

---

# DÉVELOPPEMENT D'UN MICROSCOPE EN CHAMP PROCHE OPTIQUE EN MODE COLLECTION DESTINÉ À LA CARACTÉRISATION DE LA PROPAGATION LUMINEUSE DANS DES STRUCTURES PHOTONIQUES

---

## Sommaire

---

<b>III.1 La microscopie champ proche . . . . .</b>	<b>84</b>
<b>III.2 Configuration de détection des forces de cisaillement . . . . .</b>	<b>86</b>
<b>III.3 Détection des ondes évanescentes ; Sonde optique . . . . .</b>	<b>95</b>
<b>III.4 Instrumentation . . . . .</b>	<b>97</b>
<b>III.5 Remarques . . . . .</b>	<b>100</b>
<b>III.6 Conclusion . . . . .</b>	<b>103</b>

---

La microscopie en champ proche en mode collection est une technique de plus en plus utilisée pour l'imagerie de la propagation de la lumière dans des guides et des structures photoniques [59,92,93]<sup>1</sup>. La configuration choisie a déjà fait l'objet de recherches au sein du laboratoire pour un travail similaire [57]. Nous sommes donc bien sûr repartis de cette base en y apportant des améliorations

---

1. Un état de l'art est réalisé dans le chapitre IV.

nécessaires, qui peuvent être classées en deux parties :

- l'une étant une amélioration de la stabilité mécanique,
- l'autre étant une amélioration de l'électronique d'asservissement du système permettant une plus grande facilité de manipulation.

Je décrirai tout d'abord rapidement les différentes configurations utilisées en microscopies champ proche avant de donner une description des différentes parties d'un microscope champ proche de collection.

## III.1 LA MICROSCOPIE CHAMP PROCHE

### 1.1 Présentation générale

La microscopie à sonde locale est née en 1982 avec l'invention du microscope à effet tunnel électronique (STM : *Scanning Tunneling Microscopy* par G. Binnig et H. Rohrer. Cependant, le STM ne permettant pas d'étudier des matériaux isolants, l'AFM (*Atomic Force Microscope*) va être développé quelques années plus tard pour remédier à cet inconvénient.

Les avancées technologiques accomplies pour la réalisation de ces deux types de microscope ont contribué au développement du SNOM (*Scanning Near Field Optical Microscope*), même si l'idée-même de la microscopie optique en champ proche remonte beaucoup plus loin, puisque E. Syngé proposa en 1928 d'utiliser une ouverture de dimensions petites devant la longueur d'onde de la lumière  $\lambda$ , réalisée dans un écran métallique, pour éclairer localement l'objet étudié [94]<sup>2</sup>.

Dans le domaine optique, la microscopie à sonde locale représentée par le SNOM, dont le premier prototype a été présenté par D. Pohl en 1984, a montré une résolution dépassant la limite acquise en microscopie classique, définie par le critère de Rayleigh, qui montre l'impossibilité de résoudre deux points adjacents séparés d'une distance de moins de  $\frac{\lambda}{2n \sin \theta}$  où  $\lambda$  est la longueur d'onde incidente,  $n$  l'indice optique du milieu environnant et  $\theta$  le demi-angle d'ouverture de l'objectif imageur. Le SNOM s'affranchit donc de cette limite et a montré une résolution allant jusqu'à  $20nm$  alors que la microscopie classique ne dépasse pas des résolutions de  $250 - 300nm$ .

---

2. Le lecteur pourra trouver des informations sur le champ proche optique et la microscopie du même nom dans la référence [95] qui présente un état de l'art de ce domaine.

Cette propriété vient du fait que, en microscopie champ proche, on détecte les informations relatives aux détails sub-longueur d'onde de l'objet, donc aux hautes fréquences spatiales correspondant aux ondes évanescentes, qui sont non propagatives et situées au voisinage de la surface de l'échantillon, et donc indétectables par la microscopie classique. À ce jour, de nombreuses configurations de microscopes à champ proche optique existent et permettent nombre d'applications allant de la caractérisation de guides à la spectroscopie. Tout type d'échantillons peut être étudié, qu'ils soient diélectriques, métallisés ou même biologiques.

La première difficulté est de détecter le champ évanescent qui va permettre de remonter à ces informations. Ces informations peuvent par ailleurs être détectées de différentes manières selon la configuration d'éclairage et de détection [95](*SNOM, STOM, R – SNOM, I – SNOM...*). La sonde peut en effet jouer le rôle de nanosource mais dans les cas joue un rôle clef dans la conversion des ondes évanescentes en ondes propagatives détectables. Dans notre cas, le microscope sera utilisé pour cartographier le champ électromagnétique au dessus de guides d'ondes optiques et de nanostructures. Ceux-ci seront les sources d'onde évanescente. La sonde sera utilisée uniquement en mode collecteur.

La seconde vient de ce que la «zone de champ proche optique», c'est-à-dire l'espace où les ondes évanescentes à la surface de l'objet sont détectables, est peu étendu. En effet, les ondes évanescentes ont une «profondeur de pénétration» très faible (moins de  $100\text{nm}$  pour les longueurs d'onde d'étude utilisées lors de ce travail). Il faut donc approcher la sonde à moins de  $100\text{ nm}$  de l'échantillon, la difficulté étant d'éviter toute détérioration de la sonde par contact avec l'échantillon. Cette difficulté est encore accrue par l'utilisation du «shear force» comme moyen de régulation, comme nous le verrons plus loin.

Il existe trois principaux différents modes de déplacements de la sonde au dessus de la surface, schématisés Fig. III.1 :

- Une première technique consiste à asservir la sonde sur l'intensité  $i$  détectée par la sonde (Fig. III.1(a)). Ce mode d'asservissement s'avère efficace dans le cas d'étude d'objet présentant une courbe d'intensité monotone (dans le cas contraire, la sonde s'écraserait à la surface de l'objet) et ne créant pas de variation brutale du champ qui provoquerait des artefacts.
- Une seconde technique consiste à balayer l'échantillon à hauteur constante (voir Fig. III.1(b)). Bien que cette méthode permette d'éliminer tout artefact lié à la topographie, elle est très diffi-

cile à utiliser dans le cas d'objet rugueux ou présentant de fortes variations topographiques sous peine d'écrasement de la sonde.

- Enfin, une dernière technique consiste à balayer la sonde à une distance constante de l'objet (voir Fig. III.1(c)) grâce à une technique d'asservissement que nous décrirons plus loin, puisque c'est cette configuration que nous avons retenue.

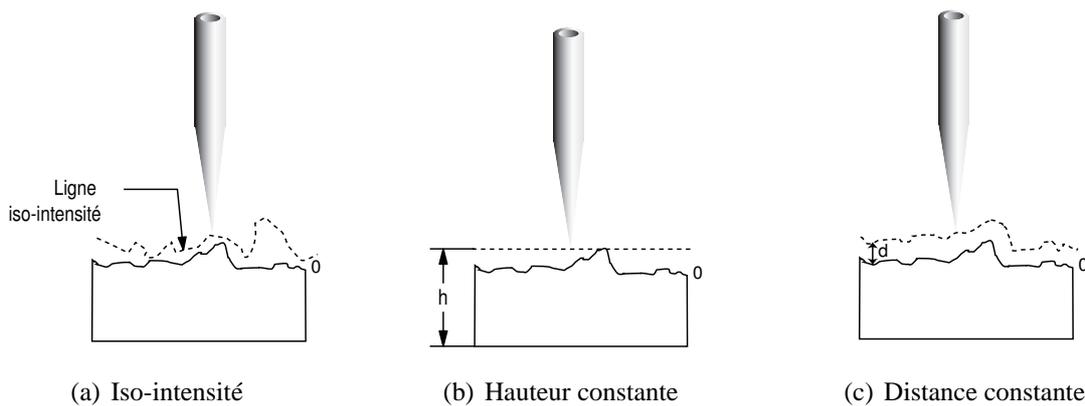


FIG. III.1 – Modes de balayage de la sonde.

La tête du microscope est autonome, c'est-à-dire qu'elle porte les dispositifs d'asservissement, de balayage et de détection (voir Fig. III.2), les guides d'onde devant restés fixes par rapport au système d'injection.

## III.2 CONFIGURATION DE DÉTECTION DES FORCES DE CISAILLEMENT

### 2.1 Différents modes d'asservissement

Le contrôle de la distance sonde/échantillon est un élément important puisqu'il conditionne la résolution optique. Différentes méthodes ont été précédemment proposées :

- par détection du courant tunnel. C'est un procédé inspiré de la technologie STM mais qui a été ensuite adapté à la microscopie optique en champ proche [96]. Cette méthode impose comme contrainte principale la métallisation de la surface et de la sonde.

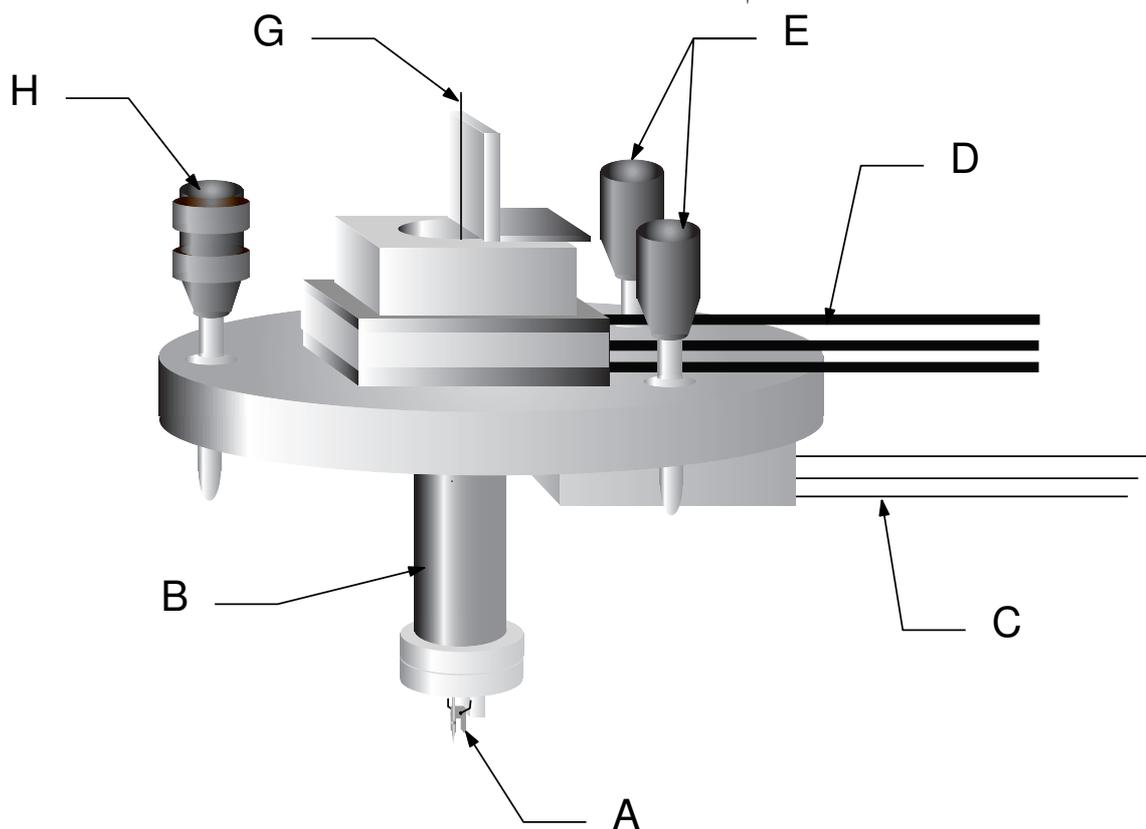


FIG. III.2 – Schéma représentant la tête autonome dans son intégralité. A : diapason portant la sonde, il permet la détection des forces de cisaillement. B : Tube piézo-électrique. C : circuit électronique blindé commandant le diapason. D : Platine de translation piézo commandé par l'ordinateur permettant le balayage. E : Vis micrométrique permettant une approche grossière et de régler l'horizontalité du système. G : Tube capillaire permettant de passer la fibre à l'intérieur du tube piézo-électrique (B). H : Butée différentielle permettant une approche fine.

- par détection et mesure des ondes évanescentes. Cette méthode a quelques inconvénients. La boucle de contre-réaction utilisant comme signal d'erreur l'intensité du signal recueillie par la sonde optique, cette dernière va suivre les lignes d'iso-intensité lumineuse. Dans le cas d'un relief trop important ou de courbe d'intensité non-monotone, il existe des recoupements de ces lignes et de la surface et donc un risque d'écraser la pointe. De plus, en chaque endroit de l'échantillon on doit trouver un champ évanescent, sans quoi l'asservissement perdrait sa mesure de référence.
- par détection des forces de cisaillements . Cette méthode est désormais la plus usitée. Elle présente quelque analogie avec l'AFM. C'est cette dernière qui sera utilisée dans notre cas et sera présentée en détail dans la partie suivante.

## 2.2 Détection des forces de cisaillements : principe

Deux méthodes de détection des forces de cisaillement ont été utilisées au cours de la thèse. Nous avons d'abord repris l'utilisation d'un diapason composé de deux lames piézoélectriques collées sur une embase en acier. Pour des raisons de stabilité, nous avons ensuite préféré utiliser des diapasons d'horloger en quartz.

Cette technique repose sur la détection des forces de surface entre l'échantillon et l'extrémité de la sonde. Elle a été validée et est utilisée dans le domaine de l'optique depuis le début des années 90 sous le nom de régulation par forces de cisaillement ("shear force" en anglais) [97, 98].

Son principe repose sur la détection de l'amplitude de vibration de la sonde qui est excitée par un système mécanique au voisinage de sa résonance mécanique. Cette amplitude de vibration reste stable tant qu'elle oscille librement (l'amplitude de vibration est maximale et vaut  $A_{max}$ ). Puis la sonde, subissant une interaction avec la surface de l'échantillon lorsque la distance les séparant devient faible (typiquement une dizaine de  $nm$ ), se met à vibrer plus faiblement et continue de décroître jusqu'à une valeur minimale ( $A_{min}$ ) qui correspond au contact de la sonde avec l'échantillon (cf. fig. III.3). Il semble que les causes de cet amortissement soient multiples (forces de Van Der Waals, de viscosité, de capillarité etc ...). Il est très difficile de définir leurs effets respectifs et l'amortissement est aussi très dépendant des conditions expérimentales (environnement plus ou moins humide, température ...). Par contre, cette méthode permet d'asservir la sonde sur n'importe quel objet sans préparation particulière préalable (pas de métallisation de l'objet), et dans la plupart des conditions (vide, milieux aqueux etc ...).<sup>3</sup>

L'amplitude de ce signal et donc ses diminutions sont détectées, amplifiées puis dirigées vers une boucle de contre-réaction qui agit sur un tube piézo-électrique pour maintenir la sonde à une amplitude de vibration définie. La sonde restera donc logiquement à distance constante de la surface de l'objet, ce qui permettra d'enregistrer une image topographique en parallèle de l'image optique.

## 2.3 Utilisation de lames piézoélectriques

Pour mesurer les forces de cisaillement, nous avons dans un premier temps utilisé un diapason conçu au laboratoire, composé d'une embase en acier sur laquelle sont fixées deux lamelles piézo-

---

3. Ceci permet l'observation in-vivo d'échantillons biologiques [99].

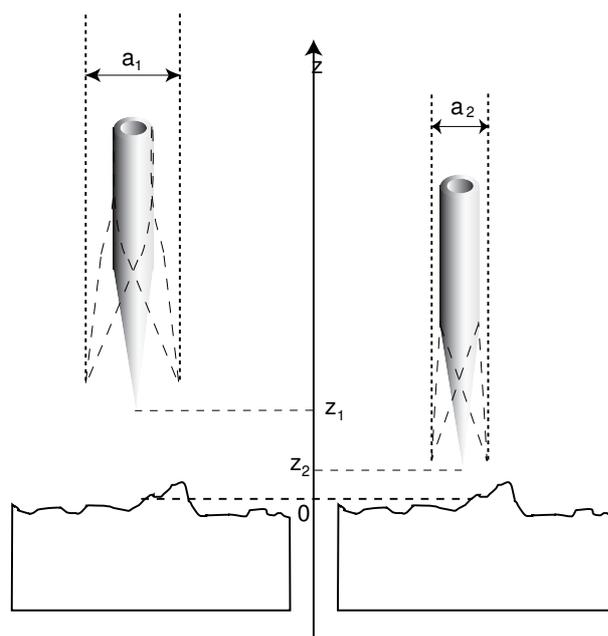


FIG. III.3 – Illustration de l'action des forces de cisaillement sur l'amplitude de vibration de la sonde. A une hauteur  $z_1$ , la sonde a une amplitude de vibration  $a_1$ . Plus elle approche de la surface, plus l'amplitude devient faible.

électriques. (cf. fig. III.4).

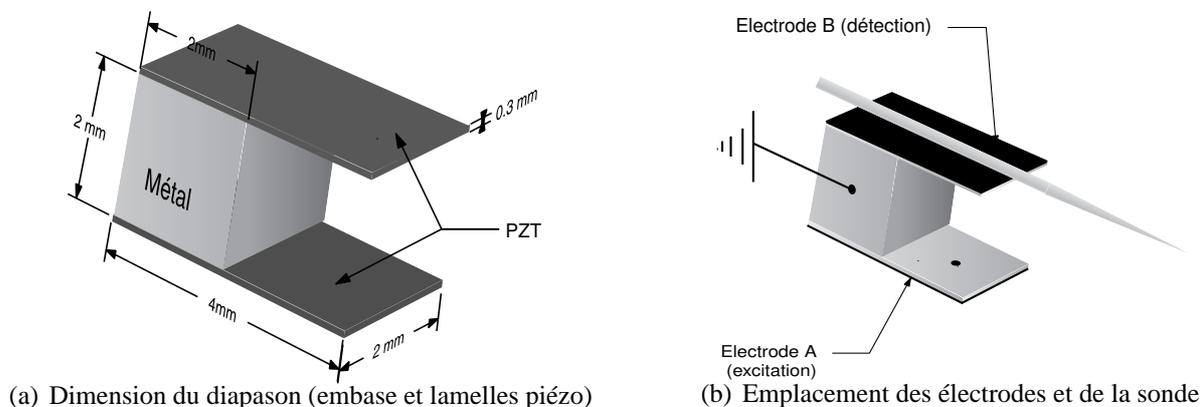


FIG. III.4 – Description d'un diapason fabriqué au laboratoire.

Ce type de détection a déjà fait l'objet d'une étude poussée [57]. Le système est composé de deux lamelles en matériau PZT de taille  $4 \times 2 \times 0.3 \text{ mm}^3$ . Afin que ce système forme un résonateur, ces deux plaquettes sont couplées au moyen d'une embase en acier de  $2 \text{ mm}$  d'épaisseur sur laquelle elles sont collées sur la moitié de leur surface comme montré sur la figure III.4(a). Les électrodes (un film de nickel) recouvrent les faces extérieures pendant que les faces intérieures, également métallisées sont en contact électrique avec l'embase et assurent le rôle de masse (voir fig. III.4(b)). Lorsque l'une des branches de ce système est excitée par un signal sinusoïdal (bras actif), la vibration est transmise

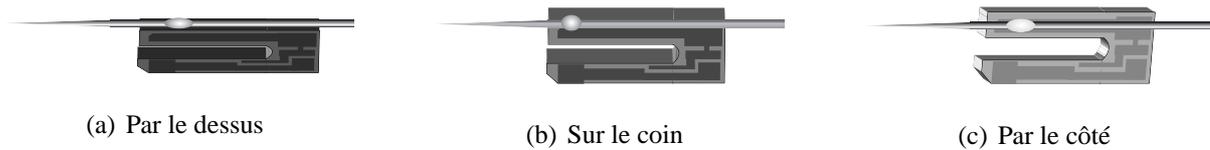
par couplage à travers l'embase sur la deuxième lamelle (bras passif), qui est solidaire de la sonde par collage ou couplage métallique. L'amplitude de vibration de la sonde dans son plan transversal diminue au fur et à mesure que la sonde approche de la surface. Cet amortissement sera détectable sur l'électrode externe, et donc permettra d'asservir la sonde à distance constante puisqu'il dépend directement de la distance de la sonde à la surface de l'échantillon.

Ce système a en outre l'avantage de permettre le couplage mécanique du diapason à la sonde sans collage. En effet, la sensibilité du système de détection est largement dépendante de ce couplage. Le *non-collage* de la pointe, simplement appuyée sur le diapason, présente l'avantage de faciliter le changement de sonde en cas de détérioration de celle-ci lors d'un contact. La méthode développée par D. Mulin [57] et reprise au début de mon travail, permettait de régler la pression permettant à la fibre de venir se solidariser au diapason. Ce moyen de détection, bien que robuste, s'est montré assez difficile à l'usage, du fait principalement de son faible facteur de qualité  $Q \approx 100$  ( $Q = \frac{f_{res}}{\Delta f}$  où  $\Delta f$  est la largeur à  $1/\sqrt{2}$  du maximum d'amplitude du pic de résonance). Pour une meilleure stabilité du système nous avons donc choisi d'utiliser un diapason en quartz (diapason horloger, *Tuning Fork*).

## 2.4 Utilisation d'un diapason horloger

Les diapasons horlogers en quartz sont actuellement le moyen de détection des forces de cisaillement le plus utilisé en microscopie en champ proche [100]. Il a fait aussi ses preuves dans de nombreux domaines nécessitant la détection de forces (microscopie acoustique [101], microscopie à force atomique [102], magnétique [103] ...). Les diapasons en quartz sont connus pour avoir un facteur de qualité très élevé, ce qui les rend sensibles à des forces de friction et de cisaillement très petites, inférieures au  $pN$ , lorsqu'ils sont excités à leur fréquence de résonance typiquement de l'ordre d'une trentaine de  $kHz$ . Par contre, il est cette fois impossible de solidariser efficacement *mécaniquement* sans collage la sonde au diapason, le système ne s'y prêtant guère (taille du diapason, fragilité des bras). On peut citer malgré tout une solution de non-collage proposée par J. Salvi et al. [104], qui consiste à placer la fibre entre les deux branches du diapason, une légère pression au niveau de leur jonction assurant un couplage suffisant.

La solution pour solidariser la fibre au bras du diapason passe donc par le collage (voir Fig. III.5). Pour faire vibrer le diapason, nous avons choisi de l'intégrer dans un circuit électronique résonant [105]. Ce dispositif a l'avantage d'être léger et de pouvoir être facilement intégré à la partie terminale

FIG. III.5 – *Différents collages possibles*

de la tête du microscope. Un amplificateur opérationnel configuré en comparateur, permet de mesurer le déséquilibre entre son entrée  $V_-$  comportant le diapason et son entrée  $V_+$ , composée des impédances propres de celui-ci. Hors résonance, les tensions aux entrées sont égales et le signal en sortie du comparateur est nul. À sa fréquence de résonance ( $f_{r(\text{théorique})} = 2^{15} = 32768\text{Hz}$  dans le vide), le diapason est alors équivalent à sa résistance interne  $R$ , mise en parallèle avec la capacité  $C_0$  due à ces électrodes. Le signal à la sortie du comparateur est alors maximum. En suivant l'évolution de cette tension en fonction de la fréquence d'excitation, nous pouvons obtenir des courbes de résonances. Lorsque le diapason est encore encapsulé, son facteur de qualité  $Q_{\text{vide}}$  dépasse 50000 ( $f_{r(\text{vide})} = 32765\text{Hz}$ ).

La qualité de résonance sera amoindrie par le fait que le diapason devra être décapsulé (sa résonance sera donc amortie par l'air), collé à un support par son embase (voir Fig. III.6) et pour finir collé à la sonde. Le graphe III.7(a) nous présente une courbe de résonance déterminée dans le cas où le diapason est décapsulé, fixé au support mais encore libre de toutes contraintes imposées par la sonde. Le collage à l'époxy (Araldite<sup>TM</sup>) du diapason sur le support est soigneusement effectué de manière à ne pas gêner la vibration des bras. Le pic de résonance dans ce cas se trouve à une fréquence  $f_{r(\text{air})} = 32764\text{Hz}$ , qui reste très proche de la fréquence de résonance dans le vide. Le facteur de qualité est quant à lui atténué ( $Q_{\text{air}} \simeq 11500 \sim Q_{\text{vide}}/5$ ), mais reste néanmoins largement suffisant pour les applications demandées. La fixation du diapason au support ne semble donc pas gêner sa vibration.

La sonde est ensuite couplée au diapason à l'aide d'une colle cyanoacrylate, qui a l'avantage de sécher très vite et d'être efficace en très petite quantité. En effet, pour ne pas alourdir le bras du diapason, on doit utiliser le minimum de colle possible. Pour éviter les contraintes mécaniques dues à une courbure de la fibre, qui pourrait être la conséquence d'un mauvais alignement entre la fibre et le bras du diapason, nous l'avons guidée à l'aide d'une petite plaque fendue permettant de laisser passer le capillaire amenant la fibre à l'extrémité de la tête de microscope et pouvant coulisser (voir Fig. III.6). On peut ainsi venir affleurer le bras du diapason avec la fibre. Une goutte de cyanoacrylate

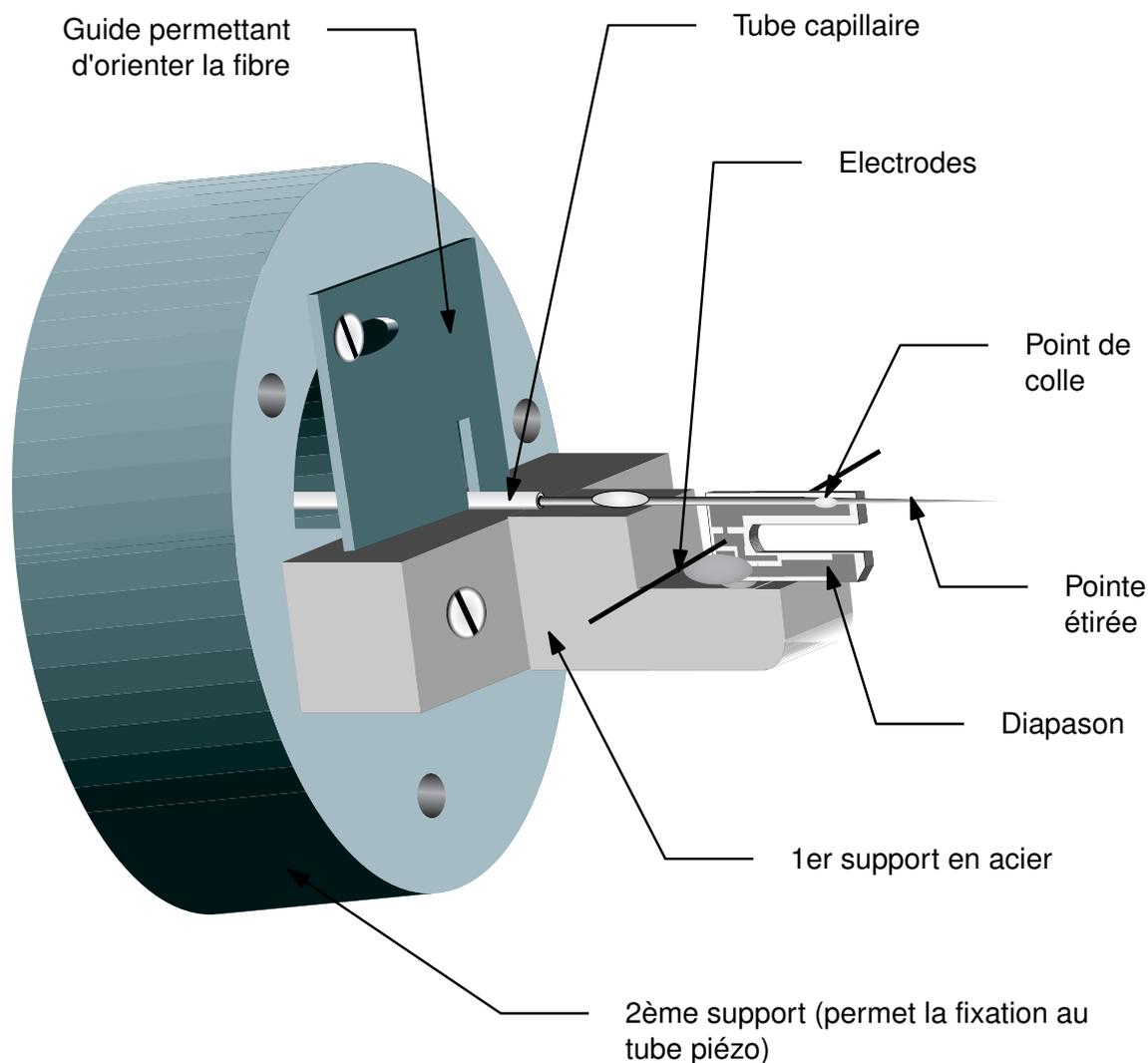
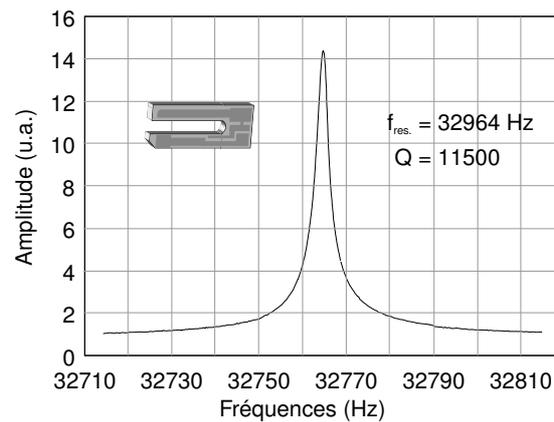


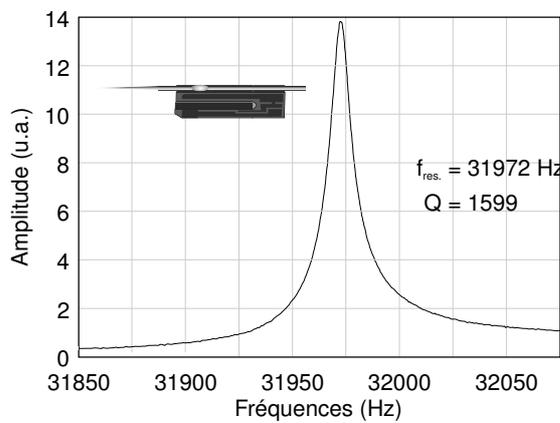
FIG. III.6 – Schéma représentant le diapason sur son support (extrémité de la tête du microscope). Le diapason est collé sur un support permettant d'approcher la fibre pour qu'elle soit convenablement placée pour le collage. La partie cylindrique sur lequel est vissé le support est lui-même vissé au tube piézo. La fibre est amenée jusqu'au diapason par un tube capillaire.

est déposée pendant quelques minutes sur un morceau de papier de manière à la rendre plus visqueuse par évaporation du solvant et éviter qu'elle ne migre tout le long du contact entre fibre et diapason. Nous appliquons ensuite une petite quantité de cette colle prélevée par un capillaire sur la fibre au niveau du bout du bras du diapason (voir Fig. III.5). La fibre est spontanément fixée au diapason. Cependant, pour permettre une meilleure rigidité de couplage, il est préférable de laisser sécher la colle pendant quelques heures. Un autre point de colle ou un ruban adhésif permet de coller la fibre sur le support (voir Fig. III.6), permettant de rigidifier le système et le rendre insensible aux mouvements de la fibre en amont du diapason.

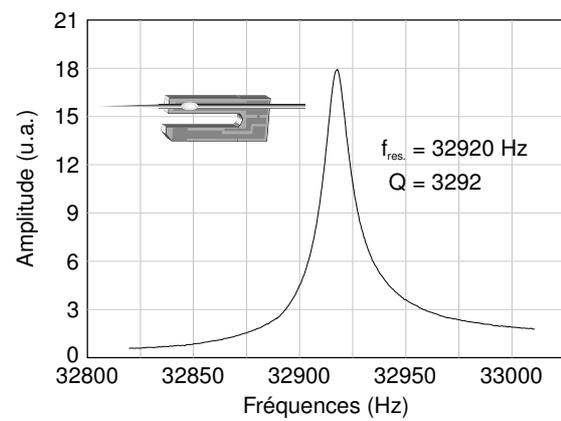
Nous avons essayé différents types de collage, représentés Fig. III.5. Nous avons déterminé pour



(a) Courbe de résonance à vide (diapason collé sur son support, sans fibre).



(b) Courbe de résonance avec la fibre collée au dessus du diapason.



(c) Courbe de résonance avec la fibre collée sur le côté du diapason.

FIG. III.7 – Courbes de résonances d'un diapason d'horloger mesurées pour trois cas.

chaque type de collage une courbe de résonance. L'aspect des courbes de résonance est en effet déterminant pour la détection des forces de cisaillement. En effet, le système réagit différemment selon l'allure de la courbe. Un fort facteur de qualité entraînera une meilleure sensibilité du système mais aussi une instabilité. Inversement, pour des facteurs de qualité faibles (tel était le cas des diapasons fabriqués au laboratoire), le système est stable mais moins sensible. Nous nous sommes aperçus que selon l'emplacement du collage de la sonde sur le bras du diapason, les courbes de résonance varient. Par exemple, la fibre collée au dessus du bras du diapason (Fig. III.5(a)) permet au diapason de garder sa sensibilité ( $Q_{dessus} \simeq 1600^4$ ), mais en constatant une légère translation de la fréquence de résonance vers les valeurs inférieures ( $f_{r(dessus)} = 31972Hz$  pour notre exemple Fig. III.7(b)). Par contre, nous observons dans ce cas une très grande sensibilité au collage, il est en effet très facile de paralyser le bras (et donc de tuer la résonance). Le collage sur le côté du bras (Fig. III.5(c)) est plus simple à effectuer dans la mesure où le bras du diapason sera moins rigidifié. Nous observons sur la courbe de résonance correspondant à ce cas (Fig. III.7(c)) une translation de la fréquence de résonance, mais cette fois vers les valeurs supérieures ( $f_{r(côté)} = 32920Hz$  et un facteur de qualité  $Q_{cote} \simeq 3290$ ). Le collage sur le coin du bras du diapason (Fig. III.5(b)) n'a pas montré de différences avec le collage par dessus.

Ces configurations peuvent donc toutes être utilisées pour nos applications, puisqu'elles ont montré dans tous les cas une bonne sensibilité. Pour avoir un bon compromis entre un système stable et sensible, nous avons trouvé qu'il valait mieux avoir des facteurs de qualité compris entre 1000 et 3000, ce qui est le cas ici. Nous utiliserons plutôt le collage sur le côté de la fibre, qui semble être une solution plus reproductible et qui risque moins de provoquer une *paralysie* du bras.

La colle cyanoacrylate s'avère assez aisée à utiliser. La quantité utilisée pour coller la fibre étant très faible, elle est facile à dissoudre. Globalement, le diapason est réutilisable pour un nouveau collage de la fibre une dizaine de fois sans perte de la qualité de vibration.

---

4. *Remarque* : Les valeurs (facteur de qualité, fréquence de résonance) indiquées pour les différents collages peuvent varier légèrement selon le collage et celles-ci sont indiquées à titre d'illustration. Les fréquences de résonance peuvent varier de l'ordre de 500 Hz, voire les résonances annihilées selon la qualité du collage.

## III.3 DÉTECTION DES ONDES ÉVANESCENTES ; SONDE OPTIQUE

### 3.1 Présentation

En microscopie champ proche, on distingue habituellement deux configurations de sondes :

- Les sondes dites *sans ouvertures*. Ce sont des pointes métalliques ou diélectriques (A-STOM [106] ou microscope hybride SNOM-AFM [107]) dont l'extrémité d'une taille nanométrique joue le rôle de centre diffusant.
- Les sondes à *ouverture* caractérisées par un nano-trou au bout de l'apex de la pointe qui permet soit d'éclairer l'objet, soit de capter le champ évanescent frustré à la surface de l'échantillon.

Dans les deux cas, la résolution latérale dépend de la dimension terminale de la sonde, elle est d'autant meilleure que le diamètre sub-longueur d'onde de l'apex est petit. Cependant, il est évident que selon le type d'application souhaitée, la sonde doit répondre à un certain nombre d'exigences particulières dues à son double rôle de capteur de force de cisaillement et de capteur optique.

Dans notre cas, la sonde sera à ouverture et fonctionnera en détection, l'injection lumineuse se faisant par l'échantillon. Nous avons choisi de travailler avec une sonde diélectrique fabriquée à partir d'une fibre optique étirée en pointe, qu'il est possible de métalliser.

### 3.2 Fabrication de la pointe

La forme de pointe de la sonde diélectrique peut être obtenue par différentes techniques telles que l'attaque chimique [108], l'étirage à chaud ou la combinaison des deux techniques, ou encore l'usinage FIB [109, 110].

La technique la plus usitée actuellement pour la fabrication des sondes optiques est l'amincissement d'une fibre optique par étirage à chaud. Elle est issue du domaine de la biologie où elle était destinée à la fabrication de micropipettes [111] et a été transposée pour les fibres optiques dans le début des années 90 [112]. Cette technique consiste à chauffer localement par rayonnement infrarouge d'un laser  $CO_2$  la fibre optique préalablement dénudée de sa gaine, tout en maintenant sur elle une tension mécanique (voir Fig.III.8). La partie de la fibre chauffée par le laser devient visqueuse et une force constante induit un premier étirement qui s'accélère. Lorsque la vitesse d'étirement atteint une certaine valeur de consigne, une seconde traction plus violente est imprimée avec une force choisie,

amenant la fibre à la rupture. Cette opération a été effectuée au laboratoire par l'étireuse commerciale Sutter P-2000, constituée d'un laser  $CO_2$  proposant 5 W en puissance maximale et d'un système d'étirage mécanique contrôlé. Cette machine permet le réglage de 5 paramètres (la dimension de la zone chauffée, la puissance du laser, la consigne de vitesse, la force de traction finale et le délai, positif ou négatif, entre cette traction et l'extinction du laser) et d'effectuer un seul cycle de chauffage-étirage ou en plusieurs jusqu'au point de rupture, donnant à la pointe des aspects différents. L'aspect des pointes étirées se compose habituellement en trois parties : un premier taper, un filament et un dernier taper (l'apex). La sonde choisie pour ce travail a une forme conique, forme déjà utilisée au laboratoire dans le cadre de caractérisation de structure nanométrique [57, 99] car elle offre la meilleure reproductibilité.

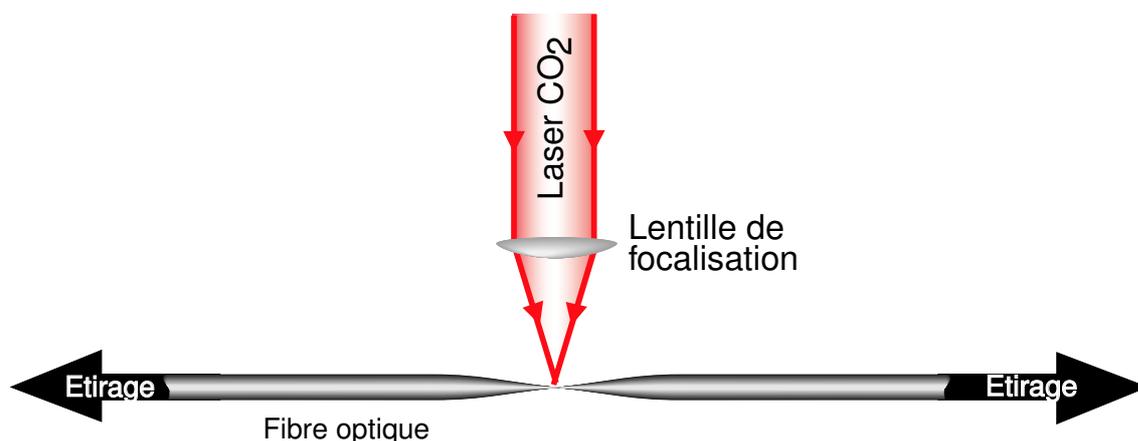


FIG. III.8 – Principe de l'étirage par chauffage laser.

La fibre utilisée est une fibre multimode Alcatel 62,5/125 qui a montré au cours des essais une meilleure transmission optique qu'une fibre monomode. Le programme de fabrication choisi est en une seule étape d'étirage-chauffage, permettant des pointes de forme conique dont la partie terminale fait environ 100 nm de diamètre.

Pour affiner ces pointes et atteindre des diamètres de l'ordre de 50nm, il serait possible de procéder après étirage à une attaque chimique à l'acide fluorhydrique [113]. Nous avons utilisé les sondes sous leur forme diélectrique, mais il est possible après ces étapes de procéder à une métallisation qui permettrait d'améliorer la résolution optique, au prix d'un rapport signal/bruit dégradé [57].

## III.4 INSTRUMENTATION

### 4.1 Présentation générale

La figure III.9 montre le montage expérimental dans son ensemble. Nous pouvons voir au centre la tête autonome du microscope, déjà présentée Fig. III.2, posée sur son support.

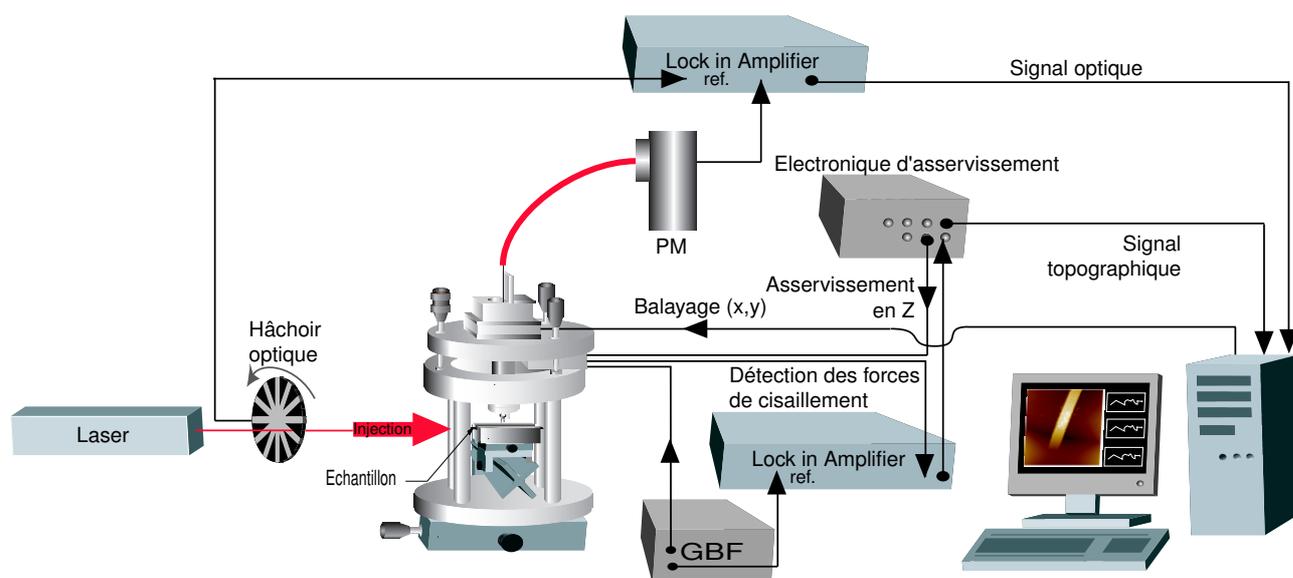


FIG. III.9 – Schéma général du montage expérimental.

Le microscope est commandé par un ordinateur qui effectue d'une part la commande simultanée de l'enregistrement des signaux topographiques et optiques, d'autre part la commande du translateur piézo-électrique permettant le balayage  $(x,y)$ . L'interfaçage est effectué par 2 cartes de conversion 16 bits respectivement analogique/numérique et numérique/analogique. Le logiciel, développé par G.Rachard en Turbo C++ de Borland fonctionnant sous DOS est utilisé depuis plusieurs années dans l'équipe.

Le montage se décompose principalement en deux fonctions décrites sur la Fig. III.9. La première, partant de la détection des forces de cisaillement par la pointe collée sur le diapason, permet l'asservissement de cette pointe à distance constante de l'objet et permet l'acquisition sur l'ordinateur du signal topographique. La seconde, partant de l'onde optique recueillie par la pointe, aboutit au signal optique, après avoir été transformée et amplifiée par un photo-multiplieur (PM sur la figure).

## 4.2 Asservissement et balayage

### 4.2.1 Système d'asservissement

Nous avons vu dans les parties précédentes que le couple diapason/fibre étirée permettait de capter les forces de cisaillement lors de l'approche de la pointe vers la surface de l'échantillon. Cette mesure des forces de cisaillement agit sur l'amplitude de vibration du diapason, excité à sa fréquence de résonance par un générateur basse fréquence (GBF). Cette vibration est transformée par le diapason en une certaine amplitude de courant. Ce signal est ensuite démodulé grâce à un amplificateur synchrone (Lock-in Amplifier) avant d'être injecté dans l'électronique de contrôle, qui pilote un amplificateur haute tension. La boucle de contre-réaction est fermée par l'intermédiaire d'un dispositif d'entraînement piézo-électrique permettant d'ajuster la distance pointe-échantillon. L'électronique comprend un système PID (Proportionnel-Intégrateur-Dérivateur), système souvent utilisé pour les circuits d'asservissement et permettant des réglages qui influencent la rapidité de réaction, la stabilité du système, la valeur de l'amortissement (nous verrons ce circuit plus en détail dans la partie 5.3).

L'amplificateur haute tension permet d'agir sur un tube piézo-électrique (voir Fig. III.10(a)). L'électrode recouvrant la face extérieure est reliée à la masse et celle recouvrant l'intérieur du tube est reliée à l'alimentation haute tension de l'électronique de contrôle. Le graphe III.10(b) nous donne une mesure de l'allongement du tube en fonction de la tension qui lui est délivrée. On remarque une faible hystérésis, caractéristique des matériaux piézo-électriques. Au maximum, le tube pourra se rétracter de  $4\mu m$ .

En mesurant l'amortissement de la vibration de la pointe lors de l'approche de la surface de l'échantillon et en le corrélant avec le déplacement en  $z$  de la sonde, on obtient une courbe d'approche (voir graphe III.11). Le graphe montre deux courbes, l'une avec la boucle ouverte (sans asservissement, trait plein), l'autre avec la boucle fermée (en pointillé) avec une consigne fixée à une amplitude  $A_d$ , fixé ici à 50% de l'amplitude de vibration maximale  $A_{max}$ . Dans le cas de la boucle ouverte, on observe une amplitude de vibration constante lors de l'approche (1) jusqu'à un point  $A$  à partir duquel l'amplitude chute jusqu'à ce que la pointe vienne s'écraser à la surface de l'échantillon (3). Dans le cas de la boucle ouverte, le circuit de contre-réaction agit et permet à la pointe de se stabiliser à une certaine amplitude  $A_d$ , défini par la consigne et de permettre à la pointe de rester à une distance constante de l'échantillon (2). On peut aussi remarquer que le signal est moins bruité dans le cas où l'asservissement est en place. ceci peut s'expliquer par l'intégration à l'entrée de la boucle de

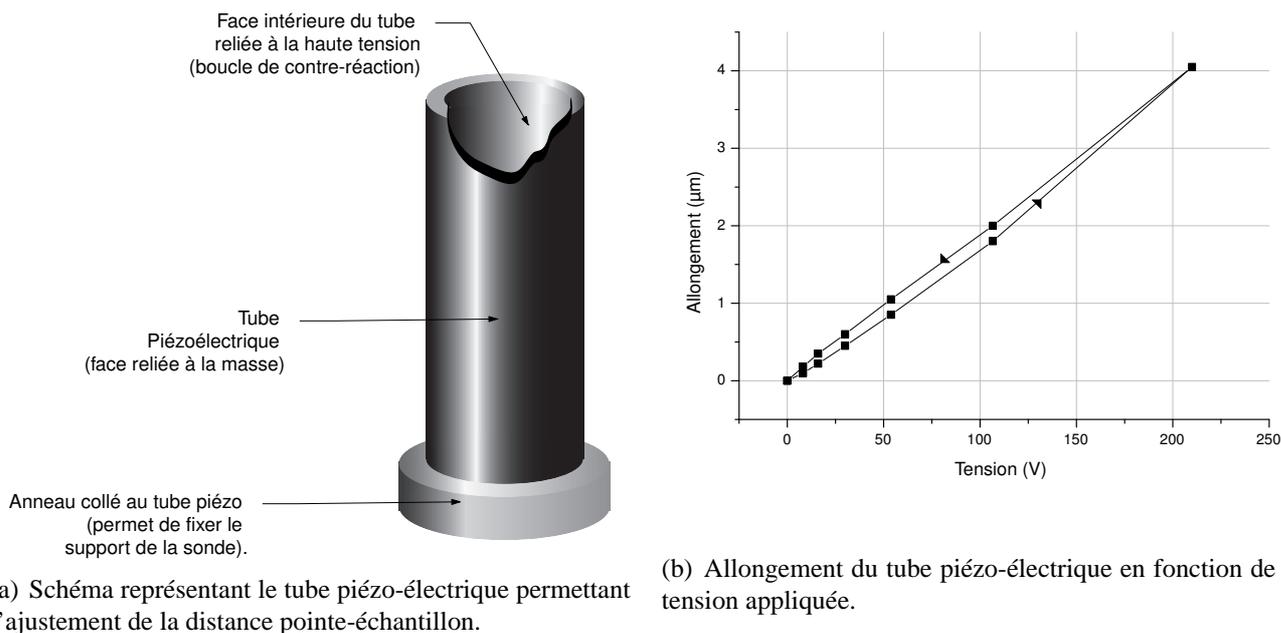


FIG. III.10 – Caractéristiques du tube piézo-électrique

contre-réaction du bruit détecté lors de l'oscillation de la pointe (1) ou par la correction constamment apportée par l'asservissement pour maintenir la tension constante (2).

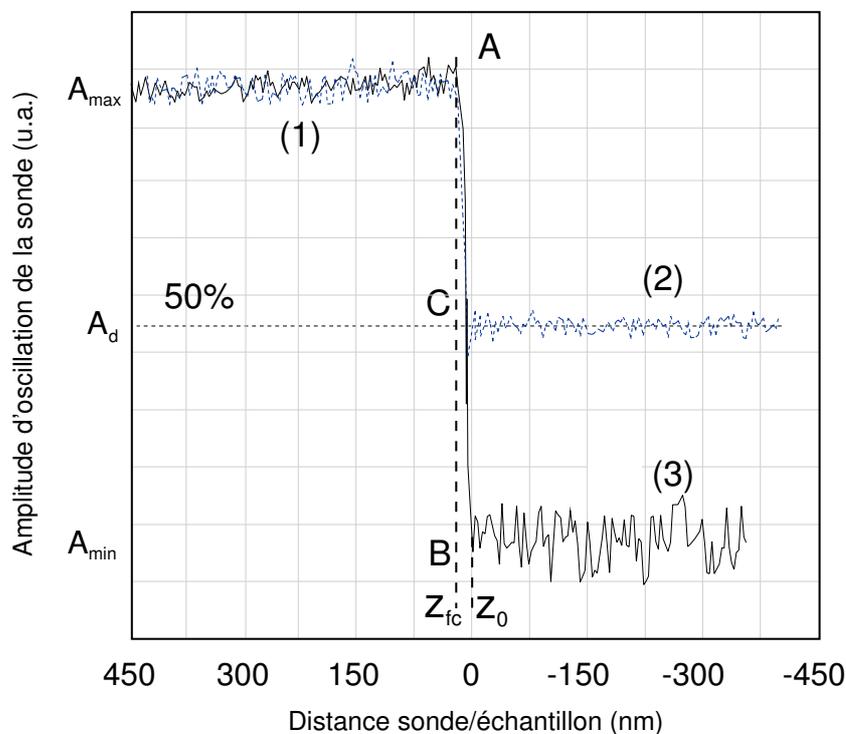


FIG. III.11 – Courbe d'approche avec une consigne d'asservissement fixée à 50% de  $A_{max}$ . La courbe en pointillé représente l'approche avec boucle d'asservissement fermée et celle en traits pleins la courbe d'approche pour une boucle ouverte.

Ce dispositif permet donc de fixer la pointe à une distance constante de l'échantillon (estimée proche de  $10nm$  dans notre cas). Il reste donc à pouvoir translater la sonde au-dessus de l'échantillon pour pouvoir faire des acquisitions.

#### 4.2.2 Système de balayage

Le tube piézo-électrique servant uniquement à l'asservissement, c'est-à-dire à un déplacement selon  $z$ , le balayage selon  $(x,y)$  est pris en charge par un dispositif annexe. Les échantillons que nous devons observer présentant des structures étendues sur des surfaces de l'ordre de la centaine de  $\mu m^2$ , le choix s'est porté sur l'utilisation d'une platine de translation bi-dimensionnelle *Piezosystem Jena PXY 101NV/SG*, contrôlable par un signal analogique 0-10 V. Cette platine permet de réaliser des balayages sur des distances maximum de  $80 \times 80 \mu m^2$  et minimum de  $2,5 \times 2,5 \mu m^2$ , compte tenu de la dynamique permise par l'échantillonnage numérique.

### 4.3 Détection optique

Lors du balayage de la sonde à quelques nanomètres de la surface de l'échantillon, le champ évanescent à la surface de l'échantillon est frustré par la pointe et guidé par la fibre optique (passant par un capillaire au centre du tube piézo-électrique) jusqu'à un photomultiplicateur (PM) *Hamamatsu Photonics R955* dont la photocathode est optimisée pour l'intervalle spectral  $400 - 900nm$ . Afin d'assurer un bon couplage, le PM est fibré par un connecteur SMA.

Pour augmenter le rapport signal sur bruit, nous avons utilisé en injection un hacheur optique (voir Fig.III.9) fonctionnant à une fréquence de  $1500Hz$ , servant de référence à un amplificateur synchrone. Le courant photoélectrique est, après une conversion courant-tension, dirigé vers l'amplificateur synchrone. Nous avons ainsi pu travailler à des tensions d'alimentation pour le PM de l'ordre de  $800V$ .

## III.5 REMARQUES

### 5.1 Problème de stabilité

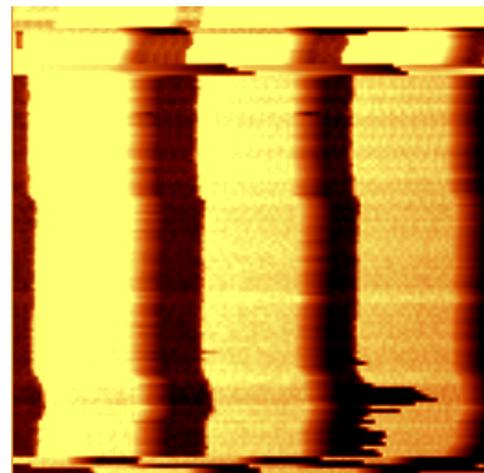
Le microscope champ proche ainsi fabriqué a montré au début de ce travail une très grande sensibilité à des perturbations extérieures qu'il nous a été très difficile à identifier. Je montrerai dans

cette partie les différentes modifications faites au système pour permettre la stabilité nécessaire à la caractérisation de structure nanoscopique.

En effet, les premières images topographiques effectuées montraient un bruit important se caractérisant par une oscillation interdisant parfois l'asservissement, la pointe venant s'écraser sur l'échantillon (cf. fig. III.12).



(a) Image topographique de billes d'or (diamètre  $500\text{nm}$ )



(b) Image topographique d'un réseau de période  $1\mu\text{m}$

FIG. III.12 – Exemples d'images bruités

Ces images avaient été obtenues avec la première version du microscope utilisant un diapason fabriqué au laboratoire, comme il a été décrit dans la partie 2.3.

Nous avons donc décidé de changer de moyen de détection, en passant à un diapason horloger en quartz, ce qui a imposé un remaniement complet de la tête de microscope puisque les conditions de fixation de la fibre n'était plus les mêmes. Nous avons remarqué dans ce cas quelques améliorations, un asservissement plus facile à obtenir et une plus grande rapidité de réaction de la boucle de contre-réaction.

Cependant, nous n'avons pas pu totalement, par ce changement, annihiler les vibrations parasites apparaissant sur les images topographiques. Ces vibrations, assez régulières, de l'ordre d'une dizaine de Hertz, pouvaient avoir deux origines, l'une mécanique (manque de stabilité du support, tube piézo-électrique), l'autre purement électronique, due au circuit d'asservissement.

## 5.2 Améliorations faites à la mécanique du système

Une étude de la tête nous a montré plusieurs causes possibles à l'instabilité mécanique : cela pouvait venir du tube piézoélectrique, qui contrôle le mouvement de la pointe en  $z$ , de la platine de translation  $XY$ , ou tout simplement de vibrations transmises par l'extérieur (par le sol, malgré la table à coussin d'air, à travers le support de la tête de microscope, par l'air, . . .).

Notre attention s'est principalement portée vers le support de la tête. En effet, dans la première version du microscope, l'ensemble de la tête autonome est portée par trois tiges d'acier, de  $150\text{mm}$  de hauteur et d'un diamètre de  $20\text{mm}$ . Nous avons donc remplacé ces trois tiges par 4 barreaux de plus grand diamètre ( $50\text{mm}$ ) et nous avons ajouté au dessus de ces tiges un anneau qui permet à la fois de solidariser ces colonnes et de porter la tête de microscope, comme montré sur la figure III.13.

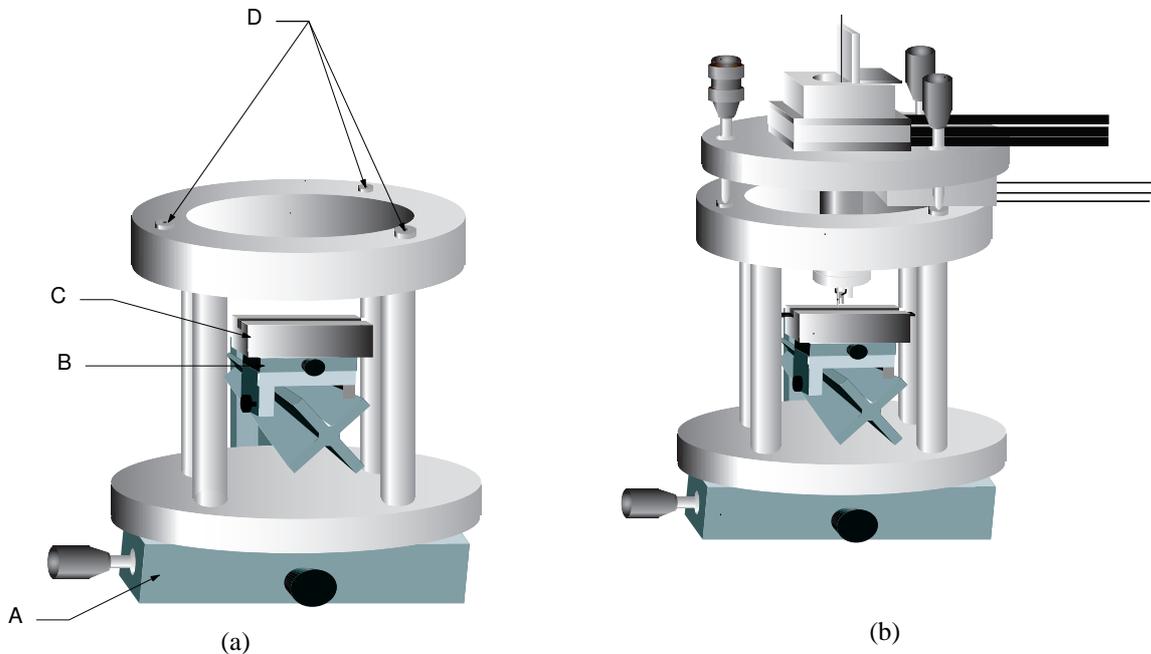


FIG. III.13 – Support modifié pour une plus grande stabilité. A : platine de translation ( $x,y$ ) permettant de déplacer la tête à la surface de l'échantillon. B : Un cavalier fixé sur un banc en  $X$  permet de porter une platine de translation sur laquelle est fixée le porte échantillon (C). D : trois vis dans lesquelles ont été gravés des encoches (rond, trait, croix) permettant une bonne stabilité de la tête une fois posée. La partie portant la tête autonome et l'échantillon porté par le banc en  $X$  sont indépendantes.

## 5.3 Améliorations apportées à l'électronique

En ce qui concerne la partie électronique (schéma III.14), nous avons apporté quelques modifications aux circuits de contre-réaction. Celle-ci reçoit en entrée un signal venant du diapason via

l'amplificateur synchrone, et le compare à un autre signal dit de consigne (réglable via le potentiomètre POT1). Lorsque le signal d'entrée dépasse la consigne, la boucle de contre-réaction se met en marche et relève la sonde via le tube piézoélectrique (voir partie 4.2.1).

La tension d'erreur issue de cette comparaison signal/consigne est transmise à un amplificateur opérationnel (AO) (U2:A sur le schéma III.14) monté en intégrateur/amplificateur. La constante de temps d'intégration dépend du réglage du potentiomètre POT2 ainsi que des condensateurs C13 à C18. Ce réglage agit sur la vitesse de réaction de la pointe. Le gain en continu dépend de POT2 et des résistances R24 à R28. Ces deux réglages sont liés. On remarque qu'avec un temps d'intégration court, permettant des réactions vives de la pointe, le signal montre des oscillations. Inversement, pour obtenir un signal sans oscillation, il est souvent indispensable de choisir un temps d'intégration plus long. Dans les deux cas, nous risquons d'écraser la pointe contre la surface de l'échantillon. Nous avons donc changé les valeurs des résistances et condensateurs précédemment utilisé (voir (A) dans le schéma III.14) de manière à obtenir un plus grand choix de réglages permettant de trouver le meilleur compromis entre bon rapport Signal/Bruit et réaction rapide de la pointe. Pour tester la réaction du circuit d'asservissement, nous avons rajouter une entrée de test (nommé MOD, voir (B) sur le schéma III.14), permettant, en boucle ouverte, c'est-à-dire quand l'interrupteur (D) est ouvert, d'injecter dans le circuit une modulation (habituellement un signal créneau) produite par un GBF et d'observer la réponse du circuit d'asservissement. Enfin, nous avons rajouté aussi un interrupteur qui permet dans un sens une approche automatique (avec une certaine vitesse réglée par le signal de consigne) de la sonde sur une centaine de  $nm$  (la sonde est asservie à une distance de la surface de  $10nm$  environ en conditions optimales) et dans l'autre sens, qui permet de relever rapidement la sonde (voir (D) sur le schéma III.14).

Toutes ces modifications ont apporté une amélioration significative du comportement du microscope ainsi qu'une facilité d'utilisation accrue. La figure III.15 montre une image  $4 \times 4\mu m^2$ , sans bruit. On peut discerner les nanostructures qui ont été gravées par FIB sur un guide d'onde ( $d = 200nm$ ).

## III.6 CONCLUSION

Les systèmes d'asservissement basés sur la détection des forces de cisaillement sont actuellement les plus usitées dans les différents microscopes optiques en champ proche. Nous avons fait le choix

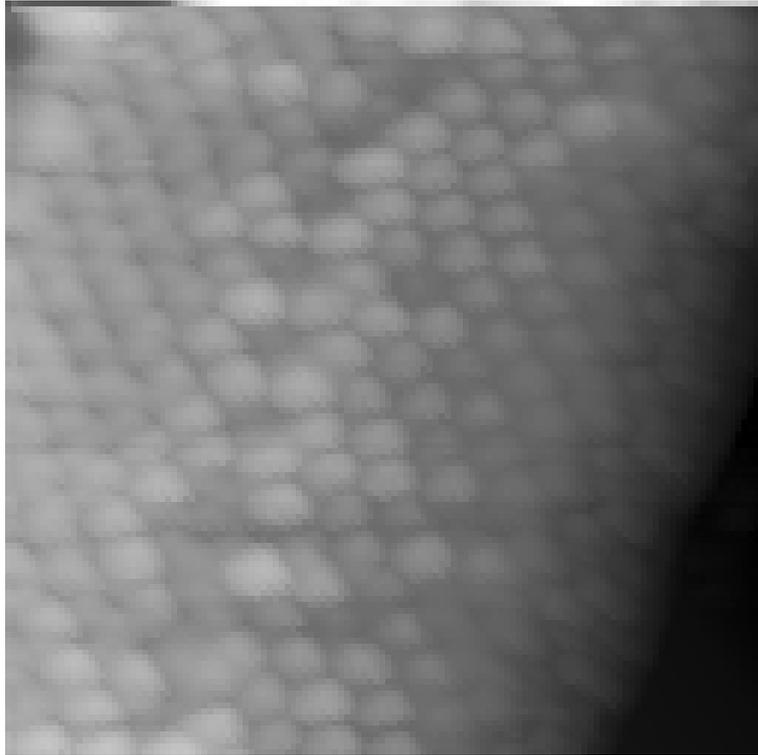


FIG. III.15 – Exemple d'image topographique obtenue après modification du microscope ( $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ ). Nanostructures avec ligne de lacunes gravées sur un guide d'onde.

d'utiliser un diapason horloger en quartz comme détecteur de ces forces. Après avoir éprouver la stabilité mécanique des supports et électronique du circuit d'asservissement, nous avons pu obtenir des images sans bruits qui permettront la caractérisation de nanostructures.

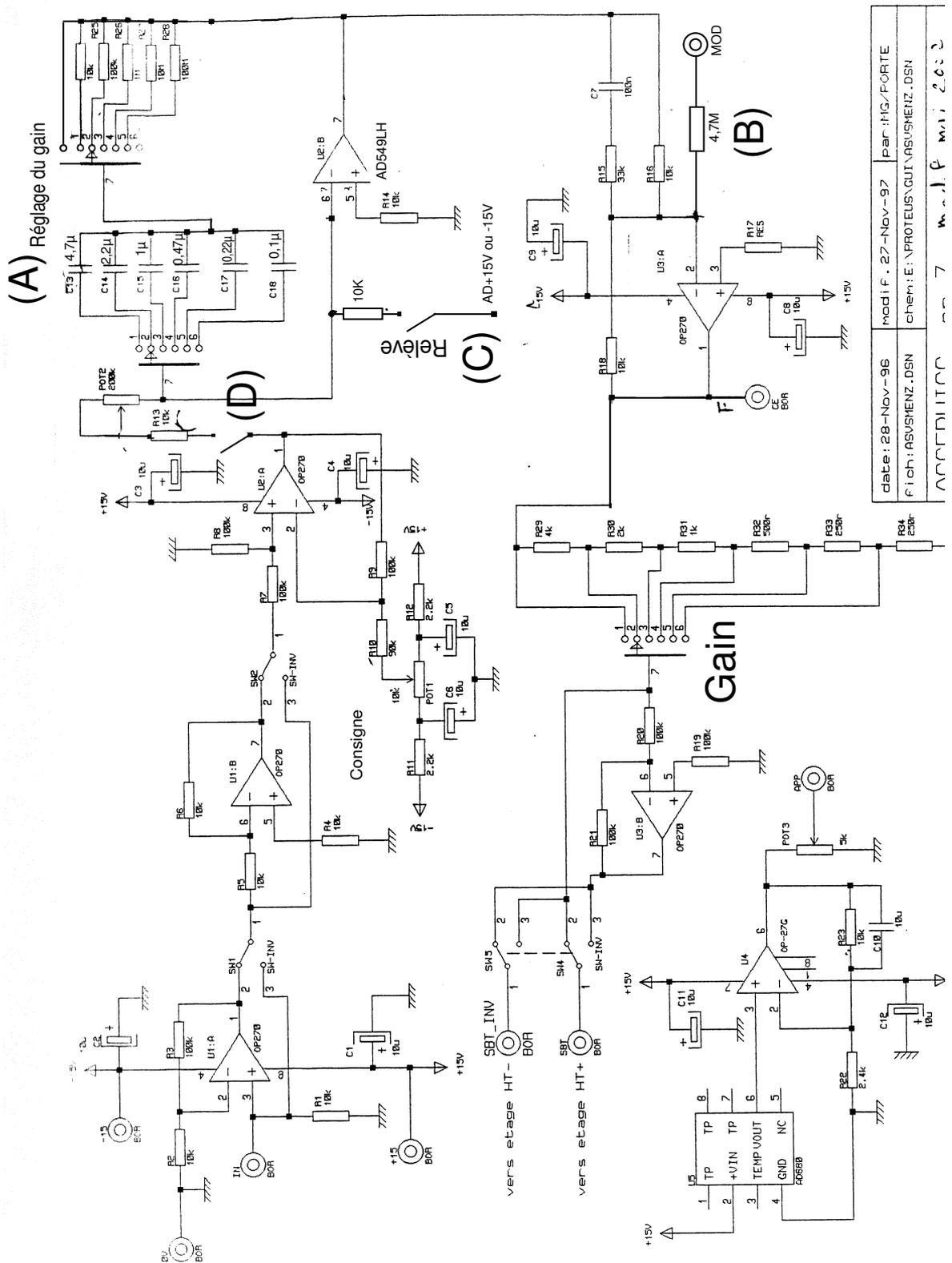


FIG. III.14 – Circuit électronique d’asservissement. Les principales modifications sont repérées par les lettres (A), (B), (C) et (D).