas de la Figure 2.24 reprennent la géométrie de l'expérience et permettent de calculer la divergence de la force de Casimir à différentes hauteurs au-dessus de la tranchée. On observe un bon accord qualitatif sur la forme de la divergence entre la mesure réalisée et les simulations, pour une hauteur de 100 nm environ.

2.2.5 Vers une mesure plus quantitative et des structures plus complexes

Nous venons d'observer que notre méthode de compensation à deux dimensions permet d'obtenir un accord qualitatif entre les mesures et des simulations de la divergence de la force de Casimir au-dessus d'une tranchée séparant deux électrodes en or. Pour les mesures précédentes, nous avons utilisé le protocole le plus simple à mettre en place qui consistait à faire varier en chaque point les tensions des deux électrodes et à mesurer pour chaque couple de tensions la divergence de la force.

On propose dans cette sous-section un protocole de mesure qui pourrait permettre d'obtenir une mesure plus quantitative, celui-ci ayant été testé expérimentalement, mais dont le traitement n'a pas pu être finalisé complètement, bien que les premières analyses donnent des champs de force de Casimir comparables à ceux présentés précédemment. La méthode la plus simple pour déterminer $\mathbf{V}_c$ consiste à réaliser une mesure de la force électrostatique en chaque point en modulant directement les électrodes V_1 et V_2 puis de mesurer la divergence de cette force en excitant optiquement le nanofil en chaque point de mesure. Un protocole similaire à celui présenté dans la section 2.1.3 peut être utilisé pour réaliser cette mesure et est décrit Figure 2.25.

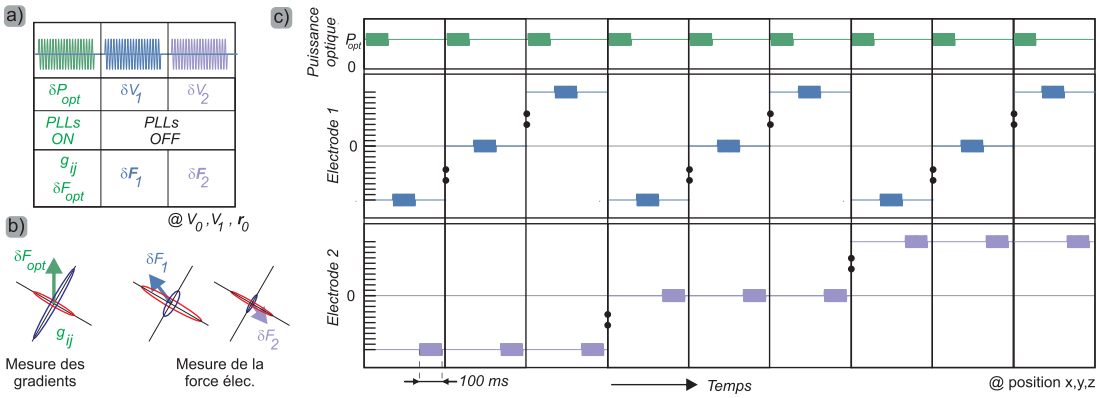


FIGURE 2.25 – Le protocole utilisé est basé sur celui utilisé pour la comparaison force/gradient présenté section 2.1.3. a) En un point spatial, on mesure la divergence du champ de force avec une PLL optique pour chaque mode pour un couple de tensions (V_1, V_2). La PLL est ensuite éteinte et on démodule aux fréquences obtenues par le moyennage de la mesure. La force électrostatique générée par l'électrode 1 est mesurée en modulant sa tension tout en maintenant la tension de l'électrode 2 et de la puissance optique fixe. Puis on réalise la même mesure en modulant la tension de l'électrode 2 sans moduler celle de l'électrode 1. Ce protocole est réalisé pour chaque tension à appliquer aux électrodes et pour chaque point spatial de mesure. b) Les changements des tensions appliquées aux électrodes suivent un ordre précis en parcourant d'abord toutes les tensions de l'électrode 1 pour une tension de l'électrode 2. On passe ensuite à la tension de l'électrode 2 suivante et on rebalaye toutes les tensions de l'électrode 1 c).

Une mesure de la divergence et des fréquences de résonance du nanofil pour un couple de tension en un point est réalisée par des PLL optiques et la mesure de la force électrostatique par une modulation des tensions appliquées à chaque électrode. Cependant, il y a ici deux électrodes qui entrent en jeu, et afin de pouvoir accéder à tous les termes de f_α et f_β, on module les électrodes séparément. On réalise d'abord une mesure de la force électrostatique générée en modulant l'électrode 1 puis on arrête sa modulation tout en gardant la tension DC et on réalise une seconde mesure de force en modulant l'électrode 2.

Le balayage des tensions est réalisé sur V_1 pour chaque tension de V_2, soit on applique la première tension V_2 et on fait une mesure pour chaque tension de V_1. On passe ensuite à la seconde tension V_2 et on refait les mesures pour chaque tension de V_1, etc. On a alors pour chaque couple de tensions les forces électrostatiques générées par chaque modulation δV_1, δV_2 appliquées aux deux électrodes :

$$\delta \mathrm{F}_{1,\perp} = 2\alpha_{11} V_1 \delta V_1 + \alpha_{12} V_2 \delta V_1 + \beta_1 \delta V_1 \tag{2.35}$$

$$\delta \mathrm{F}_{2,\perp} = 2\alpha_{22} V_2 \delta V_2 + \alpha_{12} V_1 \delta V_2 + \beta_2 \delta V_2 \tag{2.36}$$

Ainsi, en un point de mesure spatial, les forces mesurées dépendent linéairement de V_1 et V_2 ce qui permet par un ajustement avec un plan linéaire d'obtenir les termes $2\alpha_{11}$, $2\alpha_{22}$, α_{12}, β_1 et β_2, c'est-à-dire tous les termes de f_α et f_β.

Cette mesure donne alors directement accès aux tensions de compensation de la force électrostatique V_c, il suffira ensuite de prendre la divergence mesurée à ce couple de tensions pour obtenir directement la divergence de la force de Casimir. Les premières analyses obtenues sont encourageantes, mais pas encore complètement finalisées pour les présenter ici. Cette mesure permet aussi un accès plus simple à la variation verticale de la divergence de Casimir.

Afin d'aller au-delà de cette géométrie bidimensionnelle dans laquelle les électrodes de compensation sont directement celles formant la nanostructure, il serait intéressant de réaliser une compensation d'un champ électrostatique à deux dimensions latéralement en utilisant les électrodes externes de l'échantillon. Réaliser une telle compensation permettrait de pouvoir réaliser des mesures de la divergence de la force de Casimir au-dessus des structures présentées au début de ce chapitre (disque, trou) ainsi que de tout autres structures à deux dimensions. De plus, la compensation d'un tel champ ouvrirait le chemin pour mesurer d'autres forces écrantées par la force électrostatique comme par exemple les forces magnétiques en fonctionnalisant notre nanofil avec des nano-aimants.

La réalisation d'une telle compensation se montrera complexe puisque, même si l'adaptation de ce nouveau protocole sera en principe mathématiquement similaire puisqu'elle nécessitera l'utilisation d'au moins trois jeux d'électrodes, augmentant ainsi significativement les temps de mesure, le nombre de données à acquérir ainsi que les temps d'analyse.

2.3 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude, la compréhension et la compensation de la force électrostatique. Nous avons montré par des simulations que cette force s'appliquait majoritairement à l'extrémité libre du nanofil nous permettant de considérer le nanofil comme une sonde local du produit des champs longitudinaux et transverses externes à condition que ces derniers soient suffisamment homogènes à son extrémité.

Nous avons utilisé la divergence de la force électrostatique mesurée par le nanofil comme un moyen d'imager la topographie de différents échantillons (disque et trou). Nous avons par la suite étudié les effets des champs proches, notamment des champs résiduels générés par la granularité de nos échantillons qui vont générer de forts champs transverses à courte distance. À partir d'une certaine hauteur, ces effets de patchs électrostatiques deviennent plus homogènes

sur la taille du fil et vont pouvoir être compensés localement par les électrodes de contrôle afin de mesurer les effets de forces plus faibles comme ceux de la force de Casimir.

Les protocoles de mesure de la divergence de la force de Casimir nécessitent de combiner des mesures de force et de gradients, qui sont reliées par des intégrations/dérivation spatiales. Nous nous sommes donc assurés que les mesures de force et de gradients de force réalisées avec un nanofil sont bien compatibles entre elles, en comparant les résultats obtenus au-dessus d'une pointe électrostatique.

Par la suite ce chapitre étudie la compensation des champs résiduels des échantillons. Nous avons tout d'abord présenté une méthode statistique permettant d'extraire la tension moyenne d'échantillon lorsqu'on ne dispose que d'une électrode pour ajuster le champ total. Cette configuration n'est pas idéale puisqu'il est impossible de compenser les deux composantes du champ simultanément, mais elle permet de s'approcher au mieux du vide électrostatique et de tenter d'imager la structure du champ de force résiduel. Lorsque les champs parasites sont suffisamment faibles, cela peut néanmoins permettre d'obtenir des mesures en accord avec la phénoménologie attendue.

Dans une optique de générer des champs de compensation plus proche des champs résiduels au-dessus d'une micro-structure, nous avons imaginé de nouveaux échantillons produit par lithographie laser constitués d'une ou deux électrodes micro-structurées entourées de quatre électrodes utilisées pour générer tous les champs possibles. Cependant, l'apparition d'une nouvelle force que nous étudierons dans les deux prochains chapitres, nous a empêché de les utiliser à leur plein potentiel.

Dans le but de rester dans un cas simple et qui ne fait pas apparaître la nouvelle force dite *électro-optique*, nous nous sommes focalisés sur la mesure de la divergence de la force de Casimir au-dessus d'une tranchée séparant deux électrodes. Dans cette géométrie, le champ de compensation généré par les deux électrodes et les champs résiduels sont de même forme ce qui simplifie les analyses. En réalisant le calcul de la force électrostatique créée par les deux électrodes, on peut montrer qu'il existe un couple de tensions pour lequel le champ électrostatique total est nul, la divergence mesurée est alors la divergence de la force de Casimir.

Les premières mesures ont été réalisées en mesurant la divergence de la force totale. Après analyse et intégration des données, on obtient une divergence de la force de Casimir dont la variation est cohérente avec des simulations réalisées par éléments finis. Cependant, les valeurs obtenues par la mesure sont supérieures à celles de la simulation, ce qui montre la nécessité d'encore améliorer notre moyen de compensation.

Afin d'obtenir un accord quantitatif, nous avons développé un nouveau protocole de mesure alliant la mesure de force électrostatique et la mesure de la divergence. De cette manière, la détermination du couple de tensions annulant le champ électrostatique total sera bien plus précise. Ce protocole n'a cependant pas encore été testé, mais se veut prometteur dans la mesure quantitative de la divergence de la force de Casimir. On pourra par la suite imaginer utiliser toutes les électrodes de l'échantillon au prix d'une mesure et analyse plus complexes, mais permettant une compensation de champs résiduels à trois dimensions au-dessus de micro-structures elles aussi à trois dimensions ou encore la mesure de nouvelles forces comme la force magnétique.

Chapitre 3

Étude de la force électro-optique et des ondes de charges au sein du nanofil

Lors du chapitre précédent, nous avons introduit et présenté un nouveau type d'échantillons permettant la compensation bidimensionnelle des champs résiduels pour réaliser la mesure de la divergence de la force de Casimir entre un nanofil et une nanostructure métallique. Le nanofil s'est ainsi retrouvé soumis à l'action croisée de forts champs électriques transverses et longitudinaux et du faisceau laser modulé en intensité servant de force de référence pour les boucles à verrouillage de phase. Dans ces conditions inédites, nous avons constaté expérimentalement l'apparition d'une nouvelle force agissant sur le nanofil produite par la modulation d'intensité et fortement dépendante des champs électrostatiques environnants. Nous avons baptisé cette dernière *force électro-optique* et nous allons présenter dans ce chapitre la phénoménologie ainsi que la modélisation microscopique et théorique que nous proposons. Comme nous allons le voir, la modulation d'intensité optique va générer une modulation de charges qui vont ensuite se propager le long du nanofil, de sorte que cette expérience va permettre de sonder les propriétés de propagation des ondes de charge au sein du nanofil.

3.1 Introduction

Notre méthode de mesure rapide des champs de force ressentis par le nanofil nécessite d'appliquer une force de référence modulée en intensité, qui sert à déterminer les propriétés mécaniques des modes propres du nanofil (fréquence et orientation), et dont l'orientation est en principe supposée constante. Nous utilisons généralement un laser de pompe vert (532 nm) qui applique sur le nanofil une force optique orientée selon l'axe de propagation du laser. Or, nous avons observé que cette force de référence, produite par la modulation de lumière se trouve modifiée en intensité et en orientation lorsque le nanofil est immergé dans des champs électrostatiques forts, de l'ordre de 10^5 V/m, au niveau des électrodes centrales de ces nouveaux échantillons. La combinaison de ces champs électrostatiques parallèles et transverses au nanofil

et de la modulation d'intensité du laser de pompe est responsable de cette nouvelle force dite électro-optique.

Avant de détailler les mesures et modélisations effectuées, nous allons succinctement présenter la phénoménologie de cette force. En mesurant cette force en faisant varier les paramètres expérimentalement accessibles, nous avons observé les caractéristiques suivantes :

1. La force s'aligne dans la direction du champ électrique transverse au nanofil.
2. Son intensité croit linéairement avec le champ électrique transverse et s'inverse si on inverse le signe du champ.
3. La force change également de signe avec le champ électrique parallèle au nanofil et présente une dépendance non linéaire selon l'intensité de celui-ci ainsi qu'une forte asymétrie selon le signe du champ. L'inversion s'observe pour un champ dirigé de l'échantillon et la pointe en tungstène avec une norme dépendante de différents paramètres.
4. Aux fréquences mécaniques (kHz) cette force présente un retard de phase avec l'excitation optique, ce qui traduit l'existence d'un temps d'établissement appréciable du processus générant cette force.
5. La force est linéaire avec l'amplitude de modulation du laser de pompe, mais varie non linéairement avec la puissance moyenne du laser.
6. Cette force varie avec la longueur d'onde du laser de pompe, elle est affectée par les résonances de Mie du nanofil, et croit généralement lorsqu'on entre dans le gap du SiC (515 nm pour la phase 3C utilisée)

Ces indices expérimentaux résumés sur la Figure 3.1 ont permis de converger vers une interprétation microscopique mettant en jeu la dynamique des charges électriques créées par le laser de pompe et se propageant au sein du nanofil. L'absorption d'une partie des photons du laser de pompe va créer des paires électron-trou dont une grande partie va se recombiner rapidement, tandis qu'une faible fraction va pouvoir se dissocier et migrer le long du nanofil sous l'effet conjoint des champs électrostatiques et des mécanismes de diffusion. Il s'établit alors une distribution de charges non nulle et non-uniforme pour laquelle les électrons et les trous ne se compensent pas localement. La distribution de charges ainsi générée va interagir avec le champ électrique transverse pour produire une force latérale s'exerçant sur le nanofil, dont on mesurera les déformations latérales induites avec le laser sonde.

Dans ce chapitre, nous allons détailler l'étude expérimentale et théorique de cette nouvelle force et de ses caractéristiques principales en mesurant la réponse mécanique du nanofil à l'excitation optique en présence de champs électrostatiques ajustables. En exploitant les deux modes propres de vibration oscillant dans des directions perpendiculaires, nous réaliserons une mesure vectorielle de la force électro-optique. Ce principe de mesure pompe-sonde, et la grande dynamique de mesure obtenue, nous permettra également de mesurer la force produite en dehors des résonances mécaniques du nanofil, et d'étudier ainsi la dynamique des ondes de charge générées par le laser de pompe.

La meilleure connaissance de la force électro-optique donnée par ces études nous permettra de continuer notre exploration de celle-ci avec l'étude de sa dépendance au laser d'excitation. Un nouveau montage expérimental utilisant un laser de pompe séparé du laser de sonde et dont la longueur d'onde est réglable sera utilisé dans un premier temps pour étudier les paramètres permettant une optimisation de la mesure de la force électro-optique. Nous terminerons la section sur l'exploration de conditions extrêmes pour lesquelles des effets non-linéaires apparaissent.

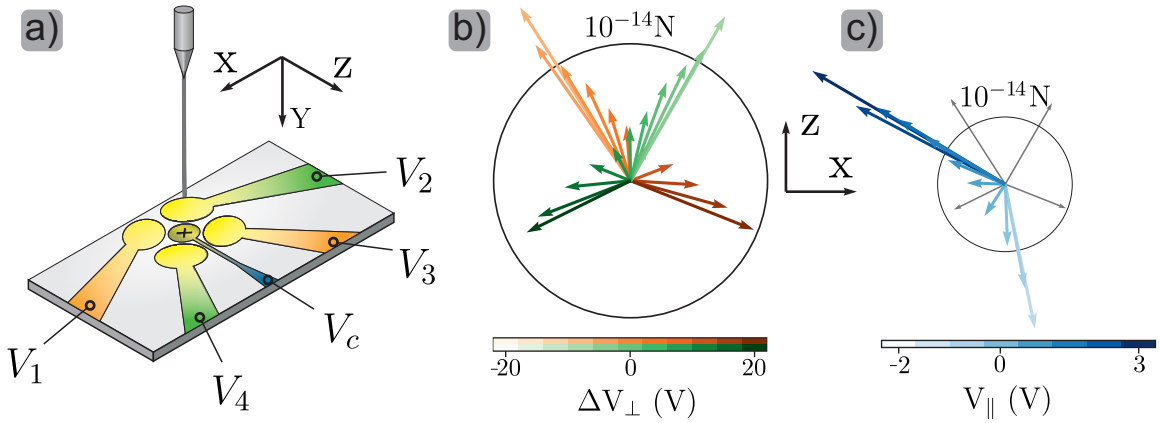


FIGURE 3.1 – a) Schéma de principe des mesures. Les champs transverses sont réalisés avec des paires d'électrodes opposées représentées par les mêmes couleurs (V_1-V_3 en orange et V_2-V_4 en vert). Pour ajuster le champ longitudinal, on fera varier la tension de l'électrode centrale V_c en bleu et éventuellement la valeur moyenne des tensions appliquées sur les électrodes latérales. b) Représentation vectorielle de la force mesurée pour différents champs transverses générés par les couples d'électrodes V_1-V_3 et V_2-V_4. On observe que la force, alignée dans la direction du laser à champ nul (z), tend à s'aligner dans la direction du champ généré lorsque celui-ci devient suffisamment intense. c) Représentation vectorielle de la force mesurée pour différents champs longitudinaux obtenus en faisant varier la tension $V_\parallel$ et en appliquant un champ transverse fixe avec le couple V_1-V_3. On observe ici l'inversement de la direction de la force avec le champ longitudinal et une variation asymétrique avec la tension appliquée. On a en plus représenté les forces extrémales de b) en gris à titre de comparaison.

Finalement, le chapitre se conclura sur les études expérimentales et théoriques des effets d'un champ longitudinal inhomogène sur la force électro-optique. Celles-ci étant nécessaires pour la possible utilisation de la force électro-optique pour cartographier les champs électrostatiques transverses à la surface d'un échantillon.

3.2 Dispositif expérimental

3.2.1 Excitation optique

Pour étudier cet effet, nous avons exploité plusieurs montages expérimentaux : l'effet a d'abord été observé sur le montage décrit dans la partie précédente, puis confirmé sur un montage similaire. Ces deux expériences fonctionnent à une longueur d'onde de pompe fixe (532 nm) et avec un seul objectif, ce qui ne permet pas de séparer spatialement les deux lasers. Pour étudier la dépendance en longueur d'onde des forces électro-optiques, ainsi que les propriétés spatiales des ondes de charge, nous avons séparé physiquement les lasers de pompe et de sonde en employant deux objectifs distincts se faisant face. Ce montage expérimental, initialement développé par A. Fontana, a été repris lors du stage de C. Dousset et sera décrit à la section 3.6. Il est notamment composé d'un laser supercontinuum produisant un large spectre de couleur, qui est ensuite filtré et modulé par un Filtre Acousto-Optique Accordable (*Acousto-Optic Tunable Filter*, AOTF).

3.2.2 Génération et contrôle des champs électriques

Afin de pouvoir étudier la phénoménologie de la force, le champ électrostatique dans lequel est plongé le nanofil doit être ajustable et modélisable simplement. Le nanofil étant surtout sensible aux forces appliquées à son extrémité libre, on peut se contenter d'un champ latéral quasi-homogène, par contre le champ longitudinal doit être capable de transporter les charges du laser jusqu'à son extrémité libre. Enfin, les champs électriques employés doivent être relativement homogènes pour ne pas générer de champs de force trop intenses qui, en perturbant la structure spectro-angulaire des modes propres, rendraient l'analyse des forces électro-optiques plus complexe (mais tractable tant que l'on dispose d'une lecture 2D des vibrations du nanofil). Pour cela différents échantillons représentés Figure 3.2 capables de générer ces champs ont été utilisés.

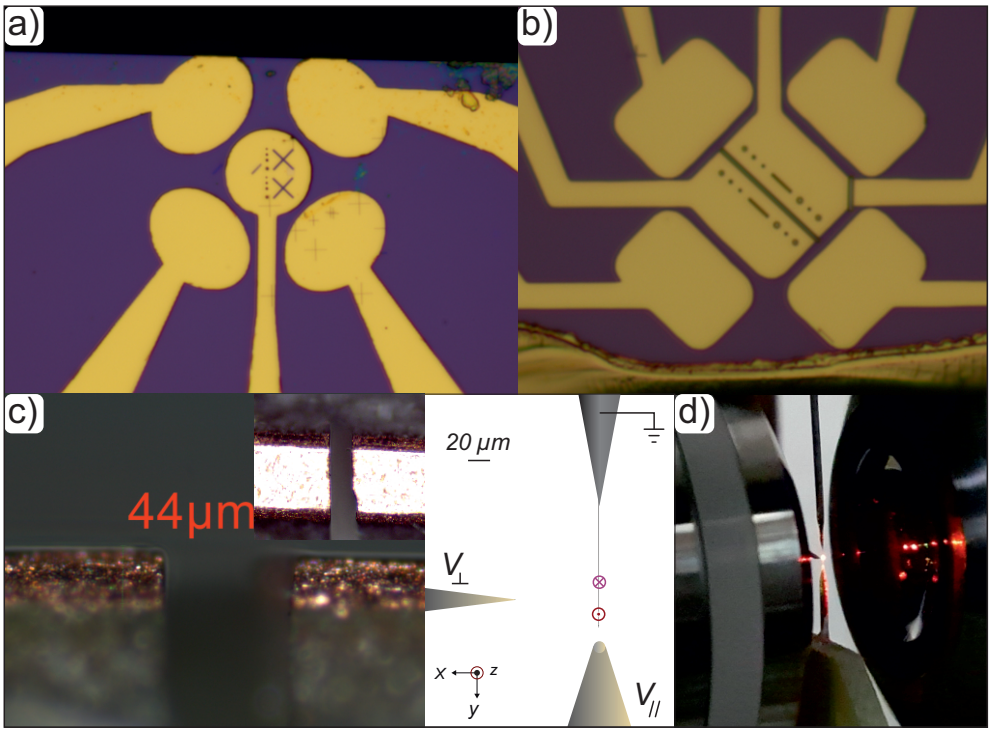


FIGURE 3.2 – a) Image au microscope optique d'un échantillon à électrodes de 1ère génération avec des électrodes rondes et une électrode centrale en or déposé sur un substrat en silicium. b) Image au microscope optique d'un échantillon de seconde génération avec des électrodes rectangulaires et deux électrodes centrales en or déposées sur sur de l'oxyde de silicium. c) Image au microscope optique d'un condensateur réalisé en découpant une piste électrique en cuivre. La grande image représente une vue de côté de la piste et l'insert une vue du dessus. d) Image de deux pointes en tungstène utilisées pour générer des champs transverses et longitudinaux avec sur la gauche un schéma représentatif pour une meilleure visibilité.

Les échantillons à électrodes de contrôle permettent d'avoir des champs électrostatiques qui remplissent ces conditions, comme le montre les simulations Figure 3.3.b. Les électrodes de contrôle latérales (V_1 à V_4) sont espacées de 25 µm et on peut varier la tension appliquée de -10 V à 10 V, ce qui génère un champ latéral pouvant atteindre 800 kV/m. En appariant ces électrodes symétriquement (V_1-V_3 et V_2-V_4), l'orientation du champ électrique latéral dans le plan de l'échantillon peut être contrôlée arbitrairement. Le nanofil est placé au-dessus du

centre de l'électrode centrale (V_c) dont la polarisation ($\pm 10\,\mathrm{V}$) va créer un champ longitudinal d'intensité comparable jusqu'à une hauteur correspondant à l'extension transverse des électrodes, puis rester homogène à un niveau de $10\,\mathrm{V}/100\,\mu\mathrm{m} = 100\,\mathrm{kV/m}$ pour un nanofil de $100\,\mu\mathrm{m}$ (dont le support est mis à la masse). La configuration la plus simple consiste donc à positionner le nanofil à une altitude de 10-15 µm au-dessus des électrodes, car alors le champ longitudinal ressenti est quasiment homogène, tandis que le champ latéral n'est appréciable qu'en bout de fil, ce qui signifie que l'on va sonder la densité de charges à son extrémité.

Les champs sont ajustés avec les électrodes de contrôle V_1, V_2, V_3 et V_4. La composante transversale du champ est ajustée en intensité et en orientation en appliquant des tensions opposées aux paires d'électrodes en regard (i.e. $V_1 = -V_3 = V_\perp$), le champ est ainsi aligné avec l'axe de la paire en direction de l'électrode à laquelle on applique la tension positive. On positionne le nanofil à l'aplomb du centre de ce système d'électrodes, la composante parallèle est contrôlée en ajoutant une tension commune à toutes les électrodes ($V_\parallel$).

On présente Figure 3.3.b, une coupe verticale de deux champs électrostatiques simulés par éléments finis au-dessus de l'échantillon. Le code couleur représente la norme du champ et les flèches sa direction. La simulation de gauche a été réalisée en appliquant $V_1 = -V_3 = -3\,\mathrm{V}$ et les autres électrodes à $0\,\mathrm{V}$. Cette configuration permet de générer un champ latéral, parallèle à l'échantillon et présentant une extension verticale, relativement homogène sur la taille du nanofil à une altitude suffisante.

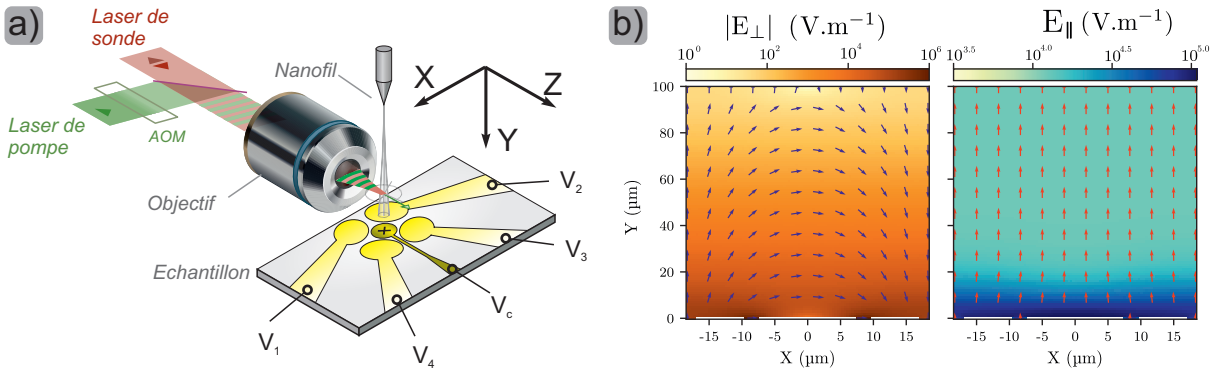


FIGURE 3.3 – a) Schéma du montage expérimental, le nanofil est placé au centre de l'électrode centrale et excité optiquement avec le laser de pompe. Un champ électrostatique est appliqué avec les électrodes V_1, V_2, V_3, V_4. b) Simulation COMSOL de champ électrostatique au-dessus de l'échantillon. À gauche champ électrostatique créé en appliquant $V_1 = -V_3 = 3\,\mathrm{V}$, à droite champ électrostatique créé en appliquant $V_1 = V_3 = V_c = 2\,\mathrm{V}$.

La simulation de droite a été réalisée en appliquant $V_1 = V_3 = V_c = 2\,\mathrm{V}$, elle montre que le champ au centre de l'échantillon est normal à celui-ci. Un tel champ se propage sur une dizaine de microns verticalement, ce qui est suffisant pour atteindre l'emplacement du laser et séparer efficacement les paires. Cependant, dans le but de travailler avec un champ plus homogène le long du fil, on préférera positionner le nanofil au-dessus de cette zone inhomogène. En combinant les deux configurations, on peut donc créer un champ où on contrôle de manière indépendante les composantes transversales et longitudinales.

Le montage condensateur est réalisé en découpant une piste en cuivre sur une plaque PCB. Cet échantillon est très intéressant pour l'étude des effets du champ transverse sur la force électro-optique puisqu'il génère le champ le plus homogène possible. Le nanofil est introduit

dans le sens de la largeur de la piste en cuivre de manière à ce que celui-ci soit entouré des deux électrodes en cuivre sur toute sa longueur. Cet échantillon ne permet cependant pas de générer de champ longitudinal et nécessite une attention particulière lors de l'insertion du nanofil. Pour ces raisons, nous avons utilisé cet échantillon pour confirmer les premières observations sur la force électro-optique.

Enfin un dernier échantillon constitué de deux pointes en tungstène gravées chimiquement par la méthode présentée section 1.2 est utilisé. Les pointes sont placées à 90° l'une de l'autre à environ 30 µm de l'extrémité du nanofil. L'intérêt de cet échantillon est la possibilité d'appliquer des champs électriques très intenses (jusqu'à 10^6 V/m) comparés aux autres échantillons. Le nanofil est placé à plusieurs dizaines de microns des pointes afin que le champ électrique appliqué soit le plus homogène possible.

Cet échantillon est utilisé dans le montage à deux objectifs de microscope. En effet, les objectifs ont une distance de travail de 4 mm qui rend impossible l'utilisation des autres échantillons trop larges pour cette configuration. Les tensions extrémales applicables à chaque pointe sont de $V_{\text{ex}} = \pm 210$ V. Dans de tels champs, le comportement de la force électro-optique peut devenir non linéaire, donnant des informations supplémentaires à celles mesurables avec les échantillons à électrodes.

3.2.3 Les nanofils utilisés

Lors de nos mesures, nous avons observé que la force électro-optique mesurée avec des nanofils fins (diamètre de 100 nm) était très faible voir non mesurable lorsqu'on utilisait une longueur d'onde de pompe de 532 nm. On verra plus loin que cette observation est liée au rôle des résonances optiques internes au nanofil, les résonances de Mie. En utilisant des nanofils plus épais mais toujours sensibles (diamètre supérieur à 200 nm), la force électro-optique devient beaucoup plus intense.

Les mesures présentées dans ce chapitre ont été réalisées avec quatre nanofils différents dont les caractéristiques principales sont données dans le Tableau 3.1. Le nanofil n°1 s'est montré très sensible à la force électro-optique, ce qui a nécessité pour certaines mesure de mesurer la force sur sa seconde famille de modes. Les nanofils n°2, 3 et 4 sont moins sensibles à la force électro-optique nous permettant de réaliser toutes nos mesures sur la première famille de modes.

Nom	Longueur (µm)	Diamètre (nm)	Résonance (kHz)	Paramètres variés
NW 1	120	145	40,5	$E_\perp$, $E_\parallel$
NW 2	140	220	18,5	$E_\perp$, $E_\parallel$, Ω
NW 3	110	250	32	$E_\parallel$, Ω, λ_{pompe}, y_{laser}
NW 4	280	300	7	$E_\parallel$, Ω, λ_{pompe}, y_{laser}, P_{opt}

TABLE 3.1 – Tableau récapitulatif des nanofils utilisés pour les mesures des forces électro-optiques

3.3 Méthode de mesure de la force

Nous allons ici détailler les techniques expérimentales mises en œuvre ainsi que la modélisation utilisée pour mesurer la force électro-optique. Nous utilisons une technique de mesure dite pompe-sonde pour mesurer la réponse mécanique vectorielle (bidimensionnelle) du nanofil à une modulation d'intensité. Dans cette expérience, la force à analyser est produite par un laser vert modulé en intensité grâce à un modulateur acousto-optique. Le faisceau est focalisé par un objectif Zeiss 100x d'ouverture numérique NA=0.75 a environ 10 microns au-dessus de l'extrémité libre du nanofil. Les vibrations résultantes du nanofil sont mesurées optiquement par un laser rouge focalisé au même endroit car injecté par la même fibre optique.

Le laser rouge de lecture mesure d'une part le mouvement Brownien du nanofil, ce qui permet de mesurer les gradients de force ressentis par ce dernier, et d'autre part la réponse mécanique du nanofil selon deux directions de mesure $\boldsymbol{\beta}_{\ominus,\oplus}$ quasi-orthogonales associées aux deux voies de la photodiode. La fréquence d'excitation est balayée sur une plage allant de 100 Hz à 300 kHz de manière à englober à la fois la réponse quasi-statique, la réponse résonante des premières familles longitudinales, ainsi que la dynamique des ondes de charges, qui présente comme on le verra une coupure autour de 1-30 kHz selon les fils. Cette mesure de réponse simultanée sur les deux voies de mesures est effectuée par un Lock-In numérique Zurich Instrument HF2LI que nous avons intégré à notre interface expérimentale et grâce auquel nous combinons des balayages logarithmiques en fréquence pour mesurer la réponse dit *large* du nanofil, ainsi que des balayages linéaires autour des fréquences de résonance des différents modes propres.

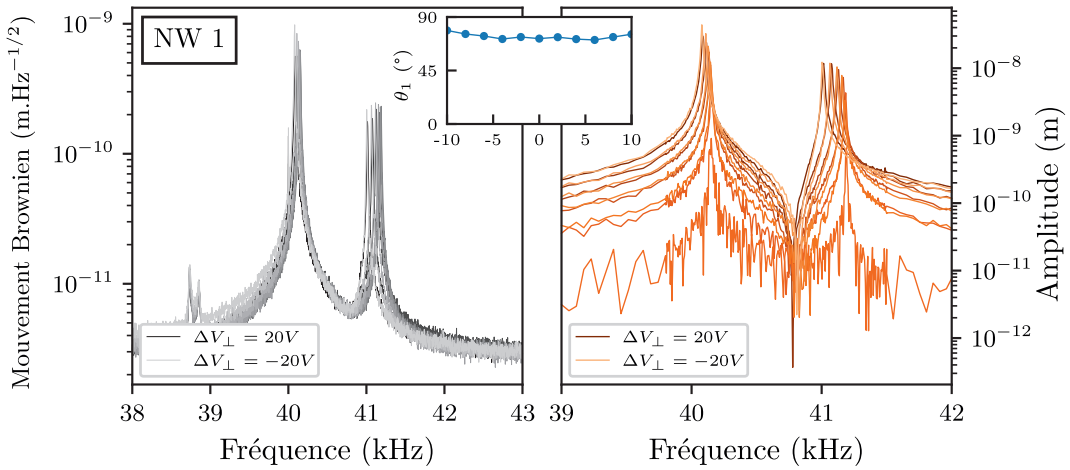


FIGURE 3.4 – À gauche : densités spectrales de bruit mesurées avec le nanofil 1 en appliquant différents champs transverses à l'aide des électrodes 1 et 3 de l'échantillon. Les variations de la mécanique (amplitudes et fréquences de résonance des pics) du nanofil sont symétriques et faibles. Ainsi, la force électrostatique générée par l'échantillon est faible. Les variations des amplitudes des pics sont faibles ce qui signifie que les angles de vibration des modes subissent peu de rotation et ne voient pas leur symétrie brisée. L'encart donne la variation de la direction du 1er mode en fonction de la tension et montre une variation inférieure à 10°. À droite : réponses en amplitude à une excitation optique du nanofil pour différents champs transverses. On observe ici aussi une variation symétrique des réponses avec les champs ce qui indique que l'amplitude de la force appliquée au nanofil varie symétriquement avec les champs transverses.

Ces réponses, sont converties en déplacement 2D grâce à la mesure des $\boldsymbol{\beta}$ sur les deux voies, qui permet de reconstruire le déplacement dans la base (x, z) transverse au nanofil. Elles sont analysées avec un modèle utilisant la réponse linéaire d'un oscillateur harmonique bidimensionnel pour remonter à la modulation de force ressentie par une famille de modes propres, $\delta\mathbf{F}$, on assimile le nanofil à une particule ponctuelle 2D et on ajuste le déplacement mesuré dans chacune des directions de mesure $\boldsymbol{\beta}$ par :

$$\begin{aligned}\delta r_\beta[\Omega] &= \frac{\delta \mathrm{F}_1 e^{i\phi_1}\Omega_1\Gamma_1}{\Omega_1^2-\Omega^2-i\Gamma_1\Omega} + \frac{\delta \mathrm{F}_2 e^{i\phi_2}\Omega_2\Gamma_2}{\Omega_2^2-\Omega^2-i\Gamma_2\Omega} \\ &= \frac{(\delta\mathbf{F}_{\mathrm{tot}}\cdot\mathbf{e}_1)(\mathbf{e}_1\cdot\boldsymbol{\beta})}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}(\Omega_1^2-\Omega^2-i\Gamma_1\Omega)} + \frac{(\delta\mathbf{F}_{\mathrm{tot}}\cdot\mathbf{e}_2)(\mathbf{e}_2\cdot\boldsymbol{\beta})}{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}(\Omega_2^2-\Omega^2-i\Gamma_2\Omega)}\end{aligned} \tag{3.1}$$

où nous supposons $\mathbf{F}_{\mathrm{tot}}$ la somme de toutes les forces appliquées au nanofil. La somme des forces est ici supposée complexe, car certaines forces peuvent être retardées par rapport à la modulation induisant une partie imaginaire à la force comme expliqué dans le Chapitre 1. On peut alors par identification obtenir :

$$\delta\mathbf{F}_{\mathrm{tot}}\cdot\mathbf{e}_1 = \frac{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}\Omega_1\Gamma_1}{\mathbf{e}_1\cdot\boldsymbol{\beta}}\delta\mathrm{F}_1 e^{i\phi_1} \tag{3.2}$$

$$\delta\mathbf{F}_{\mathrm{tot}}\cdot\mathbf{e}_2 = \frac{\mathrm{M}_{\mathrm{eff}}\Omega_2\Gamma_2}{\mathbf{e}_2\cdot\boldsymbol{\beta}}\delta\mathrm{F}_2 e^{i\phi_2} \tag{3.3}$$

Les spectres du mouvement Brownien du nanofil en l'absence d'excitation sont systématiquement enregistrés et leur ajustement permet de connaître les caractéristiques des modes propres du nanofil (masse effective, fréquences propres, taux de dissipations et vecteurs propres, Figure 3.4). En ajustant les réponses mesurées en amplitude et en phase avec ce modèle (Figure 3.7.a), on peut alors obtenir la projection du vecteur force complexe sur chacun des modes propres.

Pour réaliser nos mesures, on se place le long de l'axe optique des lasers focalisés pour minimiser les gradients des forces optiques et s'assurer qu'ils n'entraînent pas de rotation des modes et surtout pas de brisure de l'orthogonalité [116], comme on l'observe sur l'encart de la Figure 3.4. Les deux modes étant toujours orthogonaux, nous pouvons donc obtenir le module de la force complexe appliquée avec une seule voie de mesure :

$$|\delta\mathbf{F}_{\mathrm{tot}}| = \mathrm{M}_{\mathrm{eff}}\sqrt{\frac{\Omega_1^2\Gamma_1^2}{(\mathbf{e}_1\cdot\boldsymbol{\beta})^2}\delta\mathrm{F}_1^2 + \frac{\Omega_2^2\Gamma_2^2}{(\mathbf{e}_2\cdot\boldsymbol{\beta})^2}\delta\mathrm{F}_2^2} \tag{3.4}$$

3.3.1 Linéarité des forces mesurées

L'étude de la force que subit le nanofil est réalisée en mesurant la réponse du nanofil à la modulation d'intensité du laser de pompe. Pour ce faire, on démodule avec un Lock-In le déplacement mesuré sur les deux voies de mesure à la fréquence de la modulation du laser. L'analyse que l'on effectue et son interprétation sont basées sur le principe de la réponse linéaire, il convient donc de s'assurer expérimentalement de la linéarité de la force électro-optique autour du champ moyen. Pour cela, on réalise des réponses en fréquences sur le nanofil 1 autour des résonances de sa seconde famille longitudinale de modes à différentes profondeurs de modulation du laser de pompe sans changer sa puissance moyenne.

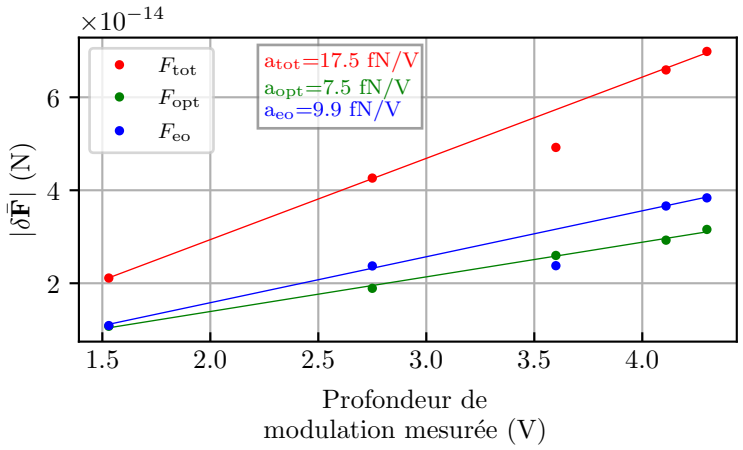


FIGURE 3.5 – Variation du module de la force mesurée sur la 2nde famille longitudinale de modes du nanofil 1 en fonction de la profondeur de modulation du laser de pompe. En vert, on représente la force optique mesurée sans appliquer de champ autour du nanofil. En rouge, est représentée la force totale mesurée lorsqu'un champ électrostatique transverse est appliqué et en bleu la différence de la force totale et de la force optique. Les lignes pleines sont des ajustements linéaires de la force en fonction de la profondeur modulation, les pentes ajustées sont données en encart.

Dans ces mesures, on applique les tensions latérales $V_1 = -V_3 = -10\,\mathrm{V}$ créant un fort champ transverse autour du nanofil suffisamment intense pour que la force électro-optique soit dominante devant la force optique. Une mesure de référence est effectuée pour chaque profondeur de modulation, où toutes les électrodes sont mises à la masse afin de n'avoir que la mesure de la force optique seule. La mesure des profondeurs de modulations optiques est réalisée avec une photodiode annexe placée sur la transmission du cube 90/10, juste avant l'objectif.

Les mesures sont représentées Figure 3.5. Elles permettent de vérifier que la force électro-optique est linéaire en fonction de la modulation optique grâce aux ajustements linéaires dont les pentes sont données dans l'encart. Les ajustements montrent clairement que les forces optiques et électro-optiques sont linéaires. Cette analyse de linéarité valide donc notre méthode de mesure et d'analyse.

3.3.2 Séparation des parties réelles et imaginaires de la force

La force mesurée est, dans la majorité des cas, une somme de plusieurs forces complexes ou réelles. Dans le cas où toutes les forces seraient réelles, on peut utiliser les équations (3.2) et (3.3) pour la déterminer. Cependant, comme nous le verrons plus tard la force électro-optique est, aux fréquences de résonance du nanofil (kHz), retardée.

Effets de la partie imaginaire de la force

La direction de la force mesurée est encodée dans les amplitudes à résonance de sa réponse. La réponse en phase permet de donner des indications sur son retard par rapport à l'excitation et donc si la force appliquée est complexe ou non. Lorsqu'une force purement réelle ou imaginaire est appliquée avec la même direction sur le nanofil, seules les phases à résonance vont être modifiées (Figure 3.6.a,b). Une force purement réelle traduit une force instantanée et donc des phases hors résonances de 0 ou $\pm\pi$ alors qu'une force purement imaginaire traduit une force en opposition de phases où sa phase est décalée de $\pm\pi/2$, induisant des phases hors résonances de $\pm\pi/2$.

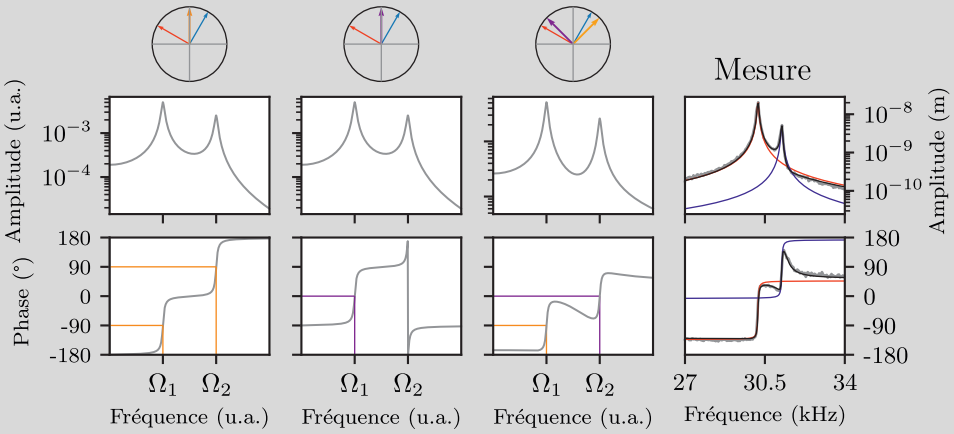


FIGURE 3.6 – Les réponses mécaniques du nanofil dépendent du type et de la direction des forces qui lui sont appliquées. a) Dans le cas d'une force purement réelle représentée par la flèche jaune dans le premier cercle avec les directions du mode 1 (rouge) et du mode 2 (bleu), les phases avant résonance sont de 0° ou de ±180°. b) Lorsque la force appliquée est purement imaginaire (représentée par la flèche violette), les phases avant la résonance sont de ±90°. c) Si les parties réelles et imaginaires de la force ont les mêmes directions, les phases avant résonance dépendent du ratio des parties réelles et imaginaires. Quand les composantes réelles et imaginaires de la force n'ont pas les mêmes directions, les phases avant les résonances dépendent des ratios des composantes projetées sur chaque mode de vibration. d) Même si les réponses en phase obtenues ont des formes complexes, l'ajustement de celles-ci par la somme de deux lorentziennes complexes fonctionne très bien.

Lorsque des forces complexes sont appliquées sur le nanofil, les sommes de leurs parties réelles et imaginaires génèrent une force instantanée selon une direction et une force en opposition de phase dont la direction n'est pas forcément égale à celle de la force instantanée. Ainsi, les deux forces se projettent différemment sur les deux modes de vibrations du nanofil. Ainsi, si la force instantanée est alignée avec le mode 1 et la force retardée avec le mode 2, la phase avant la première résonance sera de 0 ou $\pm\pi$ et la phase avant la seconde résonance de $\pm\pi/2$ (Figure 3.6.c). Lorsque les forces se projettent sur les deux modes de vibrations, la phase mesurée dépend du ratio de la force instantanée et de la force retardée projeté sur le mode. Le cas le plus simple se réalisant lorsque les deux forces ont la même direction, générant un décalage statique de la phase hors résonance.

Les mesures de forces retardées mélangées avec une ou des forces instantanées donnent alors des réponses avec des phases de forme complexes (Figure 3.6.d). Cependant, notre modèle d'ajustement par la somme de deux lorentziennes complexes utilise la phase avant résonance comme paramètre ce qui permet d'obtenir de bons ajustements des réponses malgré la variation de la phase.

Dans le cas d'une force retardée appliquée sur le nanofil, il n'est pas possible de directement déterminer la direction de la force complexe avec les équations (3.2) et (3.3). Cependant, avec un ajustement, nous avons accès aux amplitudes à résonance ainsi qu'aux phases avant les résonances, permettant de dissocier la force complexe mesurée en ses composantes réelles et imaginaires :

$$\delta \mathrm{F}_r(\mathbf{e}_r \cdot \mathbf{e}_1) + i\delta \mathrm{F}_i(\mathbf{e}_i \cdot \mathbf{e}_1) = \frac{\mathrm{M_{eff}}\Gamma_1\Omega_1}{\mathbf{e}_1 \cdot \boldsymbol{\beta}} \left(\Re(\delta \mathrm{F}_1 e^{i\phi_1}) + i\Im(\delta \mathrm{F}_1 e^{i\phi_1})\right) \tag{3.5}$$

$$\delta \mathrm{F}_r(\mathbf{e}_r \cdot \mathbf{e}_2) + i\delta \mathrm{F}_i(\mathbf{e}_i \cdot \mathbf{e}_2) = \frac{\mathrm{M_{eff}}\Gamma_2\Omega_2}{\mathbf{e}_2 \cdot \boldsymbol{\beta}} \left(\Re(\delta \mathrm{F}_2 e^{i\phi_2}) + i\Im(\delta \mathrm{F}_2 e^{i\phi_2})\right) \tag{3.6}$$

Avec $\delta \mathrm{F}_r$, $\delta \mathrm{F}_i$ les amplitudes des parties réelles et imaginaires de la force totale et $\mathbf{e}_r$, $\mathbf{e}_i$ les directions de ces composantes. On peut alors utiliser cette décomposition pour avoir accès aux amplitudes et directions de chaque composante :

$$\delta \mathrm{F}_r = \mathrm{M_{eff}} \sqrt{\frac{\Gamma_1^2\Omega_1^2}{(\mathbf{e}_1 \cdot \boldsymbol{\beta})^2}\Re^2(\delta \mathrm{F}_1 e^{i\phi_1}) + \frac{\Gamma_2^2\Omega_2^2}{(\mathbf{e}_2 \cdot \boldsymbol{\beta})^2}\Re^2(\delta \mathrm{F}_2 e^{i\phi_2})} \tag{3.7}$$

$$\theta_r = \arctan\left(\frac{\Gamma_2\Omega_2\Re(\delta \mathrm{F}_2 e^{i\phi_2})}{\Gamma_1\Omega_1\Re(\delta \mathrm{F}_1 e^{i\phi_1})}\frac{(\mathbf{e}_1 \cdot \boldsymbol{\beta})}{(\mathbf{e}_2 \cdot \boldsymbol{\beta})}\right) \tag{3.8}$$

En remplaçant la partie réelle de $\delta F_j e^{i\phi_j}$, on obtient les formules de la partie imaginaire de la force. L'utilisation de la décomposition en partie réelle et imaginaire est indispensable pour l'étude de la force électro-optique puisque celle-ci est retardée comme on peut l'observer sur la Figure 3.7.a où la phase avant résonance est égale à 170° environ.

La réponse représentée Figure 3.7 a été réalisée en appliquant une différence de tension $\Delta V_\perp = -16\,\mathrm{V}$ aux électrodes 1 et 3. Dans cette configuration, la force électro-optique est dominante par rapport à la force de pression de radiation qui est instantanée. Le retard observé est donc dû à la force électro-optique ce qui génère une composante imaginaire représentée par la flèche violette dans la représentation vectorielle Figure 3.7.b. Puisque la force électro-optique domine, les deux composantes réelle et imaginaire ont des directions similaires dont les différences peuvent être dues à la force de pression de radiation toujours présente.

L'utilisation de la décomposition en partie réelle et imaginaire permet aussi de déconvoluer les forces instantanées des forces retardées. C'est par exemple le cas de nos mesures de forces contenant la force de pression de radiation et la force électro-optique.

La seconde stratégie de déconvolution est de mesurer la force de pression de radiation seule en absence de tension sur les électrodes et de la soustraire à la force totale mesurée en présence de champ électrique. Cette méthode est limitée, en particulier proche de l'échantillon (¡100 nm), car la différence de travail de sortie des électrons entre l'or et le SiC crée un champ électrique résiduel qui ne peut pas être compensé avec les méthodes décrites dans le chapitre précédent.

Finalement, la modulation optique peut aussi engendrer une force opto-thermique, elle aussi retardée, car dépendant de la propagation d'ondes de chaleur dans le nanofil. Il est alors plus

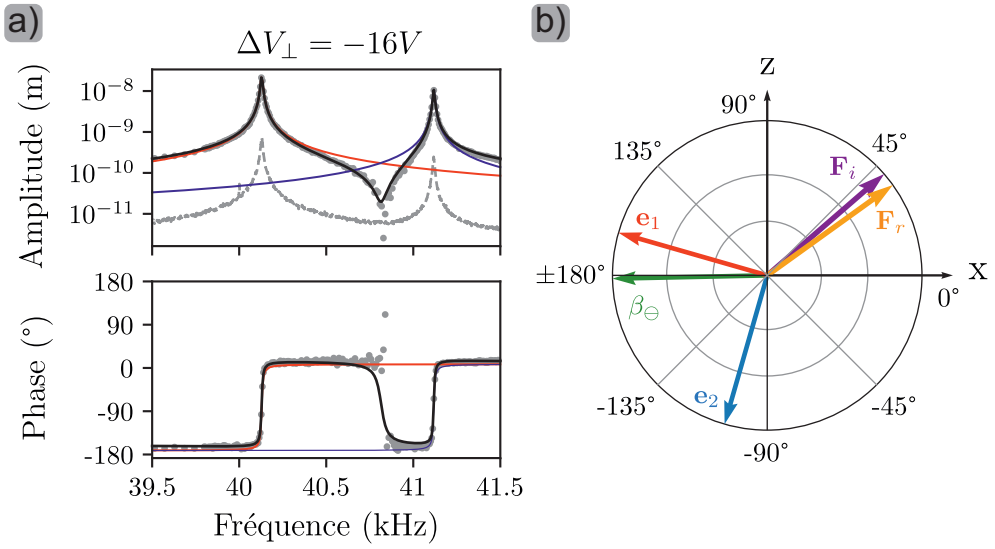


FIGURE 3.7 – a) Ajustement des réponses en amplitude et en phase du nanofil placé dans un champ électrique transverse. Le pic le plus grand est d'abord ajusté avec une Lorentzienne complexe (rouge) puis on soustrait cet ajustement à la mesure afin de réaliser l'ajustement du second pic (bleu). Les paramètres trouvés avec ces deux ajustement sont ensuite utilisés pour réaliser l'ajustement total de la réponse avec la somme de deux lorentziennes complexes (noir). b) Représentation vectorielle des modes de vibration du nanofil ($\mathbf{e}_1$, $\mathbf{e}_2$), du vecteur de mesure $\boldsymbol{\beta}_\ominus$ et des directions des parties réelles et imaginaires ($\mathbf{F}_r$, $\mathbf{F}_i$) de la force obtenue avec l'ajustement de la réponse a).

judicieux d'utiliser la décomposition réelle/imaginaire et il sera indispensable de mesurer des réponses large bande (100 Hz-200 kHz) et de les ajuster avec un modèle microscopique spécifique des forces électro-optique et thermique pour conclure nos analyses.

3.4 Dépendance de la force électro-optique aux champs électrostatiques

Dans cette section, nous déterminons les propriétés de la force électro-optique et sa dépendance aux champs électriques externes en se positionnant au-dessus du système d'électrodes présenté à la section 3.2 : à partir d'une altitude suffisante (5-15 µm), le champ vertical est relativement homogène le long du nanofil tandis que le champ latéral est maximal en bout de fil.

3.4.1 Effets des champs électrostatiques transverses en champ longitudinal nul

Nous commencerons par étudier l'effet de la composante transverse du champ électrique en champ vertical nul. Cette configuration est celle qui nous a permis d'observer pour la première

fois la force électro-optique. La mesure est réalisée avec la première génération d'échantillons (avec les électrodes arrondies) où on applique sur deux électrodes extérieures en regard des tensions opposées, et une tension nulle aux autres électrodes. Dans un souci de symétrie, on fera la mesure sur les deux paires d'électrodes en regard : $V_1 = -V_3 = V_\perp$ et $V_2 = V_4 = V_c = 0\,\mathrm{V}$ puis $V_2 = -V_4 = V_\perp$ et $V_1 = V_3 = V_c = 0\,\mathrm{V}$. Le nanofil est placé à 5 µm au-dessus du centre de l'échantillon et il ressent donc un champ électrostatique horizontal homogène sur sa largeur et sur quelques microns de haut. Le nanofil étant majoritairement sensible aux forces s'exerçant à son extrémité libre, on peut alors considérer que le champ appliqué est homogène dans la zone de mesure du nanofil.

On fait varier les tensions appliquées aux électrodes latérales en regard de $\pm 10\,\mathrm{V}$ à $\mp 10\,\mathrm{V}$ par pas de $\pm 2\,\mathrm{V}$ en les gardant toujours opposées. On représente Figure 3.8 les réponses en amplitude (gauche) et en phase (droite) obtenue pour différentes mesures réalisée avec le couple V_1-V_3 sur la première famille longitudinale de modes du nanofil 1.

Les réponses en amplitude montrent des formes et des ratios d'amplitudes des pics similaires ce qui laisse penser que la direction de la force électro-optique est constante avec le champ transverse comme nous l'observerons plus directement Figure 3.10. Lorsqu'il n'y a aucun champ appliqué, seule la force de pression de radiation s'applique ce qui explique la différence de la réponse avec les autres.

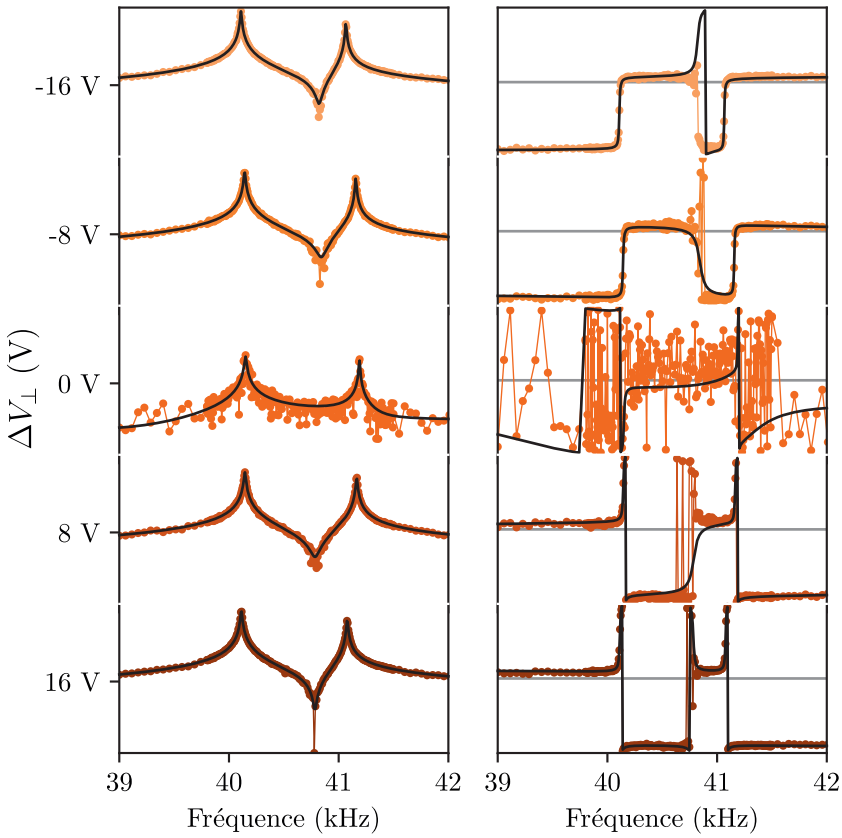


FIGURE 3.8 – Représentation des réponses en amplitude (gauche) et en phase (droite) du nanofil obtenues pour différents champs transverses. Les traits noirs représentent les ajustements réalisés pour ces réponses. Les traits gris dans les représentations des phases sont des repères indiquant 0°. On observe que les phases à résonances s'inversent avec le champ transverse.

Les réponses en phase montrent elles aussi des variations similaires. Les traits gris représentent 0°, on observe donc que les phases à résonance s'inversent avec la direction du champ. Cela nous permet de déduire que la direction de la force électro-optique s'inverse avec le champ. Finalement, les traits noirs représentent les ajustements des réponses. Grâce à ces ajustements, on peut déterminer les amplitudes et directions des parties réelles et imaginaires de la force mesurée.

La première famille de modes étant très sensible à la force électro-optique, celle-ci devient dominante dès l'application d'un petit champ transverse. Ainsi, pour commencer à étudier la dépendance des forces électro-optiques à la fréquence de modulation, on réalise des mesures sur la première et la seconde famille de modes. La seconde famille étant plus *rigide* elle est moins sensible également aux gradients de force, qui peuvent impacter les propriétés des modes propres, compliquant alors l'analyse des forces.

Étude de la partie réelle de la force

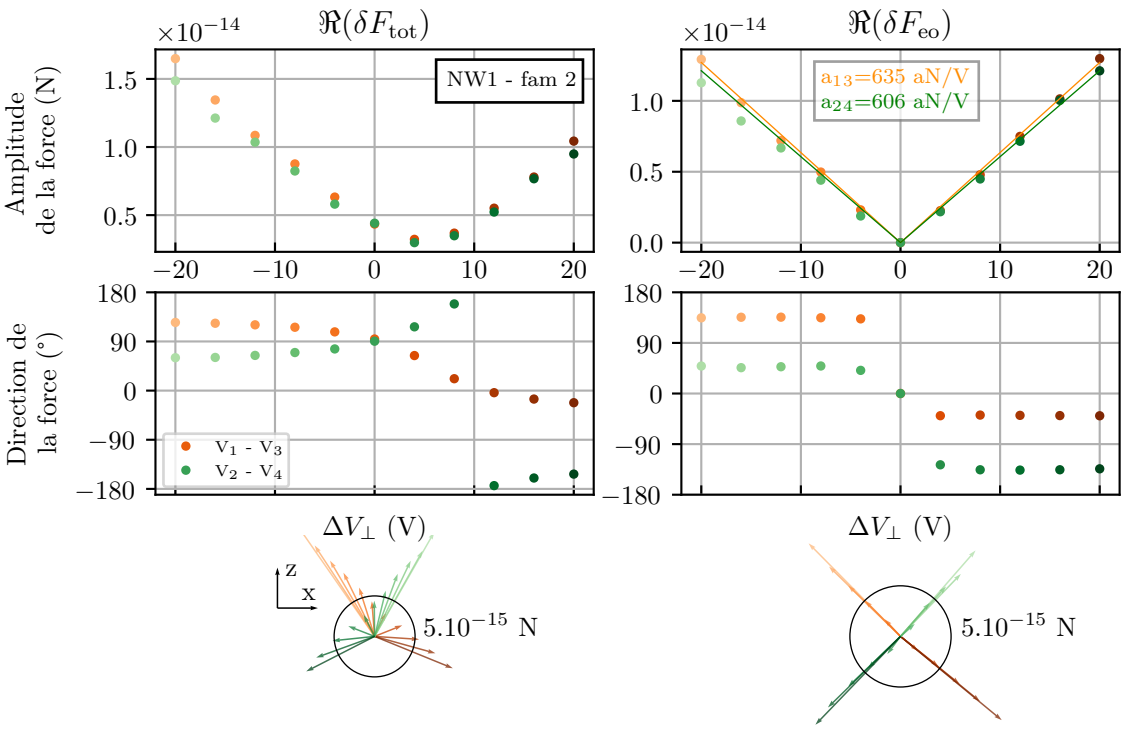


FIGURE 3.9 – Représentation des données mesurées avec le nanofil n°1 sur la 2nde famille de modes dans le cas d'un champ transversal variable et d'un champ longitudinal nul pour les deux couples d'électrodes, V_1, V_3 en orange et V_2, V_4 en vert. À gauche, la partie réelle de la force totale mesurée et à droite la partie réelle de la force mesurée soustraite de la force à tension nulle (i.e. de la force optique). De haut en bas, l'amplitude de la force, sa direction, sa représentation vectorielle dans le plan transverse à l'axe du nanofil. Les lignes pleines sont des ajustements linéaires dont les valeurs des pentes sont données sur le graphique. On a mis en abscisse la différence de tension entre les deux électrodes, le champ électrique réel étant proportionnel à cette différence.

Les variations de la partie réelle de la force mesurée sur la seconde famille de modes sont données Figure 3.9 et ont été réalisées avec une profondeur de modulation du laser de pompe de 11.3 µW. À gauche sont représentées les propriétés de la force totale mesurée, son amplitude, sa direction et sa représentation vectorielle dans le plan transverse du nanofil. À droite les mêmes propriétés sont affichées après avoir soustrait la force à tension nulle, ce qui permet de retirer la force optique dont l'amplitude est de 4 fN et est alignée avec l'axe de propagation du laser qui correspond donc à la force de pression de radiation, dont on attend une amplitude quelques fN par µW. À plus forte tension, la force électro-optique prend le pas et montre une dépendance linéaire au champ électrique.

À fort champ, la force électro-optique tend à s'aligner avec le champ transverse produit, et on constate que la force est orientée vers l'électrode négative, c'est-à-dire que la force est de même sens que le champ latéral produit. Si on regarde la représentation vectorielle de la force totale mesurée pour chaque couple de tensions, on voit clairement la force s'aligner avec une électrode ou l'autre et former ce qu'on a appelé un *éventail*.

Lorsqu'on soustrait la force optique à la force totale mesurée, nous ne conservons que les variations de la force électro-optique. L'amplitude montre clairement une variation linéaire pour les deux couples d'électrodes avec une sensibilité de ≈ 620 aN/V. Les ajustements réalisés donnent des pentes de même ordre de grandeurs pour les deux orientations (la différence entre les deux pentes de l'ordre de 0.5 fN/V). Les directions sont elles constantes alignées avec les électrodes, la force électro-optique en champ longitudinal nul est donc bien dirigée selon la composante transverse du champ.

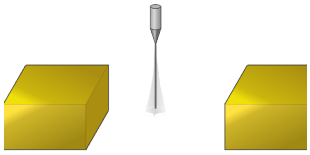
La Figure 3.10 montre le même type de mesure, mais cette fois-ci mesurées avec la première famille longitudinale de modes avec une profondeur de modulation du laser de pompe de 1.7 µW. On retrouve la phénoménologie observée précédemment sur la deuxième famille de modes mécaniques.

On peut comparer les résultats obtenus sur les différentes familles de mode en normalisant les forces mesurées par la modulation d'intensité utilisée. On obtient $a_{\text{real}}^{\text{fam1}} \approx 2.65$ fN.m/V/W et $a_{\text{real}}^{\text{fam2}} \approx 1.09$ fN.m/V/W pour des fréquences de 40 kHz et 255 kHz respectivement. On a de plus supposé que les électrodes externes utilisées génèrent en bout du fil le champ d'un condensateur plan dont les électrodes sont séparées de 20 µm. L'amplitude de la partie réelle de la force électro-optique dépend donc de la fréquence d'excitation contrairement à la force de pression de radiation.

Étude de la partie imaginaire de la force

Les résultats obtenus pour la partie imaginaire de la force sont représentés Figure 3.11 pour la 1ère famille de modes. Comme la force de pression de radiation n'est pas retardée et suit instantanément la modulation d'intensité aux échelles de temps mécanique, on ne doit observer que l'effet de la force électro-optique dans la partie imaginaire de la force totale.

On retrouve une variation linéaire et symétrique de l'amplitude de la force avec la tension. Son amplitude est cependant moins grande que pour la partie réelle, elle est réduite d'un facteur 3 environ. Les directions de la force sont toujours alignées avec les électrodes et sont dirigées vers les électrodes négatives comme on peut l'observer avec la représentation vectorielle. L'ajustement



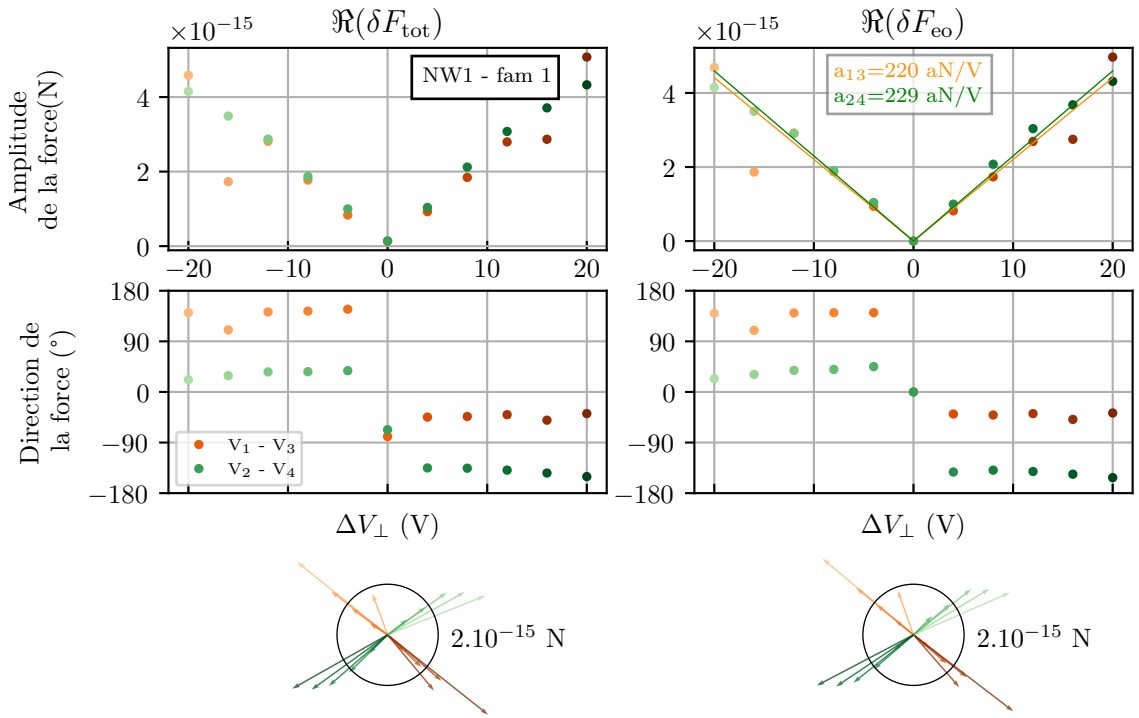


FIGURE 3.10 – Analyses en force des réponses mesurées avec le nanofil n°1 sur la 1ère famille de modes dans le cas d'un champ transversal variable et d'un champ longitudinal nul pour les deux couples d'électrodes, V_1, V_3 en orange et V_2, V_4 en vert. À gauche, la partie réelle de la force totale mesurée et à droite la partie réelle de la force mesurée après soustraction de la force à tension nulle (i.e. de la force optique). La profondeur de modulation optique utilisée pour ces mesures est de 1,7 µW.

linéaire est réalisé après soustraction de la force mesurée sans tensions, mais vu que la force optique est instantanée, cette contribution est négligeable. Les pentes obtenues par ajustement sont moins fortes que celles obtenues avec la partie réelle. Le ratio moyen obtenu entre les pentes mesurées sur les parties imaginaires et réelles est de 0.35, ce qui correspond à un déphasage autour de 40 kHz de 19° environ observable Figure 3.8.

Regroupement des forces réelles et imaginaires

La partie réelle de la force montre une variation linéaire dirigée dans le sens du champ après avoir soustrait sa composante sans tension correspondant à la force optique. La composante imaginaire de la force montre aussi une variation linéaire et la même orientation. La force totale mesurée est donc la somme de la force optique qui est instantanée avec la force électro-optique retardée :

$$\begin{aligned}\delta\mathbf{F}_{\text{tot}} &= \delta\text{F}_{\text{opt}}.\mathbf{e}_{\text{opt}} + \delta\text{F}^r_{\text{eo}}.\mathbf{e}^r_{\text{eo}} + i\delta\text{F}^i_{\text{eo}}.\mathbf{e}^i_{\text{eo}} \\ &= \delta\text{F}_{\text{opt}}.\mathbf{e}_{\text{opt}} + |\delta\text{F}_{\text{eo}}|e^{i\phi_{\text{eo}}}.\mathbf{e}_{\text{eo}}\end{aligned} \tag{3.9}$$

avec $\mathbf{e}_{\text{opt}}$, $\mathbf{e}_{\text{eo}}$ les directions de la force optique et électro-optique, ϕ_{eo} le retard de la force électro-optique et $|\delta\text{F}_{\text{eo}}|$ le module de la force électro-optique.

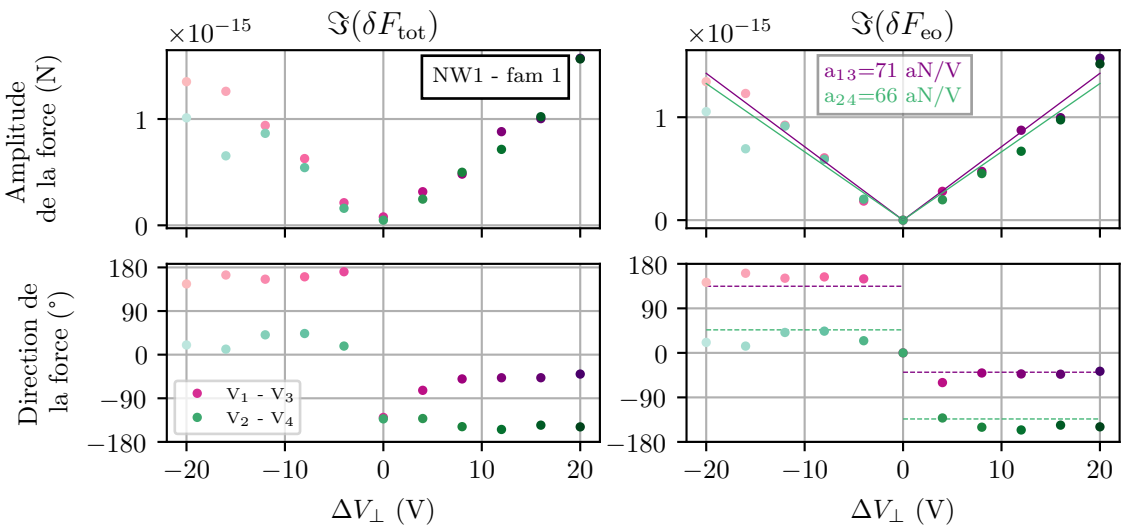


FIGURE 3.11 – Partie imaginaire des forces mesurées avec le nanofil n°1 sur la 1ère famille de modes dans le cas d'un champ transversal variable et d'un champ longitudinal nul pour les deux couples d'électrodes, V_1, V_3 en orange et V_2, V_4 en vert. À gauche, la partie imaginaire de la force totale mesurée et à droite après soustraction de la force mesurée à tension nulle (i.e. de la force optique résiduelle). De haut en bas, l'amplitude de la force puis sa direction. Les lignes pleines sont des ajustements linéaires dont les valeurs des pentes sont données sur le graphique.

Nous avons vu que la force dépendait linéairement avec le champ et que la force était alignée avec celui-ci. La force électro-optique est donc une force de type Lorentz et on peut la réécrire comme :

$$\delta \mathbf{F}_{\text{eo}} = |\delta \text{q}| e^{i\phi_{\text{eo}}} \mathbf{E}_\perp \tag{3.10}$$

ou δq est l'amplitude de la modulation de charge induite par le laser de pompe. La Figure 3.12 montre un ajustement avec cette formulation de la force électro-optique des parties réelle et imaginaire de la force totale utilisée pour nos études précédentes sur la première et seconde famille de modes du nanofil 1.

Les ajustements utilisent les valeurs des pentes et des ratios entre les partie réelle et imaginaire obtenus précédemment et montrent un bon accord avec les données. En utilisant les valeurs obtenues par l'ajustement, on trouve que $|\delta \text{q}^{\text{fam1}}|/|\delta P| \approx 2.77\,\text{fC/W}$ et $\phi_{\text{eo}}^{\text{fam1}} \approx 17°$ pour la première famille de modes du nanofil et $|\delta \text{q}^{\text{fam2}}|/|\delta P| \approx 1.17\,\text{fC/W}$ et $\phi_{\text{eo}}^{\text{fam2}} \approx 20.3°$ pour la seconde famille de modes. Ce qui correspond, aux puissances optiques utilisées, à une charge équivalente moyenne en bout de fil de 0.029 e pour la première famille de modes et 0.083 e pour la seconde famille.

On observe donc que la force électro-optique dépend de la fréquence d'excitation, ce qui va être associé à la dynamique temporelle des ondes de charges au sein du nanofil. Cet aspect sera étudié en détail dans la section 3.5.6 dédiée à l'étude de cette dynamique et basée sur l'analyse de réponses sur une plus grande plage de fréquences.

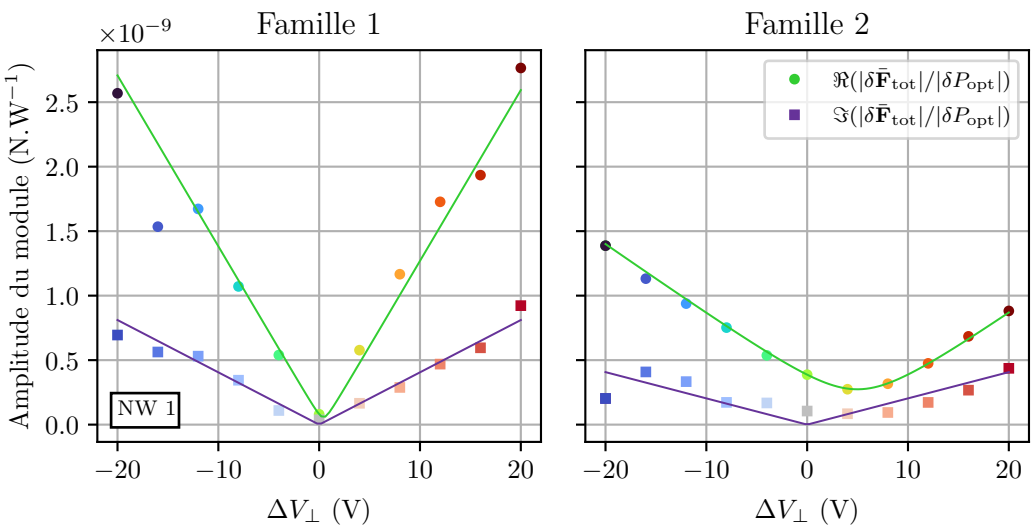


FIGURE 3.12 – Parties réelle et imaginaire de la force totale mesurées sur la 1ère (gauche) et 2nde (droite) famille du nanofil 1. Les courbes vertes et violettes sont des ajustements réalisés avec les parties réelle et imaginaire de l'équation 3.9 et les valeurs de pentes obtenues avec les mesures précédentes.

Mesure en champ latéral homogène

Afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats, l'expérience a été réalisée dans une configuration électrostatique plus simple formée d'un condensateur plan de 2 électrodes de cuivre hautes de 300 µm et séparées de 78 µm. On peut ainsi placer tout le nanofil à l'intérieur du condensateur afin de s'assurer de l'homogénéité du champ transverse. L'espacement entre les électrodes du condensateur étant plus grand que précédemment, le champ créé est plus faible mais plus homogène, ce qui nous conduit à réaliser les mesures sur la 1ère famille de modes qui est plus sensible. On a fait varier les tensions des deux électrodes de manière opposée ($V_1 = -V_2 = V_\perp$) en allant de -10 V à +10 V par pas de 1 V.

Les mesures réalisées sur le condensateur sont présentées Figure 3.13. À forts champs, le module varie linéairement et l'argument de la force mesurée tend vers une valeur non nulle attestant que la force électro-optique est dominante avec des directions qui tendent vers 0° et 180° qui sont précisément les directions des deux électrodes formant le condensateur plan. À plus faibles champs, l'argument tend vers 0° et le module perd sa linéarité avec le champ montrant que dans ce cas la force optique est de même ordre de grandeur voir supérieure à la force électro-optique. Comme précédemment, le nanofil semble porter une charge apparente positive dont l'ordre de grandeur de la modulation de charge est de 0.17 e pour une modulation de puissance de 10 µW obtenue en ajustant la force totale avec la formulé 3.9.

À faibles tensions, la force optique est du même ordre de grandeur que la force électro-optique, ainsi la force mesurée a une partie imaginaire négligeable devant la partie réelle. Cependant à plus forts champs où la force électro-optique domine, on observe une partie imaginaire du même ordre de grandeur que la partie réelle. Le champ latéral créé par le condensateur est homogène sur tout le nanofil, il influe ainsi sur toutes les charges présentes dans le nanofil, expliquant le nombre de charges obtenu supérieur aux précédents. La dynamique temporelle des ondes de charges dans le nanofil, plus lente ici, est donc différente du cas précédent où le champ

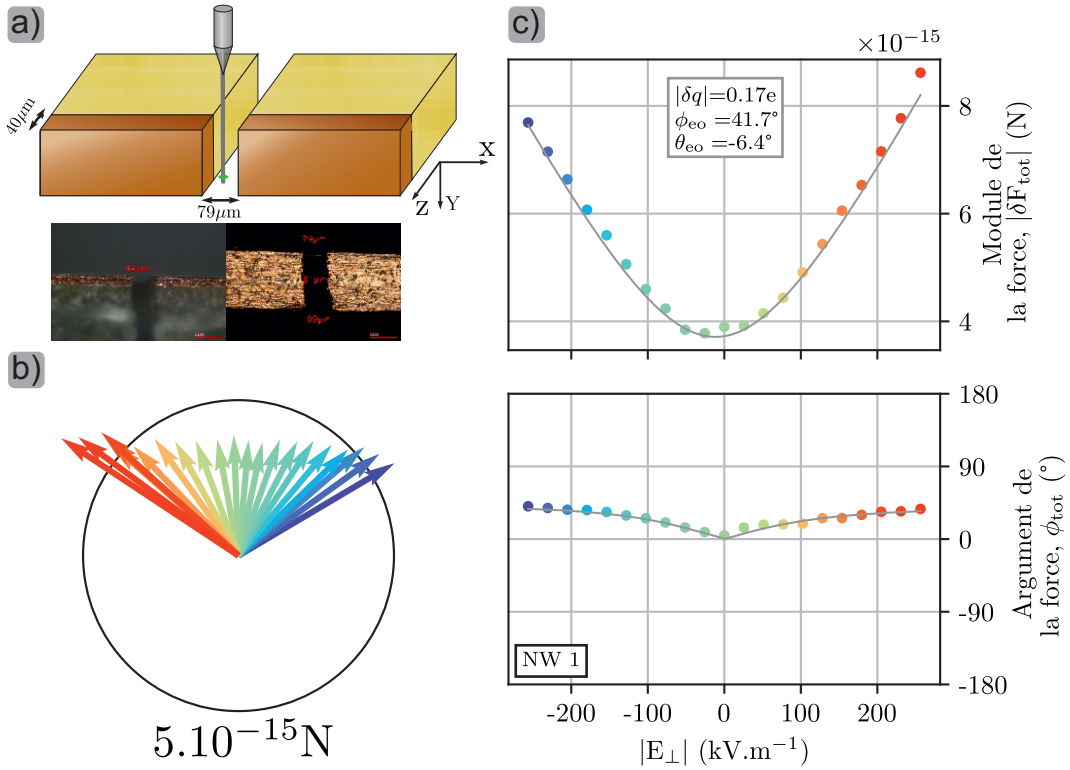
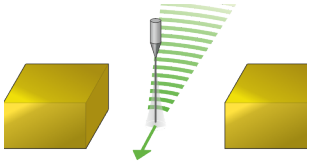


FIGURE 3.13 – a) Schéma du condensateur utilisé créé en coupant une piste de cuivre sur PCB en deux. En-dessous du schéma, on a rajouté deux photos prises au microscope optique en vu de profil et vue du dessus. b) Les directions de la partie réelle de la force totale en fonction du champ appliqué et mesurées avec le nanofil 1 sur sa 1ère famille de modes montrent un alignement de celle-ci avec le champ électrique du condensateur. c) Le module de la force montre une variation linéaire ainsi qu'un argument qui tend vers une valeur non nulle car la force électro-optique est prédominante dans cette configuration. À champs plus faibles la variation n'est plus linéaire et son argument tend vers 0° synonyme d'une force instantanée, car seule la force optique s'applique sur le nanofil. En utilisant la formule 3.9 on peut ajuster le module et l'argument de la force mesurée (traits pleins gris) pour obtenir la modulation de charges en bout de fil, le ratio de la partie réelle et imaginaire de la force électro-optique ainsi que sa direction.

électrique était homogène sur seulement quelques microns en bout de fil. Le retard observé est ainsi certainement lié à la propagation des charges le long du fil : dans les zones qui sont plus éloignées du laser de pompe, on s'attend à ce que la distribution de charges présente un retard plus important, ce qui retarde la force totale. Nous y reviendrons dans la section 3.5.6.

Nous avons vérifié que la phénoménologie observée sur toutes les mesures précédentes réalisées avec le nanofil 1 est la même sur le nanofil numéro 2, confirmant la reproductibilité de l'effet. La mesure de la force électro-optique est donc reproductible avec des échantillons et des nanofils différents. En conclusion de cette première partie dans laquelle nous avons étudié les effets du champ électrostatique transverse en champ longitudinal nul, nous avons observé trois caractéristiques principales de la force électro-optique :



1. son intensité est proportionnelle au champ transverse appliqué au nanofil et surpasse facilement la force de pression de radiation dans nos conditions expérimentales, cependant elle reste faible devant les forces électrostatiques directes étudiées au chapitre précédent.
2. son orientation s'aligne dans la direction du champ électrique, et en champ vertical nul, elle est orientée vers l'électrode négativement polarisée, ce qui suggère une charge effective globale positive actionnant le nanofil.
3. elle est partiellement retardée par rapport à la modulation d'intensité, et ce retard dépende du profil du champ transverse le long du nanofil.

La partie suivante est dédiée à l'étude du rôle du champ vertical, qui va modifier la distribution de charge le long du nanofil. La force électro-optique prend donc une forme générique $\delta\mathbf{F}[\Omega] = \delta q[\Omega]\mathbf{E}_\perp$.

3.4.2 Effets des champs longitudinaux

Les mesures présentées ci-dessus ont été réalisées sans champ électrique parallèle au nanofil. On maintient maintenant le nanofil dans un champ transverse constant afin de générer une force électro-optique dominante par rapport à la force optique et on ajoute un champ vertical ajustable afin d'étudier son impact sur la force électro-optique via son action sur les charges au sein du nanofil.

Pour ce faire, on utilise l'échantillon à électrodes de contrôle de dernière génération dont la séparation entre les électrodes latérales fait 15 µm. On place le nanofil 2 au centre de l'échantillon et on applique aux deux électrodes latérales une différence en tension de 2 V, soit $V_1 = -V_3 = V_\perp = 1$ V. Afin de travailler dans un champ vertical le plus homogène possible, on ajoute aux électrodes latérales et à la paire d'électrodes centrales accolée la tension *verticale* $V_\parallel$ qui varie de -5 V à 3 V par pas de 0,5 V. On a donc $V_1 = V_\parallel + V_\perp$, $V_3 = V_\parallel - V_\perp$ et $V_{c1} = V_{c2} = V_2 = V_4 = V_\parallel$ comme représenté sur la Figure 3.14.a.

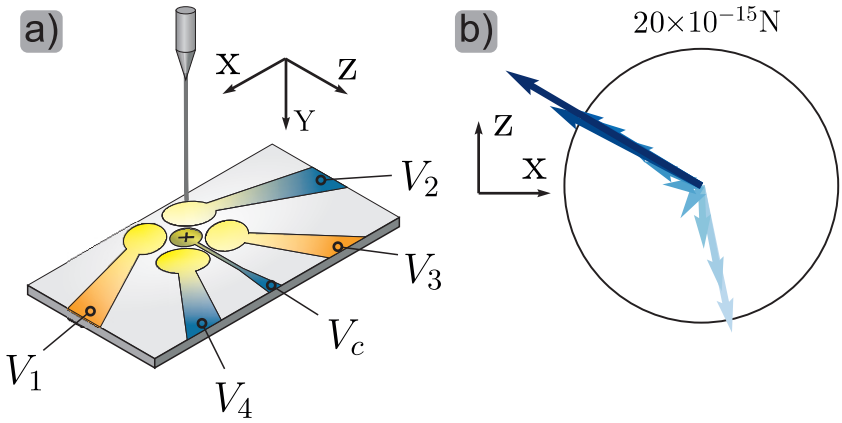


FIGURE 3.14 – a) On applique une tension $V_\parallel$ (bleu) sur toutes les électrodes permettant de générer un champ longitudinal homogène le long du nanofil et sur la surface de l'électrode centrale. Afin de pouvoir mesurer la force électro-optique, on ajoute aux électrodes V_1 et V_3 (orange) les tensions $V_\perp = 1$ V et $-V_\perp$ afin de générer un champ transverse constant. b) Représentation vectorielle de la partie réelle de la force totale mesurée en faisant varier $V_\parallel$.

Le premier effet remarquable de la composante longitudinale du champ électrique sur la force électro-optique s'observe avec la représentation vectorielle de la partie réelle de la force totale mesurée représentée Figures 3.14.b et 3.15.a où on observe une inversion de la direction de la force. Comme le champ transverse appliqué est constant, on en déduit alors que la tension verticale $V_{\|}$ appliquée modifie le signe de la charge modulée dans le nanofil.

La Figure 3.15 permet une analyse plus détaillée des effets de la composante longitudinale du champ sur la force électro-optique. Tout d'abord, les représentations vectorielles des parties réelles et imaginaires de la force totale montrent une phénoménologie similaire où on observe sur chacune des deux parties une inversion de la direction avec le champ. Cependant, on peut aussi observer que les directions et les amplitudes de la partie imaginaire ne varient pas comme celles de la partie réelle. Afin de n'étudier que la partie électro-optique de la force totale, on projette les parties réelles et imaginaires sur la direction du champ transverse. Ce qui permet d'avoir accès aux variations en amplitude des parties réelles et imaginaires de la force électro-optique et de son retard qui sont présentées Figure 3.15.b.

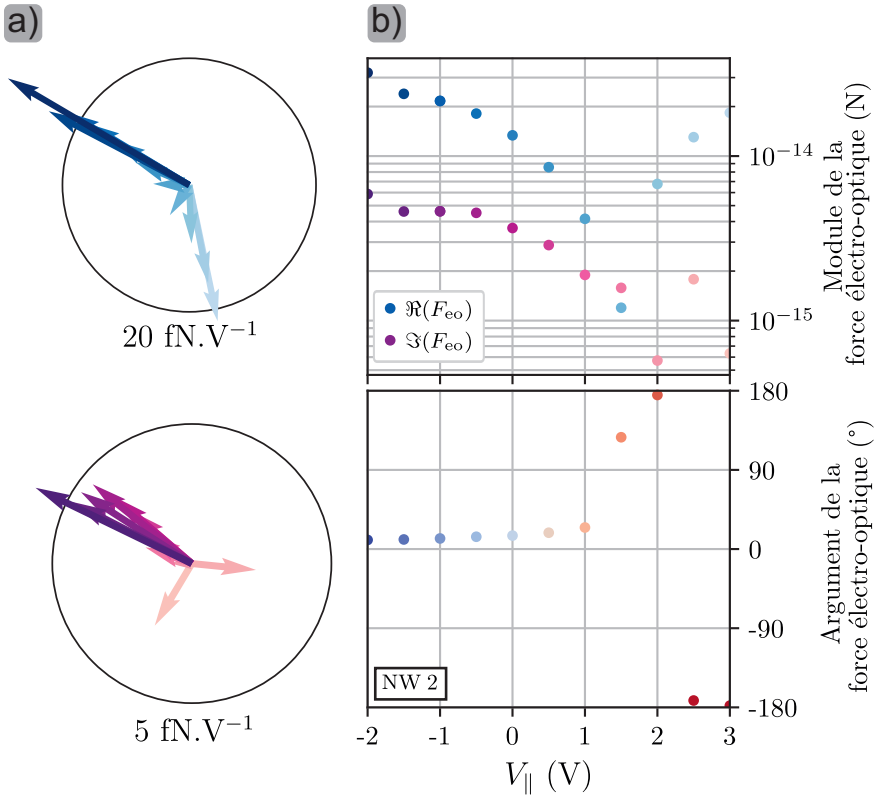


FIGURE 3.15 – a) Représentations vectorielles des parties réelles (bleu) et imaginaires (violet) de la force totale mesurée sur la 1ère famille de modes du nanofil 2 à différents champs longitudinaux. b) Une observation plus fine des effets du champ longitudinal est réalisée en étudiant le module de la partie réelle et imaginaire de la force électro-optique. Pour cela, on utilise la projection de la force totale mesurée sur la direction du champ transverse. On a aussi déterminé l'argument de la force électro-optique en utilisant ces projections, ce qui permet d'observer la variation du retard avec le champ longitudinal.

Les variations en amplitude ne dépendent pas linéairement du champ avec des minimas qui ne sont pas à $V_{\|} = 0$ V et qui diffèrent pour les parties réelles et imaginaires. On peut de plus noter que les parties réelle et imaginaire de la force électro-optique semblent croître moins rapidement à

tensions négatives qu'à tensions positives. On voit que le champ longitudinal modifie l'amplitude de modulation de la charge au sein du nanofil et son signe. À tensions verticales négatives, on génère une modulation de charges positives et à tensions verticales positives, une modulation de charges négatives. Ainsi le décalage du minima est cohérent avec la charge positive du nanofil observée à champ longitudinal nul.

Finalement en observant l'argument de la force électro-optique, on observe que celui-ci dépend aussi du champ longitudinal. Cette dépendance est principalement générée par le décalage des minimas de la partie réelle et imaginaire dans l'espace des tensions, mais on observe aussi une différence de croissance à fortes tensions entre les deux parties. Ainsi, le retard de la force électro-optique dépend du nombre et du signe de la charge modulée au sein du nanofil. En ajoutant la dépendance en fréquence observée lors des mesures sur les différentes familles de modes, on se rend compte que la force électro-optique présente un retard dépendant de plusieurs facteurs dont l'étude nécessite la réalisation de réponses larges bandes que nous étudierons dans la prochaine section.

Les mesures réalisées en variant le champ longitudinal appliqué au nanofil nous ont permis de détailler notre modèle de la force électro-optique :

1. la charge effective créée par cet effet électro-optique dépend du champ longitudinal, sous la forme $\delta\mathbf{F} = |\delta\mathrm{q}(\mathrm{E}_\parallel)|e^{i\phi_{\mathrm{eo}}(\mathrm{E}_\parallel)}\mathbf{E}_\perp$,
2. la fonction $|\delta\mathrm{q}(\mathrm{E}_\parallel)|$ est non linéaire en $\mathrm{E}_\parallel$ et non symétrique,
3. la charge effective δq change de signe avec le champ longitudinal ($\phi_{\mathrm{eo}}(V_\parallel > 0) = \phi_{\mathrm{eo}}(V_\parallel < 0) \pm \pi$). Le changement est décalé par rapport au champ nul vers les tensions positives, de sorte que le signe mesuré à champ nul est le même que celui observé à tension négative comme on le voit autour de $V_\parallel = 1.5\,\mathrm{V}$ sur la figure 3.15.b.

3.4.3 Étude des réponses large bande

Les précédentes données mesurées à résonance nous permettent de comprendre l'évolution de la force en fonction des champs électrostatiques ou encore de l'intensité lumineuse. Cependant, les analyses sur les deux premières familles de modes traduisent une forte dépendance spectrale de la force électro-optique. Nous souhaitons donc ici analyser la dépendance en fréquence de la force pour comprendre la dynamique temporelle du phénomène physique sous-jacent.

On réalise ici des mesures de force en balayant la fréquence de modulation du laser vert de 500 Hz jusqu'à 300 kHz pour différentes tensions verticales appliquées. L'échantillon utilisé est celui de 2nde génération où on applique sur les électrode de contrôle $V_2 = -V_4 = 3\,\mathrm{V}$ créant un champ transverse constant et on applique $V_\parallel$ variable aux électrodes de contrôle et aux deux électrodes centrales pour créer un champ longitudinal. On a alors un champ transverse plus intense et homogène que précédemment. Les réponses obtenues sont représentées Figure 3.16.

Les réponses présentent globalement un plateau en amplitude et phase à basse fréquence avant la première résonance dont l'amplitude diminue avec la fréquence. La différence de phase entre l'excitation optique et la réponse mécanique croit aussi avec la fréquence traduisant un retard de celle-ci. La force de pression de radiation étant instantanée, ce retard est directement lié à la dynamique des charges effectives créées dans le nanofil. De plus l'amplitude et la phase de ce plateau basse fréquence présentent une forte variation avec le champ longitudinal. On retrouve

sur les coupes en amplitude et phase à différentes fréquences les variations caractéristiques de la force électro-optique en fonction du champ vertical observé précédemment.

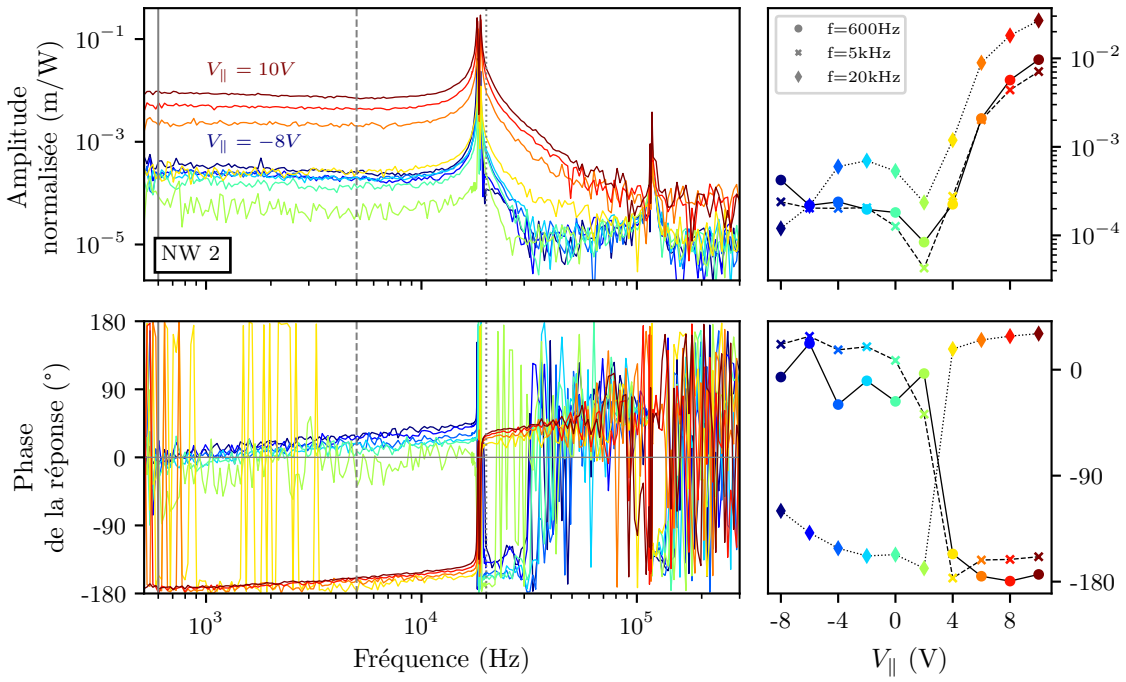


FIGURE 3.16 – Réponses en amplitude et en phase large bande obtenues avec le nanofil 2 pour des tensions verticales variant de $V_{\parallel} = -8\,\mathrm{V}$ (bleu) à $V_{\parallel} = 10\,\mathrm{V}$ (rouge). Les réponses ont été normalisées par la profondeur de modulation du laser de pompe. Les coupes de ces réponses à 600 Hz (rond), 5 kHz (croix) et 20 kHz (diamant) sont représentées à droite en fonction de la tension longitudinale.

La dépendance en fréquences de la force électro-optique présente globalement un effet "passe-bas" dont l'amplitude et la fréquence de coupure dépendent du champ électrique longitudinal. Cette observation est la claire signature de la création par pompage optique d'onde de charges spatio-temporelles se propageant dans le nanofil sous l'effet du champ électrique.

Nous verrons dans la section suivante qu'utiliser des ondes de densité de charges permet d'obtenir un bon ajustement des réponses et que les variations du plateau avec le champ vertical peut s'expliquer par les différences entre les coefficients électriques du nanofil.

3.5 Modélisation microscopique de la force électro-optique

À partir des observations expérimentales réalisées lors des mesures précédentes et des premières hypothèses formulées sur l'origine de la force nous allons proposer une description microscopique du phénomène, et la traduire en modèle mathématique avec lequel nous pourrons analyser quantitativement nos mesures.

3.5.1 Hypothèses microscopiques

La première observation expérimentale nous montre l'apparition d'une force agissant sous l'action conjuguée d'un laser focalisé sur le nanofil modulé en intensité et d'un champ électrique transverse. Les dépendances observées en champ électrostatique indiquent que des charges électriques sont créées au sein du nanofil sous l'action de la lumière. Le nanofil étant un semi-conducteur présentant un gap proche de la longueur d'onde du laser de pompe (515 nm pour la phase allotropique 3C vs 532 nm) notre hypothèse de base sera la création localisée d'excitons et de paires électron-trou par absorption de photons à la position du laser vert de pompe. Le SiC est un matériau à gap indirect [117] mais la création d'excitons est toujours possible grâce à la présence de centres donneurs ou accepteurs [118] ainsi qu'à des transitions assistées par les phonons peuplés à température ambiante [119]. Notre faible connaissance actuelle de la structure interne (niveau de dopage, courbure effective des bandes) de nos nanofils ne nous permet pas d'être plus précis pour l'instant sur le processus de création de paires. Cependant, les mesures réalisées en variant la longueur d'onde de pompe et la position du laser de pompe le long du nanofil 3 présentées à la section 3.6, vont permettre d'obtenir des informations complémentaires sur ce processus.

Les étapes de génération de la force électro-optique sont schématisées Figure 3.18. Sous le laser, une fraction des excitons créés ne va pas se recombiner directement, mais va se dissocier en paires électron-trou sur des échelles de temps très rapides par rapport aux échelles de temps mécaniques. Les images au microscope électronique (Figure 3.17) montrent qu'une couche d'oxyde (SiO_2) de quelques nanomètres est présente à la surface du nanofil.

L'interface imparfaite créée par la couche d'oxyde ainsi que la courbure naturelle des bandes en bord de semi-conducteur sont certainement à l'origine de forts champs électriques internes transverses au nanofil, capables de séparer les paires électron-trou créées et de piéger/ralentir l'espèce qui serait attirée vers la surface [120, 121]. Comme les oxydes hébergent souvent des charges négatives, on peut penser que les électrons sont repoussés au centre du nanofil tandis que les trous vont voyager plus proche de leur surface. Le fort champ électrique interne transverse résultant va ainsi séparer les électrons des trous, conférant aux charges créées un long temps de vie [89] car protégées de la recombinaison. Ces charges vont alors se propager le long du nanofil.

Nous avons observé qu'une force électro-optique est mesurée même en absence de champ électrique longitudinal et que dans ce cas la charge effective en bout de nanofil est positive. Cela traduit le fait que les charges sont soumises à un premier mécanisme de transport dont l'efficacité n'est pas la même pour chaque espèce. C'est un mécanisme de diffusion des charges le long du nanofil, qui tend à aplanir l'inhomogénéité spatiale de la distribution de charge créée sous le laser. Les électrons diffusent plus efficacement que les trous. Ceci a été observé dans les matériaux massifs, et est probablement renforcé par les effets de confinement/piégeage latéraux évoqués plus haut. En conséquence, on va pouvoir générer un gradient de densité plus important sur les trous que sur les électrons, et comme on va le voir, la charge résultante en bout de fil sera alors positive, en accord avec les observations expérimentales.

La présence d'un champ longitudinal $E_{\parallel}$ modifie la propagation des charges via la force de Coulomb différentielle qu'elle exerce sur les deux espèces et sa direction s'inverse avec le sens de ce champ. Les charges subissent donc un second mécanisme de transport, dont le signe dépend du signe de la charge. Sous l'action d'un champ électrostatique, les charges vont être accélérées jusqu'à atteindre une vitesse limite dépendant de la facilité des charges à se propager dans

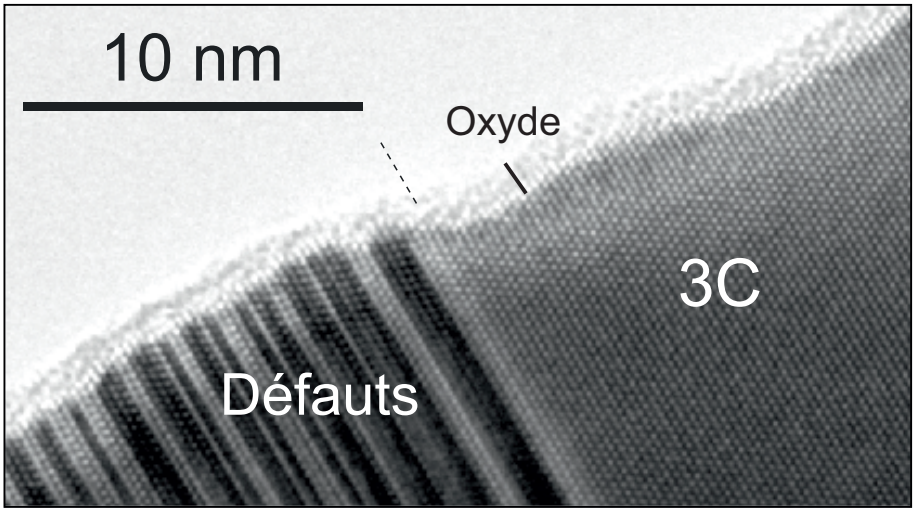


FIGURE 3.17 – Image d'un nanofil, tirée de la thèse de M. Bechelany [122], réalisée avec un Microscope Électronique en Transmission montrant une couche d'oxyde (SiO_2) de quelques nanomètres sur la surface du nanofil. Le nanofil imagé a été réalisé au Laboratoire Multimatériaux et Interfaces de Lyon avec une technique proche d'un dépôt chimique en phase vapeur.

le matériau. Ce lien entre vitesse limite atteinte et champ électrique appliqué est la mobilité électrique des espèces, plus elle est importante, plus les charges vont se propager efficacement sous l'action des champs électrostatiques. Un champ électrique orienté vers le bas du nanofil, produit par une tension négative sur les électrodes centrales, va donc attirer les trous et repousser les électrons du bout du fil et inversement si on inverse le champ longitudinal. Dans notre configuration expérimentale, le champ transverse est relativement localisé en bout de nanofil, ce qui fait que la force ressentie est essentiellement liée à l'espère dominante en bout de fil. Dans le cas précédent, les trous en bout de fil vont donc subir l'action du champ latéral $\mathbf{E}_\perp$ et vont être attirés vers l'électrode latérale portant une tension négative. À l'inverse, lorsque le champ longitudinal pointe vers le haut du nanofil, lorsque la tension des électrodes centrales est positive, les électrons sont attirés vers son extrémité et la force électro-optique s'inverse : le nanofil est attiré vers l'électrode latérale de tension positive.

Les deux mécanismes de transport (diffusion et conduction) agissant sur les charges ne sont pas équivalents pour chaque espèce de charge. On s'attend qu'à fort champ longitudinal les effets de la force de coulomb soient dominants devant les mécanismes de diffusion. Ainsi l'asymétrie observée dans les croissances de la force électro-optique à fort champ dans la figure 3.15 suggère une forte asymétrie dans les mobilités de chaque espèce, favorable aux électrons qui est en accord avec les observations de la littérature [86, 84, 85, 88]. On note aussi que l'inversion de la force n'a pas lieu à tension nulle car il faut compenser les effets de la diffusion qui favorise la présence de trous en bout de fil à champ nul.

Pour estimer la force électro-optique en jeu dans l'expérience, il va falloir calculer les distributions longitudinales de charge pour chaque espèce le long du nanofil. On comprend aussi que la modulation d'intensité appliquée sur le laser de pompe va générer une modulation dynamique de ces distributions. Ensuite, il faudra convoluer ces distributions de charge par le profil de champ électrique transverse le long du nanofil, pour estimer la densité de force ressentie par le nanofil. Enfin, on devra convoluer cette dernière par la susceptibilité mécanique du nanofil, qui dépend de la fréquence, du profil de force ainsi que du profil de lecture [97].

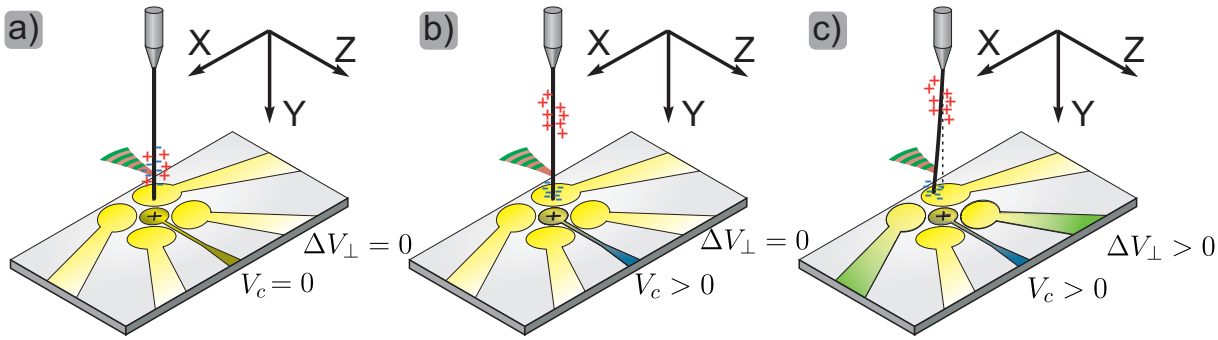


FIGURE 3.18 – Schéma récapitulatif des hypothèses du modèle microscopique. Le laser crée, par absorption, des paires électrons-trous qui se séparent spatialement entre le bord et le centre du nanofil à cause de la courbure des bandes de valence et de conduction induite par la géométrie de celui-ci, a). Sans champ longitudinal, les charges diffusent autour du point de création (i.e. l'endroit d'impact du laser). Avec un champ longitudinal, les charges sont réparties le long du nanofil selon la direction du champ et créent ainsi des zones localement chargées, b). Lorsqu'il est plongé dans un champ transverse, les zones localement chargées créent des forces de Coulomb auxquelles le nanofil sera plus sensible à son extrémité libre, c).

3.5.2 Modèle théorique

À partir de ces hypothèses microscopiques, nous allons construire un modèle qui va tenter de capter l'essentiel de la physique en jeu. Les ingrédients du modèle sont ceux que nous avons déjà énoncés, à savoir une production de paires électrons-trous au sein du nanofil sous le spot laser et un transport d'une partie des charges créées sous l'action du champ électrostatique vertical et des effets de diffusion. On suppose ici que les charges, positives et négatives, une fois créées n'interagissent plus entre elles directement, car elles sont sensées se propager dans des canaux différents à cause des champs de surface latéraux. Le modèle sera donc constitué de deux équations unidimensionnelles décrivant la dynamique de la densité volumique (en part./m^3) des électrons (n) et des trous (p) le long du fil. Ces équations traduiront le bilan local de l'évolution des populations de chaque espèce de charge. Chaque équation va contenir un terme source proportionnel à l'excitation laser. Enfin, on va rajouter un bilan de flux entrant/sortant associé aux mécanismes de transport : un terme de diffusion et un terme de conduction électrostatique. Finalement, on suppose que les densités de charges créées sont suffisamment faibles pour ne pas avoir d'effet d'écrantage appréciable. Cela suppose de travailler à suffisamment faible puissance (puissance moyenne et profondeur de modulation) pour ne pas générer trop de charges, et s'assurer que les champs électrostatiques longitudinaux, ne créent pas non plus des densités de charge trop élevées au sein du fil. On reviendra sur cette hypothèse par la suite.

Lors de nos mesures pompe-sonde, nous modulons la puissance optique du laser, ainsi le flux de photons reçu par le nanofil n'est pas constant dans le temps, mais modulé à une fréquence $\Omega/2\pi$ autour d'une valeur moyenne Φ_0. On peut donc écrire $\Phi(t) = \Phi_0 + \delta\Phi\cos(\Omega t)$. Le taux de création volumique (en part./s/m^3) des électrons et des trous est régi par $G(\lambda, y, t) = \frac{A(\lambda)}{S}\Phi(t)g(y)$ où A est l'efficacité de création, par photon incident de longueur d'onde λ, d'une paire participante au processus de transport, S la section du nanofil, $\Phi(t)$ le flux de photon

incident (photons/s) du laser et g la densité linéique (en m^{-1}) le long du nanofil de l'intensité lumineuse :

$$g(y) = \frac{1}{\sqrt{\pi w_0^2}} e^{-\frac{(y-y_0)^2}{w_0^2}}$$

avec w_0 la largeur du *waist* du laser et y_0 la position du laser le long du nanofil.

Notons que le *waist* du laser est de 500 nm et que la position du laser est dans la plupart des cas située à une dizaine de microns de l'extrémité libre du nanofil, on a donc $w_0 \ll y_0 < L$. Dans ce cas, on peut approximer le profil gaussien de la génération par un profil de Dirac :

$$g_{\mathrm{Dir}}(y) = \delta(y - y_0) \tag{3.11}$$

Le pompage "Dirac" a le mérite de fournir des solutions plus rapides à évaluer numériquement et permet donc des ajustements des données plus efficaces. Le pompage gaussien permet d'étendre la zone de pompage ce qui peut être utile dans certaines situations. Néanmoins dans la gamme de fréquences que l'on explore ($< 1\,\mathrm{MHz}$) les deux solutions donnent des résultats quasi-identiques. Dans la partie 3.6, on variera la position du laser pompe le long du nanofil, ainsi que sa longueur d'onde.

Enfin le terme source produit donc des paires localement, qui vont ensuite se propager le long du fil. Il existe aussi des processus conduisant à la disparition des charges au sein du nanofil. Ces processus sont multiples et fortement non linéaires en les densités de trous et d'électrons, comme les processus de recombinaisons non radiatives du type Schottky-Reed-Hall, Auger, surfaciques [123, 124, 125]. Ces termes sont non linéaires car proportionnels au produit des densités des deux espèces, $n(y)p(y)$. Nous avons choisi dans un premier temps de garder ici une contribution phénoménologique linéaire afin de préserver une solution analytique à ces équations, on introduit donc un terme de perte local pour chaque espèce, traduisant la possible disparition des charges par recombinaison. Ce terme est purement phénoménologique, et modélise de façon empirique les différents mécanismes envisageables (recombinaison radiative ou non, piégeages, etc.).

3.5.3 Équations d'évolution des densités de charges

En effectuant un bilan de charge local, représenté schématiquement Figure 3.19, sur un volume de longueur dy du nanofil de section S et pendant une durée dt on obtient, pour la densité volumique d'électrons $n(y,t)$:

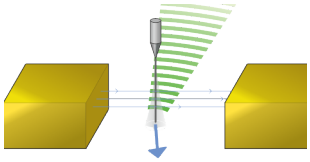
$$(n(y,t+dt) - n(y,t))Sdy = \underbrace{G(y,t)Sdydt}_{\text{Génération}} - \underbrace{\Gamma_n n(y,t)Sdydt}_{\text{recombinaison}} + \underbrace{j_n(y,t)Sdt}_{\text{Flux entrant}} - \underbrace{j_n(y+dy,t)Sdt}_{\text{Flux sortant}} \tag{3.12}$$

où

$$j_n(y,t) = \mu_n n(y,t)\mathrm{E}_{\parallel}(y,t) - D_n \partial_y n(y,t) \tag{3.13}$$

est le courant d'électrons induit par la diffusion et le champ longitudinal avec μ_n ($\mathrm{m}^2/\mathrm{V/s}$) la mobilité des électrons, qui est négative. En effet un champ électrique positif, c'est-à-dire, orienté de la base du nanofil vers son extrémité libre va appliquer une force orientée vers l'encastrement pour les électrons, et donc un flux de particules négatif orienté vers la base (et un courant positif). D_n (m^2/V) est le coefficient de diffusion des électrons, $\mathrm{E}_{\parallel}$ (V/m) représente le champ vertical. On obtient le même bilan pour les trous (p) mais avec une mobilité μ_p positive.

Dans un semi-conducteur massif, à température ambiante et à l'équilibre, la mobilité et la diffusion des charges sont normalement reliées par la relation d'Einstein $D_{n,p} = \frac{\mu_{n,p} k_B \mathrm{T}}{q}$ qui



traduit le fait qu'on peut associer une relation de fluctuation dissipation au terme de friction visqueuse apparaissant dans la construction de la mobilité. Nos résultats expérimentaux semblent pointer vers une déviation à cette relation. On s'intéresse en effet à une nanostructure quasi-unidimensionnelle hors équilibre car pompée en permanence par le laser avec de plus des champs appliqués conférant aux charges une énergie cinétique $\mathrm{E_{cin}} = e\mathrm{E}_{\parallel}L$ du même ordre de grandeur que $k_B\mathrm{T_{amb}}$ [126, 127]. Dans ce modèle et dans les ajustements, nous allons donc déconnecter les valeurs utilisées des coefficients de diffusions et de mobilités.

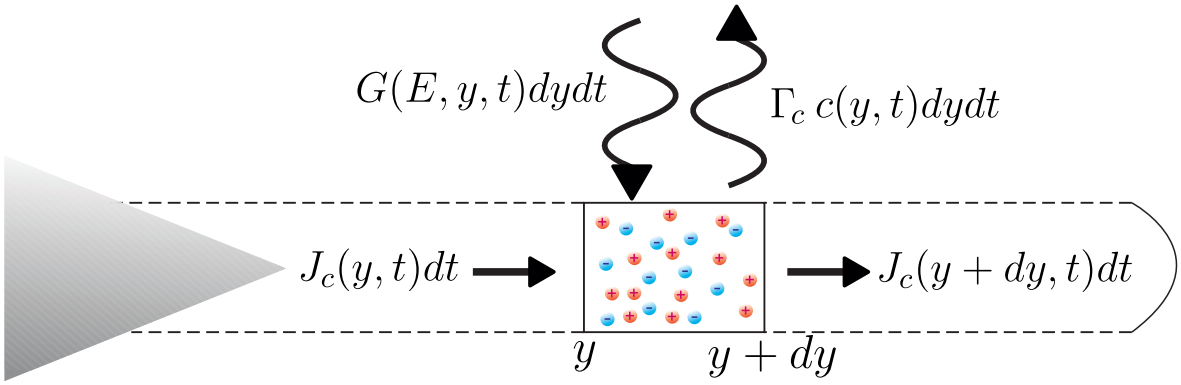


FIGURE 3.19 – La variation de la densité de charges dans un volume Sdy centré en y durant un temps dt est égale à la somme des charges générées pendant ce temps dans ce volume ($G(E,y,t)Sdydt$) et du nombre de charges entrant durant la période dt ($J_n(y,t)Sdt$) par la face localisée en y à laquelle on soustrait le nombre de recombinaisons ($\Gamma_n n(y,t)Sdt$) et le nombre de charges sortant du volume ($J_n(y+dy,t)Sdt$) par la face en $y+dy$.

La réalisation du même bilan sur les trous nous permet d'obtenir les équations régissant l'évolution des densités des charges au sein du nanofil en fonction du temps :

$$\partial_t n = \partial_y(D_n\partial_y n - \mu_n n\mathrm{E}_{\parallel}) - \gamma_n n + A\Phi_0 g(y) \tag{3.14}$$

$$\partial_t p = \partial_y(D_p\partial_y p - \mu_p p\mathrm{E}_{\parallel}) - \gamma_p p + A\Phi_0 g(y) \tag{3.15}$$

Le champ interne au nanofil généré par la distribution de charge est gouverné par l'équation de Poisson $\partial_y\mathrm{E}_{\parallel} = \mathrm{e}(p-n)/\epsilon_0\epsilon_r$. Ces équations sont associées aux conditions aux limites assurant que la pointe en tungstène représente un réservoir suffisamment macroscopique pour soutenir le courant de charges provenant du nanofil et maintenir sa neutralité, ce qui impose une charge nulle à l'encastrement mais pas un courant nul, tandis que le flux de charges de chaque type est nul à l'extrémité libre du nanofil (pas de courant vers les électrodes), soit les conditions limites suivantes :

$$\begin{aligned} &n(0,t) = p(0,t) = 0 \\ &D_n\partial_y n(t)|_L - \mu_n n(L,t)\mathrm{E}_{\parallel} = D_p\partial_y p(t)|_L - \mu_p p(L,t)\mathrm{E}_{\parallel} = 0 \end{aligned} \tag{3.16}$$

Il est possible de complexifier la condition limite à l'encastrement en choisissant un cas plus réaliste (résistance de contact ou contact Schottky). Cependant cette condition influe peu sur le comportement haute fréquence du nanofil (lorsque les ondes de charge n'ont pas le temps de se propager jusqu'à l'encastrement), comme on le verra par la suite. Le choix du contact parfait est donc utilisé, assurant une indépendance des équations des trous et des électrons, ce qui simplifie les calculs.

Le principe des mesures pompe-sonde permet de mesurer la réponse linéaire du système, et comme le temps de mesure est relativement long par rapport au temps d'établissement de l'état stationnaire du système (s vs ms), on va devoir chercher les solutions stationnaires de l'équation

dynamique, forcée à la fréquence de modulation $\Omega/2\pi$. On introduit la représentation complexe $n(y,t) = \Re\left(n(y)e^{-i\Omega t}\right)$. L'équation à résoudre pour n devient alors :

$$\partial^2_{yy} n - \mu \partial_y n + (i\omega - \gamma)\, n + h_0 g(y) = 0 \tag{3.17}$$

Avec $\mu \equiv \frac{\mu_n}{D_n}$, $\omega \equiv \frac{\Omega}{D_n}$, $\gamma \equiv \frac{\gamma_n}{D_n}$ et $h_0 \equiv \frac{A\delta\Phi}{SD_n}$. Le même raisonnement est applicable aux trous pour obtenir la même équation pour p. Cette équation a deux racines : $\kappa_\pm = \frac{1}{2}\left(\mu \pm \sqrt{\mu^2 + 4\gamma - 4i\omega}\right)$, et sa solution homogène sera de la forme $n_{\text{homo}}(y) = Ae^{\kappa_+ y} + Be^{\kappa_- y}$.

Pour calculer la solution particulière, on utilise la méthode de variation des constantes en utilisant une solution de la forme $n_{\text{part}}(y) = f_+(y)e^{\kappa_+ y} + f_-(y)e^{\kappa_- y}$, on imposera que la solution particulière respecte l'égalité suivante :

$$f'_+(y)e^{\kappa_+ y} + f'_-(y)e^{\kappa_- y} = 0 \tag{3.18}$$

En réinjectant la forme de la solution particulière dans l'équation différentielle, on obtient

$$\kappa_+ f'_+(y)e^{\kappa_+ y} + \kappa_- f'_- e^{\kappa_- y} = h_0 g(y) \tag{3.19}$$

En utilisant le système formé des équations 3.18 et 3.19 on obtient les expressions de f'_+ et f'_- :

$$f'_\pm(y) = \mp \frac{h_0\, e^{-\kappa_\pm y}}{\kappa_+ - \kappa_-}\delta(y - y_0) \tag{3.20}$$

Qui après intégration donnent :

$$f_\pm(y) = \mp \frac{h_0\, e^{-\kappa_\pm y_0}}{\kappa_+ - \kappa_-}\theta(y - y_0) \tag{3.21}$$

où $\theta(y - y_0)$ est la fonction de Heaviside nulle pour $y < y_0$ et égale à 1 pour $y \geq y_0$. On en déduit alors l'expression de la solution particulière :

$$\boxed{n_{\text{part}}(y) = \frac{h_0\, \theta(y - y_0)}{\kappa_+ - \kappa_-}\left(e^{\kappa_-(y-y_0)} - e^{\kappa_+(y-y_0)}\right)} \tag{3.22}$$

En utilisant les deux conditions aux limites exprimées dans l'équation (3.16), on peut trouver la solution de notre système d'équations ($n = n_{\text{homo}} + n_{\text{part}}$) :

$$n(0,\omega) = A + B + f_+(0,\omega) + f_-(0,\omega) = 0 \tag{3.23}$$

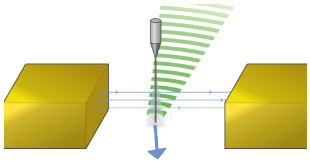
$$\begin{aligned} j_n(L,\omega) =& \partial_y n(L,\omega) - \mu n(L,\omega) \\ =& (\kappa_+ - \mu)\Big(A + f_+(L,\omega)\Big)e^{\kappa_+ L} + (\kappa_- - \mu)\Big(B + f_-(L,\omega)\Big)e^{\kappa_- L} = 0 \end{aligned} \tag{3.24}$$

La résolution de ce système en utilisant le fait que $\kappa_+ f'_+(y)e^{\kappa_+ y} + \kappa_- f'_-(y)e^{\kappa_- y} = 0$ nous permet d'avoir les expressions de A et B :

$$A = \frac{-h_0\left((\kappa_- - \mu)e^{\kappa_-(L-y_0)} - (\kappa_+ - \mu)e^{\kappa_+(L-y_0)}\right)}{(\kappa_+ - \kappa_-)\left((\kappa_+ - \mu)e^{\kappa_+ L} - (\kappa_- - \mu)e^{\kappa_- L}\right)} \tag{3.25}$$

$$B = \frac{h_0\left((\kappa_- - \mu)e^{\kappa_-(L-y_0)} - (\kappa_+ - \mu)e^{\kappa_+(L-y_0)}\right)}{(\kappa_+ - \kappa_-)\left((\kappa_+ - \mu)e^{\kappa_+ L} - (\kappa_- - \mu)e^{\kappa_- L}\right)} \tag{3.26}$$

On obtient finalement la solution générale en fonction de l'espace et de la fréquence de modulation :



$$n(y) = \frac{h_0}{\kappa_+ - \kappa_-}\left(\frac{\kappa_+ e^{\kappa_-(L-y_0)} - \kappa_- e^{\kappa_+(L-y_0)}}{\kappa_+ e^{\kappa_- L} - \kappa_- e^{\kappa_+ L}}\left(e^{\kappa_+ y} - e^{\kappa_- y}\right) - \theta(y-y_0)\left(e^{\kappa_+(y-y_0)} - e^{\kappa_-(y-y_0)}\right)\right) \tag{3.27}$$

en remarquant que $\kappa_+ + \kappa_- = \mu$. Lorsqu'on place le laser à l'extrémité libre du nanofil, la densité d'électrons devient :

$$n(y) = -h_0 \frac{e^{\kappa_+ y} - e^{\kappa_- y}}{\kappa_+ e^{\kappa_- L} - \kappa_- e^{\kappa_+ L}} \tag{3.28}$$

3.5.4 Cas limite dans le régime statique

Dans le cas statique, $\Phi(t) = \Phi_0$ et $w = 0$, les racines de l'équation homogène deviennent alors $\kappa_\pm = \frac{1}{2}\left(\mu \pm \sqrt{\mu^2 + 4\gamma}\right)$. Il est alors intéressant d'étudier des cas limites comme le cas avec champ nul ou un champ très intense.

Dans le cas sans champ longitudinal, on a $\kappa_\pm = \pm\sqrt{\gamma}$. On peut alors simplifier la répartition le long du nanofil de la densité d'un type de charge donnée par l'équation (3.27) :

$$n(y) \approx \frac{h_0}{\sqrt{\gamma}}\left(\frac{\cosh(\sqrt{\gamma}(L-y_0))}{\cosh(\sqrt{\gamma}L)}\sinh(\sqrt{\gamma}y) - \sinh(\sqrt{\gamma}(y-y_0))\theta(y-y_0)\right) \tag{3.29}$$

Les temps de vie possibles pour les porteurs s'étendent sur une large gamme de valeurs [128, 89, 125, 124], cependant comme nous le verrons plus tard nous trouvons pour nos nanofils des temps de vie de l'ordre de 100 µs. Ainsi le produit $\sqrt{\gamma}L < 1$, ce qui permet de simplifier l'équation ci-dessus

$$n(y) \approx \begin{cases} h_0 y & \text{si } y < y_0 \\ h_0 y_0 & \text{si } y \geq y_0 \end{cases} \tag{3.30}$$

La répartition de la densité de charges ne dépend alors plus des temps de vie des porteurs. Elle croit linéairement jusqu'au laser puis devient constante comme on l'observe sur la Figure 3.20 (courbe noire). En rappelant que $h_0 = \frac{A\delta\Phi}{SD_{n,p}}$, on déduit que la répartition est régie par les coefficients de diffusion des porteurs : plus ils sont faibles et plus on arrive à augmenter la charge apparente en bout de fil. C'est pourquoi, ce sont les trous, moins mobiles, qui vont s'imposer en bout de fil à champ nul et explique nos observations des éventails en champ nul.

En regardant maintenant le cas opposé où un champ longitudinal très fort est appliqué, on a $\kappa_\pm \approx \mu, 0$ et la répartition de la densité devient :

$$n(y) \approx \begin{cases} \frac{h_0}{\mu}(e^{\mu y} - 1) & \text{si } y < y_0 \\ \frac{h_0(e^{\mu y_0} - 1)}{\mu} e^{\mu(y-y_0)} & \text{si } y \geq y_0 \end{cases} \tag{3.31}$$

On a donc une répartition qui varie exponentiellement le long du nanofil. Dans ce cas, la répartition dépend principalement de la mobilité des porteurs présents dans le nanofil.

Lorsque le laser est positionné très près du bout du nanofil $y_0 \to L$, la densité en bout de fil s'écrit :

$$n(L) \approx \frac{A\Phi_0}{\mu_n \mathrm{E}_\parallel}\left(e^{\frac{\mu_n \mathrm{E}_\parallel}{D_n}L} - 1\right) \tag{3.32}$$

On obtient avec cette expression les variations asymptotiques de la densité de charges en fonction du champ vertical. Celle-ci varie exponentiellement comme on l'observe sur la Figure 3.20 (courbes bleu et rouge). La mobilité des électrons étant négative, lorsqu'on applique un champ vertical négatif, produit par un potentiel positif au niveau de l'échantillon, on obtient une forte concentration d'électrons et une faible concentration de trous en bout de fil. Si on inverse le champ, les trous domineront, cependant la mobilité des trous étant plus faible que celle des électrons, leur densité sera moins grande que celle des électrons en champ inverse, générant une force latérale, fortement asymétrique selon le champ vertical.

On retrouve donc qualitativement avec ces deux cas extrémaux, les aspects expérimentalement observés sur la Figure 3.16 : la force change de direction avec la tension et n'est pas symétrique avec la tension verticale.

3.5.5 Régime statique

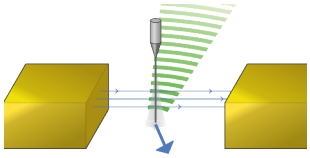
La répartition statique de la densité d'électrons le long du nanofil pour différentes tensions verticales et les variations de la densité volumique de charges ($\rho(y) = \mathrm{e}(p(y) - n(y))$) au bout du nanofil en fonction du champ vertical et des ratios entre les paramètres microscopiques du modèle sont représentées Figure 3.20.

La répartition des électrons le long du nanofil montre une variation asymétrique en fonction de la valeur de la tension verticale par rapport au cas statique. En effet, on observe une plus forte croissance en appliquant une tension positive (qui attire les électrons en bout de fil), que la décroissance observée pour une tension négative, ce qui est une conséquence du comportement des exponentielles. Les variations données par les trous sont opposées en fonction de la tension verticale appliquée. La charge dominante en bout de nanofil, celle qui domine la réponse électro-optique du nanofil, est donc fortement gouvernée par la tension verticale appliquée sur le nanofil.

On reconnaît aussi qualitativement sur la Figure 3.20 la tendance obtenue dans les mesures représentées Figure 3.16, on utilisera par la suite le modèle dynamique complet pour en réaliser l'ajustement, sans se focaliser uniquement sur les réponses basse fréquence mesurées. En accord avec les expressions simplifiées, on observe que les mobilités pilotent la densité de charge à fort champ vertical et les coefficients de diffusion ainsi que les taux de recombinaison modifient le champ qui annule la force électro-optique. Cependant, les termes de l'équation différentielle étant divisés par les coefficients de diffusion, ils ont aussi un effet sur les pentes à forts champs.

La variation de la densité d'un type de charge le long du nanofil peut être décomposée en deux parties. La première partie se situe avant le laser, qui est linéaire à champ vertical faible et auquel se rajoute un terme quadratique lorsque le champ vertical devient plus important, ce qui s'explique par un développement limité à l'ordre 2 de l'équation (3.31) lorsque y est faible. La seconde partie située après le laser a sa pente régie par le signe du champ vertical appliqué, car le flux de charges doit être nul au bout du nanofil, soit $\partial_y n, p|_L = \frac{\mu_{n,p}\mathrm{E}_{\parallel}}{D_{n,p}} n, p(L)$. Ainsi, pour une tension positive, la pente des électrons sera croissante en bout de fil et celle des trous décroissante, et on aura le cas inverse pour une tension négative.

Les recombinaisons vont diminuer le nombre de charges dans le nanofil. Dans le cas de recombinaisons trop importantes, les ondes de charge vont rapidement s'atténuer, et n'arriveront pas à atteindre le bout du nanofil. Cela conduit à une réduction de la force électro-optique. On



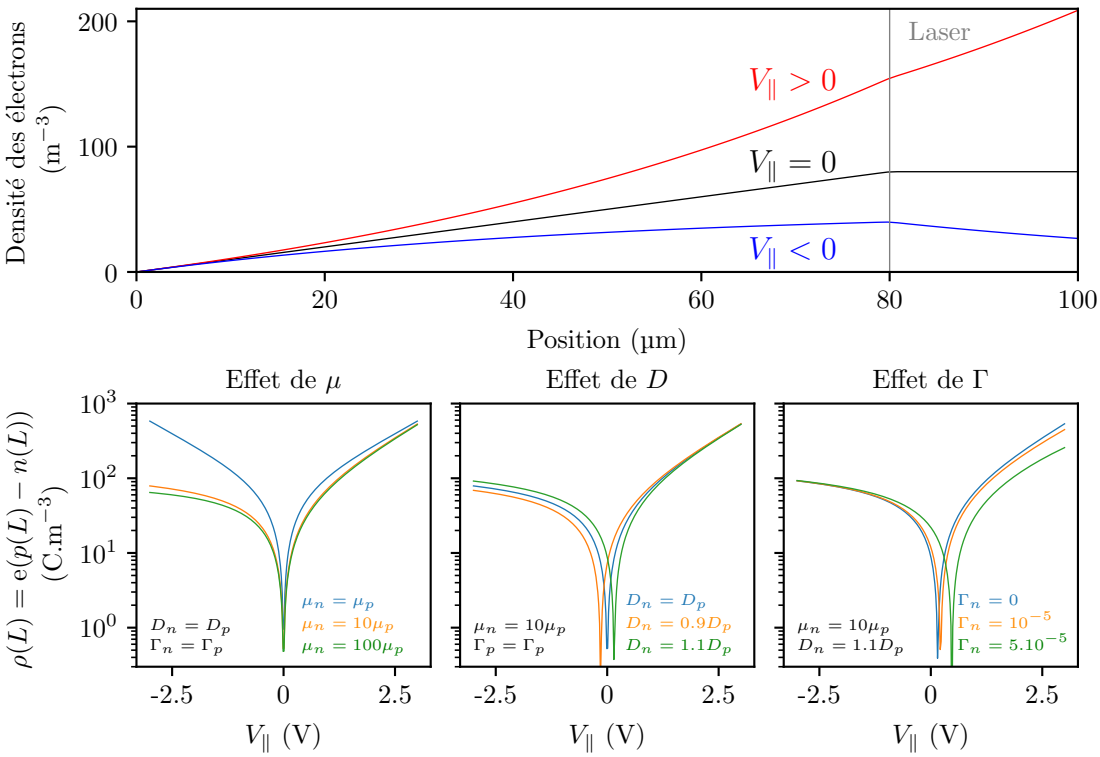


FIGURE 3.20 – En haut : répartitions statiques de la densité d'électrons le long d'un nanofil de 100 µm pour une tension d'électrode positive (rouge), nulle (noire) et négative (bleu). On observe clairement l'attraction ou la répulsion des électrons selon le signe de la tension appliquée. Les densités obtenues pour les trous ont des variations similaires, mais un comportement inverse avec la tension (i.e. une tension positive repousse les trous du bout du fil). En bas : variations de la densité totale de charges au bout du nanofil en fonction du champ vertical dans le cas statique. Les graphiques de gauche à droite représentent respectivement les effets du ratio des mobilités des charges, les ratios des coefficients de diffusions et des taux de recombinaisons.

verra cependant que les ajustements des données donnent des taux de recombinaison qui ne sont pas assez forts pour créer un véritable confinement des charges autour du laser, ce qui permet d'observer une force électro-optique intense, car les champs électriques transverses sont en général localisés en bout de fil.

3.5.6 Régime dynamique

Relation de dispersion

La résolution de l'équation différentielle dans le cas dynamique est identique à la progression précédente, il suffit de modifier l'expression des $\kappa_\pm$ en prenant en compte le terme dynamique $(-i\omega)$. La modulation de la densité de charges sous le laser va créer des ondes de charges se propageant le long du nanofil comme représenté dans la Figure 3.23. L'introduction de la fréquence de modulation dans les racines de l'équation homogène définit par la même occasion

la relation de dispersion des ondes de charge, qui diffère selon l'espèce considérée :

$$\kappa_\pm = \frac{1}{2}(\mu \pm \sqrt{\mu^2 - 4i\omega + 4\gamma}) \tag{3.33}$$

où on rappelle que l'on a cherché des solutions homogènes sous la forme :

$$n(y,t) = \Re(n(y,\Omega)e^{\kappa_\pm y - i\Omega t}) \tag{3.34}$$

Ainsi $\Im(\kappa_\pm)$ représente le vecteur d'onde tandis que $\Re(\kappa_\pm)$ le coefficient d'amortissement spatial. Leurs inverses respectifs, donnent donc accès à leur longueur d'onde et à leur longueur de cohérence et sont représentés Figure 3.21 en fonction de la fréquence de modulation et pour un champ vertical arbitraire $\mathrm{E}_\parallel = 140\,\mathrm{kV/m}$.

À très hautes fréquences, les racines des équations (3.15) sont $\kappa_\pm \approx \pm\sqrt{-i\omega}$. On se retrouve alors dans une situation analogue à celle du champ vertical nul (courbe grise), le régime de transport des charges est alors purement diffusif, avec ondes caractéristiques qui ne se propagent pas plus loin qu'une demi-longueur d'onde. Cependant, en variant la fréquence de modulation, on va varier ces longueurs d'onde et de cohérence, et donc sonder différentes tailles caractéristiques au sein du nanofil. Le retour au régime diffusif s'observe très bien sur la Figure 3.21 où l'on voit pour chaque type de charge, les parties réelles et imaginaires de $\kappa_\pm$ se superposer à la ligne grise représentant la variation de la relation de dispersion pour $\mu = \frac{\mu_{n,p}\mathrm{E}_\parallel}{D_{n,p}} = 0$.

Au contraire, à basse fréquence, ou à très fort champ, lorsque $\mu^2 \gg \omega$, un régime linéaire apparaît lorsqu'on développe la relation de dispersion $\sqrt{1+u} \approx 1 + u/2 - u^2/8$:

$$\kappa_\pm \approx \frac{\mu \pm |\mu|}{2} \mp i\frac{\omega}{|\mu|} \pm \frac{\omega^2}{\mu^3} \tag{3.35}$$

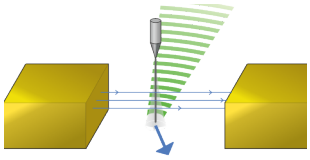
Qui donne un vecteur d'onde :

$$\begin{aligned} k_\pm = \Im(\kappa_\pm) &= \pm\frac{\omega}{|\mu|} \\ &\equiv \pm\frac{\Omega}{c_\mu} \end{aligned} \tag{3.36}$$

avec $c_\mu = |\mu_{n,p}\mathrm{E}_\parallel|$ qui est également la vitesse de dérive des charges sous champ électrique. Ainsi, à basse fréquence, le régime est conductif et les ondes de charges générées sont de type balistique. Ces 2 vecteurs d'onde, de même norme (courbes en pointillés de la Figure 3.21) se propagent dans des sens opposés (k_+, vers la droite, k_- vers la gauche). Cependant, ils présentent des taux d'amortissement spatiaux très différents, l'onde se propageant dans le sens opposé à l'effet du champ (sens qui dépend du type de charge), étant amorti de manière sur-critique. Ainsi, nous obtenons une relation de dispersion très asymétrique en ce qui concerne le sens de propagation, causé par la brisure de symétrie induite par le champ électrique.

Régimes diffusifs et conductifs

Les régimes conductifs et diffusifs s'observent très bien sur la Figure 3.22 où l'on a représenté des réponses en amplitude mesurées avec le nanofil 4 pour différentes tensions verticales. On observe à basse fréquence un plateau suivi d'une décroissance en $1/\Omega$ puis à plus hautes fréquences



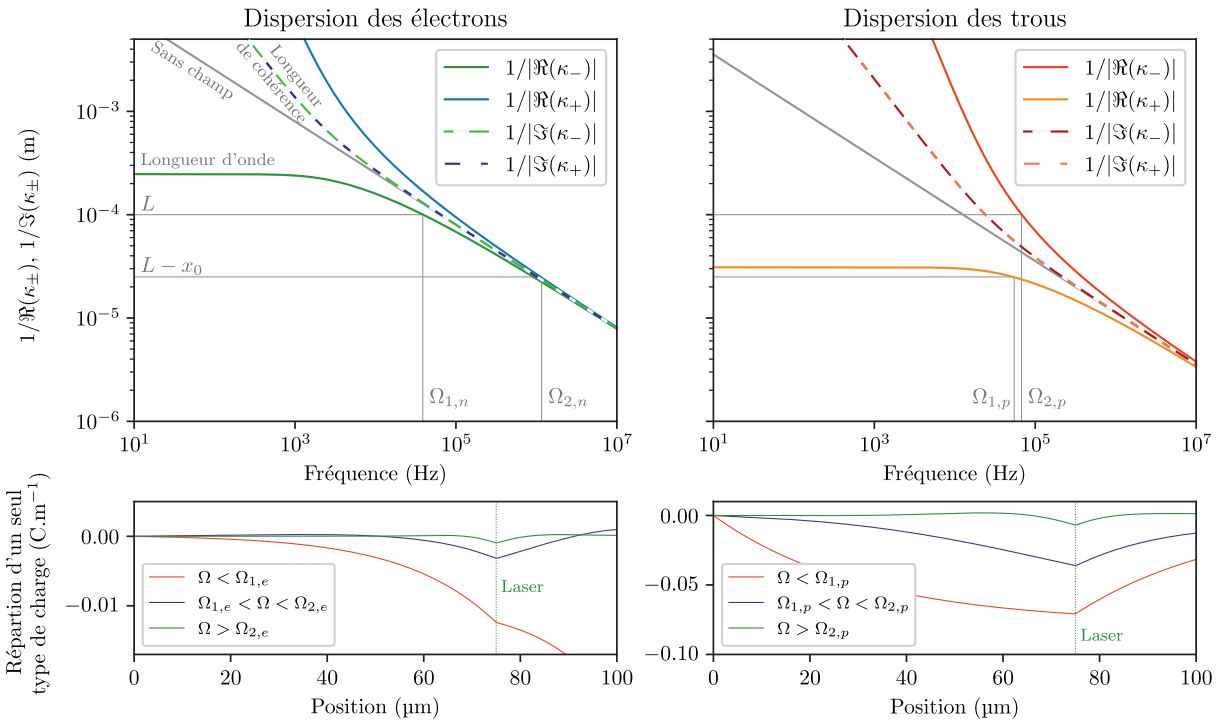


FIGURE 3.21 – En haut : valeur absolue des inverses des parties réelles (traits plein) et imaginaires (traits en pointillés) des racines de l'équation homogène $\kappa_\pm$ pour les électrons (gauche) et les trous (droite) en fonction de la fréquence de modulation. L'inverse de la partie réelle donne accès à la longueur de cohérence de l'onde de charges, l'inverse de la partie imaginaire à sa longueur d'onde. Une comparaison de ces longueurs caractéristiques des ondes de charges avec les distances caractéristiques du problème : la longueur du nanofil et la position du laser (y_0), proche de son extrémité vibrante en général permet de définir deux fréquences de coupure, visibles dans les réponses de la Figure 3.26. En bas : répartition de la densité d'électrons (gauche) et des trous (droite) le long du nanofil pour une fréquence de modulation inférieures à $\Omega_{n/p,1}$ (rouge), ce qui redonne le profil statique, car l'onde de charge peut se propager sur toute la longueur du fil, puis supérieure à $\Omega_{n/p,2}$ (vert), fréquence pour laquelle l'onde de charge reste localisée sous le laser, et en bleu à une fréquence intermédiaire : l'onde de charge se propage, mais son profil spatial diffère du cas stationnaire.

une décroissance en $1/\sqrt{\Omega}$ qui sont les signatures, que nous venons de voir, des régimes conductifs et diffusifs. On observe aussi que la fréquence de coupure du plateau s'abaisse lorsqu'on augmente le champ vertical, ce qui est normal, car les vitesses de propagation c_μ à fort champ sont plus importantes.

Au premier abord, il est un peu surprenant de constater que la diffusion gagne à haute fréquence, car on a tendance à l'assimiler à un mécanisme lent. Il ne faut pas oublier que le mécanisme qui domine est celui qui transporte le plus efficacement les charges dans le nanofil. L'onde de charge de type diffusif se propageant comme $\sqrt{Dt}$, et celle de type convectif comme $c_\mu t$, on constate qu'à suffisamment haute fréquence, c'est bien le mécanisme diffusif qui va se propager le plus loin sur une période de modulation ($2\pi/\Omega$)

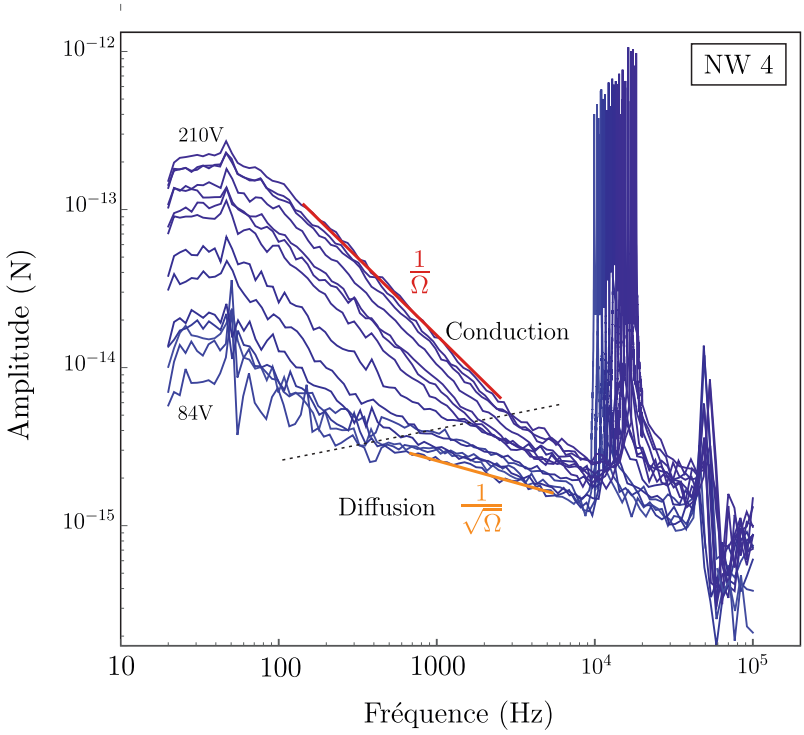
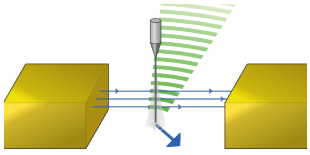


FIGURE 3.22 – Réponses en amplitudes mesurées pour différentes tensions verticales avec le nanofil 4. On observe une séparation nette (trait en pointillés) entre le régime conductif (rouge) avec une décroissance en $\frac{1}{\Omega}$ et le régime diffusif (orange) en $\frac{1}{\sqrt{\Omega}}$. Le passage du régime diffusif au régime conductif étant dépendant des valeurs relatives de ω et μ la fréquence de changement de régime dépend de la tension verticale appliquée.

La transition du régime conductif au régime diffusif se réalisant lorsque $\omega \gg \mu^2$, il est normal que la fréquence de ce passage dépende du champ appliqué. C'est ce qu'on observe avec le trait en pointillés sur la figure soulignant la fréquence de passage d'un régime à l'autre.

Cependant les longueurs caractéristiques sur lesquelles se propagent les ondes de charge ($l_p^{\pm} = 1/\Re(\kappa_{\pm})$) sont très différentes suivant le sens de la propagation. Ainsi, un seul sens de propagation est privilégié. Lorsque la longueur de cohérence de l'onde ($l_c^{\pm} = 1/\Im(\kappa_{\pm})$) est plus faible que la longueur d'onde, celle-ci ne peut pas se propager. Les ondes de charges se déplaçant selon deux directions, sur deux longueurs différentes (L quand se propage vers l'encastrement et $L - y_0$ quand se propage vers l'extrémité libre), il existe deux fréquences de modulation ($\Omega_{1,c}/2\pi$ et $\Omega_{2,c}/2\pi$) qui sont les fréquences pour lesquelles $l_c^{\pm} < l_p^{\pm} = L, L - y_0$.

Cette phénoménologie s'observe partiellement sur les répartitions des densités des électrons lorsque la fréquence de modulation est suffisamment rapide pour ne pas être dans le régime stationnaire, mais suffisamment lente pour pouvoir quand même se propager le long du fil (Figure 3.21, répartitions de charges bleue) : on observe un fort amortissement de l'onde vers l'encastrement et des oscillations vers l'extrémité libre.



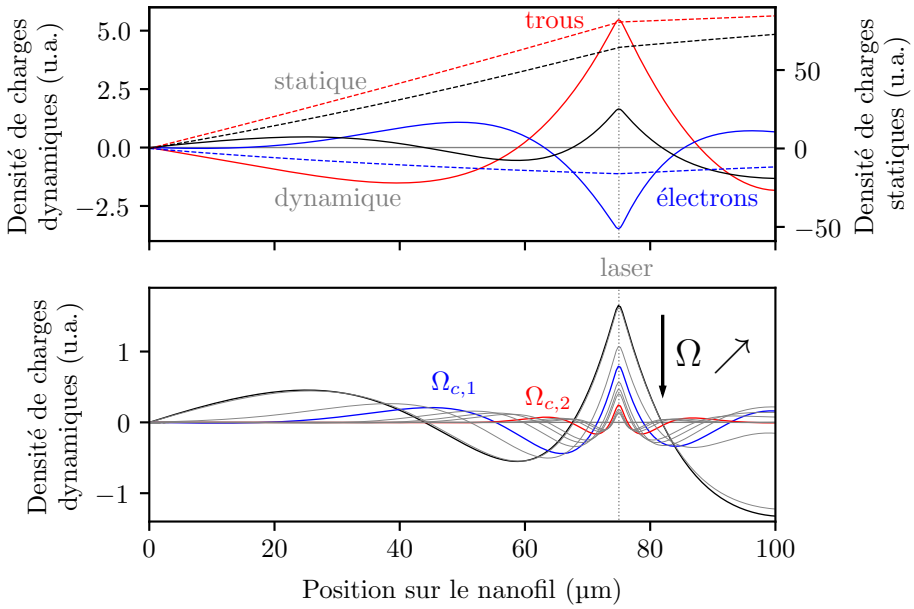


FIGURE 3.23 – Représentations de la répartition des densités de charges le long du nanofil. En haut, les pointillés représentent le cas statique et les traits pleins le cas dynamique. Ces répartitions sont obtenues avec $\mu_n = 20\mu_p$, $D_n = 3D_p$, $y_0 = 0.75L$ et $\omega = 0.00947$ pour le cas dynamique. On notera que les ordonnées ne sont pas les mêmes. En bas, sont représentées les ondes de densité de charges en partant de $\omega = 0.00947$ jusqu'à $\omega = 0.5$. Les courbes bleues et rouges représentent les répartitions obtenues à la première et seconde fréquences de coupure.

Variation des fréquences de coupure

La réponse électro-optique présente donc deux fréquences de coupure. La Figure 3.24 présente le calcul de la charge totale, $\rho = \mathrm{e}(p-n)$, au bout du nanofil en fonction de la fréquence de modulation pour différents champs et différents temps de vie. Les calculs ont été réalisés en utilisant l'équation globale de la répartition des charges dans le nanofil (3.27) et les coefficients électroniques obtenus avec l'ajustement des données Figure 3.16 que nous verrons plus bas.

On s'intéresse tout d'abord aux effets du champ vertical. On observe, comme l'on s'y attendait avec l'étude de la relation de dispersion, un comportement passe-bas avec une coupure dépendante du champ appliquée. La hauteur du plateau à basses fréquences montre une variation asymétrique avec le champ et on observe une inversion de la phase avec celui-ci. On a donc le même comportement que la coupe montrée Figure 3.16.

Les fréquences de coupure, qui sont représentées par les lignes verticales en pointillés, sont décroissantes avec l'amplitude du champ. À haute fréquence on observe que les amplitudes et les phases convergent signifiant le passage au régime diffusif qui ne dépend plus du champ. On peut aussi observer dans les fréquences intermédiaires pour les courbes à champ faible la seconde fréquence de coupure.

On a étudié les effets d'une possible durée de vie finie des charges sur les réponses. Ici, seul le temps de vie des électrons a été modifié afin de bien appréhender son effet. Lorsque la dissipation augmente, on observe une décroissance de la réponse à basses fréquences qui peut

même conduire à une perte de prédominance des électrons sur les trous (inversion de la phase statique). Cette réduction s'accompagne d'une augmentation de la bande passante de la réponse.

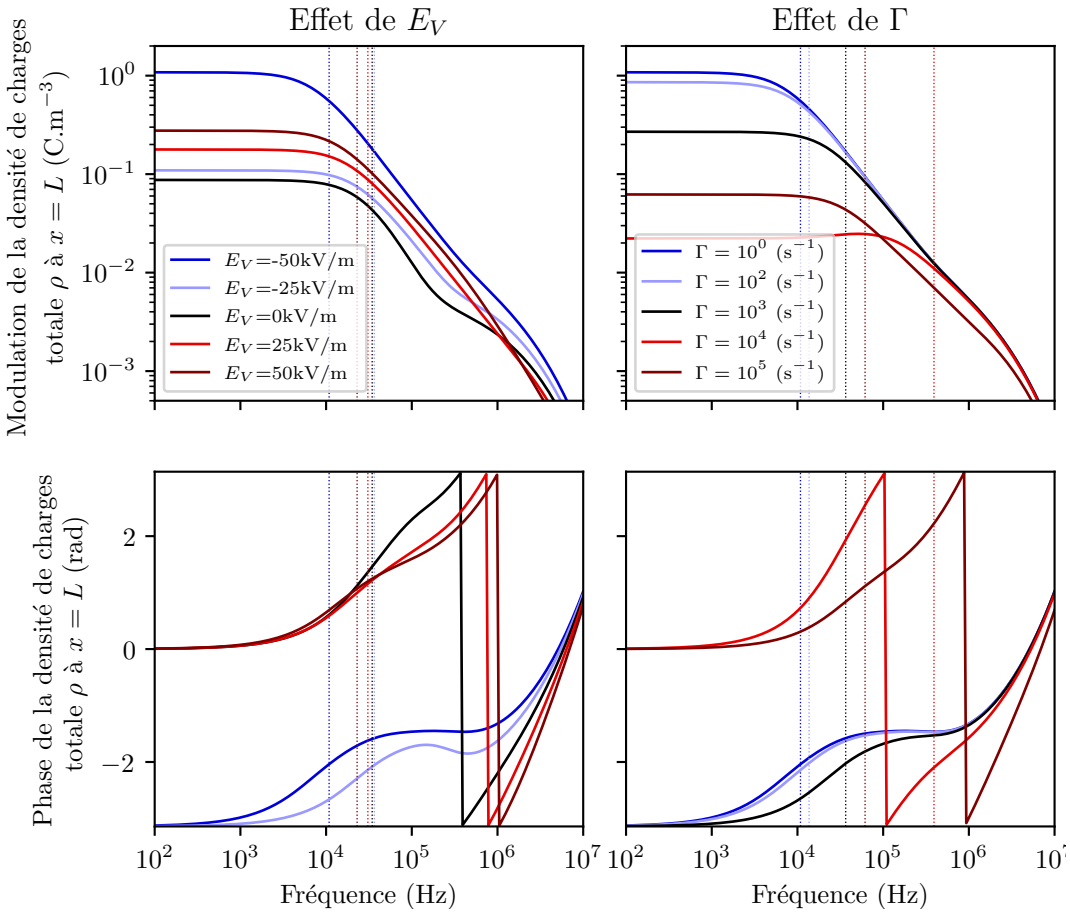
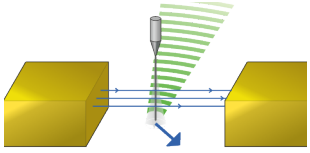


FIGURE 3.24 – Variation de la modulation de la densité totale de charges ($\rho = e(p - n)$) en amplitude et en phase pour différents champs verticaux $E_{\|}$ (gauche) et taux de recombinaison (droite). Les pointillés verticaux représentent les positions de la première fréquence de coupure pour chaque courbe. Les courbes ont été obtenues avec les valeurs $\mu_n = 15.8\,\mathrm{cm}^2/\mathrm{V/s}$, $\mu_p = 1.35\,\mathrm{cm}^2/\mathrm{V/s}$, $D_n = 17.4\,\mathrm{cm}^2/\mathrm{s}$, $D_p = 5.75\,\mathrm{cm}^2/\mathrm{s}$ et $y_0 = 0.75L$ qui ont été obtenues par ajustement de la coupe Figure 3.16 avec notre modèle.

Dépendance en fonction de la longueur du nanofil

Dans le but de valider la dépendance selon la longueur du nanofil des effets électro-optiques, nous avons réalisé des mesures sur le nanofil 3 avant et après l'avoir coupé à l'aide du laser sous vide (ce qui est possible lorsqu'on dépasse quelques mW). Le nanofil faisait au départ 110 µm de long et après coupure 50 µm. Les deux réponses en amplitude mesurées 5 µm au-dessus de l'extrémité libre du nanofil sont représentées Figure 3.25 où on observe très clairement des dynamiques différentes.

Dans le cas du nanofil long (bleu), le plateau n'est pas observable sur ces mesures qui n'ont pas démarré à suffisamment basse fréquence, mais il peut être reconstruit par un ajustement de la phase et de l'amplitude et se situe autour de 150 Hz. La résonance mécanique, qui atténue la



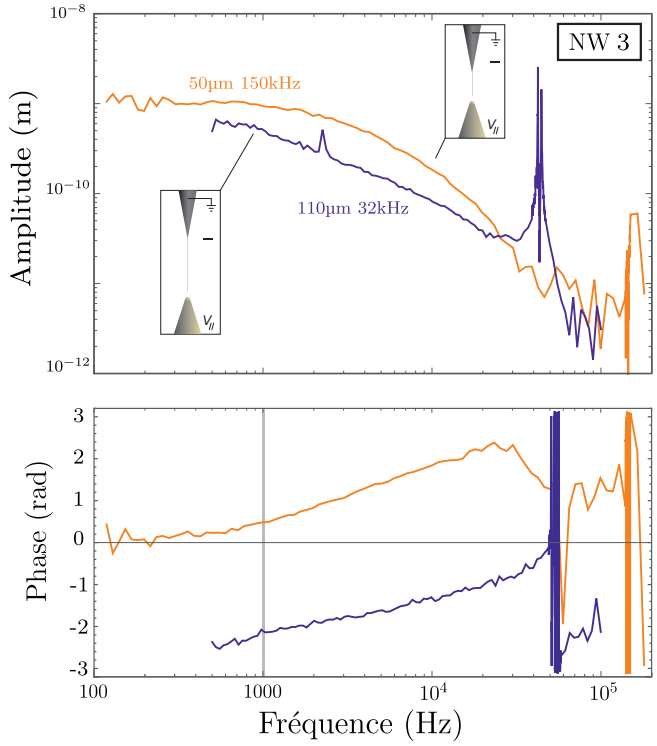


FIGURE 3.25 – Réponses électro-optique large bande mesurées sur le nanofil 3 avant (bleu) et après (orange) l'avoir coupé à l'aide du laser (de $L = 110\,\mu\text{m}$ à $L = 50\,\mu\text{m}$). La pointe générant le champ reste pour les deux mesures à $10\,\mu\text{m}$ du bout du nanofil et on a adapté la tension verticale pour que les deux mesures soient effectuées dans le même champ. La diminution de la longueur du nanofil entraîne une augmentation de ses fréquences de résonance mécanique (de 31 à 150 kHz en absence de champ) permettant une observation de la transition entre les régimes de conduction et de diffusion sur une plus large gamme de fréquences.

réponse au-dessus de sa fréquence de résonance, noie un peu la réponse en régime diffusif. Dans le cas du nanofil court on observe aisément les trois régimes avec un plateau bien défini puis d'une décroissance dont la pente change à environ 40 kHz, c'est le passage du régime conductif au régime diffusif, tandis que la résonance mécanique a été repoussée vers 150 kHz. L'observation de la transition est donc plus facile avec un nanofil court. Ceci peut se comprendre, car la fréquence de résonance mécanique évolue comme $1/L^2$ tandis que la coupure vers le régime conductif évolue comme $1/L$ (et $1/L^2$ en régime diffusif).

Force totale appliquée

Les études et descriptions phénoménologiques réalisées dans cette section ont été basées sur l'étude de la densité de charges à l'extrémité libre du nanofil, là où celui-ci présente la plus grande sensibilité en force. Cependant, les densités de charges se répartissent sur tout le nanofil et subissent l'action du champ transverse dont la distribution longitudinale peut ne pas être homogène. La force totale est donc une convolution sur la longueur du nanofil entre la densité de charges locale $\rho(y)$, le profil longitudinal du champ électrique transverse $\mathbf{E}_\perp(y)$ et le profil de vibration du mode mécanique considéré $u_n(y)$. On a tracé sur la Figure 3.26 la dépendance

fréquentielle de la force totale créée par la densité de charges sur la première famille de modes du nanofil en utilisant la formule suivante :

$$\mathbf{F}_n(\Omega) = \int_0^L \rho(y,\Omega) S \mathbf{E}_\perp(y) u_n(y) dy \tag{3.37}$$

Avec ρ la densité totale de charges, u_n le profil de la n-ième famille longitudinale des modes propres du nanofil et $\mathrm{E}_\perp$ le champ transverse. Ce dernier est en général maximal en bout de fil et décroit sur une taille caractéristique l, de 10 µm dans le cas de l'échantillon multi-électrodes. Numériquement, on utilise une expression :

$$\mathbf{E}_\perp = \frac{\mathbf{E}_\perp^0 l^2}{(y-L)^2 + l^2} \tag{3.38}$$

où $\mathbf{E}_\perp^0$ est le champ transverse en bout de fil

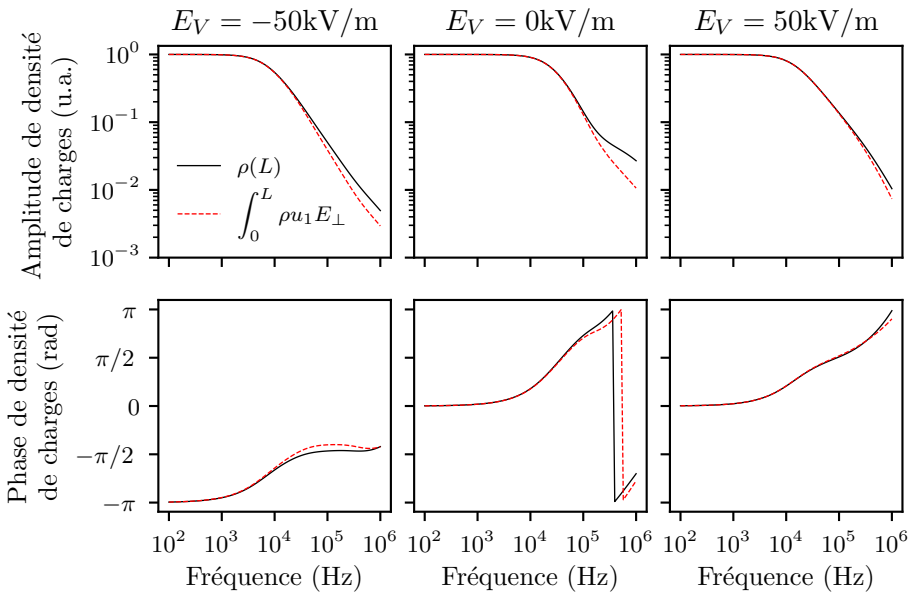
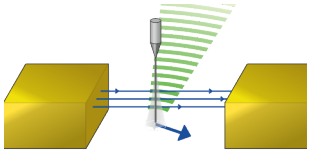


FIGURE 3.26 – Représentations des réponses fréquentielles normalisées en amplitude et en phase de la densité de charges au bout du nanofil (trait plein) et de la force électro-optique générée sur la première famille de mode (u_1) du nanofil (pointillés rouges) pour différentes valeurs de champ vertical. Les courbes ont été obtenues avec les résultats de l'ajustement des mesures sur le nanofil 2 donnés Table 3.2.

Comme présenté sur la Figure 3.24, à basse fréquence la réponse spectrale de la force totale donnée par l'équation 3.37 en prenant $n = 1$ est similaire à celle de la densité de charges au bout du nanofil. En effet la Figure 3.23 montre qu'à basse fréquence, surtout à fort champ, la plus grande densité de charges est située au bout du nanofil. Cependant, lorsqu'on augmente la fréquence de modulation, les ondes de charges ne vont plus se propager jusqu'au bout du nanofil, et la densité linéique de force va être localisée sous le laser de pompe.

3.5.7 Ajustement des mesures

Nous venons de voir que le modèle présenté permet d'expliquer et de reproduire qualitativement les résultats obtenus lors de nos mesures. On cherche ici à obtenir un accord quanti-



tatif en réalisant un ajustement de nos mesures avec ce modèle afin d'obtenir des coefficients électroniques que nous comparerons à la littérature.

Afin de n'étudier que la dépendance fréquentielle de la force appliquée sur le nanofil, on déconvolue la réponse mesurée δr_β de la susceptibilité mécanique χ introduite précédemment. On réalise ensuite un premier ajustement de la variation en fonction du champ vertical de la force électro-optique quasi-statique à 600 Hz (Figure 3.27.a). Cet ajustement est peu contraint, et on utilise l'expression théorique de la densité au bout du nanofil pour nos ajustements. Les paramètres obtenus servent alors de valeurs de départ pour l'ajustement des réponses à toutes les fréquences avec la formule de la force complète incluant la convolution longitudinale.

Pour réaliser l'ajustement, il est important de ne pas se limiter à la seule force électro-optique. Lorsque l'on module l'intensité du laser de pompe vert, le nanofil est soumis à trois forces principales. La première est la force de pression de radiation qui est orientée dans la direction de propagation du laser et instantanée aux échelles de temps mécaniques. La seconde est la force électro-optique que nous décrivons ici, elle est orientée dans la direction du champ électrique transverse $\mathbf{E}_\perp$ qui est mesuré indépendamment en modulant l'électrode latérale. De plus la génération et la modulation des charges au sein du nanofil crée une variation de son indice optique, ce qui va moduler l'interaction laser-nanofil en produisant une force orientée selon l'axe optique et proportionnelle à la densité de charge sous le laser de pompe. On réalise alors les ajustements suivants en utilisant la somme des forces optique, électro-optique et la force de modulation de section efficace :

$$\delta\mathbf{F}[\Omega] = \underbrace{A\delta P\mathbf{e}_z}_{\substack{\text{pression}\\ \text{de radiation}}} + \underbrace{\rho(y_0,\Omega)\delta P\mathbf{e}_z}_{\text{section efficace}} + \underbrace{\int_0^L \rho(y,\Omega)S\mathbf{E}_\perp(y)u_1(y)dy}_{\text{électro-optique}} \tag{3.39}$$

On a cherché à ajuster l'ensemble des mesures pour différents champs verticaux avec les mêmes paramètres d'ajustements pour ce qui concerne les propriétés du nanofil (mobilités, diffusivités). L'ajustement des réponses basse fréquence représenté Figure 3.27.a présente un bon accord avec les résultats expérimentaux. On peut donc utiliser les coefficients obtenus avec cet ajustement (mobilités, diffusivités, amortissements) comme point de départ pour ajuster les réponses larges obtenues, dont le déplacement mesuré $\delta r_\beta[\Omega]$ était représenté Figure 3.16. On représente sur la Figure 3.27.b les réponses en force, et les ajustements obtenus pour les tensions verticales $V_\parallel = [-8, -2, 1, 4, 8]$ V représentées par les points colorés sur la figure a).

Les ajustements obtenus montrent un bon accord avec les réponses mesurées. Cependant, on remarque dans le cas des fortes tensions positives, une déviation à haute fréquence au modèle théorique. Cette déviation peut s'expliquer par des effets non-linéaires à fortes densités de charges non pris en compte dans notre modèle que l'on a étudiés plus en détail dans la section 3.6. Il est aussi connu dans la littérature que la mobilité des charges peut dépendre du champ longitudinal appliqué, un ingrédient qui n'est pas pris en compte dans notre modèle où nous avons utilisé les mêmes paramètres électroniques pour tous les champs appliqués.

Une autre source d'erreur de notre ajustement provient du fait qu'on a supposé un champ vertical homogène dont la valeur est calculée pour une géométrie de condensateur plan-plan bien que le champ soit généré entre les électrodes de l'échantillon et la pointe en tungstène. Le champ vertical n'est donc pas complètement homogène le long du nanofil. Cependant, pour ces mesures prises avec une séparation de 5 µm entre le bout du fil et l'électrode, cette approximation est raisonnable (voir Figure 3.3). Ainsi utiliser un champ homogène pour les ajustements permet

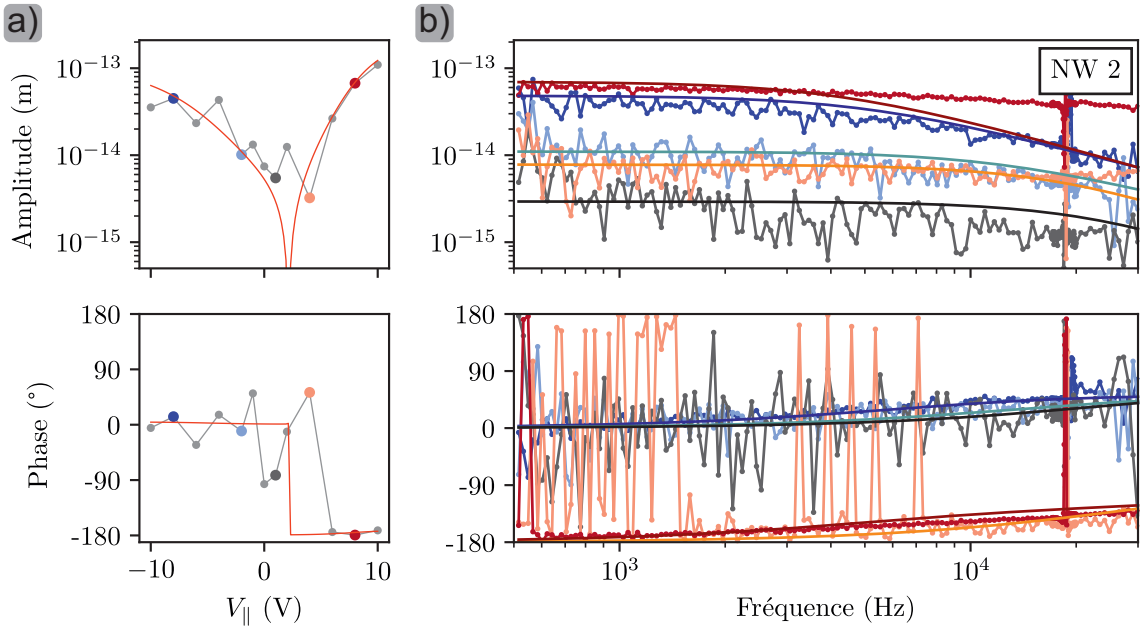


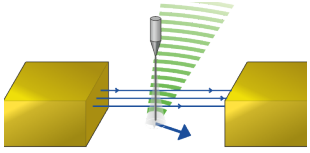
FIGURE 3.27 – a) Ajustement des réponses à 600 Hz avec le modèle de la charge en bout de fil. b) On utilise ensuite les valeurs obtenues comme point de départ de l'ajustement des réponses larges avec le modèle complet. On a représenté ici seulement quelques réponses larges représentées par les points de couleur sur les réponses à 600 Hz.

d'avoir une bonne estimation des coefficients électriques du nanofil. La prise en compte d'un champ vertical inhomogène sera présentée dans la section 3.7.

Les mêmes mesures et ajustements ont été réalisés pour le nanofil 3 dans le montage à 2 électrodes, Figure 3.28. Pour ces mesures, deux pointes en tungstène orientées selon les axes x et y font office d'électrodes, il est alors possible d'appliquer des champs électriques bien plus intenses. Les ajustements donnent des résultats satisfaisants et en accord avec les mesures. Ces ajustements sont uniquement basés sur les effets électro-optiques transverses, sans pression de radiation ni de modulation de section efficace car les effets transverses sont beaucoup plus intenses que précédemment grâce à l'emploi d'un champ perpendiculaire beaucoup plus fort.

On remarquera cependant que les mesures réalisées à tensions négatives présentent une phase anormale par rapport aux prédictions théoriques. Ceci est une conséquence du déplacement statique du nanofil dû aux forts champs électrostatiques appliqués : dans cette configuration, le nanofil se déplace au-dessus de la pointe verticale, ce qui a pour effet de modifier le champ transverse ressenti, et même de l'inverser à tension négative. Des analyses de l'évolution de ce décalage statique permettent cependant de mesurer la position réelle du nanofil par rapport au système d'électrodes et devrait permettre de compenser cet effet. Pour cette raison nous n'avons réalisé les ajustements que des réponses à tensions positives où les électrons dominent. Dans cette plage de tensions, les ajustements sont en très bon accord avec les réponses mesurées en amplitude et en phase.

Les valeurs issues des ajustements réalisés sur ces deux nanofils sont comparées à la littérature dans la Table 3.2. Les mesures de mobilité de la littérature sont réalisées avec des Transistors à Effet de Champ dont le drain et la source sont des pistes en métal reliées par un nanofil en SiC jouant le rôle de la grille. Il est alors possible d'estimer la mobilité des porteurs majoritaires



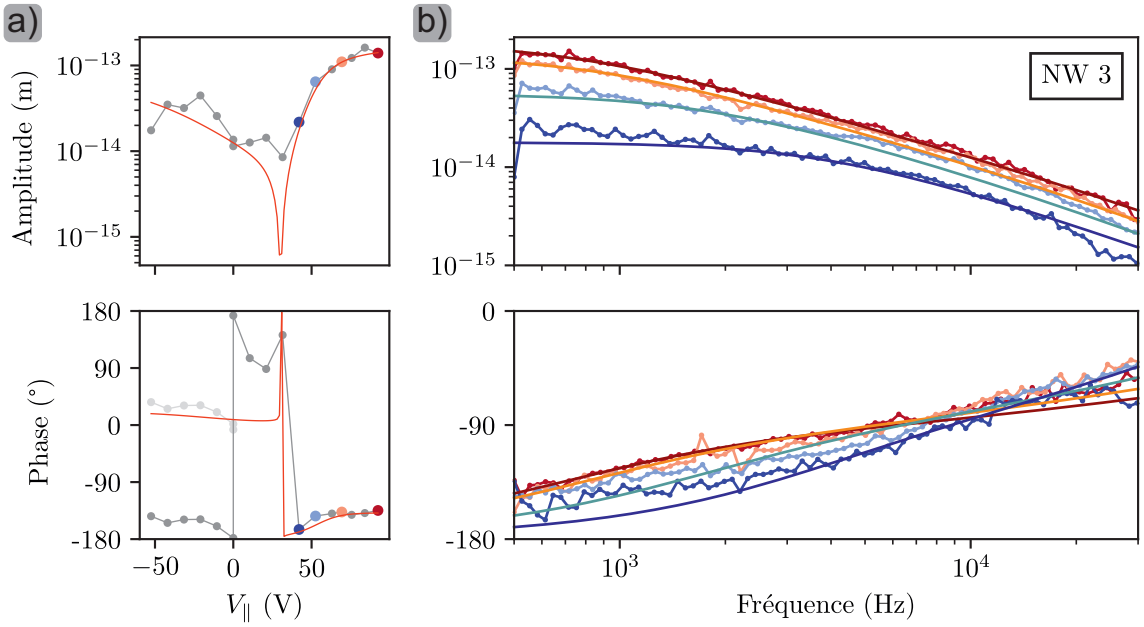


FIGURE 3.28 – a) Ajustement des réponses mesurées avec le nanofil 3 à 600 Hz. Les points clairs représentés sur la phase sont les points mesurés auxquels on a ajouté 180°, montrant que le champ transverse est en effet inversé aux tensions négatives dû aux déplacements statiques du nanofil. b) Ajustements des réponses larges sur toute leur plage de fréquence inférieure à la résonance mécanique du nanofil (32 kHz). La réponse mécanique du nanofil a été déconvoluée et seules quelques réponses sont affichées, représentées par les point colorés.

en réalisant des mesures du courant en fonction de la tension de grille. Deux valeurs de mobilité sont données dans la Table 3.2, celle de gauche étant la valeur moyenne donnée par la littérature [86, 84, 88] et celle de droite nommée *(max)* la valeur maximale trouvée dans la littérature [87].

Coefficients	μ_n (cm^2/V/s)	μ_p (cm^2/V/s)	D$_n$ (cm^2/s)	D$_p$ (cm^2/s)	Γ_n (s^{-1}),	Γ_p (s^{-1})
NW 2	16.2	2.57	20.0	3.98	1.48×10^4	2.88×10^4
NW 3	5.25	0.05	31.6	0.54	4.37×10^3	9.77×10^3
littérature	16, 140(max)	6, 40(max)	0.42 (Einstein)	0.16 (Einstein)	$10^4 < \cdot < 10^{10}$	$10^4 < \cdot < 10^{10}$

TABLE 3.2 – Tableau comparatif des valeurs des coefficients électriques des nanofils 2 et 3 obtenus grâce aux ajustements de leur réponses larges. Les coefficients obtenus sont comparés aux valeurs trouvées dans la littérature. Les valeurs des diffusivités théoriques ont été calculées en utilisant la relation d'Einstein car nous n'avons pas trouvé de valeur dans la littérature pour des nanofils. Les coefficients de recombinaison varient énormément dans la littérature, nous avons donc donné les segments sur lesquels ils s'étalent.

Le nanofil 2 donne des valeurs de mobilités et de temps de vie cohérentes avec les valeurs trouvées dans la littérature. Le nanofil 3 donne lui des valeurs un peu plus faibles que celles attendues. Cependant, si les mesures du côté électron sont satisfaisantes, les mesures côté "trou" sont à tempérer à cause des effets de décalage statique mentionnés précédemment qui sont en cours d'analyse. Les valeurs relativement faibles observées seraient a priori dues à un champ transverse bien plus faible qu'attendu.

Ainsi, notre modèle permet d'avoir une approximation cohérente de la mobilité des charges au sein du nanofil (du moins de celle des électrons). Dans le futur, l'amélioration du champ vertical en un champ homogène créé par un condensateur avec une meilleure connaissance du champ transverse pourrait permettre de réaliser la mesure des mobilités des deux types de charges au sein du nanofil contrairement aux mesures par transistor à effet de champ nécessitant un nanofil dopé n pour avoir la mobilité des électrons et un nanofil dopé p pour les trous.

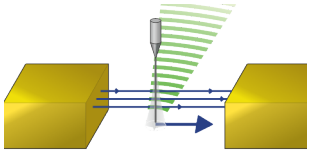
Les ajustements nous permettent aussi d'obtenir la densité de charges générée dans le nanofil. Dans nos ajustements, celui-ci prend en compte le champ transverse, ainsi en connaissant sa valeur et la profondeur de modulation du laser de pompe, il est possible de déterminer l'efficacité de création de charges, soit le nombre de charges généré par un photon. Pour le nanofil 2 nous avons une profondeur de modulation $\delta\Phi = 11.3\,\mu\text{W}$ avec un champ transverse de l'ordre de 10^5 V/m et l'ajustement donne une génération de 1.35×10^{-9} part./s/m^3, ce qui nous donne une efficacité de création de charges $A \approx 10^{-8}$ part./photon. Pour le nanofil 3 on trouve $A \approx 10^{-10}$ part./photon, ces efficacités de création sont très faibles comparées à celles de photodiode industrielles qui approchent l'unité. En mesurant les réponses thermiques de ces nanofils, on a pu estimer la fraction de lumière injectée qui était absorbée et participait à l'échauffement observé, elle varie de 1 à 10%. Ainsi, les champs transverses internes au nanofil ne sont probablement pas assez forts pour avoir une séparation efficace des paires électron-trou, et une très grande majorité de celles-ci vont directement se recombiner sur place.

Par contre, il convient de noter, que bien que les effets observés soient gigantesques par rapport aux sensibilités en force des nanofils (100 fN vs aN), il ne sont pourtant générés que par une densité de charges relativement limitée : en effet les forces de $10^{-15}/10^{-13}$ N sont obtenues dans des champs électriques perpendiculaires de 10^5 V/m, ce qui signifie que le nombre équivalent de charges participant est de l'ordre de 0.1-10. Ces charges sont délocalisées sur 10 µm environ, et sur une section de 150 x 105 nm, ce qui conduit à des densités de charge de l'ordre de $10^{17}/10^{19}$ charges/m^3, ou $10^{11}/10^{13}$ cm^{-3}, ce qui reste relativement faible.

On remarque aussi que les coefficients de diffusion sont plus grands que les valeurs attendues par la relation d'Einstein à température ambiante (elle correspondrait à des températures électroniques de l'ordre de 10^4 K). Nous sommes dans une situation fortement hors d'équilibre avec une création de charges permanente [126, 127]. Il se peut aussi que nous observions la limite de la modélisation unidimensionnelle et linéaire de notre théorie ou que des effets physiques liés au confinement dans une nanostructure soient à l'œuvre.

Le mécanisme de recombinaison utilisé, linéaire, ne prend pas en compte le détail microscopique des différents types de recombinaisons possibles (Auger, de surface, SRH) [124, 129, 130, 131] qui rendent généralement les équations différentielles pour les trous et électrons non-linéaires et couplées car proportionnelles au produit des densités de charges (np). Les valeurs mesurées du temps de vie des charges sont donc à considérer avec précaution. Cependant, la force électro-optique observée nécessite que les électrons et les trous soient séparés dans deux canaux quasi-indépendants, ce qui est cohérent avec des temps de vie allant jusqu'à la milliseconde.

Finalement, notre modèle permet d'obtenir de bons ajustements de nos mesures ainsi que des mobilités électroniques cohérentes avec la littérature. Il n'est cependant pas complet et est limité à un cas 1D qui est une simplification de la réalité. Toutes les simplifications et hypothèses utilisées pour le construire l'empêchent d'être complètement quantitatif et de pouvoir sonder les coefficients électroniques du nanofil. Il permet cependant de réaliser une étude qualitative satisfaisante des phénomènes causant l'apparition de la force électro-optique.



3.6 Influence du laser de pompe sur la force

Le premier dispositif expérimental était basé sur l'emploi d'un laser de pompe vert à 532 nm, positionné entre 5 à 10 µm de l'extrémité libre du nanofil et se copropageant dans la fibre d'illumination avec le laser de sonde (633 nm).

Nous allons maintenant présenter le second dispositif expérimental employé, dont une partie a été développé lors du post-doctorat de A. Fontana, et qui a été adapté par C. Dousset. Il nous a permis de varier la longueur d'onde du laser de pompe ainsi que sa position indépendamment du laser de sonde. On a également travaillé avec des fils relativement longs, qui nous ont permis d'accumuler beaucoup de charges à leur extrémité libre, permettant d'entrer dans des régimes non-linéaires.

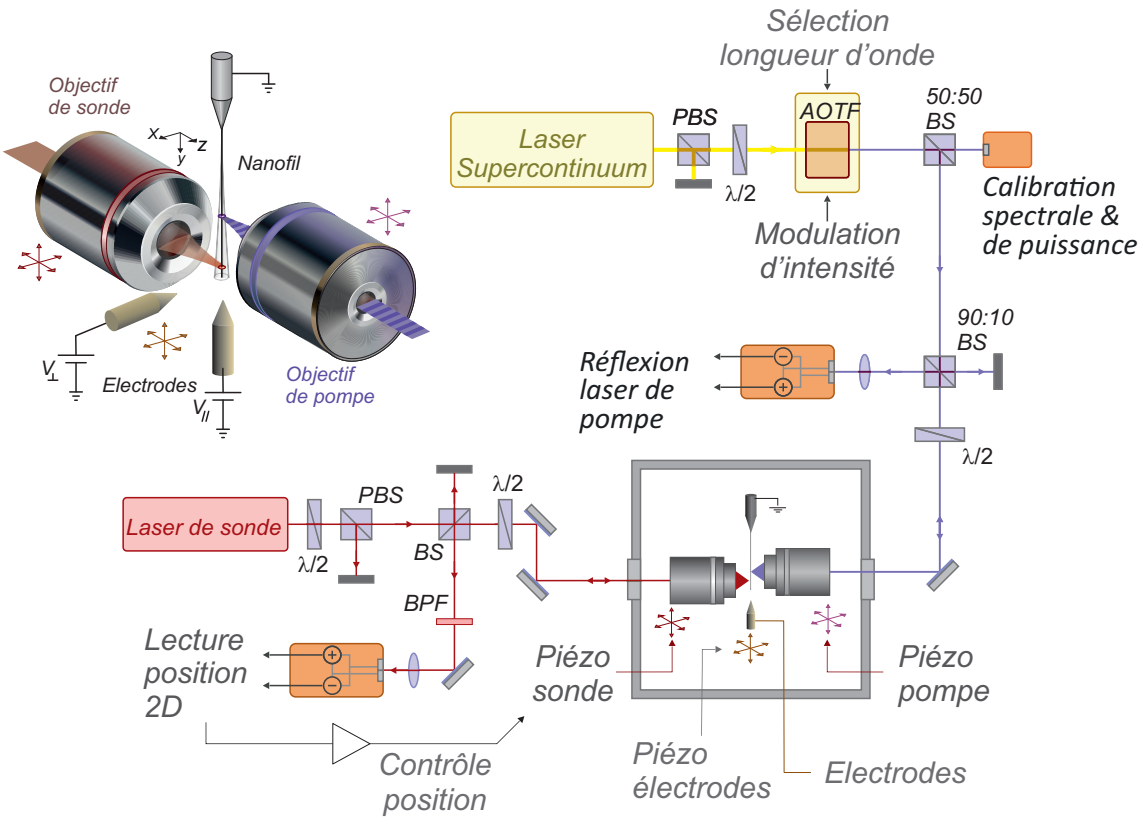


FIGURE 3.29 – Schéma du montage utilisé pour les mesures à différentes longueurs d'ondes et positions du laser de pompe. Un laser Supercontinuum couplé à un filtre AOTF permet de sélectionner la longueur d'onde d'excitation qui est focalisé par un objectif monté sur une platine piézo XYZ. On mesure la puissance injectée en amont et on mesure également la réflexion du nanofil. Un second chemin optique séparé permet d'injecter le laser de sonde monochromatique dans un second objectif placé en regard de l'objectif de pompe et monté également sur une platine piézo XYZ. La lumière renvoyée le nanofil et collectée par l'objectif de sonde est filtrée pour supprimer la pompe puis mesurée sur une QPD permettant la lecture 2D des vibrations transverse du nanofil. Un asservissement de position peut également être activé. Finalement, le champ électrostatique est généré par 2 électrodes de tungstène orthogonales dont on contrôle les potentiels de manière indépendante.

Son schéma de principe est représenté Figure 3.29, il utilise deux objectifs de microscope, un pour le laser de sonde et un autre pour celui de pompe. Ces deux objectifs se font face avec le nanofil inséré entre eux. L'utilisation de ces deux objectifs permet dans un premier temps la séparation spatiale des lasers de sonde et de pompe permettant ainsi d'exciter le nanofil à différents endroits tout en sondant son mouvement à son extrémité libre. De plus, nous avons utilisé un laser blanc (Supercontinuum de Leukos), dont on sélectionne une longueur d'onde avec un filtre AOTF, afin de servir de laser de pompe, ce qui permet d'étudier les dépendances de la force en fonction de la longueur d'onde de l'excitation. L'AOTF permet également de moduler l'intensité du laser avec une bande passante de 500 kHz, ce qui est suffisant pour la plupart des nanofils employés.

La génération des champs électrostatiques est assurée par deux pointes en tungstène, une verticale et une horizontale, qui sont montées sur une platine motorisée et un module piézo-électrique afin de les positionner finement sous le nanofil. On peut ainsi générer des champs transverses et longitudinaux, relativement homogènes le long du nanofil lorsqu'elles sont placées à une distance suffisante (i.e. plus grande que leur rayon de courbure). Les pointes sont reliées à des amplificateurs de tension afin de pouvoir appliquer des champs plus intenses qu'avec les échantillons à électrodes, car il n'y a pas de risque de claquage de l'isolant sous les pistes. Nous pouvons donc grâce à ce nouveau montage expérimental étudier la dépendance de la force électro-optique en fonction de la longueur d'onde de la lumière excitatrice et de la position du laser de pompe ainsi qu'appliquer de plus grands champs électriques.

3.6.1 Dépendance avec la longueur d'onde de pompe

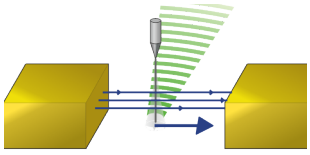
Comme nous l'avons vu au Chapitre 1.2, les résonances de Mie structurent fortement l'interaction lumière-nanofil. Une forte interaction peut permettre une meilleure absorption de la lumière et donc une augmentation de la création de charges dans le nanofil à puissance incidente donnée. La possibilité de balayer la longueur d'onde du laser de pompe est alors très intéressante afin d'identifier une longueur d'onde maximisant possiblement la force électro-optique.

Lorsqu'un photon est absorbé, il génère une paire électron-trou. Celle-ci peut alors se séparer créant deux charges libres ou alors, le SiC étant à gap indirect, se recombiner de manière non radiative générant un échauffement du nanofil. Cet échauffement du nanofil induit plusieurs effets photothermiques (propagation d'ondes de chaleur, forces thermiques, etc.) qui ont été étudiés par C. Gouriou durant sa thèse, notamment une dilatation du nanofil. Cette variation de longueur est directement reliée au coefficient d'absorption du nanofil :

$$A_{\text{abs}} = \frac{2\kappa S}{\alpha L^2} \frac{dL_{\text{tot}}}{dP_{\text{in}}} \tag{3.40}$$

où A_{abs} est le coefficient d'absorption du nanofil, κ la conductivité thermique, α le coefficient de dilatation, S la surface, L sa longueur et $\frac{dL_{\text{tot}}}{dP_{\text{in}}}$ la variation de la longueur du nanofil pour une profondeur de modulation donnée de la puissance injectée du laser de pompe.

L'absorption déduite de la mesure de l'élongation thermique induite pour différentes longueurs d'onde du laser de pompe est représentée en bleu Figure 3.30. En parallèle de ces mesures, pour chaque longueur d'onde, nous avons mesuré la force électro-optique à 121 Hz (donc sur le plateau basse fréquence de la force) en présence de champs transverses et longitudinaux. La variation de la force électro-optique normalisée par la profondeur de modulation du signal de pompe est représentée en vert sur la Figure 3.30.



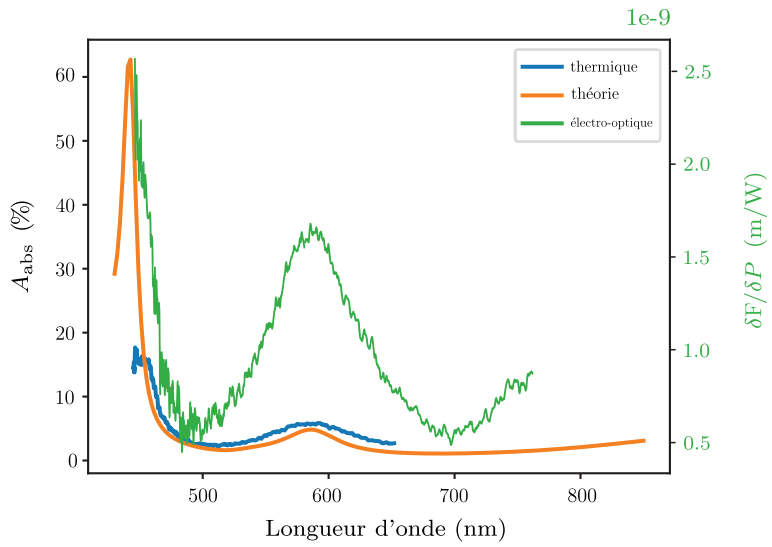


FIGURE 3.30 – Comparaison du coefficient d'absorption de la lumière calculé (orange), mesuré par élongation thermique (bleu) du nanofil 3 avec la force électro-optique normalisée par la profondeur de modulation du laser de pompe (vert) en fonction de la longueur d'onde du laser de pompe. L'amplitude de la force électro-optique normalisée est donnée sur l'axe de droite.

Ces mesures sont comparées à une simulation d'absorption de la lumière prenant en compte les résonances de Mie qui structurent la densité de lumière intrafil ainsi que l'absorption due au gap du SiC à 515 nm. Les courbes ont des variations similaires avec une valeur maximale à faible longueur d'onde et un pic autour de 600 nm. Les résonances de Mie structurent donc l'absorption de la lumière par le nanofil et la création de charge au sein de celui-ci. Il est possible d'augmenter ou de diminuer la force électro-optique appliquée sur le nanofil en réglant la longueur d'onde du laser de pompe, permettant l'optimisation de son observation.

Des cartes d'absorption obtenues en balayant le laser de pompe dans le plan vertical XY sont représentées Figure 3.31. Elles mettent en évidence, pour chaque longueur d'onde, deux zones d'absorption maximale dans le nanofil. On a appelé ces lieux de forte absorption des *points chauds* et ils sont plus ou moins intenses selon la longueur d'onde utilisée. Les points chauds peuvent être générés par une augmentation locale de l'absorption du système (contaminants, phase allotropique différente et plus absorbante) ou par une meilleure injection de lumière dans le nanofil au niveau d'un défaut d'épaisseur.

Les points chauds sont très intéressants, car ils assurent une absorption plus efficace du laser de pompe, même si l'absorption en ces points reste dépendante de la longueur d'onde. Ils sont donc idéaux pour y effectuer des mesures de force électro-optique et permettent d'observer, comme nous le verrons dans la suite, des phénomènes non-linéaires dus à la trop grande densité de charges.

On peut coupler à l'utilisation des points chauds le choix de la longueur d'onde du laser de pompe qui permettra de contrôler plus finement l'absorption du laser de pompe par le nanofil. On pourra dans ce cas choisir d'avoir une grande absorption pour obtenir une grande force électro-optique tout en restant dans un régime linéaire. En se plaçant en dehors des points chauds, on pourra utiliser la longueur d'onde du laser de pompe pour diminuer au maximum l'intensité de la force électro-optique.

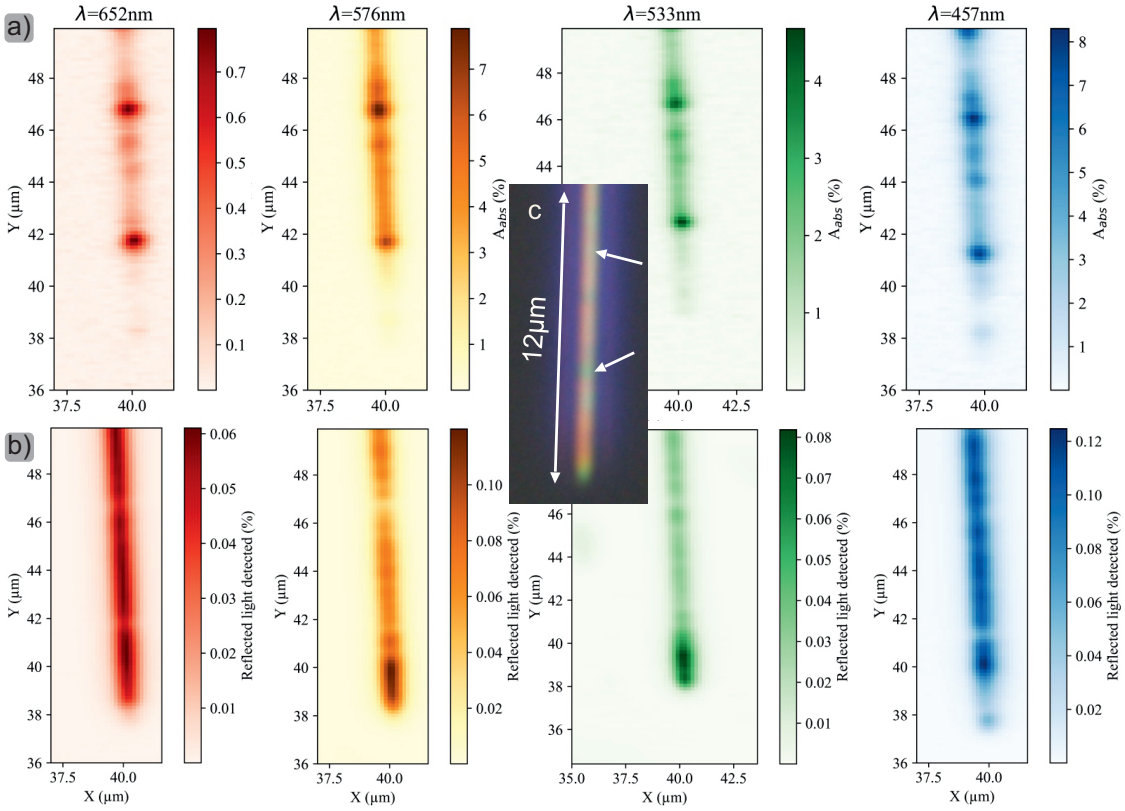
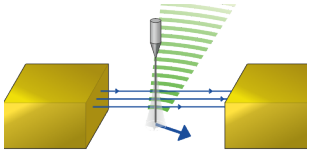


FIGURE 3.31 – Cartes dans le plan XY de l'absorption a) et de la réflectivité b) du nanofil pour différentes longueurs d'onde du laser de pompe. On observe distinctement deux zones très absorbantes qu'on appelle points chauds. Ces deux zones sont pointées par les flèches sur l'image du nanofil réalisée au microscope c) sous lumière blanche. On observe qu'il n'y a pas de grandes différences sur l'image laissant penser que les phénomènes d'absorption sont dus à des défauts internes. On peut aussi remarquer qu'au bout du nanofil il n'y a presque pas d'absorption, sûrement à cause de la géométrie de cette partie empêchant la lumière de correctement rentrer dans le nanofil.

3.6.2 Dépendance avec la position du laser de pompe

Les cartes Figure 3.31 ont montré une variation de l'absorption le long du nanofil. Il est alors intéressant de s'assurer que les variations de celle-ci sont corrélées avec les variations de la force électro-optique. Pour ce faire, la longueur d'onde du laser de pompe est fixée à $\lambda_{\text{pompe}} = 576\,\text{nm}$ qui maximise l'absorption sur tout le nanofil.

Le laser de pompe balaye ensuite dans le plan XY le nanofil alors que le laser de lecture reste positionné environ 2 µm au-dessus de l'extrémité libre du nanofil. Afin de mesurer efficacement la réponse du nanofil, le laser de pompe est modulé à 121 Hz et on démodule le déplacement induit. Cette fréquence est choisie suffisamment basse afin de rester sur le plateau de la réponse quels que soient les champs appliqués pour le nanofil en question (réponses obtenues Figure



3.28). La carte de la force électro-optique reconstruite comme précédemment est comparée à la carte d'absorption du nanofil ainsi qu'à sa réflectivité dans la Figure 3.32.

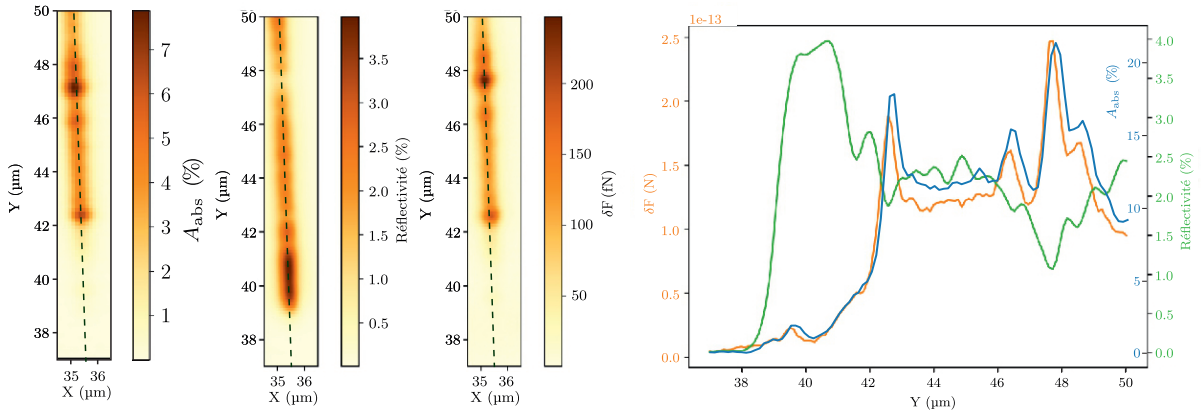


FIGURE 3.32 – Sur la gauche, sont représentées les cartes de le plan XY de l'absorption du nanofil déduite des mesures d'élongation, de la réflectivité du nanofil et de la force électro-optique mesurée à 121 Hz pour une longueur d'onde d'excitation $\lambda = 576$ nm. À droite on trace les coupes de ces trois cartes selon l'axe représenté en pointillés. On observe avec les coupes une corrélation entre l'absorption et la force électro-optique ainsi qu'une anti-corrélation avec la réflectivité. On a en effet, pour chaque minima local de la réflectivité un maximum local de l'absorption et de la force électro-optique.

La variation de la force électro-optique est fortement corrélée avec la carte d'absorption. L'absorption, qui peut atteindre 10% dans les points chauds, est également associée à une baisse de réflectivité du même ordre de grandeur. Les coupes longitudinales de la force et de la réflectivité montrent une forte anticorrélation : une force électro-optique importante apparaît dans des lieux de faible réflectivité.

Le positionnement du laser de pompe sur le nanofil peut donc exacerber ou au contraire diminuer la force électro-optique. On a constaté que le nanofil est très inhomogène du point de vue de l'absorption et cette inhomogénéité provient de la géométrie non idéale du nanofil (variations locales du rayon, contaminants). On est en droit de se demander si cette non-idéalité pourrait avoir un impact sur la propagation des ondes de charges (recombinaisons des paires au niveau d'une constriction, etc.). Cependant, nos différentes mesures, réalisées en positionnant le laser de pompe en amont ou en aval de points chauds, n'ont pour l'instant pas donné de différences notables. Notons cependant, que les variations de diamètre sont de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres, et restent modestes devant les diamètres de fils utilisés (>200 nm). Ainsi, nous pouvons considérer que le modèle de propagation 1D homogène, reste pertinent pour décrire les ondes de charge.

3.6.3 Influence de la puissance moyenne du laser de pompe

Les études précédentes de cette section ont montré la possibilité d'optimiser l'observation de la force électro-optique en sélectionnant la bonne longueur d'onde et position du laser de pompe. Nous allons maintenant nous intéresser aux effets de la puissance moyenne de l'excitation. Pour cela, on réalise, avec le nanofil 4, des réponses large bande en amplitude et phase pour différentes

puissances optiques moyennes du laser de pompe à la longueur d'onde $\lambda = 576\,\text{nm}$. Les réponses sont obtenues en plaçant le laser de pompe sur un des points chauds du nanofil et on présente Figure 3.33 les réponses normalisées par la profondeur de modulation de la pompe, qui est mesurée simultanément. Pour toutes les forces linéaires avec la puissance optique, comme la pression de radiation, ces mesures ne devraient pas dépendre de la puissance moyenne. On va voir que ce n'est pas le cas pour les forces électro-optiques.

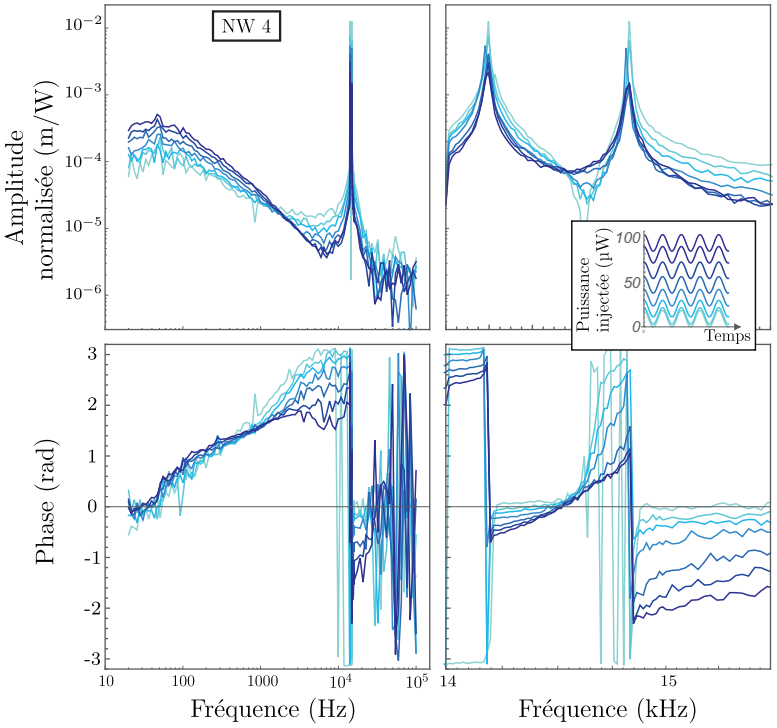
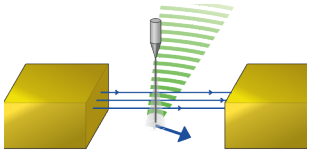


FIGURE 3.33 – Réponses large bande en amplitude et en phase mesurées avec le nanofil 4 pour différentes puissances optiques moyennes. On représente dans l'encart de droite la variation de puissance utilisée pour chaque mesure.

En effet, on observe à basse fréquence une augmentation de la hauteur du plateau à forte puissance de pompe moyenne. Au contraire, à plus hautes fréquences, et notamment proche de la fréquence de résonance, on observe une diminution de l'amplitude de la force avec la puissance moyenne du laser de pompe. On observe également des variations de la phase de la réponse. À basse fréquence, la coupure baisse à forte puissance, à résonance, la phase des deux modes propres transite d'une phase instantanée à une phase retardée.

Le changement de la dynamique de la force (en amplitude et phase) avec la puissance optique moyenne est probablement dû à des effets d'écrantage des charges au sein du nanofil, qui apparaissent à forte densité de charge, comme on va tenter de s'en convaincre par une analyse d'ordres de grandeurs. En effet le déplacement basse fréquence du nanofil à la plus forte puissance optique est $\delta r \approx 20\,\text{nm}$, ce qui correspond à une force appliquée au bout du nanofil de $10^{-12}\,\text{N}$. Or le champ latéral appliqué pour ces mesures est de $\text{E}_\perp \approx 10^6\,\text{V/m}$, la force correspond donc à une modulation de charge équivalente de $\delta\text{q} = 10^{-18}\,\text{C}$. Si on suppose que la charge est localisée essentiellement entre le laser et l'extrémité du nanofil ($\delta L = 10\,\mu\text{m}$), et dans toute la section du nanofil (300 nm de diamètre), en utilisant le Théorème de Gauss, on peut estimer la variation de champ interne associée $\Delta\text{E}/\delta L = \delta\text{q}/(\epsilon_0\epsilon_{\text{SiC}})/S/\delta L$. On obtient $\Delta\text{E} \approx 400\,\text{kV/m}$, ce qui est directement comparable au champ longitudinal utilisé pour ces mesures (210 V sur 300 µm, ou 700 kV/m). Ainsi les effets d'écrantage et de modification du champ intrafil causés



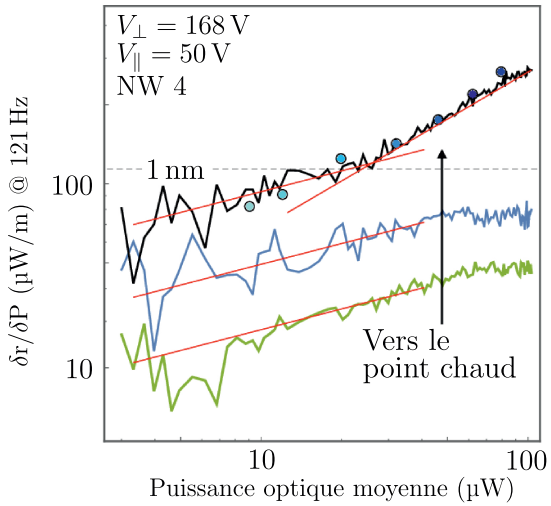


FIGURE 3.34 – Mesure de la réponse en amplitude normalisée du nanofil 4 à 121 Hz en différentes positions en fonction de la puissance moyenne du laser de pompe. La courbe verte montre la mesure prise loin d'un point chaud, la bleue en une position plus proche et la noire sur le point chaud. Les points bleus sont les positions du plateau des courbes de la Figure 3.33 à 121 Hz.

par l'accumulation de charges ne peuvent plus être négligés à forte densité de charge. Ceci malgré le fait qu'un très petit nombre de charges équivalent est localisé dans le nanofil (10 ici).

Ces mécanismes sont donc probablement à l'origine de la non-linéarité observée. La nécessité de prendre en compte l'écrantage rend le modèle non-linéaire, car le champ réel devient dépendant de la densité de charges. C'est pourquoi nous avons commencé la mise en place d'un outil de simulation numérique qui sera décrit dans l'Annexe B. De plus, l'observation de la hauteur du plateau à 121 Hz présentée Figure 3.34 semble confirmer cette hypothèse. Nous avons mesuré en différentes positions se rapprochant d'un point chaud la réponse en amplitude normalisée du nanofil en fonction de la puissance moyenne du laser de pompe. On observe que plus on se rapproche du point chaud plus la réponse augmente ce qui est normal puisque l'absorption augmente en se rapprochant du point chaud.

Cependant, on observe une variation qui est linéaire de la réponse avec la puissance optique moyenne. De plus, lorsque la pompe est placée sur un point chaud, on observe que la dépendance linéaire à la puissance moyenne augmente à partir d'un seuil. La non-linéarité avec la puissance moyenne de la pompe devient donc encore plus intense lorsqu'une densité de charge suffisante est présente dans le nanofil. Notre hypothèse sur cette augmentation de la non-linéarité est que lorsque la densité de charge seuil est dépassée, celle-ci génère un champ interne attirant les porteurs majoritaires en bout de fil qui est plus intense que le champ externe.

À plus hautes fréquences, on observe cependant un mécanisme opposé : la force totale baisse beaucoup plus rapidement que la faible variation de fréquence de coupure ne pourrait l'expliquer. On a donc probablement deux mécanismes différents, qui dominent à basse et à plus haute fréquence. On sait que les forces optiques dépendent de la section efficace du nanofil. Cette dernière est déterminée par la forme du faisceau de pompe, mais surtout par le diamètre et l'indice du nanofil, et est fortement structurée par les résonances de Mie. Il semble assez clair que l'injection de charges dans le système puisse être capable de modifier cette dernière car les électrons libres rendent le système plus polarisable, comme dans une cavité laser solide.

La modulation d'intensité va donc créer une modulation de section efficace, proportionnelle à la modulation de charge sous le laser pompe, ce qui va rajouter une contribution retardée aux forces optiques. Comme la modulation de la densité de charges sous le laser baisse plus lentement avec la fréquence que la densité de charge en bout de fil, voir la Figure 3.22, on s'attend à ce que ces effets de section efficace soient plus visibles à plus haute fréquence comme cela semble être le cas. Une analyse plus détaillée des vecteurs force en jeu dans ces mesures devrait permettre de conclure quant à l'origine de cette baisse à résonance, ainsi qu'en effectuant des mesures à différentes couleurs, permettant de moduler le désaccord aux résonances de Mie, qui devraient fortement structurer ces effets de section efficace.

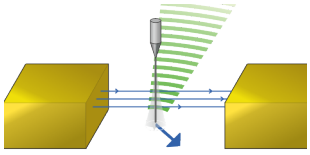
La force électro-optique est donc non linéaire en fonction de la puissance optique, mais ces effets ne sont visibles que lorsqu'on crée des densités de charge trop importantes au sein du nanofil (une dizaine de charges équivalentes), ce qui arrive lorsqu'on positionne le laser de pompe sur des "points chauds" et lorsqu'on travaille avec des nanofils très longs, qui permettent une plus grande accumulation de charge, et à fort champ vertical. Les effets de non-linéarité observés à fortes puissances optiques ne peuvent pas être expliqués par notre modèle analytique sans prendre en compte les effets d'écrantage. Il est donc important dans nos mesures de ne pas appliquer trop de puissance lumineuse sur notre nanofil afin de rester dans le cadre du régime linéaire, ce qui correspond en pratique, à des puissances optiques moyennes inférieures à 10 µW typiquement.

3.6.4 Bistabilité à forts champs transverses

Les effets non-linéaires observés précédemment, lorsque couplés à de forts champs transverses peuvent rendre le nanofil bistable latéralement comme présenté Figure 3.35. Lorsqu'on réalise un balayage latéral du laser de pompe autour d'un point chaud du nanofil 4, on voit apparaître à partir d'une certaine puissance optique une bistabilité latérale du système. Cette bistabilité est observable sur la carte XY autour point chaud.

Lorsqu'on crée une densité de charge suffisante, la force électro-optique latérale peut devenir suffisante pour induire un déplacement statique du nanofil supérieur à la taille du waist du laser. Ainsi lorsque que le laser se déplace dans le sens de la force, le déplacement statique du nanofil va lui faire suivre le déplacement du laser et on va observer une inflexion de la Gaussienne jusqu'à ce que le nanofil ne puisse plus suivre et revienne à sa position d'équilibre causant une baisse abrupte de réflectivité. Dans le cas inverse, le déplacement statique du nanofil va aller dans le sens opposé au déplacement du laser ce qui va raccourcir la traversée du waist.

La bistabilité n'apparaît que sur les points chauds à forts champs électrostatiques. Elle apparaît uniquement pour des puissances lumineuses supérieures à un seuil qui, à champ transverse standard, est largement supérieur au seuil d'observation des non-linéarités dues à l'écrantage, présentées précédemment. Ainsi, les points chauds sont très intéressants de par leur possibilité à générer plus de charges par une plus grande absorption. Cependant, une trop grande absorption peut générer des phénomènes non-linéaires qui peuvent perturber fortement l'analyse fine des effets électro-optiques et surtout l'analyse des propriétés électroniques du nanofil. Ces non-linéarités ont été vues assez rapidement dans la thèse et l'ensemble des mesures présentées au début du chapitre 3 ont été réalisées à suffisamment basse puissance pour ne pas y être sensible.



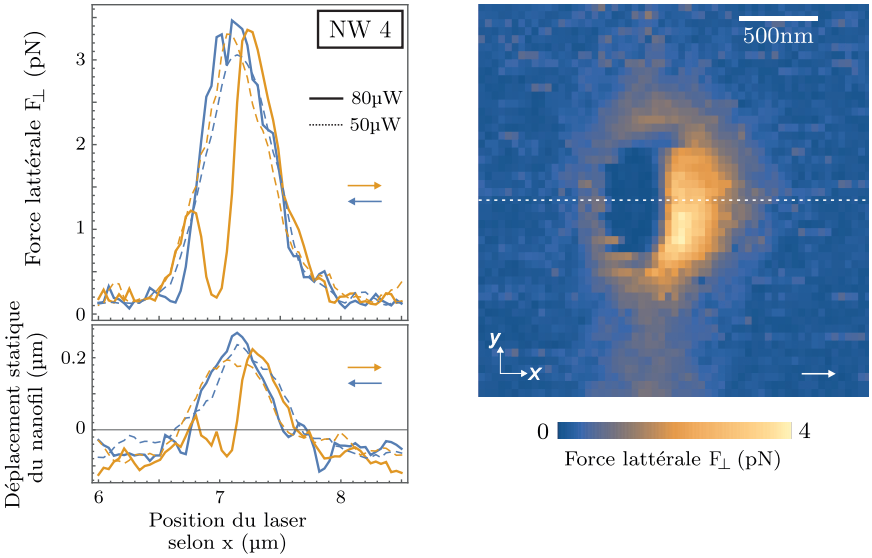


FIGURE 3.35 – L'application de forts champs peut rendre le nanofil bistable lorsqu'une quantité de charges suffisante est injectée. La grande quantité de charges plongées dans le champ génère alors une force électrostatique qui modifie le déplacement statique du nanofil selon le sens de balayage du laser de pompe comme on le voit sur la partie gauche de la figure. Le déplacement statique peut, selon le sens de déplacement du laser, sortir le nanofil du waist du laser et donc annuler la force électro-optique. Cette annulation est visible sur la carte XY de la force autour d'un point chaud à droite de la figure.

Il convient de noter également que la bistabilité, qui est due à la forte dépendance spatiale de la charge intrafil avec l'écart entre le laser et le nanofil, peut aussi conduire à une instabilité dynamique du nanofil : comme la force électro-optique est partiellement retardée, si le nanofil rentre dans le faisceau laser, il va se créer des charges intrafil, qui vont mettre un certain temps à se propager le long du nanofil (10 ms pour le nanofil 4 en observant sa coupure basse fréquence) ainsi la force électro-optique ressentie par le nanofil va être partiellement retardée, et donc être partiellement visqueuse. On va ainsi modifier l'amortissement du nanofil et potentiellement le rendre négatif si les orientations de la force électro-optique et des modes propres sont favorables. Notons que ce mécanisme très efficace peut également servir à refroidir activement les vibrations du nanofil, on parle alors de friction froide.

3.7 Effets des champs inhomogènes

On a montré dans la section 3.4 la très grande sensibilité des forces électro-optiques aux champs électrostatiques lorsque nous nous plaçons dans des conditions où les non-linéarités sont négligeables. Il est tentant d'exploiter cette sensibilité pour cartographier les champs électromagnétiques au-dessus de nanostructures, en mesurant comment le vecteur force évolue au-dessus de nos échantillons. En effet, la densité de charge varie fortement et de manière non-linéaire avec le champ vertical, tandis que la force va s'orienter le long des champs transverses. Cette force dépend donc directement des champs électrostatiques contrairement aux forces électrostatiques proportionnelles à ses gradients spatiaux, et peut de plus être activée par une modulation d'intensité pour la différencier de ces dernières. Enfin, si on polarise l'échantillon négativement, on va travailler avec des trous en bout de fil, dont la densité va être peu affectée par les champs

verticaux. Ainsi le nanofil pourrait permettre de directement imager les champs latéraux, ce qui serait un vrai atout expérimental (les forces électrostatiques dépendent de $E_{\|}\mathbf{E}_{\|}$) .

Cependant, quand on va se rapprocher de nanostructures, les champs électromagnétiques deviennent fortement inhomogènes verticalement. Dans cette section, on étudie l'impact d'une inhomogénéité du champ sur la répartition des charges au sein du nanofil, ainsi que sur les forces électro-optiques. Cette étude préalable est nécessaire pour bien interpréter les cartographies des forces électrostatiques au-dessus d'échantillons nanostructurés.

3.7.1 Mesures dans un champ longitudinal inhomogène

De manière à appréhender cette nouvelle phénoménologie, il nous faut réaliser des mesures de forces électro-optiques dans un champ inhomogène connu et contrôlable. On utilise pour cela les deux électrodes centrales de l'échantillon de seconde génération. Ainsi, nous nous retrouvons dans le cas de deux électrodes séparées de quelques microns. On représente Figure 3.36.a une carte de la divergence de la force électrostatique mesurée au-dessus des deux électrodes connectées à la masse. On représente avec des flèches la variation de la force électro-optique pour une coupe réalisée 200 nm au-dessus des deux électrodes pour $V_{c1} = 0.75$ V et $V_{c2} = 0.25$ V en orange. Ce couple de tensions permet de créer à la fois un champ transverse et longitudinal dont les directions s'inversent. De manière à comprendre ces mesures, nous présentons à côté, Figure 3.36.b une simulation réalisée avec Comsol du champ électrique total créé par la tranchée polarisée.

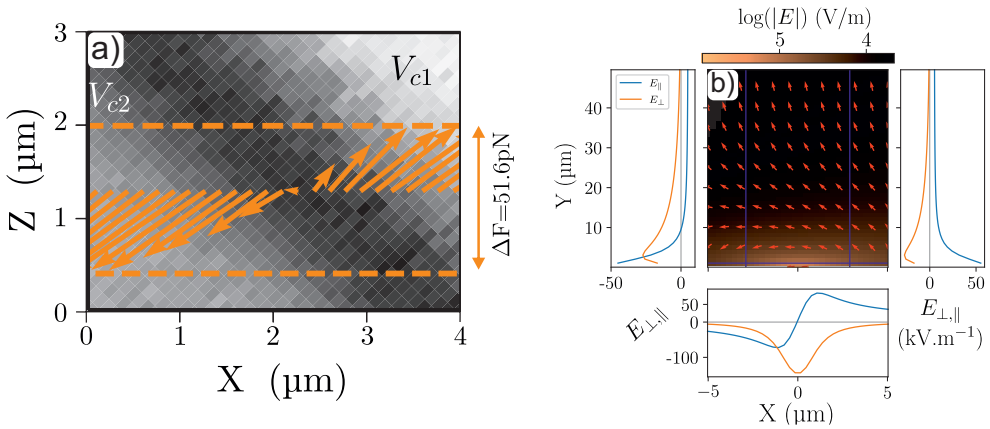
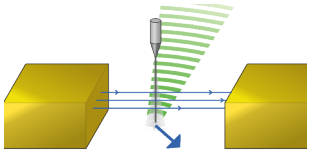


FIGURE 3.36 – a) En fond d'image : carte indicative de divergence de la force électrostatique dans le plan XZ réalisée 200 nm au-dessus de la tranchée centrale. Les flèches représentent la force électro-optique mesurée sur une coupe de la carte pour $V_{c1} = 0.75$ V et $V_{c2} = 0.25$ V. b) Simulation COMSOL du champ électrostatique généré par 2 électrodes séparées de 1 µm avec $V_{c1} = 0.75$ V et $V_{c2} = 0.25$ V. L'échelle des couleurs est logarithmique et les courbes sur les côtés de la simulation représentent les coupes des champs perpendiculaires (orange) et parallèles (bleu) selon les lignes tracées en bleu situées à ±3 µm de la rainure pour les coupes verticales et 1 µm au-dessus de la rainure pour la coupe horizontale. Les flèches rouges représentent la direction du champ créé par les deux électrodes.

La Figure 3.36.b donne la simulation du champ créé par les deux électrodes lorsqu'on applique $V_{c1} = 0.75$ V et $V_{c2} = 0.25$ V. Les flèches rouges représentent la direction du champ, on



représente sur les côtés gauches et droits de la carte les coupes des champs transverses (orange) et longitudinaux (bleu) selon y à 3 µm de la séparation et on représente sous la carte la coupe selon x des deux composante du champ à 1 µm des électrodes.

Les coupes montrent que le champ est concentré au niveau de la tranchée et que sa norme décroît rapidement lorsqu'on s'éloigne des électrodes. Pour ce qui concerne le champ vertical, à grande distance, on retrouve le champ homogène de type condensateur de 5000 V/m (0.5 V de polarisation sur 100 µm) tandis que proche des électrodes, le champ longitudinal varie fortement sur une distance caractéristique déterminée par les dimensions latérales de l'électrode (5 µm), produisant des champs beaucoup plus intenses (100 kV/m) qui peut même s'inverser au-dessus de l'électrode de gauche.

Expérimentalement, on a mesuré la direction de la force électro-optique sur une coupe horizontale au-dessus de la tranchée. Elle montre une inversion de la force au-dessus de la tranchée. Cette inversion cependant bien corrélée avec la structure locale du champ électrostatique : tandis que le champ perpendiculaire reste quasiment homogène dans cette zone, le champ vertical s'inverse, ce qui signifie qu'il semble que le signe de la charge dominante en bout de fil est dominée par le champ vertical en bout de fil. Nous allons donc étudier l'impact d'une telle inhomogénéité sur le comportement de la distribution de charge au sein du nanofil.

3.7.2 Nanofil en champ inhomogène

Afin de comprendre les effets d'un champ externe inhomogène sur la force électro-optique, on prolonge le modèle analytique en prenant en compte les inhomogénéités du champ longitudinal. L'utilisation d'un champ vertical non homogène variant le long du nanofil transforme les équations différentielles 3.15 en des équations différentielles à coefficients non constants. Or, ce type d'équation n'est pas forcément soluble dans le cas général, on va donc commencer par introduire une variation en marche d'escalier du champ externe pour laquelle les solutions de l'équation différentielle restent analytiques par morceaux, et on s'attachera ensuite à relier ces solutions locales. On se place donc dans le cas d'un champ inhomogène variant comme :

$$\mathrm{E}_{\parallel}(y) = \begin{cases} \mathrm{E}_0 & \text{si y} < \mathrm{y}_1 \\ \alpha \mathrm{E}_0 & \text{si y} \geq \mathrm{y}_1 \end{cases} \tag{3.41}$$

où E_0 est la valeur du champ entre l'encastrement du nanofil et $y_1 \in [0, L]$ la position de la marche, α un coefficient modifiant l'inhomogénéité du champ qui peut être positif ou négatif comme décrit sur le schéma Figure 3.37 décrit. Dans la majorité des cas, l'inhomogénéité du champ s'étale sur une dizaine de microns (Figure 3.36.b), on peut donc supposer pour cette étude que $y_0 < y_1$, c'est-à-dire que le laser se situe dans le champ homogène. La modélisation précédente du champ permet de quantifier les paramètres d'inhomogénéité : l'extension typique est de ≈ 5 µm, on choisira donc $y_1 = L - 5$ µm, avec un coefficient d'inhomogénéité $\alpha = \pm 40$ selon que l'on soit à gauche ou à droite (± 200 kV/m en champ proche vs 5 kV/m en champ lointain).

On peut alors résoudre l'équation différentielle pour chaque type de charge séparément sur les deux segments $S_0 = [0,\ y_1]$ qui donnera une solution n_0 et $S_1 = [y_1,\ L]$ qui donnera une solution n_1. Sur le segment S_0 on retrouve le cas classique d'un nanofil de longueur $L = y_1$ plongé dans un champ vertical homogène. La solution sur le segment S_0 sera donc de la même forme que la solution 3.27.

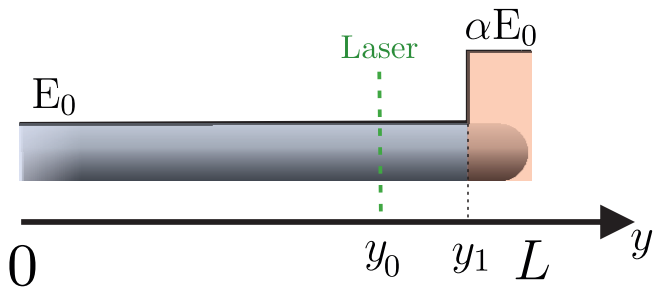


FIGURE 3.37 – Schéma descriptif du modèle du champ longitudinal inhomogène selon une marche. La partie bleue est sous un champ E_0 et la rouge sous un champ αE_0. La position y_0 du laser est inférieure à la position y_1 de la marche du champ.

Le segment S_1 se situe après le laser. On est donc dans la partie du nanofil où le flux de charges est nul car les ondes de charges sont toutes réfléchies à l'extrémité du nanofil, ce qui donne une équation différentielle du premier ordre :

$$\partial_y n_1(y) - \mu_1 n_1(y) = 0 \tag{3.42}$$

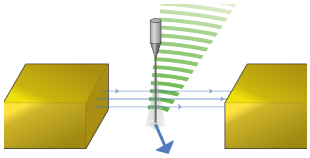
avec $\mu_1 = \alpha\mu_0$ et $\mu_0 = \frac{E_0\mu_n}{D_n}$ la mobilité utilisée sur le segment S_0. On a donc comme solution $n_1(y) = Ae^{\mu_1 y}$, par continuité $n_0(y_1) = n_1(y_1)$ ce qui nous permet d'avoir la solution sur le segment S_1 :

$$n_1(y) = n_0(y_1)e^{\mu_1(y-y_1)} \tag{3.43}$$

Ainsi, la prise en compte la plus simple possible de l'inhomogénéité du champ longitudinal consiste en l'apparition d'une variation exponentielle de la densité de charges après la marche du champ. On représente sur la Figure 3.38.a les variations de la densité de chaque type de charge (n ou p) le long du nanofil pour différentes valeurs d'inhomogénéité α, et pour deux signes différents de μ_0, dans les cas où le champ longitudinal est favorable ou défavorable à l'accumulation de charges en bout de fil pour l'espèce considérée.

La Figure 3.38.b représente comment est modifiée la variation de la densité de charge en bout de fil avec le champ longitudinal en fonction de l'inhomogénéité du champ. La courbe de référence (champ homogène) est tracée en pointillés, et l'ensemble des autres courbes est obtenu dans le cas d'un renforcement local du champ longitudinal ($\alpha = 5$), en variant l'étendue de l'inhomogénéité entre le bout du fil (rouge) et le laser (bleu). Dans le premier cas, le champ reste homogène sur toute l'étendue du fil, tandis que le renforcement est maximal dans le second cas. On observe aussi que l'effet est plus marqué sur les électrons que sur les trous, car leur ratio $\mu_i E_0/D_i$ est plus élevé au départ.

La Figure 3.38.c représente en fonction de α et E_0 la densité de charges totale à l'extrémité libre du nanofil avec une échelle de couleurs logarithmique. La position du laser a été fixée à 0.8L. On observe sur la carte que si le champ proche est de signe opposé ($\alpha < 0$) et suffisamment fort, on va pouvoir complètement inverser l'espèce prédominante en bout de fil (et d'autant plus rapidement qu'on travaillait avec des électrons en bout de fil). Ceci montre qu'avec une inhomogénéité suffisamment défavorable, il est possible d'inverser la densité de charges au bout du nanofil, ce qui est également visible sur les inserts dans la carte, où les répartitions longitudinales des différentes charges sont représentées (situation correspondant aux points rouges sur la carte).



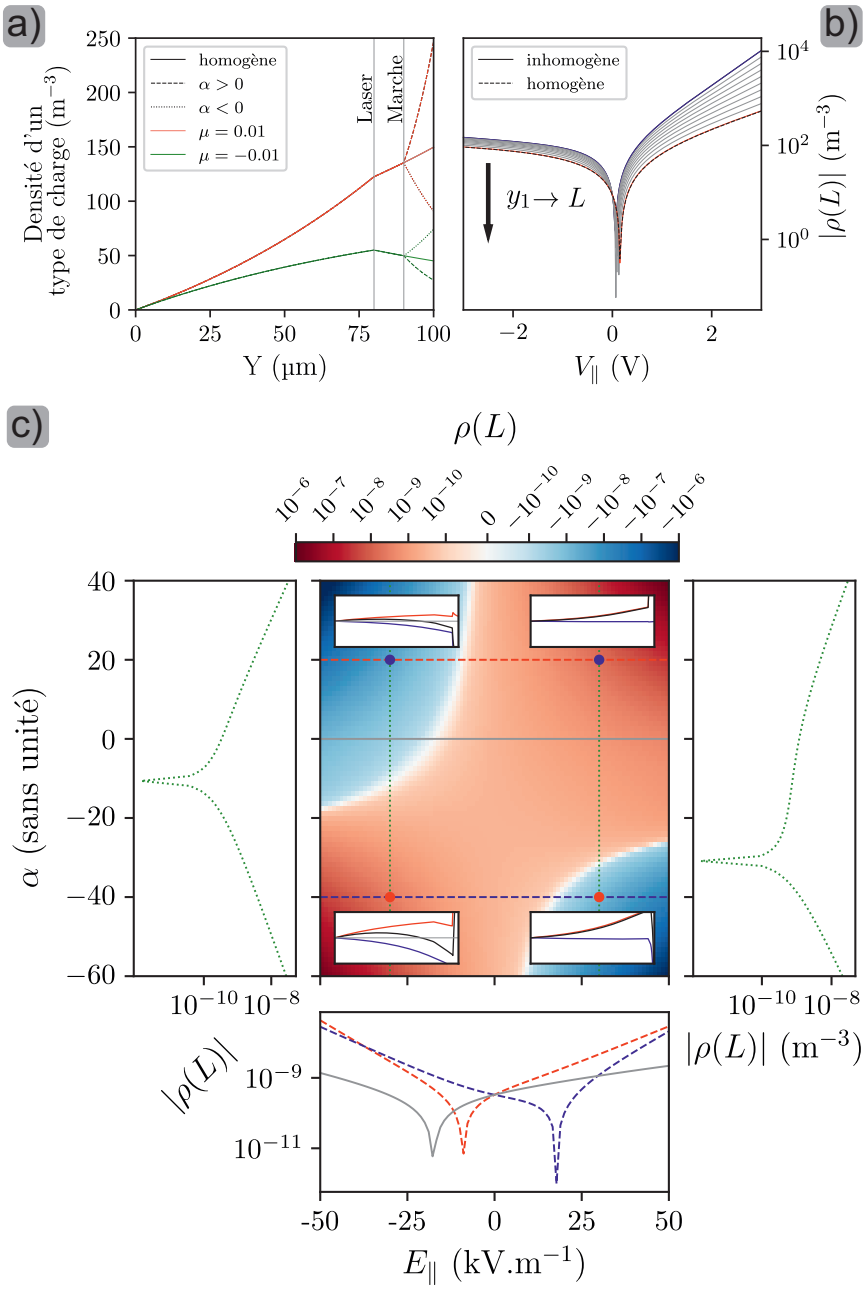


FIGURE 3.38 – a) Densités d'un type de charge le long du nanofil ($n(y)$ ou $p(y)$) pour différents α et mobilités. b) Variation de la densité de charges totale au bout du nanofil ($\rho(L)$) selon la valeur du champ longitudinal à l'encastrement pour $\mu_n = 100\mu_p$, $D_n = 1.1D_p$ et $\alpha = 5$. On fait varier la position de la marche y_1 de la position du laser y_0 (bleu) à L (rouge). c) Carte de la densité de charges totale au bout du nanofil pour $y_1 = y_0 + 15\,\mu\text{m}$ en fonction de α et du champ longitudinal lointain. La carte a été calculée en utilisant les valeurs de mobilité et diffusivité obtenues par ajustement des réponses larges mesurées sur le nanofil 2. On représente sur les côtés de la carte les coupes de la densité de charges au bout du nanofil pour $\alpha = -40$ (bleu), $\alpha = 0$ (gris) et $\alpha = 20$ (rouge) et $\mathrm{E}_\parallel = \pm 30\,\mathrm{kV/m}$ (vert). Finalement, on trace aussi les répartitions longitudinales des densités des électrons (bleu), trous (rouge) et ρ (noir) pour une inhomogénéité favorable augmentant le champ (points bleus) et défavorable diminuant le champ (points rouges).

Cependant, l'évaluation de la force électro-optique totale nécessite de prendre en compte la répartition des charges le long du nanofil et les possibles inhomogénéités du champ transverse. Dans ces situations de sonde à balayage, les champs et les répartitions de charge sont très inhomogènes, cependant, le caractère exponentiel des corrections appliquées, fait que la force électro-optique va être rapidement dépendante uniquement des variations de champ en bout de fil. Ceci explique l'inversion observée dans la cartographie présentée dans la section précédente. La reconstruction quantitative des champs de fuite au-dessus d'un échantillon est donc un travail complexe, mais la méthode de mesure basée sur le suivi du vecteur force est relativement robuste et devrait permettre de visualiser plus en détail les champs électriques de surface au-dessus de nanostructures. En particulier, l'exploitation de trous en bout de fil atténue la dépendance avec les inhomogénéités du champ vertical, ce qui devrait permettre de rendre le nanofil majoritairement sensible aux variations des champs latéraux.

3.8 Conclusion

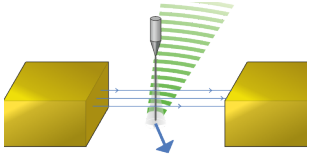
Nous avons dans ce chapitre réalisé l'étude expérimentale et analytique d'une force électro-optique provenant du couplage entre le champ optique modulé du laser de pompe et le fort champ électrostatique généré par l'échantillon. Après une brève présentation des caractéristiques principales de cette force, nous avons présenté le montage, les sondes utilisées ainsi que la méthode de mesure employée.

L'étude de la force électro-optique a débuté par des mesures vectorielles à résonance en appliquant uniquement un champ transverse. Les résultats ont montré que cette force variait linéairement avec le champ et qu'elle était alignée avec celui-ci. En réalisant cette mesure avec d'autres nanofils et avec un condensateur plan-plan pour générer le champ, nous nous sommes assurés de sa reproductibilité. Nous avons pu déduire de ces premières mesures que la force électro-optique était générée par une modulation de charges induite par la modulation en intensité du laser de pompe et qui interagissait avec le champ transverse créé par l'échantillon.

On a ensuite étudié l'impact d'un champ longitudinal variable sur la force. On a pu de cette manière observer que la force électro-optique dépendait de manière non symétrique du champ longitudinal. De plus, l'inversion de la direction de la force en fonction du signe du champ longitudinal montre que celui-ci permet de *choisir* le type de charge responsable de la force électro-optique, l'asymétrie observée provenant de la différence des coefficients de propagation des électrons et des trous.

La force électro-optique étant retardée, l'étude des parties réelle et imaginaire cette force sur une large bande de fréquence a montré une dynamique dépendante de la fréquence de modulation. La force électro-optique n'est donc pas générée par une modulation de charges instantanée, mais par la propagation d'ondes de charges au sein du nanofil dont on peut modifier la dynamique par la composante longitudinale du champ.

Dans le but de valider nos hypothèses expérimentales, nous avons développé un modèle analytique unidimensionnel basé sur la résolution des équations de conduction-diffusion des charges dans le nanofil pour un champ homogène dans l'espace. Ce modèle simple permit dans un premier temps d'obtenir des courbes qualitativement en accord avec celles mesurées. Nous avons utilisé notre modèle pour réaliser un ajustement de nos mesures sur une plus grande plage de



fréquences. Cet ajustement donne des coefficients électroniques cohérents avec la littérature. Le modèle reste à améliorer, notamment par l'introduction de termes de recombinaison plus réalistes (Auger, SRH, surfacique, etc.) et par une meilleure connaissance des champs interagissant avec les charges du nanofil (champ inhomogène, champ interne, etc.).

Dans le but d'avoir une compréhension globale de la force électro-optique nous nous sommes intéressés à la dépendance optique de cette force. En effet les résonances de Mie liées au diamètre du nanofil permettent une meilleure absorption de certaines longueurs d'onde.

Cette étude a aussi révélé la présence de points chauds, zones dont l'absorption est plus forte que la moyenne pour n'importe quelle longueur d'onde. En étudiant la dépendance basse fréquence de la force électro-optique avec la position du laser de pompe, nous avons mis en évidence l'intérêt de ces points permettant de générer une grande quantité de paires électron-trou.

Nous avons finalisé notre étude de la dépendance optique de la force avec une variation de la puissance optique moyenne du laser de pompe. Cette étude montra une variation non-linéaire de la force que l'on suppose due aux effets d'une trop grande concentration de porteurs dans le nanofil. Cette forte concentration génère alors un champ interne de même ordre ou supérieur à celui généré par les électrodes et va exacerber la force. En couplant cette non-linéarité à de forts champs électrostatiques, nous avons fait apparaître une bistabilité asymétrique du nanofil. Lorsqu'une trop grande concentration de charges est présente dans le nanofil, le déplacement statique induit sort le nanofil du waist du laser de pompe annulant ainsi la force électro-optique.

Finalement, des mesures de force au-dessus de deux électrodes de tensions différentes ont montré une inversion de la force inexplicable avec notre modèle en champ homogène. En effet, deux électrodes auxquelles sont appliquées des tensions différentes génèrent un champ longitudinal inhomogène pouvant s'inverser dans l'espace. Nous avons alors utilisé un champ vertical inhomogène composé d'une marche afin d'améliorer notre modèle. Une analyse théorique des effets d'un champ vertical inhomogène a montré que le cas d'un champ vertical inhomogène de sens constant augmente l'amplitude de la force électro-optique. Ainsi, le modèle du champ homogène sous-estime la force électro-optique, mais reste valable. Cependant dans le cas où la composante verticale changerait de sens à un endroit du nanofil, il est possible d'inverser la charge responsable de la force électro-optique et donc la direction de la force.

Il est à noter que même si les modèles utilisés dans ce chapitre sont simples et que la force électro-optique varie avec la longueur d'onde du laser de pompe et avec la densité de charge au sein du nanofil, la phénoménologie décrite reste correcte et reste applicable à tout semi-conducteur absorbant les photons d'un laser modulé en amplitude. En effet l'absorption d'un laser générera quasiment toujours des paires électrons-trous et leur séparation (assistée ou non) des ondes de charges qui interagiront avec les champs électrostatiques externes et internes du matériau. Ainsi une meilleure description théorique de cette force pourra alors permettre de l'utiliser pour obtenir les caractéristiques électroniques de matériaux semi-conducteurs.

Conclusion et perspectives

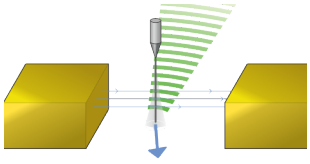
Cartographie de gradients de force avec un nanofil

Les développements réalisés par P. Heringlake [99] sur notre microscope à force atomique à base de nanofil ont permit de pouvoir réaliser l'acquisition en temps réel des gradients du champ de forces via un asservissement sur les phases à résonance du nanofil. Il a ainsi pu étudier la force électrostatique et ses fluctuations au-dessus de différentes nanostructures métalliques. En parallèle du travail de P. Heringlake nous avons complété ces améliorations pour réaliser l'étude électrostatique de nouveaux types d'échantillons.

La force électrostatique étant une force à longue portée, son calcul requiert d'intégrer les champs électriques, au travers du tenseur de Maxwell, sur toute la surface de l'objet en question. Cependant un modèle analytique du comportement du nanofil diélectrique ainsi que des simulations en champs homogènes et inhomogènes le long du nanofil, montrent que 90% de la force électrostatique s'applique sur quelques microns de son extrémité et dépend marginalement de la forme de son extrémité. Ainsi même si le nanofil n'est pas une sonde purement locale du champ électrostatique, il s'en rapproche suffisamment pour qu'on l'approxime par celle-ci.

Cependant dans le cas où le champ serait inhomogène sur le diamètre du nanofil, cette approximation ne serait plus valable. C'est le cas lorsque le nanofil est très proche de la surface de l'échantillon où des effets de patch génèrent des champs résiduels surfaciques très intenses et variant sur quelques dizaines de nanomètres. De manière à garder une modélisation quantitative des effets observés, nous travaillons donc généralement à une distance de 100 à 500 nanomètres au-dessus des échantillons.

Les études conjointes menées sur différentes structures ont permis une meilleure compréhension de la force électrostatique ainsi qu'une mesure quantitative de ses termes quadratiques, linéaires et résiduels. Le terme quadratique généré par la topographie est utilisé pour réaliser la cartographie de la topographie de l'échantillon, les termes linéaires et résiduels générés par des effets de patches électrostatiques ont permit l'étude de la conformation polycristalline de surface des échantillons.



Compensation électrostatique et force de Casimir

La force électrostatique étant l'interaction dominante agissant sur le nanofil, il est indispensable de la compenser si nous voulons observer d'autres types de force. Le meilleur exemple est la force de Casimir, qui résulte des fluctuations classiques et quantiques du champ électromagnétique. Son observation requiert de placer le nanofil dans le vide électrostatique. Une première méthode naïve utilisée par le groupe permet d'évaluer la tension résiduelle moyenne V_0 de l'échantillon. La compensation est unidirectionnelle contrairement aux champs résiduels et est alors incomplète.

Le nanofil mesure les forces perpendiculairement à la surface et les champs résiduels sont tridimensionnels. La réalisation de mesures quantitatives nécessite donc la génération de champs de compensation vectoriels. Un nouveau type d'échantillon composé de trois paires d'électrodes indépendantes est alors utilisé. Dans un premier temps, nous nous sommes restreints à un cas bidimensionnel en utilisant deux électrodes indépendantes séparées par une tranchée.

L'obtention pour chaque point spatial de mesure du couple de tensions à appliquer aux électrodes pour compenser correctement le champ électrostatique local nécessite une analyse basée sur la symétrie des propriétés physiques des électrodes. Les résultats obtenus par cette méthode montrent une cohérence qualitative de la divergence de la force de Casimir mesurée ainsi que des amplitudes proches de simulations par éléments finis réalisées par P. Heringlake.

L'utilisation de ces nouveaux échantillons permet donc d'obtenir une bonne compensation des champs résiduels dans un cas 2D. Cependant, nos résultats restent qualitatifs. Il est maintenant nécessaire d'améliorer la détermination du couple de tensions compensant le champ électrostatique. Pour cela un nouveau protocole associant la mesure de la force électrostatique avec la mesure de sa divergence a été imaginé, mais pas encore réalisé.

Une étude comparative entre la mesure de force et la mesure des gradients de la force électrostatique a permit de valider le protocole de mesure des gradients d'un champ de force. Ce résultat valide par ailleurs la procédure d'intégration des gradients de force servant à déterminer le point de compensation électrostatique.

De plus, la configuration des échantillons permet de générer des champs selon toutes les directions. Il est donc intéressant de continuer l'étude de la compensation des champs résiduels dans des cas 3D. Même si cette étude nécessite l'utilisation de toutes les électrodes et complexifie conséquemment les analyses, la compensation 3D des champs résiduels ouvrirait la voie à l'exploration quantitative des effets de la force de Casimir et d'autres forces de champs proches au-dessus de toute forme de structure ainsi qu'aux forces magnétiques en fonctionnalisant le nanofil.

Propagation d'onde de charge au sein du nanofil

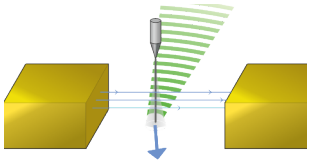
L'utilisation des nouveaux échantillons prévus pour la compensation électrostatique a placé les nanofils dans une combinaison inédite de forts champs électriques et d'une excitation optique locale. Nous avons ainsi vu apparaître une force électro-optique s'alignant avec le champ transverse résultant de cette combinaison.

Cette nouvelle force varie linéairement avec l'excitation optique ce qui permet d'utiliser notre méthode pompe-sonde afin de la mesurer. La force électro-optique est alignée avec le champ transverse et varie linéairement avec son intensité. Ces tendances nous ont amenés à proposer un modèle microscopique de cet effet. Le laser de pompe crée des paires électrons-trous par absorption, ces paires se séparent spatialement sous l'effet conjugué de la diffusion et du champ électrique longitudinal, puis interagissent avec le champ transverse pour imprimer une force de Lorentz au nanofil. De plus les différences entre les mobilités des électrons et des trous créent une dépendance asymétrique de la charge du nanofil selon le champ longitudinal.

En modulant le laser de pompe, nous avons étudié la dépendance spectrale de cette force en faisant varier l'intensité des champs électriques transverses et longitudinaux. Nous avons ainsi eu accès à la dynamique des ondes de charge qui se propagent dans le nanofil. La réalisation d'un modèle unidimensionnel en champ homogène avec deux canaux de diffusions indépendants pour chaque type de charge permet d'obtenir une modélisation qualitative des résultats mesurés et les ajustements des mesures avec ce modèle permettent de remonter aux coefficients électroniques, qui sont cohérents avec la littérature. Nous avons ainsi montré qu'il est possible de réaliser une mesure opto-mécanique *sans contact* des paramètres de transports de charge dans une nanostructure.

Un nouveau montage expérimental a permis une étude plus poussée des effets du champ optique sur la force électro-optique. Des mesures en fonction de la longueur d'onde du laser de pompe et de sa position sur le nanofil ont montré le lien entre les résonances de Mie et l'absorption responsable de la création de paires électron-trou. Ce montage utilise comme générateur de champs des pointes en tungstène chimiquement gravées, permettant l'application de champs électriques encore plus intenses sur le nanofil. Le couplage de ces forts champs avec une forte puissance optique du laser de pompe place le nanofil dans des conditions extrêmes où des effets non-linéaires de génération et de transport des charges apparaissent. En effet, la densité de charge inhomogène créée dans le nanofil va générer son propre champ dépolarisant, modifiant ainsi l'état stationnaire atteint.

Finalement, la réalisation de mesures au-dessus d'une tranchée entre deux électrodes générant un champ transverse a montré des résultats inexplicables par la théorie en champ homogène. Ainsi, la théorie analytique a été modifiée pour prendre en compte un champ longitudinal inhomogène. Ce travail ouvre la voie à une cartographie opto-mécanique des champs électriques à la surface d'un échantillon.



Perspectives

Les mesures présentées dans ce manuscrit ouvrent la voie à de nouvelles études et mesures réalisables à plus ou moins long terme. L'utilisation d'électrodes externes nous a permis de compenser quantitativement le champ électrostatique dans une géométrie bidimensionnelle, un premier objectif court terme serait d'améliorer les algorithmes et méthodes de mesure utilisant les électrodes externes en restant dans une géométrie bidimensionnelle. En effet, notre mesure de la divergence de la force de Casimir n'utilise pour le moment que la mesure de la divergence de la force électrostatique. Or cette mesure serait peut être améliorée en mesurant aussi la force électrostatique afin de réaliser une comparaison force/gradient donnant une meilleure précision sur les résultats. La mise en place de méthodes de mesure en temps réel où la divergence des forces électrostatiques ainsi que les forces électrostatiques sont mesurées en même temps est donc essentielle pour une mesure plus précise de la divergence de la force de Casimir.

Cette amélioration peut être réalisée en réalisant une PLL optique à résonance afin d'avoir un suivi en temps réel des fréquences et donc de la divergence à laquelle on ajoute une excitation électrostatique, centrée autour des résonances, réalisée avec les deux électrode. Cette excitation hors résonance nous permettrait alors de mesurer en temps réel la force électrostatique appliquée par chaque électrode sur le nanofil. Grâce à cette méthode, nous pourrions diminuer le temps de mesure de par un facteur 3 puisque nous mesurerions en chaque point toutes les données en même temps et non plus l'une après l'autre.

L'amélioration des méthodes de mesure en temps réel est aussi très importante à long terme. En effet nous réalisons ici une mesure sur une structure générant un champ électrostatique bidimensionnel. Or l'objectif final est de pouvoir réaliser une compensation quantitative tridimensionnelle afin de pouvoir s'affranchir du champ électrostatique d'échantillons arbitraires et de réaliser des mesures de la divergence de la force de Casimir sur des échantillons complexes sur lesquels aucune mesure n'a encore été réalisée. Cependant une telle compensation nécessite au minimum 3 électrodes de compensation, ce qui alourdi grandement les durées d'acquisition et la complexité de l'analyse des données.

Enfin nous avons utilisé cette méthode de compensation afin de pouvoir mesurer la divergence de la force de Casimir qui était écrantée par la force électrostatique. Mais cette méthode est utilisable pour réaliser la mesure de n'importe quelle force en partie ou totalement écrantée par la force électrostatique. Ainsi dans un avenir proche nous allons commencer la mesure de forces magnétiques. En effet les nanofils sont fonctionnalisables en soudant à leur extrémité une bille magnétique de diamètre équivalent à celui du nanofil. De cette manière le poids des billes reste faible et influe très peu sur les propriétés mécaniques du nanofil. De plus nous aurons la possibilité d'utiliser des billes ferromagnétiques et super paramagnétiques laissant la possibilité d'une aimantation fixe ou mobile permettant différents types d'imagerie.

Nous chercherons tout d'abord à imager les gradients générés par des nanostructures ferromagnétiques, comme les disques de Permalloy que nous avons cartographiés électrostatiquement. Ces mesures ne seront cependant pas directement réalisées avec une compensation complète et quantitative du champ électrostatique. En effet les échantillons magnétiques étudiés générerons des champs électrostatiques tridimensionnels dont nous n'avons pas encore de méthode de compensation. Cependant la force magnétique étant bien plus intense que la force de Casimir, nous utiliserons dans un premier temps la méthode de compensation classique en variant la tension de tout l'échantillon. De cette manière les résultats obtenus ne serons pas quantitatifs mais permet-

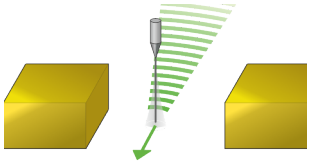
tront d'observer de manière qualitative les gradients du champ magnétique. Nous chercherons ensuite, une fois que la méthode sera mise en place à intégrer la compensation bidimensionnelle voir tridimensionnelle du champ électrostatique aux mesures magnétiques pour les rendre quantitatives.

La découverte de la force électro-optique donne aussi un vaste terrain à explorer. En effet nous avons dans ce manuscrit étudié les signatures de la force en fonction du champ électrostatique dans lequel le nanofil est plongé ainsi que les effets du laser de pompe sur la force. Nous n'avons cependant pas eu le temps d'étudier les effets d'autres facteurs, comme les effets de la longueur du nanofil sur la force ou encore l'effet de la position du laser de pompe. Ces deux mesures pourraient nous permettre de mieux comprendre les phénomènes de propagation des charges dans le nanofil mais aussi l'impact des défauts cristallins sur cette propagation et devraient être réalisées en priorité.

Nous avons aussi observé des effets non linéaires générés par une grande concentration de charges dans le nanofil. L'étude de la propagation dans ce régime pourrait amener à une compréhension plus profonde des effets d'écrantage responsables de ces non linéarités mais aussi des phénomènes d'absorption de la lumière par le nanofil. Ces effets ayant été observés tardivement, il est difficile de déterminer les mesures que nous ferons pour les étudier, c'est pourquoi leur étude sera réalisée après avoir réalisée une étude conséquente de la force électro-optique en régime linéaire.

Ces études vont de paire avec une meilleure modélisation de la propagation des charges dans le nanofil. En effet notre modèle ne permet pas d'expliquer les effets non linéaires observés car il suppose que les charges sont uniquement déplacées par le champ longitudinal externe, ce qui n'est plus le cas avec une grande densité de charges. De plus les champs dans lesquels est plongé le nanofil ne sont pas homogènes le long du nanofil. Comme nous l'avons vu dans ce manuscrit, cette inhomogénéité peut modifier la charge en bout de fil de manière conséquente. Ainsi même si notre modèle permet d'avoir une compréhension qualitative du fonctionnement de la force électro-optique, il sera nécessaire d'améliorer notre modèle pour prendre en compte le champ interne, les inhomogénéités des champs ainsi que des effets de recombinaison si nous voulons devenir plus précis et quantitatifs sur les coefficients électroniques extraits de nos ajustements.

Finalement, il serait intéressant de réfléchir en parallèle des dernières mesures en régime linéaire à un échantillon et protocole de mesure qui permettraient d'utiliser la force électro-optique pour réaliser la cartographie du champ électrostatique généré par un échantillon. En effet la force électro-optique étant proportionnelle au champ parallèle à la surface, il est possible en maintenant le champ longitudinal au nanofil constant de n'observer que les variations du champ transverse et donc de le cartographier vectoriellement. Pour cela on peut penser à utiliser des échantillons plats nanostructurés en surface (comme les disques en Permalloy) auxquels on appliquera une forte tension positive. De cette manière ce seront les trous, moins sensibles aux variations du champ longitudinal, qui seront responsables de la force électro-optique.



Annexes

Annexe A

Acronymes

AFM Microscope à Force Atomique (*Atomic Force Microscope*)

AOM Modulateur Acousto-Optique (*Acousto-Optic Modulator*)

AOTF Filtre Acousto-Optique Accordable (*Acousto-Optic Tunable Filter*)

BF Basse Fréquence

EFM Microscope à Force Électrostatique (*Electrostatic Force Microscope*)

FDTD Différences Finies dans le Domaine Temporel (*Finite Difference Time Domain*)

FET Transistor à Effet de Champ (*Field-Effect Transistor*)

FIB Sonde Ionique Focalisée (*Focused Ion Beam*)

HF Haute Fréquence

ILM Institut Lumière Matière

MEB Microscope Électronique à Balayage

MEM Microsystème ElectroMécanique

MFM Microscope à Force Magnétique (*Magnetic Force Microscope*)

MIT Institut de Technologie du Massachusets (*Massachusets Institute of Technology*)

MRFM Microscope à Force de Résonance Magnétique (*Magnetic Resonance Force Microscope*)

NEM Nanosystène électroMécanique

NIL *NanoImaging-Lab*

NPBS Cube Non Polarisant (*Non Polarizing BeamSplitter*)

NV Azote-Lacune (*Nitrogen-Vacancy*)

PBS Cube Polarisant (*Polarizing BeamSplitter*)

PLL Boucle à verrouillage de Phase (*Phase Locked Loop*)

QPD Photodiode à Double Quadrants (*Quadrant PhotoDiode*)

RBW *Resolution Bandwidth*

SiC Carbure de Silicium (*Silicon Carbide*)

SPM Microscopie à Sonde Locale (*Scanning Probe Microscopy*)

TEM Microscope Électronique en Transmission (*Transmission Electronic Microscope*)

Annexe B

Construction d'un modèle numérique de la répartition de la densité de charge dans une géométrie unidimensionnelle

La modélisation du champ inhomogène par une marche permet d'utiliser une formulation analytique donnant une compréhension phénoménologique des effets d'un champ longitudinal inhomogène sur la force électro-optique. Cependant, c'est une simplification très forte qui ne permet pas de réaliser les calculs dans le cas de champs inhomogènes complexes. Dans cette partie, nous allons présenter une résolution numérique par différences finies des équations de convection-conduction des charges électriques au sein du nanofil.

Nous allons toujours considérer un problème unidimensionnel, mais il va être possible d'y introduire trois nouvelles variables importantes. Premièrement, le champ externe longitudinal peut être une fonction arbitraire de l'espace et nous pourrons simuler la dynamique des charges dans le cas d'un champ électrique réaliste. Deuxièmement, il est possible d'introduire les différents termes de relaxation des charges, qui rendent généralement les équations non-linéaires. Troisièmement, il est possible de résoudre ces équations couplées à l'équation de Poisson qui calcule le champ électrique interne généré par la distribution inhomogène des charges.

B.1 Termes de recombinaison

La théorie des semi-conducteurs donne une description microscopique détaillée des processus de recombinaison des charges électriques [132, 133, 123]. Les principaux canaux sont la recombinaison radiative, de Shockley-Read-Hall (SRH), Auger et de surface. Dans notre modélisation, nous allons négliger la recombinaison radiative qui est inefficace dans un semi-conducteur à gap indirect comme le SiC. Nous négligerons aussi la recombinaison Auger qui nécessite une

excitation intermédiaire et est donc un processus de second ordre qui ne devient efficace qu'à très grandes densités. Finalement, l'argument des forts champs électriques transverses internes dans le nanofil qui justifie notre modèle 1D nous permet aussi de négliger la recombinaison de surface. Le terme dominant est donc la recombinaison SRH qui modélise le transfert de charge par l'intermédiaire de défauts et dopants présents dans la bande interdite du SiC [123].

$$R_{SRH} = \frac{n(y,t)p(y,t) - N_i^2}{\tau_p(n + N_i) + \tau_n(p + N_i)} \tag{B.1}$$

où N_i est la densité intrinsèque des porteurs et $\tau_{n,p}$ leur temps de vie effectif. Ce terme est non-linéaire, car le taux de recombinaison dépend du produit des densités de porteurs.

Il existe finalement la possibilité qu'un électron et un trou libre se recombinent en un exciton. En supposant que l'exciton est créé lorsque l'électron et le trou se déplacent dans leur rayon de capture respectif, le taux de création d'exciton par ce processus est décrit par la recombinaison de Langevin :

$$\kappa_r = \frac{q(\mu_n + \mu_p)}{\epsilon_0 \epsilon_r} \tag{B.2}$$

Le taux de recombinaison associé à ce processus est alors proportionnel à la densité locale d'électrons et de trous :

$$R_{ex} = \kappa_r n(y,t)p(y,t) \tag{B.3}$$

B.2 Équations

On obtient donc les deux nouvelles équations différentielles à résoudre :

$$\begin{aligned} \partial_t n(y,t) &= G(y,t) - \kappa_r n(y,t)p(y,t) - R_{SRH}(y,t) + \partial_y(\mu_n n(y,t)\mathrm{E}(y) - D_n \partial_y n(y,t)) \\ \partial_t p(y,t) &= G(y,t) - \kappa_r n(y,t)p(y,t) - R_{SRH}(y,t) - \partial_y(\mu_p p(y,t)\mathrm{E}(y) - D_p \partial_y p(y,t)) \end{aligned} \tag{B.4}$$

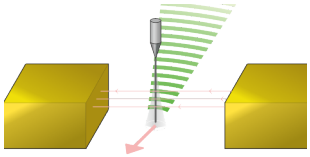
où $G(y,t)$ est la même fonction gaussienne que pour les calculs analytique.

Pour résoudre numériquement ce problème, nous allons utiliser une discrétisation spatio-temporelle de type différences finies. Une méthode de résolution implicite stable est celle de Crank-Nicholson. Cette méthode consiste à calculer la moyenne du laplacien entre deux pas de temps :

$$\begin{aligned} \partial_t C &= \tfrac{C_i^{k+1} - C_i^k}{\Delta t} \\ \partial_y C &= \tfrac{1}{2}\left(\tfrac{C_{i+1}^{k+1} - C_{i-1}^{k+1}}{2\Delta y} + \tfrac{C_{i+1}^{k} - C_{i-1}^{k}}{2\Delta y}\right) \\ \partial_{yy}^2 C &= \tfrac{1}{2\Delta y^2}\left((C_{i+1}^{k+1} - 2C_i^{k+1} + C_{i-1}^{k+1}) + (C_{i+1}^{k} - 2C_i^{k} + C_{i-1}^{k})\right) \end{aligned} \tag{B.5}$$

où l'indice k représente l'indice de temps, i l'indice de position, Δt le pas de temps et Δy le pas spatial. En utilisant cette décomposition dans l'équation régissant la densité d'électrons, on obtient l'équation discrète suivante :

$$\begin{aligned} & n_{i-1}^{k+1}\left(\tfrac{\mu_n E_i^k}{4} - \tfrac{D_n}{2\Delta y}\right) + n_i^{k+1}\left(\tfrac{\Delta y}{\Delta t} + \tfrac{D_n}{\Delta y}\right) + n_{i+1}^{k+1}\left(\tfrac{-\mu_n E_i^k}{4} - \tfrac{D_n}{2\Delta y}\right) = \\ & n_{i-1}^{k}\left(\tfrac{-\mu_n E_i^k}{4} + \tfrac{D_n}{2\Delta y}\right) + n_i^{k}\left(\tfrac{\Delta y}{\Delta t} - \tfrac{D_n}{\Delta y} + \tfrac{\mu_n}{2}(E_{i+1}^k - E_{i-1}^k) - \kappa_r \Delta y p_i^k\right) + n_{i+1}^{k}\left(\tfrac{\mu_n E_i^k}{4} + \tfrac{D_n}{2\Delta y}\right) \\ & + \Delta y G_i^k - \Delta y R_{SRH,i}^k \end{aligned} \tag{B.6}$$



qui forme un système tridiagonal de la forme $\mathbf{Bn}^k = \mathbf{d}$:

$$\begin{pmatrix} b_0 & c_0^k & & & 0 \\ a_1^k & b_1 & c_1^k & & \\ & \ddots & \ddots & \ddots & \\ & & a_{N-1}^k & b_{N-1} & c_{N-1}^k \\ 0 & & & a_N^k & b_N \end{pmatrix} \begin{pmatrix} n_0^{k+1} \\ n_1^{k+1} \\ \vdots \\ n_{N-1}^{k+1} \\ n_N^{k+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d_0^k \\ d_1^k \\ \vdots \\ d_{N-1}^k \\ d_N^k \end{pmatrix} \tag{B.7}$$

avec pour les électrons :

$$\begin{cases} a_i = & \frac{\mu_n \mathrm{E}_i^k}{4} - \frac{D_n}{2\Delta y} \\ b_i = & \frac{\Delta y}{\Delta t} + \frac{D_n}{\Delta y} \\ c_i = & \frac{-\mu_n \mathrm{E}_i^k}{4} - \frac{D_n}{2\Delta y} \\ d_i^k = & n_{i-1}^k \left(\frac{-\mu_n E_i^k}{4} + \frac{D_n}{2\Delta y} \right) + n_i^k \left(\frac{\Delta y}{\Delta t} - \frac{D_n}{\Delta y} + \frac{\mu_n}{2}(E_{i+1}^k - E_{i-1}^k) - \kappa_r \Delta y p_i^k \right) + n_{i+1}^k \left(\frac{\mu_n E_i^k}{4} + \frac{D_n}{2\Delta y} \right) \\ & + \Delta y G_i^k - \Delta y R_{SRH,i}^k \end{cases}$$

et pour les trous :

$$\begin{cases} a_i = & -\frac{\mu_p \mathrm{E}_i^k}{4} - \frac{D_p}{2\Delta y} \\ b_i = & \frac{\Delta y}{\Delta t} + \frac{D_p}{\Delta y} \\ c_i = & \frac{\mu_p \mathrm{E}_i^k}{4} - \frac{D_p}{2\Delta y} \\ d_i^k = & p_{i-1}^k \left(\frac{\mu_p E_i^k}{4} + \frac{D_p}{2\Delta y} \right) + p_i^k \left(\frac{\Delta y}{\Delta t} - \frac{D_p}{\Delta y} - \frac{\mu_p}{2}(E_{i+1}^k - E_{i-1}^k) - \kappa_r \Delta y n_i^k \right) + p_{i+1}^k \left(-\frac{\mu_p E_i^k}{4} + \frac{D_p}{2\Delta y} \right) \\ & + \Delta y G_i^k - \Delta y R_{SRH,i}^k \end{cases}$$

Les conditions aux limites définies pour un champ homogène restent valables pour un champ inhomogène. Ce qui correspond à une condition de Dirichlet en $x = 0$ et un flux de charges nul en $x = L$, soit :

$$\begin{aligned} a_0^k &= 0 \\ b_0 &= 1 \\ c_0^k &= 0 \\ d_0^k &= 0 \end{aligned} \tag{B.8}$$

et

$$\begin{aligned} -D_n \left(\frac{n_{N+1}^k - n_{N-1}^k}{2\Delta y} \right) - \mu_n E_N^k n_N^k &= 0 \\ -D_p \left(\frac{p_{N+1}^k - p_{N-1}^k}{2\Delta y} \right) + \mu_p E_N^k p_N^k &= 0 \end{aligned} \tag{B.9}$$

Des équations du flux de charges nul, on peut déterminer les conditions de Neumann à l'extrémité libre du nanofil :

$$\begin{cases} a_N & = -\frac{D_n}{\Delta y} \\ b_N^k & = \frac{\Delta y}{\Delta t} + \frac{D_n}{\Delta y} + \frac{2\mu_n E_N^k \Delta y}{D_n} \left(\frac{\mu_n E_N^k}{4} + \frac{D_n}{2\Delta y} \right) \\ c_N & = 0 \\ d_N^k & = n_{N-1}^k \frac{D_n}{\Delta y} + n_N^k \left(\frac{\Delta y}{\Delta t} - \frac{D_n}{\Delta y} + \mu_n (E_N^k - E_{N-1}^k) - \kappa_r \Delta y p_N^k - \frac{2\mu_n E_N^k \Delta y}{D_n} \left(\frac{\mu_n E_N^k}{4} + \frac{D_n}{2\Delta y} \right) \right) \\ & + \Delta y G_N^k - \Delta y R_{SRH,N}^k \end{cases} \tag{B.10}$$

pour les électrons et

$$\begin{cases} a_N &= -\frac{D_p}{\Delta y} \\ b_N^k &= \frac{\Delta y}{\Delta t} + \frac{D_p}{\Delta y} + \frac{2\mu_p E_N^k \Delta y}{D_p}\left(\frac{\mu_p E_N^k}{4} - \frac{D_p}{2\Delta y}\right) \\ c_N &= 0 \\ d_N^k &= p_{N-1}^k \frac{D_p}{\Delta y} + p_N^k \left(\frac{\Delta y}{\Delta t} - \frac{D_p}{\Delta y} + \mu_p(E_N^k - E_{N-1}^k) - \kappa_r \Delta y n_N^k - \frac{2\mu_p E_N^k \Delta y}{D_p}\left(\frac{-\mu_p E_N^k}{4} + \frac{D_p}{2\Delta y}\right)\right) \\ & +\Delta y G_N^k - \Delta y R_{SRH,N}^k \end{cases} \tag{B.11}$$

pour les trous.

B.3 Champ électrique interne

Chaque charge présente dans le nanofil génère un champ, ainsi un champ électrostatique longitudinal interne $\mathrm{E_{in}}$ est créé par la répartition de la densité de charges dans le nanofil. Ce champ s'additionne au champ longitudinal externe $\mathrm{E_{ext}}$ créé par notre échantillon. Donc le champ à prendre en compte dans les équations précédentes est $\mathrm{E_{tot}} = \mathrm{E_{in}} + \mathrm{E_{ext}}$.

Le champ externe est généré par la tension V_c appliquée entre l'électrode en-dessous du nanofil et la pointe en tungstène. En simplifiant cette géométrie par un condensateur plan, on obtient :

$$\mathrm{E_{ext}} = \frac{-V_c}{L + l_{\mathrm{elec}}} \tag{B.12}$$

où L est la longueur du nanofil et l_{elec} est la distance entre l'extrémité libre du nanofil et l'électrode. On pourra aussi utiliser des champs simulés avec le logiciel Comsol pour cette géométrie pour être le plus proche de la réalité.

Le champ interne est généré par les charges au sein du nanofil, on a donc avec les équations de Maxwell :

$$\boldsymbol{\nabla}.\mathbf{E}_{\mathrm{in}} = \frac{q}{\epsilon_0 \epsilon_r}(p - n + P_0 - N_0) \tag{B.13}$$

avec P_0 et N_0 les concentrations d'accepteurs et de donneurs totalement ionisés. Le calcul du champ interne doit donc être réalisé à chaque pas de temps en même temps que le calcul de la répartition des densités de charges. Cependant, le manque de conditions limites sur le champ interne nous porte a utiliser le potentiel électrostatique (Φ) qui est régit par l'équation de Poisson :

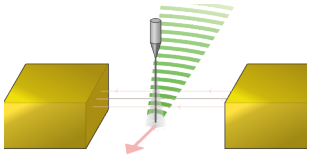
$$\Delta\Phi = -\frac{q}{\epsilon_0 \epsilon_r}(p - n + P_0 - N_0) \tag{B.14}$$

La pointe en tungstène est à la masse ce qui implique une condition de Dirichlet, $\Phi(0) = 0$ à l'encastrement. À l'extrémité libre, on utilise la loi de Gauss qui nous donne :

$$\int_0^L \frac{\partial \Phi}{\partial x} dy = -\int_0^L \mathrm{E_{tot}}(y) dy \Leftrightarrow \Phi(L) = -\int_0^L \mathrm{E_{tot}}(y) dy \tag{B.15}$$

Ainsi, en utilisant la formulation numérique, on cherche à résoudre l'équation de Poisson

$$\frac{\Phi_{i-1}^k - 2\Phi_i^k + \Phi_{i+1}^k}{\Delta y^2} = -\frac{q}{\epsilon_0 \epsilon_r}(p_i^k - n_i^k + P_0 - N_0) \tag{B.16}$$



avec $\Phi_N^k = \sum_{i=0}^{N} \mathrm{E}_i^k \Delta y$. On obtient alors le système tridiagonal

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 & & & & 0 \\ 1 & -2 & 1 & & & \\ 0 & 1 & -2 & 1 & & \\ & & \ddots & \ddots & \ddots & \\ & & & 1 & -2 & 1 \\ 0 & & & & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \Phi_0^k \\ \Phi_1^k \\ \Phi_2^k \\ \vdots \\ \Phi_{N-1}^k \\ \Phi_N^k \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ -\frac{q\Delta y^2}{\epsilon_0 \epsilon_r}(p_1^k - n_1^k + P_0 - N_0) \\ -\frac{q\Delta y^2}{\epsilon_0 \epsilon_r}(p_2^k - n_2^k + P_0 - N_0) \\ \vdots \\ -\frac{q\Delta y^2}{\epsilon_0 \epsilon_r}(p_{N-1}^k - n_{N-1}^k + P_0 - N_0) \\ \sum_{i=0}^{N} \mathrm{E}_{\mathrm{tot},i}^k \Delta y \end{pmatrix} \tag{B.17}$$

L'inversion de ce système tridiagonal après chaque calcul de répartition des densités de charges permet d'obtenir le potentiel électrique interne du nanofil. Finalement, une dérivation de celui-ci permet d'obtenir le champ électrostatique interne pour l'itération temporelle suivante. Comme le nanofil n'est pas censé être chargé avant la modulation du laser de pompe, on prend pour la première itération de temps, $k = 0$, un champ interne nul.

B.4 Résolution numérique

À chaque pas de temps, il faut donc résoudre un système tridiagonal. Pour cela, nous avons utilisé un algorithme de Thomas [134]. L'algorithme permet le calcul de la densité de charges en chaque point du nanofil dans le domaine temporel. Le calcul est réalisé jusqu'à l'obtention d'oscillations dans le régime stationnaire. La courbe temporelle obtenue pour une position i à une fréquence de modulation f_{mod} est une sinusoïde de même fréquence. On peut alors obtenir l'amplitude et la phase du signal en réalisant un ajustement avec la fonction :

$$A(t) = A_m \cos(2\pi f_{mod} t + \Phi) + A_0 \tag{B.18}$$

On représente Figure B.1 la trace temporelle obtenue numériquement pour une modulation de 20 Hz à l'extrémité du nanofil ainsi que son ajustement par la formule B.18. On voit un très court régime transitoire de l'ordre de la milliseconde qui laisse place au régime stationnaire qui est bien ajusté.

On trace aussi sur cette figure les densités de charges statiques obtenues numériquement et analytiquement pour un champ homogène ainsi que les cartes d'amplitudes et de phase le long du nanofil pour différentes fréquences. Les calculs des densités statiques sont en très bon accord, avec le modèle théorique lorsque la densité de charge est faible. On en déduit donc que la résolution numérique résout correctement les équations différentielles décrivant les densités de charges dans le nanofil.

Á partir de ce programme, allons pouvoir étudier à la fois la propagation des charges dans un champ longitudinal inhomogène ainsi que les différents effets non-linéaires afin de les comparer aux mesures expérimentales. Ce travail est actuellement en cours.

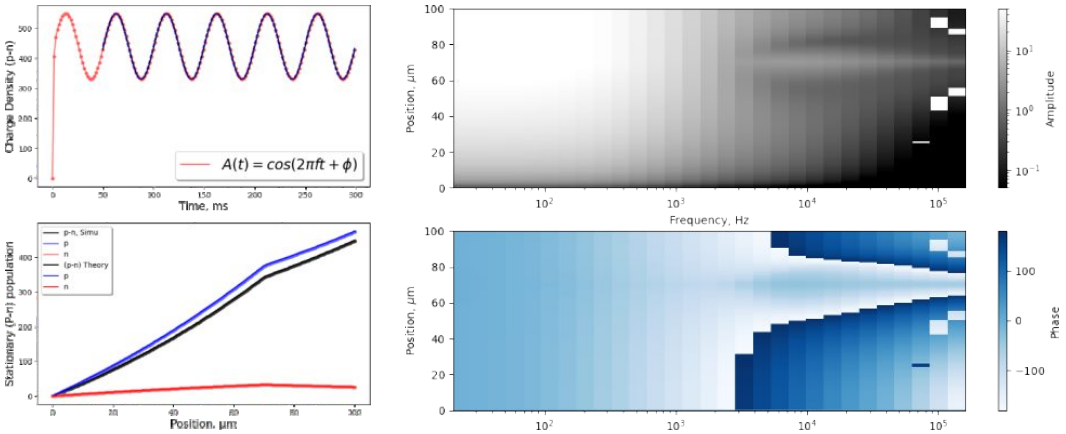


FIGURE B.1 – À gauche : trace temporelle donnée par la simulation pour une modulation du laser de pompe de 20 Hz et répartitions statiques des densités de charges le long du nanofil pour un champ longitudinal homogène calculées analytiquement et numériquement. À droite : carte de l'amplitude et de la phase du signal temporel calculé numériquement selon la position sur le nanofil et la fréquence de modulation du laser de pompe.

Bibliographie

[1] Michael Levin, Alexander P. McCauley, Alejandro W. Rodriguez, M. T. Homer Reid, and Steven G. Johnson. Casimir repulsion between metallic objects in vacuum. *Physical Review Letters*, 105(9) :090403, aug 2010. (page 15, 58, 77)

[2] Charles Augustin Coulomb. Premier mémoire sur l'électricité et le magnétisme. *Histoire de l'Académie Royale des Sciences*, pages 569–577, 1785. (page 17, 18)

[3] E. F. Nichols and G. F. Hull. A preliminary communication on the pressure of heat and light radiation. *Physical Review (Series I)*, 13(5) :307–320, nov 1901. (page 18)

[4] Francesco Fogliano, Benjamin Besga, Antoine Reigue, Laure Mercier de Lépinay, Philip Heringlake, Clement Gouriou, Eric Eyraud, Wolfgang Wernsdorfer, Benjamin Pigeau, and Olivier Arcizet. Ultrasensitive nano-optomechanical force sensor operated at dilution temperatures. *Nature Communications*, 12(1), jul 2021. (page 18, 22, 23, 41)

[5] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 56(9) :930–933, mar 1986. (page 18, 19)

[6] C. F. Quate. The afm as a tool for surface imaging. *Surface Science*, 299–300 :980–995, January 1994. (page 19)

[7] S. Morita, S. Fujisawa, E. Kishi, M. Ohta, H. Ueyama, and Y. Sugawara. Contact and non-contact mode imaging by atomic force microscopy. *Thin Solid Films*, 273(1–2) :138–142, February 1996. (page 19)

[8] E Meyer, H Heinzelmann, P Grütter, Th Jung, H.-R Hidber, H Rudin, and H.-J Güntherodt. Atomic force microscopy for the study of tribology and adhesion. *Thin Solid Films*, 181(1–2) :527–544, December 1989. (page 19)

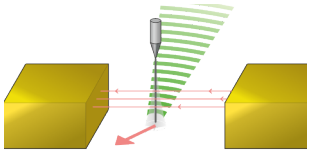
[9] R. W. Carpick and M. Salmeron. Scratching the surface : Fundamental investigations of tribology with atomic force microscopy. *Chemical Reviews*, 97(4) :1163–1194, June 1997. (page 19)

[10] B. Bhushan, T. Kasai, G. Kulik, L. Barbieri, and P. Hoffmann. Afm study of perfluoroalkylsilane and alkylsilane self-assembled monolayers for anti-stiction in mems/nems. *Ultramicroscopy*, 105(1–4) :176–188, November 2005. (page 19)

[11] D. Marchetto, A. Rota, L. Calabri, G.C. Gazzadi, C. Menozzi, and S. Valeri. Afm investigation of tribological properties of nano-patterned silicon surface. *Wear*, 265(5–6) :577–582, August 2008. (page 19)

[12] Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller, and V.B. Elings. Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. *Surface Science Letters*, 290(1–2) :L688–L692, June 1993. (page 19)

[13] S.N. Magonov, V. Elings, and M.-H. Whangbo. Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy. *Surface Science*, 375(2–3) :L385–L391, April 1997. (page 19)



[14] K. Xu, W. Sun, Y. Shao, F. Wei, X. Zhang, W. Wang, and P. Li. Recent development of peakforce tapping mode atomic force microscopy and its applications on nanoscience. *Nanotechnology Reviews*, 7(6) :605–621, October 2018. (page 19)

[15] J. J. Sáenz, N. García, P. Grütter, E. Meyer, H. Heinzelmann, R. Wiesendanger, L. Rosenthaler, H. R. Hidber, and H.-J. Güntherodt. Observation of magnetic forces by the atomic force microscope. *Journal of Applied Physics*, 62(10) :4293–4295, nov 1987. (page 20)

[16] Paul Girard. Electrostatic force microscopy : principles and some applications to semiconductors. *Nanotechnology*, 12(4) :485–490, nov 2001. (page 20)

[17] J. A. Sidles. Folded stern-gerlach experiment as a means for detecting nuclear magnetic resonance in individual nuclei. *Physical Review Letters*, 68(8) :1124, 1992. (page 20)

[18] D. Rugar, R. Budakian, H. J. Mamin, and B. W. Chui. Single spin detection by magnetic resonance force microscopy. *Nature*, 430 :329–332, July 2004. (page 20)

[19] S. Da Col, S. Jamet, M. Staňo, B. Trapp, S. Le Denmat, L. Cagnon, J. C. Toussaint, and O. Fruchart. Nucleation, imaging, and motion of magnetic domain walls in cylindrical nanowires. *Applied Physics Letters*, 109(6) :062406, aug 2016. (page 20)

[20] U. D. Schwarz, P. Köster, and R. Wiesendanger. Quantitative analysis of lateral force microscopy experiments. *Review of Scientific Instruments*, 67(7) :2560–2567, July 1996. (page 20)

[21] Christopher T. Gibson, Gregory S. Watson, and Sverre Myhra. Lateral force microscopy — a quantitative approach. *Wear*, 213(1–2) :72–79, December 1997. (page 20)

[22] Alfred John Weymouth, Thomas Hofmann, and Franz J. Giessibl. Quantifying molecular stiffness and interaction with lateral force microscopy. *Science*, 343(6175) :1120–1122, March 2014. (page 20)

[23] Satoru Fujisawa, Eigo Kishi, Yasuhiro Sugawara, and Seizo Morita. Lateral force curve for atomic force/lateral force microscope calibration. *Applied Physics Letters*, 66(4) :526–528, January 1995. (page 20)

[24] Wenhua Liu, Keith Bonin, and Martin Guthold. Easy and direct method for calibrating atomic force microscopy lateral force measurements. *Review of Scientific Instruments*, 78(6), June 2007. (page 20)

[25] Hui Xie, Julien Vitard, Sinan Haliyo, Stéphane Régnier, and Mehdi Boukallel. Calibration of lateral force measurements in atomic force microscopy with a piezoresistive force sensor. *Review of Scientific Instruments*, 79(3), March 2008. (page 20)

[26] Manuel L. B. Palacio and Bharat Bhushan. Normal and lateral force calibration techniques for afm cantilevers. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 35(2) :73–104, May 2010. (page 20)

[27] Bien Cuong Tran Khac and Koo-Hyun Chung. Quantitative assessment of contact and non-contact lateral force calibration methods for atomic force microscopy. *Ultramicroscopy*, 161 :41–50, February 2016. (page 20)

[28] A J Weymouth. Non-contact lateral force microscopy. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 29(32) :323001, July 2017. (page 20)

[29] A. Wadas and H.J. Güntherodt. Lateral resolution in magnetic force microscopy. application to periodic structures. *Physics Letters A*, 146(5) :277–280, May 1990. (page 20)

[30] M.R. Koblischka, U. Hartmann, and T. Sulzbach. Improvements of the lateral resolution of the mfm technique. *Thin Solid Films*, 428(1–2) :93–97, March 2003. (page 20)

[31] Óscar Iglesias-Freire, Miriam Jaafar, Eider Berganza, and Agustina Asenjo. Customized mfm probes with high lateral resolution. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 7 :1068–1074, July 2016. (page 20)

[32] Amikam Aharoni and J. P. Jakubovics. Effect of the mfm tip on the measured magnetic structure. *Journal of Applied Physics*, 73(10) :6498–6500, May 1993. (page 20)

[33] Simon L. Tomlinson and Ernie W. Hill. Modelling the perturbative effect of mfm tips on soft magnetic thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 161 :385–396, August 1996. (page 20)

[34] M.A. Al-Khafaji, W.M. Rainforth, M.R.J. Gibbs, J.E.L. Bishop, and H.A. Davies. The effect of tip type and scan height on magnetic domain images obtained by mfm. *IEEE Transactions on Magnetics*, 32(5) :4138–4140, 1996. (page 20)

[35] Alexander Alekseev, Anatoliy Popkov, Andrey Shubin, Feodor Pudonin, and Nikolay Djuzhev. Effect of horizontal magnetization reversal of the tips on magnetic force microscopy images. *Ultramicroscopy*, 136 :91–95, January 2014. (page 20)

[36] E. Farchi, Y. Ebert, D. Farfurnik, G. Haim, R. Shaar, and N. Bar-Gill. Quantitative vectorial magnetic imaging of multi-domain rock forming minerals using nitrogen-vacancy centers in diamond. *SPIN*, 07(03) :1740015, September 2017. (page 20)

[37] Umberto Celano, Hai Zhong, Florin Ciubotaru, Laurentiu Stoleriu, Alexander Stark, Peter Rickhaus, Felipe Fávaro de Oliveira, Mathieu Munsch, Paola Favia, Maxim Korytov, Patricia Van Marcke, Patrick Maletinsky, Christoph Adelmann, and Paul van der Heide. Probing magnetic defects in ultra-scaled nanowires with optically detected spin resonance in nitrogen-vacancy center in diamond. *Nano Letters*, 21(24) :10409–10415, December 2021. (page 20)

[38] B. J. Maertz, A. P. Wijnheijmer, G. D. Fuchs, M. E. Nowakowski, and D. D. Awschalom. Vector magnetic field microscopy using nitrogen vacancy centers in diamond. *Applied Physics Letters*, 96(9), March 2010. (page 20)

[39] H. G. Craighead. Nanoelectromechanical systems. *Science*, 290(5496) :1532–1535, nov 2000. (page 21)

[40] Alessandro Sabato, Christopher Niezrecki, and Giancarlo Fortino. Wireless MEMS-based accelerometer sensor boards for structural vibration monitoring : A review. *IEEE Sensors Journal*, 17(2) :226–235, jan 2017. (page 21)

[41] C. Acar and A. Shkel. *MEMS vibratory gyroscopes : structural approaches to improve robustness*. Springer Science and Business Media, 2008. (page 21)

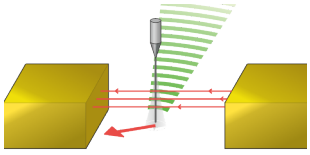
[42] V. Cimalla, J. Pezoldt, and O. Ambacher. Group iii nitrid and SiC based MEMS and NEMS : materials properties, technology and applications. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40 :6386–6434, 2007. (page 21)

[43] Philip S. Waggoner and Harold G. Craighead. Micro- and nanomechanical sensors for environmental, chemical, and biological detection. *Lab on a Chip*, 7(10) :1238, 2007. (page 21)

[44] A. K. Naik, M. S. Hanay, W. K. Hiebert, X. L. Feng, and M. L. Roukes. Towards single-molecule nanomechanical mass spectrometry. *Nature Nanotechnology*, 4(7) :445–450, jun 2009. (page 21)

[45] J. Chaste, A. Eichler, J. Moser, G. Ceballos, R. Rurali, and A. Bachtold. A nanomechanical mass sensor with yoctogram resolution. *Nature Nanotechnology*, 7(5) :301–304, apr 2012. (page 21)

[46] Jonathan C. Noé, Manuel Nutz, Jonathan Reschauer, Nicolas Morell, Ioannis Tsioutsios, Antoine Reserbat-Plantey, Kenji Watanabe, Takashi Taniguchi, Adrian Bachtold, and Alexander Högele. Environmental electrometry with luminescent carbon nanotubes. *Nano Letters*, 18(7) :4136–4140, jun 2018. (page 21)



[47] R. Tormo-Queralt, C. B. Møller, D. A. Czaplewski, G. Gruber, M. Cagetti, S. Forstner, N. Urgell-Ollé, J. A. Sanchez-Naranjo, C. Samanta, C. S. Miller, and A. Bachtold. Novel nanotube multiquantum dot devices. *Nano Letters*, 22(21) :8541–8549, oct 2022. (page 21)

[48] Dongyang Chen, Hemin Zhang, Jiangkun Sun, Milind Pandit, Guillermo Sobreviela, Yong Wang, Qian Zhang, Xuying Chen, Ashwin Seshia, and Jin Xie. Ultrasensitive resonant electrometry utilizing micromechanical oscillators. *Physical Review Applied*, 14(1) :014001, jul 2020. (page 21)

[49] Mems device. https://europractice-ic.com/wp-content/uploads/2021/10/SEM-Acc-xmb10.jpg. (page 21)

[50] S. E. Alper, K. Azgin, and T. Akin. High-performance SOI-MEMS gyroscope with decoupled oscillation modes. In *19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*. IEEE, 2006. (page 21)

[51] H. B. G. Casimir. On the attraction between two perfectly conducting plates. *Proceedings of the Koninklijke Nederlandse Akandemie van Wetenschappen*, 51 :793–795, 1948. (page 21, 77)

[52] Marcus Johannes Sparnaay and Andries Sarlemijn. *Physics in the Making : Essays on Developments in 20th Century Physics : in Honour of HBG Casimir on the Occasion of His 80th Birthday*. North-Holland, 1989. (page 21, 77)

[53] E Buks and M. L Roukes. Metastability and the casimir effect in micromechanical systems. *Europhysics Letters (EPL)*, 54(2) :220–226, April 2001. (page 21)

[54] I Pirozhenko, A Lambrecht, and V B Svetovoy. Sample dependence of the casimir force. *New Journal of Physics*, 8(10) :238–238, October 2006. (page 21)

[55] R. S. Decca, D. López, E. Fischbach, G. L. Klimchitskaya, D. E. Krause, and V. M. Mostepanenko. Tests of new physics from precise measurements of the casimir pressure between two gold-coated plates. *Physical Review D*, 75(7) :077101, April 2007. (page 21)

[56] R.S. Decca, D. López, E. Fischbach, G.L. Klimchitskaya, D.E. Krause, and V.M. Mostepanenko. Novel constraints on light elementary particles and extra-dimensional physics from the casimir effect. *The European Physical Journal C*, 51(4) :963–975, August 2007. (page 21, 22)

[57] C. Genet, A. Lambrecht, and S. Reynaud. The casimir effect in the nanoworld. *The European Physical Journal Special Topics*, 160(1) :183–193, jul 2008. (page 21, 58, 77)

[58] M. T. Homer Reid, Jacob White, and Steven G. Johnson. Fluctuating surface currents : An algorithm for efficient prediction of casimir interactions among arbitrary materials in arbitrary geometries. *Physical Review A*, 88(2) :022514, aug 2013. (page 21, 77)

[59] Steven K Lamoreaux. The casimir force : background, experiments, and applications. *Reports on Progress in Physics*, 68(1) :201–236, December 2004. (page 21)

[60] R.S. Decca, D. López, E. Fischbach, G.L. Klimchitskaya, D.E. Krause, and V.M. Mostepanenko. Precise comparison of theory and new experiment for the casimir force leads to stronger constraints on thermal quantum effects and long-range interactions. *Annals of Physics*, 318(1) :37–80, July 2005. (page 21)

[61] G. L. Klimchitskaya, U. Mohideen, and V. M. Mostepanenko. The casimir force between real materials : Experiment and theory. *Reviews of Modern Physics*, 81(4) :1827–1885, December 2009. (page 21)

[62] Fernando Patolsky, Gengfeng Zheng, and Charles M Lieber. Nanowire sensors for medicine and the life sciences. *Nanomedicine*, 1(1) :51–65, jun 2006. (page 22)

[63] Gengfeng Zheng, Fernando Patolsky, Yi Cui, Wayne U Wang, and Charles M Lieber. Multiplexed electrical detection of cancer markers with nanowire sensor arrays. *Nature Biotechnology*, 23(10) :1294–1301, sep 2005. (page 22)

[64] Xudong Wang, Jun Zhou, Jinhui Song, Jin Liu, Ningsheng Xu, and Zhong L. Wang. Piezoelectric field effect transistor and nanoforce sensor based on a single ZnO nanowire. *Nano Letters*, 6(12) :2768–2772, nov 2006. (page 22)

[65] Eric N. Dattoli, Qing Wan, Wei Guo, Yanbin Chen, Xiaoqing Pan, and Wei Lu. Fully transparent thin-film transistor devices based on SnO_2 nanowires. *Nano Letters*, 7(8) :2463–2469, jun 2007. (page 22)

[66] K. I. Chen, B. R. Li, and Y. T. Chen. Silicon nanowire field-effect transistor-based biosensors for biomedical diagnosis and cellular recording investigation. *Nano Today*, 6(2) :131–154, apr 2011. (page 22)

[67] Laure Mercier de Lépinay, Benjamin Pigeau, Benjamin Besga, Pascal Vincent, Philippe Poncharal, and Olivier Arcizet. A universal and ultrasensitive vectorial nanomechanical sensor for imaging 2d force fields. *Nature Nanotechnology*, 12(2) :156–162, oct 2016. (page 22, 23, 72)

[68] Nicola Rossi, Floris R. Braakman, Davide Cadeddu, Denis Vasyukov, Gözde Tütüncüoglu, Anna Fontcuberta i Morral, and Martino Poggio. Vectorial scanning force microscopy using a nanowire sensor. *Nature Nanotechnology*, 12(2) :150–155, oct 2016. (page 22)

[69] F R Braakman and M Poggio. Force sensing with nanowire cantilevers. *Nanotechnology*, 30(33) :332001, May 2019. (page 22)

[70] N. Rossi, B. Gross, F. Dirnberger, D. Bougeard, and M. Poggio. Magnetic force sensing using a self-assembled nanowire. *Nano Letters*, 19(2) :930–936, January 2019. (page 22)

[71] Dunwei Wang, Bonnie A. Sheriff, and James R. Heath. Complementary symmetry silicon nanowire logic : Power-efficient inverters with gain. *Small*, 2(10) :1153–1158, aug 2006. (page 22)

[72] M D Henry, S Walavalkar, A Homyk, and A Scherer. Alumina etch masks for fabrication of high aspect ratio silicon micropillars and nanopillars. *Nanotechnology*, 20(25) :255305, jun 2009. (page 22)

[73] X. J. Wang, J. F. Tian, L. H. Bao, C. Hui, T. Z. Yang, C. M. Shen, H.-J. Gao, F. Liu, and N. S. Xu. Large scale SiC/SiOx nanocables : Synthesis, photoluminescence, and field emission properties. *Journal of Applied Physics*, 102(1) :014309, jul 2007. (page 22)

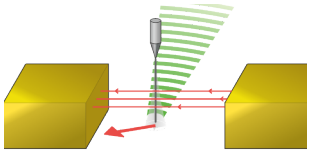
[74] Xue-Min Liu and Ke-Fu Yao. Large-scale synthesis and photoluminescence properties of SiC/SiOx nanocables. *Nanotechnology*, 16(12) :2932–2935, oct 2005. (page 22)

[75] Giovanni Attolini, Francesca Rossi, Filippo Fabbri, Matteo Bosi, Giancarlo Salviati, and Bernard Enrico. Cubic SiC nanowires : Growth, characterization and applications. In *Nanowires*. InTech, feb 2010. (page 22)

[76] Siddarth G. Sundaresan, Albert V. Davydov, Mark D. Vaudin, Igor Levin, James E. Maslar, Yong-Lai Tian, and Mulpuri V. Rao. Growth of silicon carbide nanowires by a microwave heating-assisted physical vapor transport process using group VIII metal catalysts. *Chemistry of Materials*, 19(23) :5531–5537, oct 2007. (page 22)

[77] Hidehiko Tanaka, Naoto Hirosaki, Toshiyuki Nishimura, Dong-Woo Shin, and Sam-Shik Park. Nonequiaxial grain growth and polytype transformation of sintered α-silicon carbide and β-silicon carbide. *Journal of the American Ceramic Society*, 86(12) :2222–2224, dec 2003. (page 22)

[78] Fengmei Gao, Weiyou Yang, Huatao Wang, Yi Fan, Zhipeng Xie, and Linan An. Controlled al-doped single-crystalline 6H-SiC nanowires. *Crystal Growth & Design*, 8(5) :1461–1464, apr 2008. (page 22)



[79] Andrzej Huczko, Michał Bystrzejewski, Hubert Lange, Agnieszka Fabianowska, Stanisław Cudziło, Andrzej Panas, and Mateusz Szala. Combustion synthesis as a novel method for production of 1-D SiC nanostructures. *The Journal of Physical Chemistry B*, 109(34) :16244–16251, aug 2005. (page 22)

[80] Zhenjiang Li, Jinli Zhang, Alan Meng, and Jianzhang Guo. Large-area highly-oriented SiC nanowire arrays : Synthesis, raman, and photoluminescence properties. *The Journal of Physical Chemistry B*, 110(45) :22382–22386, oct 2006. (page 22)

[81] K M Lee, T Y Choi, S K Lee, and D Poulikakos. Focused ion beam-assisted manipulation of single and double β-SiC nanowires and their thermal conductivity measurements by the four-point-probe 3-ω method. *Nanotechnology*, 21(12) :125301, mar 2010. (page 22)

[82] N. Papanikolaou. Lattice thermal conductivity of SiC nanowires. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 20(13) :135201, mar 2008. (page 22)

[83] Donald T. Morelli, Joseph P. Heremans, Charles P. Beetz, Woo Sik Yoo, and Hiroyuki Matsunami. Phonon-electron scattering in single crystal silicon carbide. *Applied Physics Letters*, 63(23) :3143–3145, dec 1993. (page 22)

[84] Weimin Zhou, Xuan Liu, and Yafei Zhang. Simple approach to β-SiC nanowires : Synthesis, optical, and electrical properties. *Applied Physics Letters*, 89(22) :223124, nov 2006. (page 22, 117, 134)

[85] W.M. Zhou, F. Fang, Z.Y. Hou, L.J. Yan, and Y.F. Zhang. Field-effect transistor based on β-SiC nanowire. *IEEE Electron Device Letters*, 27(6) :463–465, jun 2006. (page 22, 117)

[86] Han-Kyu Seong, Heon-Jin Choi, Sang-Kwon Lee, Jung-Il Lee, and Doo-Jin Choi. Optical and electrical transport properties in silicon carbide nanowires. *Applied Physics Letters*, 85(7) :1256–1258, aug 2004. (page 22, 117, 134)

[87] M. Ollivier, L. Latu-Romain, B. Salem, L. Fradetal, V. Brouzet, J.-H. Choi, and E. Bano. Integration of SiC-1d nanostructures into nano-field effect transistors. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 29 :218–222, jan 2015. (page 22, 134)

[88] Youqiang Chen, Xinni Zhang, Qing Zhao, Li He, Chengkuang Huang, and Zhipeng Xie. P-type 3C-SiC nanowires and their optical and electrical transport properties. *Chemical Communications*, 47(22) :6398, 2011. (page 22, 117, 134)

[89] Yeonwoong Jung, Aleksandar Vacic, Daniel E. Perea, Samuel T. Picraux, and Mark A. Reed. Minority carrier lifetimes and surface effects in VLS-grown axial p-n junction silicon nanowires. *Advanced Materials*, 23(37) :4306–4311, aug 2011. (page 22, 116, 122)

[90] Ruiwen Shao, Kun Zheng, Yuefei Zhang, Yujie Li, Ze Zhang, and Xiaodong Han. Piezoresistance behaviors of ultra-strained SiC nanowires. *Applied Physics Letters*, 101(23) :233109, dec 2012. (page 22)

[91] Andrzej Huczko, Agnieszka Dąbrowska, Volodymyr Savchyn, Anatoli I. Popov, and Ivan Karbovnyk. Silicon carbide nanowires : synthesis and cathodoluminescence. *physica status solidi (b)*, 246(11-12) :2806–2808, nov 2009. (page 22)

[92] S. Perisanu, V. Gouttenoire, P. Vincent, A. Ayari, M. Choueib, M. Bechelany, D. Cornu, and S. T. Purcell. Mechanical properties of SiC nanowires determined by scanning electron and field emission microscopies. *Physical Review B*, 77(16) :165434, apr 2008. (page 22)

[93] A. Gloppe, P. Verlot, E. Dupont-Ferrier, A. Siria, P. Poncharal, G. Bachelier, P. Vincent, and O. Arcizet. Bidimensional nano-optomechanics and topological backaction in a non-conservative radiation force field. *Nature Nanotechnology*, 9 :920–926, 2014. (page 22)

[94] O. Arcizet, V. Jacques, A. Siria, P. Poncharal, P. Vicent, and S. Seidelin. A single nitrogen-vacancy defect coupled to a nanomechanical oscillator. *Nature Physics*, 7 :879–883, 2011. (page 22)

[95] S. Rohr, E. Dupont-Ferrier, B. Pigeau, P. Verlot, V. Jacques, and O. Arcizet. Synchronizing the dynamics of a single nitrogen vacancy spin qubit on a parametrically coupled radio-frequency field through microwave dressing. *Physical Review Letters*, 112(1) :010502, jan 2014. (page 22)

[96] B. Pigeau, S. Rohr, L. Mercier de Lépinay, A. Gloppe, V. Jacques, and O. Arcizet. Observation of a phononic mollow triplet in a multimode hybrid spin-nanomechanical system. *Nature Communication*, 6(8603), 2015. (page 22, 23)

[97] L. Mercier de Lépinay. *Habillage mécanique d'un nanofil par un champ de force : de la mesure vectorielle ultrasensible aux systèmes quantiques hybrides*. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2017. (page 23, 40, 117)

[98] Francesco Fogliano, Benjamin Besga, Antoine Reigue, Philip Heringlake, Laure Mercier de Lépinay, Cyril Vaneph, Jakob Reichel, Benjamin Pigeau, and Olivier Arcizet. Mapping the cavity optomechanical interaction with subwavelength-sized ultrasensitive nanomechanical force sensors. *Physical Review X*, 11(2) :021009, apr 2021. (page 23)

[99] P. Heringlake. *Realtime imaging of force fields at the nanoscale with a 2D nano-mechanical probe*. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2021. (page 23, 151)

[100] H. B. Callen and T. A. Welton. Irreversibility and generalized noise. *Phys. Rev.*, 83 :34, July 1951. (page 27)

[101] Schéma de principe d'une PLL. https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/67/Schema_PLL.png. (page 37)

[102] Guan-Chyun Hsieh and J. C. Hung. Phase-locked loop techniques. a survey. *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 43(6) :609–615, dec 1996. (page 38)

[103] Craig F. Bohren and Donald R. Huffman. *Absorption and Scattering of Light by Small Particles (Wiley Science Paperback Series)*. Wiley-Interscience, 1998. (page 39)

[104] J. P. Ibe, P. P. Bey Jr., S. L. Brandow, R. A. Brizzolara, N. A. Burnham, D. P. DiLella, K. P. Lee, C. R. K. Marrian, and R. J. Colton. On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 3570(8), 1990. (page 41)

[105] A. I. Oliva, A. Romero, J. L. Peña, E. Anguiano, and M. Aguilar. Electrochemical preparation of tungsten tips for a scanning tunneling microscope. *Rev. Sci. Instrum.*, 1917(67), 1996. (page 41)

[106] O. L. Guise, J. W. Ahner, M.-C. Jung, P. C. Goughnour, and J. T. Yates. Reproductible electromechanical etching of tungsten probe tips. *Nano Letters*, 2(3) :191–193, 2002. (page 41)

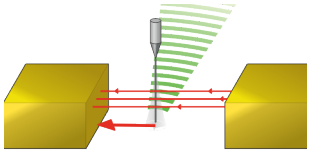
[107] U. Mohideen and Anushree Roy. Precision measurement of the casimir force from 0.1 to 0.9 μm. *Physical Review Letters*, 81(21) :4549–4552, nov 1998. (page 58, 77)

[108] James Clerk Maxweel. *A treatise on Electricity and Magnetism*, volume 2. Oxford : Calendron Press, 1873. (page 59)

[109] Joseph L. Garrett, Jongbum Kim, and Jeremy N. Munday. Measuring the effect of electrostatic patch potentials in casimir force experiments. *Physical Review Research*, 2(2) :023355, jun 2020. (page 65)

[110] S. K. Lamoreaux. Demonstration of the casimir force in the 0.6 to 6μm range. *Physical Review Letters*, 78(1) :5–8, jan 1997. (page 65)

[111] F. Antonucci, A. Cavalleri, R. Dolesi, M. Hueller, D. Nicolodi, H. B. Tu, S. Vitale, and W. J. Weber. Interaction between stray electrostatic fields and a charged free-falling test mass. *Physical Review Letters*, 108(18) :181101, apr 2012. (page 65)



[112] I. E. Dzyaloshinskii, E. M. Lifshitz, and L. P. Pitaevskii. The general theory of van der waals forces. *Advances in Physics*, 10(38) :165–209, apr 1961. (page 77)

[113] E.M. LIFSHITZ and M. Hamermesh. The theory of molecular attractive forces between solids. In *Perspectives in Theoretical Physics*, pages 329–349. Elsevier, 1992. (page 77)

[114] A. Lambrecht and S. Reynaud. Casimir force between metallic mirrors. *The European Physical Journal D - Atomic, Molecular and Optical Physics*, 8(3) :309–318, feb 2000. (page 77)

[115] M. T. Homer Reid, Jacob White, and Steven G. Johnson. Computation of casimir interactions between arbitrary three-dimensional objects with arbitrary material properties. *Physical Review A*, 84(1) :010503, jul 2011. (page 77)

[116] Laure Mercier de Lépinay, Benjamin Pigeau, Benjamin Besga, and Olivier Arcizet. Eigenmode orthogonality breaking and anomalous dynamics in multimode nano-optomechanical systems under non-reciprocal coupling. *Nature Communications*, 9(1), apr 2018. (page 100)

[117] L. A. Hemstreet and C. Y. Fong. Energy band structure of 3C SiC. *Solid State Communications*, 9(10) :643–647, may 1971. (page 116)

[118] Lyle Patrick and W. J. Choyke. Optical absorption in n-type cubic SiC. *Physical Review*, 186(3) :775–777, oct 1969. (page 116)

[119] W. J. Choyke, D. R. Hamilton, and Lyle Patrick. Optical properties of cubic SiC : Luminescence of nitrogen-exciton complexes, and interband absorption. *Physical Review*, 133(4A) :A1163–A1166, feb 1964. (page 116)

[120] Songling Xing, Luchan Lin, Jinpeng Huo, Guisheng Zou, Xing Sheng, Lei Liu, and Y. Norman Zhou. Plasmon-induced heterointerface thinning for schottky barrier modification of core/shell SiC/SiO_2 nanowires. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 11(9) :9326–9332, feb 2019. (page 116)

[121] Gang Peng, Yingqiu Zhou, Yanlan He, Xiaoyan Yu, Xue A Zhang, Gong Y Li, and Hossam Haick. UV-induced SiC nanowire sensors. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 48(5) :055102, jan 2015. (page 116)

[122] M. Bechelany. *Nouveau procédé de croissance de nanofils à base de SiC et de nanotubes de BN, étude des propriétés physiques d'un nanofil indiciduel à base de SiC*. PhD thesis, Université Claude Bernard, 2006. (page 117)

[123] W. Shockley and W. T. Read. Statistics of the recombinations of holes and electrons. *Physical Review*, 87(5) :835–842, sep 1952. (page 119, 158, 159)

[124] P. Ščajev, V. Gudelis, K. Jarašiūnas, and P. B. Klein. Fast and slow carrier recombination transients in highly excited 4H- and 3C-SiC crystals at room temperature. *Journal of Applied Physics*, 108(2) :023705, jul 2010. (page 119, 122, 135)

[125] T. Kimoto, H. Niwa, T. Okuda, E. Saito, Y. Zhao, S. Asada, and J. Suda. Carrier lifetime and breakdown phenomena in SiC power device material. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 51(36) :363001, jul 2018. (page 119, 122)

[126] P. Kleinert. Theory of hot-electron quantum diffusion in semiconductors. *Physics Reports*, 485(1) :1–42, jan 2010. (page 120, 135)

[127] Martin P. Vaughan. *Hot Electron Transport*. Springer Berlin Heidelberg, 2012. (page 120, 135)

[128] I. G. Ivanov, R. Liljedahl, R. Yakimova, and M. Syväjärvi. Considerably long carrier lifetimes in high-quality 3C-SiC(111). *Applied Physics Letters*, 100(25) :252101, jun 2012. (page 122)

[129] P. Ščajev, J. Hassan, K. Jarašiūnas, M. Kato, A. Henry, and J. P. Bergman. Comparative studies of carrier dynamics in 3C-SiC layers grown on Si and 4H-SiC substrates. *Journal of Electronic Materials*, 40(4) :394–399, sep 2010. (page 135)

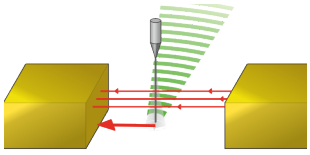
[130] Javier F. Lozano, Natalia Seoane, Enrique Comesaña, Florencia Almonacid, Eduardo F. Fernández, and Antonio García-Loureiro. Laser power converter architectures based on 3C-SiC with efficiencies >80%. *Solar RRL*, 6(8) :2101077, may 2022. (page 135)

[131] Hamid Heidarzadeh, Ali Rostami, and Mahboubeh Dolatyari. Management of losses (thermalization-transmission) in the Si-QDs inside 3C-SiC to design an ultra-high-efficiency solar cell. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 109 :104936, apr 2020. (page 135)

[132] Eckehard Schöll. *Theory of Transport Properties of Semiconductor Nanostructures*. Springer, 1997. (page 158)

[133] P. Auger. The auger effect. *Surface Science*, 48(1) :1–8, mar 1975. (page 158)

[134] L. H. Thomas. Elliptic problems in linear difference equations over a network. *Watson Sci. Comput. Lab. Rept., Columbia University, New York*, 1 :71, 1949. (page 162)

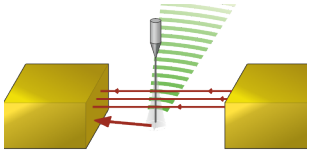


Résumés

Résumé pour les non scientifiques

Ce résumé est pour ma famille, mes amis et toute personne ne s'estimant pas avoir les connaissances scientifiques requises pour lire ce manuscrit. Prenez une ficelle et attachez au bout un aimant, étalez ensuite plein d'autres aimants sur une table et n'hésitez pas à les espacer, à faire de petits groupes ou encore à les mettre dans des directions différentes. Prenez maintenant votre ficelle et faites pendre l'aimant. Donnez lui une petite tape, il va alors bouger de manière aléatoire. Déplacez maintenant la ficelle au-dessus de la table, vous allez voir que son mouvement va changer en fonction de là où vous êtes sur la table ou encore de la hauteur où vous placez l'aimant. En fait le mouvement de la ficelle est modifié parce que l'aimant pendu va être attiré ou repoussé par les autres aimants et vous venez de réaliser une mesure mécanique de forces magnétiques ! Ce que vous venez de faire c'est ce que je fais dans ma thèse, sauf que je fais cette mesure avec comme ficelle un *nanofil* en métal qui a les mêmes dimensions qu'un cheveu mais divisées par 1000. Ma table remplie d'aimants est en fait un échantillon en or sur lequel on a gravé des motifs (aussi grands que des cheveux voir plus petits) qui vont appliquer plein de forces différentes mais qui fonctionnent sur le nanofil comme dans mon exemple. Comme on ne peut pas voir le nanofil à l'œil nu, on utilise un laser pour regarder son mouvement. Comme le nanofil est en métal il réfléchi le laser comme une miroir courbé, c'est-à-dire que si le nanofil va à droite, il renvoie la lumière vers la gauche et inversement. Si le nanofil va devant il renvoie plus de lumière alors que si il va derrière il en renvoie moins. En regardant la lumière réfléchie, on peut alors connaitre son mouvement. Finalement, en comparant son mouvement lorsqu'il est tout seul ou au-dessus de mon échantillon on peut retrouver les forces qui lui sont appliquées.

Ce que vous venez de lire c'est la première expérience décrite dans ma thèse et c'est la plus simple... Donc si vous n'avez pas peur vous pouvez lire la suite, sinon vous pouvez vous arrêter là vous aurez la base de fonctionnement et de mesure de mon expérience. Pour cette seconde mesure on ne cherche plus à faire des images de force mais à utiliser la force qu'on mesure pour savoir ce qu'il se passe dans le nanofil. Notre nanofil, comme vous, est constitué d'atomes composés d'un noyau de protons et des neutrons entouré par des électrons. Les protons sont chargés positivement, les neutrons n'ont pas de charge et les électrons sont chargés négativement et les règles de la physique veulent qu'il y ait autant d'électron que de proton dans un atome. Cependant, en envoyant une énergie suffisante sur l'atome (avec un laser par exemple) il est possible de *ioniser* l'atome, c'est-à-dire lui arracher un électron. Lorsqu'on fait cela dans un matériau, qui est composé d'atomes empilés, l'électron arraché va se déplacer dans le matériau et on aura avec l'atome ionisé un *trou*puisqu'il lui manque un électron. Le trou peut lui aussi se déplacer lorsqu'on des électrons d'un atome voisin vient combler ce trou et du coup faire un



trou dans l'autre atome. Mais pour que ça soit plus simple vous pouvez voir les trous comme des électrons mais chargés positivement.

Lorsqu'on envoie le laser sur le nanofil, le nanofil va renvoyer une certaine partie de la lumière du laser et va absorber l'autre partie. La partie absorbée va alors donner à certains atomes du nanofil assez d'énergie pour ioniser quelques atomes du nanofil et on aura donc des électrons et des trous qui vont se balader librement dedans. Acause de phénomènes physiques complexes, les électrons et les trous vont se répartir d'une certaine manière dans le nanofil. Il y aura alors des zones avec plus d'électrons qui seront chargées négativement et d'autres zones avec plus de trous qui seront chargées positivement. Dans ce cas, si on place le nanofil entre deux plaques, une chargée positivement et l'autre négativement, les zones chargées du nanofil vont être attirées vers une des plaques et on va créer une force. Grâce à de savants calculs, on peut alors savoir avec la force comment se sont répartis les électrons et les trous dans le nanofil.

Pour complexifier un peu plus la chose, on met une autre plaque chargée en-dessous du nanofil. Cette plaque, si elle est chargée positivement, va attirer les électrons en bas du nanofil et pousser les trous vers le haut. Et si elle est chargée négativement va attirer les trous et repousser les électrons. Sauf que ! Les électrons sont moins lourds que les trous et du coup sont plus rapides. Donc la répartition des électrons et des trous dans le nanofil ne sera pas pareil selon la charge de la plaque du bas et donc la force qui est appliquée sur le nanofil non plus. Et c'est grâce à ces différences qu'on arrive à déterminer la vitesse des électrons et des trous. Mais on peut aussi déterminer combien il y a d'électrons et de trous ou encore combien de lumière on doit envoyer sur le nanofil pour réussir à ioniser un atome.

Vous savez maintenant, de manière grossière, ce que j'ai observé durant ma thèse. Si vous avez tout compris et que vous trouvez ça simple je vous invite à lire ce manuscrit. Si par contre vous n'avez toujours rien compris c'est probablement moi qui ai mal expliqué et je vous invite à feuilleter mon manuscrit en regardant le coin en bas à droite, peut-être que vous aurez une *image* plus précise de ce que j'ai fait.

Abstract for non scientific people

This summary is for my family, my friends and anyone who doesn't feel they have the scientific knowledge to read this manuscript. Take a piece of string and tie a magnet to the end, then spread out lots of other magnets on a table and feel free to space them out, make small groups or put them in different directions. Now take your string and dangle the magnet. Give it a little tap and it will move randomly. Now move the string over the table and you'll see that its movement will change depending on where you are on the table or the height at which you place the magnet. In fact, the string's movement will change because the magnet you're hanging will be attracted or repelled by the other magnets. You've just made a mechanical measurement of magnetic forces ! What you've just done is what I'm doing in my thesis, except that I'm doing this measurement with a metal *nanofil* as string, which has the same dimensions as a hair but divided by 1000. My table full of magnets is in fact a gold sample on which patterns have been engraved (as big as a hair or even smaller) which will apply lots of different forces but which work on the nanowire as in my example. As we can't see the nanowire with the naked eye, we use a laser to watch its movement. As the nanowire is made of metal, it reflects the laser like a curved mirror, i.e. if the nanowire goes to the right, it reflects the light back to the left and

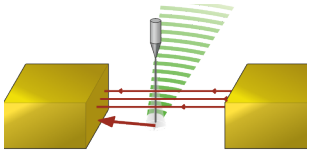
vice versa. If the nanowire goes to the front, it reflects more light, whereas if it goes to the back, it reflects less. By looking at the reflected light, we can then determine its movement. Finally, by comparing its movement when it is on its own or above my sample, we can find the forces applied to it.

What you've just read is the first experiment described in my thesis and it's the simplest... So if you're not afraid you can read on, otherwise you can stop there and you'll have the basis of how my experiment works and is measured. For this second measurement, we're no longer trying to make force images but to use the force we're measuring to find out what's happening in the nanowire. Like you, our nanowire is made up of atoms consisting of a nucleus of protons and neutrons surrounded by electrons. Protons are positively charged, neutrons have no charge and electrons are negatively charged, and the rules of physics dictate that there should be as many electrons as protons in an atom. However, by applying sufficient energy to the atom (using a laser, for example), it is possible to *ionise* the atom, i.e. strip it of an electron. When this is done in a material, which is made up of stacked atoms, the stripped electron will move through the material and the ionised atom will have a *hole* because it is missing an electron. The hole can also move when one of the electrons from a neighbouring atom fills the hole and creates a hole in the other atom. But for simplicity's sake, you can think of holes as positively charged electrons.

When the laser is applied to the nanowire, the nanowire will reflect some of the laser light and absorb some of the other light. The absorbed part will then give some of the atoms in the nanowire enough energy to ionise some of the atoms in the nanowire, resulting in electrons and holes wandering around freely. Due to complex physical phenomena, the electrons and holes will be distributed in a certain way in the nanowire. There will be areas with more electrons, which will be negatively charged, and other areas with more holes, which will be positively charged. In this case, if we place the nanowire between two plates, one positively charged and the other negatively charged, the charged areas of the nanowire will be attracted to one of the plates and a force will be created. Thanks to some clever calculations, we can then use the force to determine how the electrons and holes are distributed in the nanowire.

To make things a little more complex, we put another charged plate underneath the nanowire. If this plate is positively charged, it will attract the electrons to the bottom of the nanowire and push the holes upwards. And if it is negatively charged, it will attract the holes and repel the electrons. Except that ! Electrons are lighter than holes and therefore faster. So the distribution of electrons and holes in the nanowire will not be the same depending on the charge of the bottom plate, and therefore neither will the force applied to the nanowire. And it's thanks to these differences that we can determine the speed of the electrons and holes. But we can also determine how many electrons and holes there are, or how much light we need to send down the nanowire to ionise an atom.

You now have a rough idea of what I observed during my thesis. If you have understood everything and find it simple, I invite you to read this manuscript. If, on the other hand, you still don't understand anything, I'm probably the one who didn't explain it properly and I invite you to leaf through my manuscript, looking at the bottom right-hand corner, perhaps you'll get a better *picture* of what I did.



Résumé

L'usage de micro et nano oscillateurs mécaniques permet de réaliser des mesures de force ultrasensibles avec une grande résolution spatiale. Ils sont couramment utilisés pour réaliser l'étude de surfaces grâce à la microscopie à force atomique, apportant des informations complémentaires aux microscopies optiques et électroniques. Ce manuscrit décrit les travaux réalisés avec un nanofil semiconducteur de Carbure de Silicium suspendu comme sonde de force permettant la réalisation de mesures bidimensionnelles de champs de forces avec une sensibilité de quelques attoN/$\sqrt{\text{Hz}}$ à température ambiante. Les variations des propriétés mécaniques du nanofil sous l'action d'un champ de force externe sont détectées grâce à une méthode pompe-sonde optique permettant une mesure quasiment en temps réel. La première partie de ce manuscrit se focalise sur l'étude des champs de force apparaissant à proximité d'une surface métallique nanostructurée, à savoir les forces électrostatiques et la force de Casimir générée par les fluctuations du vide électromagnétique. Nous présentons une méthode générale de compensation des champs électriques résiduels à deux dimensions ainsi qu'une preuve de principe expérimentale. La seconde partie porte sur l'étude d'une force électro-optique apparaissant lorsque le nanofil est soumis à une combinaison d'excitation optique et de champs électriques intenses. L'absorption du laser de pompe crée des paires électron-trou qui vont générer des ondes de charges se propageant dans le fil, causant une force latérale sous l'action d'un champ électrique transverse. Les variations de cette force en fonction des différentes composantes du champs électrostatique sont comparées à un modèle analytique de transport dynamique des charges permettant une mesure optomécanique sans contact des propriétés électroniques du nanofil. Enfin, on présente une étude de la dépendance des effets électro-optiques en longueur d'onde et en position du laser de pompe le long du nanofil, ainsi que les non-linéarités observées à forte densité de charge.

Abstract

The use of micro and nano mechanical oscillators enables ultra-sensitive force measurements with high spatial resolution. They are commonly used to study surfaces using atomic force microscopy, providing complementary information to optical and electron microscopy. This manuscript describes work carried out with a Silicon Carbide semiconductor nanowire suspended as a force probe, enabling two-dimensional force field measurements to be made with a sensitivity of a few attoN/$\sqrt{\text{Hz}}$ at room temperature. Variations in the mechanical properties of the nanowire under the action of an external force field are detected using an optical pump-probe method allowing near real-time measurement. The first part of this manuscript focuses on the study of force fields appearing in the vicinity of a nanostructured metal surface, namely electrostatic forces and the Casimir force generated by fluctuations in the electromagnetic vacuum. We present a general method for compensating residual electric fields in two dimensions and an experimental proof of principle. The second part focuses on the study of an electro-optical force that appears when the nanowire is subjected to a combination of optical excitation and intense electric fields. Absorption of the pump laser creates electron-hole pairs that generate charge waves propagating in the wire, causing a lateral force under the action of a transverse electric field. The variations in this force as a function of the various components of the electrostatic field are compared with an analytical model of dynamic charge transport, enabling non-contact optomechanical measurement of the nanowire's electronic properties. Finally, we present a study of the dependence of electro-optical effects on the wavelength and position of the pump laser along the nanowire, as well as the non-linearities observed at high charge density.