



**HAL**  
open science

# Le champ proche optique. Théorie et applications

Daniel Courjon, Claudine Bainier

► **To cite this version:**

Daniel Courjon, Claudine Bainier. Le champ proche optique. Théorie et applications. Daniel Courjon, Claudine Bainier. Springer-Verlag France et France Télécom R&D, pp.344, 2001, Collection technique et scientifique des télécommunications. hal-00574699v1

**HAL Id: hal-00574699**

**<https://hal.science/hal-00574699v1>**

Submitted on 9 Mar 2011 (v1), last revised 18 Mar 2011 (v2)

**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.

# **Le champ proche optique**

## Théorie et applications

Daniel Courjon  
Claudine Bainier  
ed.

*Collection technique et scientifique des télécommunications*  
Springer-Verlag France et France Télécom R&D, Paris, 2001  
ISBN 2-287-59720-4

Partie 2/3

Préface

I. Théories et modélisations

**II. Expérimentation** (pages 115 -214)

III. Exemples d'applications

**Bibliographie** (pages 321 -344)



# Table des matières

0.1	À propos d'ondes évanescentes . . . . .	19
0.1.1	Les propriétés de l'onde évanescente . . . . .	20
0.1.2	Conséquences de ces caractéristiques . . . . .	21
<b>I</b>	<b>Théories et modélisations</b>	<b>23</b>
<b>1</b>	<b>Introduction aux concepts</b>	<b>29</b>
1.1	Introduction . . . . .	29
1.2	Propagation d'un faisceau . . . . .	30
1.2.1	Position du problème . . . . .	30
1.2.2	Formule de propagation du champ : spectre angulaire. . . . .	30
1.2.3	La propagation est un analyseur de spectre . . . . .	32
1.2.4	La propagation est un filtre passe-bas de fréquences spatiales . . . . .	33
1.3	Le principe de Huygens-Fresnel retrouvé . . . . .	33
1.3.1	Introduction . . . . .	33
1.3.2	Développement d'une onde sphérique en ondes planes . . . . .	34
1.3.3	Le principe de Huygens-Fresnel . . . . .	34
1.3.4	Approximation de champ lointain ou de Fraunhofer . . . . .	34
1.4	Rayonnement en champ proche . . . . .	35
1.4.1	Champ électrostatique dipolaire . . . . .	35
1.4.2	Champ rayonné par un dipôle et limite électrostatique . . . . .	36
1.4.3	Champ rayonné et champ diffusé . . . . .	37
1.4.4	Singularité du tenseur de Green et champ local . . . . .	38
1.4.5	Équation intégrale pour le champ électrique . . . . .	39
<b>2</b>	<b>Modélisation</b>	<b>41</b>
2.1	Introduction . . . . .	41
2.2	Détection de champs confinés . . . . .	42
2.2.1	Position du problème . . . . .	42
2.2.2	Application du théorème de réciprocité . . . . .	42
2.2.3	Comment déterminer le champ réciproque? . . . . .	44
2.2.4	Applications : effets de polarisation et réponse spectrale . . . . .	45
2.3	Imagerie de structures diélectriques localisées . . . . .	46
2.3.1	Position du problème . . . . .	46
2.3.2	Application du théorème de réciprocité . . . . .	49
2.3.3	Calcul du signal mesuré . . . . .	50
2.3.4	Concept de réponse impulsionnelle : validité et utilité . . . . .	50
2.3.5	Cas des microscopes sans ouverture . . . . .	51
2.4	Conclusion . . . . .	52

<b>3</b>	<b>Méthode perturbative</b>	<b>55</b>
3.1	Introduction	55
3.1.1	Utilisation de la méthode perturbative en champ lointain	55
3.1.2	Utilisation de la méthode perturbative en champ proche	56
3.2	Vocabulaire et notations	56
3.2.1	Coordonnées et différents vecteurs	56
3.2.2	Polarisation	56
3.2.3	Transformation de Fourier	57
3.3	Rappels théoriques	57
3.3.1	Équations de Maxwell	57
3.3.2	Ondes planes	58
3.4	Méthode de Rayleigh perturbative	58
3.4.1	Système de multicouches rugueuses	58
3.4.2	Développement de Rayleigh	59
3.4.3	Approximation de Rayleigh	60
3.4.4	Réflexion sur un réseau 1D	60
3.4.5	Diffraction par une surface 2D en polarisation quelconque	62
3.4.5.1	Champs réfléchis et transmis	63
3.4.5.2	Champs diffractés au premier ordre de perturbation	64
3.4.6	Diffraction par un système de multicouches rugueuses : cas général	64
3.5	Méthodes de perturbation	65
3.5.1	Équation de Lippman-Schwinger optique	65
3.5.2	Développement de Born optique. Approximation de Rayleigh–Gans	66
3.5.3	Application de l’approximation de Born à la diffraction par une interface peu rugueuse	66
3.6	Limite de validité	67
3.6.1	Validité de la méthode de Rayleigh	67
3.6.2	Validité du développement de perturbation	67
3.6.3	Validité du développement de perturbation limité à l’ordre un (approximation de Born)	68
3.6.4	Autre exemple de discussion de la limite de validité	68
3.7	Modèle de STOM	68
3.7.1	Principe du microscope tunnel optique	68
3.7.2	Modélisation	69
3.7.3	Calcul de l’intensité détectée	69
3.7.4	Discussion	70
3.7.5	Formation des images en STOM	70
3.7.5.1	Filtrage de propagation	70
3.7.5.2	Distance et résolution	71
3.7.6	Fonction de transfert et réponse impulsionnelle	71
3.7.7	Rappels	71
3.7.7.1	Quasi-réponse impulsionnelle	72
3.8	Mode émission	72
3.8.1	Principe du microscope tunnel optique inversé : I-STOM	72
3.8.2	Modélisation	73
3.8.2.1	Limite à grande distance d’un spectre d’ondes planes	73
3.8.2.2	Modélisation de la nano-source	74
3.8.3	Intensité détectée	74
3.9	Discussion	75
3.9.1	Terme spéculaire	75
3.9.2	Fonctionnement du I-STOM	75
3.9.2.1	Réciprocité du I-STOM et du STOM	75
3.10	Conclusion	75

<b>4</b>	<b>Fonction de Green en optique champ proche</b>	<b>77</b>
4.1	Introduction	77
4.2	Fonction de Green et équations de Maxwell	78
4.2.1	Notion de fonction de Green	78
4.2.2	L'équation de Lippmann–Schwinger en électromagnétisme	79
4.2.2.1	Équations de Maxwell et tenseur de Green	79
4.2.2.2	Forme explicite du tenseur de Green $S_0$	80
4.2.3	Modification de l'équation de Lippmann–Schwinger	82
4.2.3.1	Résolution approchée: approximations successives de Born	82
4.2.3.2	Résolution exacte par discrétisation en volume de la zone source	83
4.2.3.3	Résolution exacte basée sur l'équation de Dyson	84
4.3	Fonction de Green et théories microscopiques	84
4.4	Quelques applications	84
4.4.1	Densité d'états au voisinage d'un échantillon	85
4.4.2	Durée de vie d'un état de fluorescence	86
4.4.3	Cartographie du champ électromagnétique	86
4.4.4	Spectroscopie locale par détection de champ proche	87
<b>5</b>	<b>Plasmons de surface et optique</b>	<b>89</b>
5.1	Introduction	89
5.2	Modes propres	90
5.2.1	Interface plane entre un diélectrique de constante diélectrique réelle et un milieu non magnétique	90
5.2.2	Solution localisée au voisinage du plan $xOy$	91
5.2.3	Métal à constante diélectrique s'annulant pour la pulsation de plasma	92
5.2.4	Relation de dispersion du plasmon de surface	93
5.2.5	Propagation de l'énergie dans le mode plasmon de surface	94
5.2.6	Distances d'atténuation	94
5.3	Excitation optique des plasmons de surface	95
5.3.1	Divergence des coefficients de Fresnel	95
5.3.2	Milieux d'épaisseur finie, couplage par onde évanescente	96
5.3.3	Couplage par un réseau	98
5.3.4	Variation du champ dans l'épaisseur d'une couche mince métallique hors résonance et à la résonance	98
5.4	Résonance plasmon d'une sphère métallique	99
5.5	Quelques expériences de mise en évidence	99
<b>6</b>	<b>La résolution en champ proche</b>	<b>101</b>
6.1	Introduction	101
6.2	La résolution en microscopie classique	101
6.2.1	Critères de résolution	102
6.2.2	Réponse impulsionnelle, fonction de transfert	102
6.2.3	Superrésolution « classique »	104
6.3	Le champ proche optique, pourquoi?	105
6.4	Qualité des images	106
6.4.1	Qu'est-ce qu'une image champ proche optique?	106
6.4.1.1	Étude du bruit, transformée de Fourier	109
6.4.1.2	Analyse de Fourier	110
6.4.2	Résolution sur une portion de ligne	110
6.4.2.1	Spectrogrammes	110
6.4.2.2	Méthode temps-fréquence	111
6.4.2.3	Analyse par ondelettes	111
6.5	Conclusion	113

<b>II Expérimentation</b>	<b>115</b>
<b>7 Les microscopes optiques en champ proche</b>	<b>121</b>
7.1 Généralités	121
7.2 Différents montages	123
7.2.1 Sondes utilisées	124
7.2.1.1 Sondes à ouverture	124
7.2.1.2 Sondes sans ouverture	124
7.2.2 Régulation de la distance sonde/échantillon	125
7.2.2.1 Principe général de régulation	125
7.2.2.2 Asservissement optique par onde évanescente	127
7.2.2.3 Asservissement à forces de cisaillement	127
7.2.3 Configurations expérimentales	129
7.2.3.1 SNOM à sonde à ouverture	130
7.2.3.2 SNOM à sonde sans ouverture	134
7.2.3.3 Sondes diffusantes semi-conductrices ou métalliques (sondes AFM et STM)	137
7.3 Conclusion	143
<b>8 Sondes optiques</b>	<b>147</b>
8.1 Généralités sur les sondes	147
8.1.1 Aperçu théorique	148
8.1.2 Métallisation et post-usinage	150
8.1.3 Sondes fluorescentes	151
8.1.4 Caractérisation des sondes	152
8.1.4.1 Comportement optique	152
8.1.4.2 Comportement thermique	152
8.2 Étirage séquentiel	153
8.2.1 L'étirage séquentiel à chaud	154
8.2.1.1 Le dispositif	154
8.2.1.2 Principe et mode opératoire	155
8.2.2 Attaque chimique en complément	156
8.2.2.1 Attaque isotrope de la pointe préformée	157
8.2.2.2 Calcul du temps d'attaque chimique d'une pointe préformée	158
8.2.2.3 Choix de la concentration de la solution de <i>HF</i>	159
8.2.3 Conclusion	159
8.3 Attaque chimique	161
8.3.1 Attaque « simple » en une étape	161
8.3.2 Attaque en plusieurs étapes	162
8.3.3 Attaque avec gaine	162
8.3.4 Caractérisation des pointes	163
8.3.5 Conclusion sur l'attaque chimique	163
8.4 Pointes microlevier sur <i>Si</i> et composés <i>III-V</i>	164
8.4.1 Le silicium	165
8.4.1.1 Généralités sur le micro-usinage du silicium	165
8.4.1.2 Réalisation de leviers	167
8.4.2 Matériaux <i>III-V</i> : gravure humide de l' <i>InP</i> et du <i>GaAs</i>	167
8.4.2.1 Compositions chimiques des solutions d'attaque de l' <i>InP</i> <100>	168
8.4.3 Profils obtenus	168
8.4.4 Dispositifs actifs	168
8.4.4.1 Détecteur sur levier	168
8.4.4.2 Guide optique intégré sur levier	168
8.5 Sondes en tungstène	168
8.5.1 Fabrication et installation	169

8.5.2	Utilisation en AFM . . . . .	172
8.5.3	Performances en SNOM . . . . .	174
8.5.4	Conclusion . . . . .	175
<b>9</b>	<b>Introduction à la piézoélectricité</b>	<b>177</b>
9.1	Généralités . . . . .	177
9.1.1	Historique . . . . .	177
9.1.2	Approche cristallographique . . . . .	178
9.1.3	La ferroélectricité . . . . .	178
9.2	Équations de base de la piézoélectricité . . . . .	180
9.2.1	Variables de la piézoélectricité . . . . .	180
9.2.2	Caractéristiques piézoélectriques . . . . .	180
9.2.2.1	Grandeurs mécaniques et électriques . . . . .	180
9.2.2.2	Équations de la piézoélectricité . . . . .	181
9.2.2.3	Remarque sur les symétries cristallines . . . . .	181
9.2.3	Autres caractéristiques . . . . .	182
9.3	Caractéristique dynamique . . . . .	182
9.4	Exemples de matériaux piézoélectriques . . . . .	184
9.5	Usage des matériaux piézo . . . . .	184
9.5.1	Matériaux piézoélectriques comme dispositifs de balayage . . . . .	185
9.5.1.1	Actionneur triaxe . . . . .	186
9.5.1.2	Amélioration de la technique . . . . .	186
9.5.1.3	Connexion des fils sur les électrodes . . . . .	186
9.5.1.4	Compensation thermique . . . . .	187
9.5.2	Matériaux piézoélectriques comme dispositifs vibrants . . . . .	187
<b>10</b>	<b>Détection des forces de friction</b>	<b>189</b>
10.1	Introduction . . . . .	189
10.2	Modèle de l'oscillateur . . . . .	189
10.2.1	Constante de raideur statique d'un bras du diapason . . . . .	190
10.2.2	Modes de courbure des bras du diapason . . . . .	191
10.2.3	Modèle de l'oscillateur harmonique avec une masse effective . . . . .	193
10.2.4	Pourquoi utiliser un diapason plutôt qu'un simple levier? . . . . .	197
10.3	Le courant piézoélectrique . . . . .	197
10.4	Détection et calibration du signal . . . . .	199
10.5	Limites thermodynamiques à la détection de force . . . . .	202
10.6	Détection des forces de friction et de cisaillement . . . . .	204
10.7	Réponse de la boucle fermée . . . . .	209
10.8	Conclusion . . . . .	213
<b>III</b>	<b>Exemples d'applications</b>	<b>215</b>
<b>11</b>	<b>Cartographie de champ</b>	<b>221</b>
11.1	Généralités . . . . .	221
11.1.1	Où l'on ne parle pas encore de sonde . . . . .	221
11.1.2	Simulation simple . . . . .	222
11.1.3	Présence de la sonde et régulation de sa position . . . . .	223
11.2	Cartographie du champ proche sans asservissement . . . . .	225
11.2.1	Cartographie à trois dimensions . . . . .	225
11.2.2	Effet des propriétés de la sonde sur les images . . . . .	226
11.3	Cartographie avec asservissement . . . . .	227
11.3.1	Exemple de mesure d'échantillons plans . . . . .	228
11.3.1.1	Microscope à micro-ouverture . . . . .	228



11.3.1.2	Cas du microscope sans ouverture . . . . .	228
11.3.2	Cartographie en 3 dimensions . . . . .	229
11.4	Applications . . . . .	229
11.4.1	Mesure spectroscopique . . . . .	229
11.4.2	Plasmons . . . . .	229
11.5	Cartographie des modes d'un guide . . . . .	231
11.6	Discussion et conclusion . . . . .	232
<b>12</b>	<b>Spectroscopie moléculaire</b>	<b>237</b>
12.1	Introduction . . . . .	237
12.2	Le système moléculaire . . . . .	238
12.2.1	La molécule libre . . . . .	238
12.2.1.1	Niveaux d'énergie . . . . .	238
12.2.1.2	Transitions radiatives . . . . .	240
12.2.1.3	Largeur des raies . . . . .	241
12.2.2	La molécule dans un milieu . . . . .	241
12.2.2.1	Modifications des niveaux . . . . .	241
12.2.2.2	Modification des largeurs de raies . . . . .	241
12.3	Spectroscopie de molécules uniques . . . . .	242
12.3.1	Motivations . . . . .	242
12.3.2	Signal sur bruit et détection . . . . .	243
12.3.3	Les mesures . . . . .	245
12.3.3.1	Mesures à basse température . . . . .	245
12.3.3.2	Mesures à température ambiante . . . . .	247
12.4	Apports du champ proche . . . . .	248
12.5	Conclusion . . . . .	249
<b>13</b>	<b>Spectrométries de vibrations moléculaires</b>	<b>253</b>
13.1	Les vibrations moléculaires . . . . .	253
13.1.1	Modes de vibration moléculaire . . . . .	253
13.1.2	Paramètres physiques . . . . .	254
13.1.3	Description quantique du vibreur diatomique . . . . .	255
13.1.4	Molécules à plus de deux atomes . . . . .	257
13.2	Interactions rayonnement-vibration moléculaire . . . . .	258
13.2.1	Phénomènes d'absorption/émission et de diffusion . . . . .	258
13.2.1.1	Absorption/émission . . . . .	258
13.2.1.2	La diffusion de photons par les molécules . . . . .	260
13.2.1.3	Champ rayonné à grande distance par un dipôle moléculaire vibrant . . . . .	261
13.2.2	Apport de la mécanique quantique . . . . .	262
13.2.3	Traitement quantique des vibrations moléculaires . . . . .	263
13.2.3.1	Dépendance en fonction du temps dans l'approche dipolaire électrique . . . . .	263
13.2.3.2	Spectroscopie optique non linéaire . . . . .	264
13.3	Spectroscopie vibrationnelle . . . . .	264
13.3.1	Description à l'aide du dipôle oscillant . . . . .	264
13.3.2	Ondes évanescentes obtenues en réflexion totale . . . . .	266
13.3.3	Spectroscopie non-linéaire . . . . .	268
<b>14</b>	<b>Semiconducteurs nanostructurés</b>	<b>269</b>
14.1	Technologie de fabrication . . . . .	269
14.1.1	Croissance épitaxiale . . . . .	269
14.1.2	Nanolithographie . . . . .	270
14.1.3	Auto-organisation . . . . .	270
14.2	Propriétés électroniques et optiques . . . . .	270
14.2.1	Semiconducteurs massifs . . . . .	270

14.2.2 Réponse optique . . . . .	271
14.2.3 Semiconducteurs nanostructurés . . . . .	273
14.3 Spectroscopie optique conventionnelle . . . . .	274
14.3.1 Transmission, réflexion, luminescence, et photoconductivité . . . . .	274
14.3.2 Polarisation, intensité, temps, et modulation externe . . . . .	275
14.4 Spectroscopie optique locale . . . . .	276
14.4.1 Spectroscopie locale en champ lointain . . . . .	276
14.4.2 Intérêts du champ proche . . . . .	276
14.4.3 Spectroscopie des puits, des fils et des boîtes quantiques . . . . .	277
14.4.4 Spectroscopie des structures jonction p-i-n et diodes lasers . . . . .	278
14.4.5 Autres exemples d'application . . . . .	280
14.5 Conclusion et perspectives . . . . .	280
<b>15 Magnéto-optique et champ proche . . . . .</b>	<b>283</b>
15.1 Introduction . . . . .	283
15.2 Notions de magnétisme . . . . .	283
15.3 Intérêt de la magnéto-optique en champ proche . . . . .	284
15.3.1 Au laboratoire . . . . .	284
15.3.2 Au niveau des applications . . . . .	285
15.4 Magnéto-optique en champ lointain . . . . .	286
15.4.1 Configurations et caractéristiques des différents effets . . . . .	286
15.4.2 Propagation des ondes dans un milieu ferromagnétique . . . . .	287
15.5 Association champ proche optique et magnétisme . . . . .	289
15.6 Microscopies sensibles au magnétisme . . . . .	291
15.7 Conclusion . . . . .	292
<b>16 Lithographie . . . . .</b>	<b>295</b>
16.1 Contexte, principe et motivations . . . . .	295
16.2 Méthodes d'illumination locale en champ proche . . . . .	297
16.3 Principales expériences et matériaux utilisés . . . . .	299
16.3.1 Polymères photosensibles . . . . .	299
16.3.1.1 Utilisation de résines positives en LOP . . . . .	300
16.3.1.2 Utilisation de résines négatives en LOP . . . . .	303
16.3.2 Semiconducteurs passivés à l'hydrogène . . . . .	306
16.3.2.1 Silicium passivé utilisé en LOP . . . . .	306
16.3.2.2 Germanium passivé utilisé en LOP . . . . .	307
16.3.3 Métaux . . . . .	308
16.3.3.1 Or . . . . .	308
16.3.3.2 Chrome . . . . .	309
16.3.4 Cristaux organiques . . . . .	310
16.3.5 Matériaux à changement de phase . . . . .	311
16.3.6 Cristaux liquides . . . . .	312
16.3.7 Matériaux photochromiques . . . . .	313
16.3.8 Matériaux magnétiques et ferro-électriques . . . . .	313
16.4 Conclusion . . . . .	315

**Deuxième partie**  
**Expérimentation**



**Coordination :** . . . . . M. CASTAGNÉ

**Rédacteurs :**

- **chapitre : 7** P. ROYER, P.-M. ADAM,  
R. BACHELOT, H. WIOLAND &  
G. WURTZ
- **chapitre : 8** M. SPAJER, F. DE FORNEL,  
P. FALGAYRETTES, M. CASTAGNÉ,  
G. LAMPEL, N. LANDRAUD,  
J. PERETTI, V. SAFAROV,  
P. BERTRAND & R. BACHELOT
- **chapitre : 9** R. DUFFAIT & E. BIGLER
- **chapitre : 10** K. KARRAI



## Présentation de la deuxième partie

*La communication optique, émission ou réception, avec un objet submicronique nécessite la mise en relation sélective de cet objet avec une sonde spécifique nanométrique. L'évolution récente du domaine du champ proche optique s'est appuyée sur les évolutions des microtechnologies dans le domaine de la mécanique et de l'optoélectronique.*

Cette partie est entièrement consacrée à la présentation du matériel constituant les microscopes de champ proche optique, leur configuration, description ou fabrication.

Certains éléments n'ont pu être aussi détaillés que leur importance l'aurait demandé : capteurs de déplacement nanométriques, logiciels de contrôle, de régulation ou de sécurité par exemple.

Le premier chapitre (chapitre 7) expose les configurations expérimentales extrêmement diverses en détaillant les sous-ensembles constitutifs du microscope. La description de la mécanique et de l'optique aboutit à la génération de l'onde évanescente. Ce chapitre est essentiel pour apprécier l'immense diversité des applications possibles qui seront détaillées dans la partie III.

Le chapitre 8 est centré sur les techniques de réalisation des principales sondes utilisées en champ proche. Ces sondes sont essentielles dans la mesure optique. Dans le premier paragraphe sont introduites les caractéristiques générales, avec quelques spécificités de chaque sonde. Ensuite, certaines techniques de fabrication sont détaillées : les pointes obtenues à partir de fibres optiques étirées et/ou attaquées chimiquement, les sondes de type microlevier à base de semi-conducteur (Si et III-V) et enfin un exemple de pointes métalliques en tungstène.

Le chapitre 9 expose l'outil micromécanique qui assure un triple déplacement de l'échantillon ou de la sonde dans des conditions d'une extrême précision : c'est le « moteur » basé classiquement sur l'effet piézoélectrique.

Enfin, nous terminons cette partie II par le chapitre 10 décrivant un microscope expérimental particulièrement intéressant par son système d'asservissement. L'auteur nous permet de l'accompagner dans sa démarche scientifique, il propose des idées originales, avec une rigueur et une méthodologie mathématique, tout en conservant une impression d'apparente simplicité.

*Michel Castagné*  
CEM2, Université Montpellier II  
Place E. Bataillon, 34095 Montpellier cedex 05





# Chapitre 7

## Les microscopes optiques en champ proche

### Sommaire

---

<b>7.1 Généralités</b> . . . . .	<b>121</b>
<b>7.2 Différents montages</b> . . . . .	<b>123</b>
7.2.1 Sondes utilisées . . . . .	124
7.2.2 Régulation de la distance sonde/échantillon . . . . .	125
7.2.3 Configurations expérimentales . . . . .	129
<b>7.3 Conclusion</b> . . . . .	<b>143</b>

---

*Après quelques généralités, nous développerons dans ce chapitre les différentes configurations expérimentales possibles pour la réalisation d'un microscope optique en champ proche. Nous supposerons connu le principe de base de cette microscopie, ainsi que la notion d'onde évanescente. Afin d'acquies les connaissances nécessaires à la bonne assimilation des techniques présentées dans ce chapitre et les suivants, le lecteur pourra consulter la préface et la première partie de cet ouvrage qui lui fourniront toutes les bases théoriques nécessaires, et le livre de F. de Fornel [204] consacré principalement aux ondes évanescentes.*

### 7.1 Généralités

La microscopie optique en champ proche souvent appelée SNOM (Scanning Near Field Optical Microscopy) fait partie des microscopies à sonde locale (SPM : Scanning Probe Microscopy) qui apparurent en 1982 avec l'invention du microscope à effet tunnel électronique (STM : Scanning Tunneling Microscopy) par G. Binnig et H. Rohrer [205, 206].

Pour remédier à l'inconvénient principal du STM, à savoir l'impossibilité d'étudier des échantillons isolants, G. Binnig, C. Quate et Ch. Gerber [207] proposent quelques années plus tard un autre type de microscopie à sonde locale : la microscopie à force atomique (AFM : Atomic Force Microscopy). Les avancées technologiques qu'ont permis les travaux réalisés dans le cadre de ces deux types de microscopie ont largement contribué au développement du SNOM.

Historiquement, l'idée de la microscopie optique en champ proche remonte à 1928. En effet, un physicien irlandais, E. Syngé [208], proposa d'utiliser une ouverture de dimensions petites devant la longueur d'onde de la lumière  $\lambda$ , réalisée dans un écran métallique, pour éclairer localement un échantillon (fig. 7.1). En déplaçant cette ouverture parallèlement à la surface de l'échantillon à une distance inférieure à la longueur d'onde d'illumination, seule une zone de dimensions sub-longueur d'onde serait éclairée à chaque position de la nano-source du fait du confinement du champ électromagnétique au voisinage de l'ouverture. En observant ainsi chaque point de la surface, on obtiendrait une image optique contenant des informations relatives aux objets de taille sub-longueur d'onde qui la composent. Le principe de la microscopie optique en champ proche venait d'être énoncé. En s'affranchissant ainsi des limitations dues à la diffraction, cette méthode de caractérisation rend obsolètes les critères de résolution tels qu'ils sont définis en optique

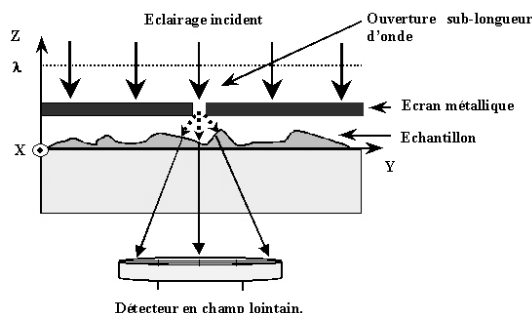


FIG. 7.1: Principe d'une nano-source optique. Configuration proposée par E.H. Synge [208].

classique, introduisant intuitivement la dimension de la sonde et la distance sonde/échantillon comme nouveaux facteurs limitatifs. Bien entendu, la longueur d'onde reste un paramètre important en microscopie optique en champ proche puisque la nature du champ que nous désirons étudier en dépend.

En 1944, H. Bethe [41] étudia théoriquement la diffraction par une petite ouverture circulaire, en champ proche et en champ lointain, et en 1984 G. Massey [209] montra à l'aide d'un formalisme d'optique de Fourier que cette technique pouvait permettre d'atteindre une résolution optique comprise entre 30 et 100 nm, uniquement limitée par l'épaisseur de peau de l'écran métallique. Dans son article, G. Massey propose l'utilisation de transducteurs piézo-électriques, récemment développés à l'époque et utilisés par le STM, et émet des idées générales sur la fabrication de sondes optiques.

Cette idée de source locale de taille bien plus petite que la longueur d'onde est mise en pratique pour la première fois par E. Ash et G. Nicholls en 1972 [210] dans le domaine des micro-ondes ( $\lambda = 3$  cm). Une résolution latérale de  $\lambda/60$  fut alors obtenue en utilisant une ouverture de 0,5 mm placée à 0,5 mm de l'échantillon (constitué de motifs en aluminium déposés sur un substrat de verre).

Dans le domaine de l'optique, c'est D. Pohl [18] qui annonce pour la première fois, en 1984, la mise au point d'un SNOM capable d'atteindre une résolution d'environ 25 nm ( $\lambda/20$ ) à une longueur d'onde de 488 nm en utilisant une sonde en quartz taillée en pointe à l'acide fluorhydrique dont les côtés sont recouverts d'une couche mince d'aluminium.

Actuellement, il existe de nombreuses variétés de SNOM utilisant des sondes de nature différente, travaillant en transmission ou en réflexion, en éclairage champ lointain ou évanescent. Cette grande diversité des configurations, que nous présentons dans ce chapitre, tend à montrer l'inexistence d'une configuration universelle valable pour toutes les applications et pourrait être le reflet de la divergence de la communauté scientifique sur la nature exacte des phénomènes générant les images optiques en champ proche.

### Principe : détection des ondes évanescentes

Dans la partie théorique (chap.1), nous avons vu que le phénomène de diffraction impose une limite de résolution latérale à la microscopie optique classique. La valeur de cette limite correspond approximativement à la demi-longueur d'onde de la lumière visible, c'est-à-dire à environ 200 à 300 nm (expérimentalement, c'est la limite qui est actuellement atteinte par la microscopie confocale).

La microscopie optique en champ proche permet le franchissement de cette limite par la détection des informations relatives aux détails sub-longueur d'onde d'un objet, c'est-à-dire relatives à ses hautes fréquences spatiales correspondant aux ondes évanescentes (donc non propagatives) situées au voisinage de la surface de l'échantillon et par conséquent indétectables par les méthodes traditionnelles de l'optique classique.

La diffraction de la lumière joue le rôle de filtre passe-bas vis à vis des fréquences spatiales de l'échantillon, car seules les ondes homogènes peuvent atteindre le détecteur placé loin de l'échantillon alors que les informations relatives aux détails optiques sub-longueur d'onde restent confinées aux abords immédiats

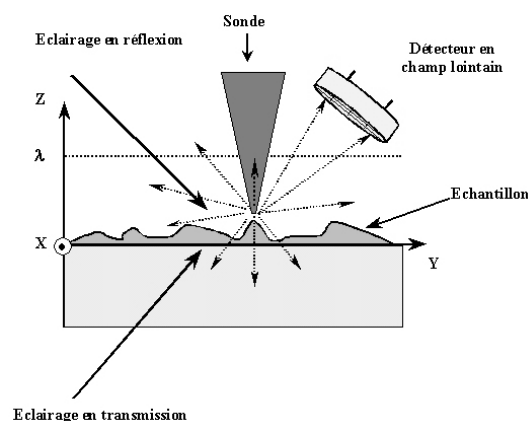


FIG. 7.2: Conversion par une nanosonde des ondes évanescentes en ondes progressives et inversement. Deux types d'éclairage sont représentés : en transmission et en réflexion (le type d'éclairage étant défini selon sa position par rapport à la sonde).

de la surface. Cette zone de confinement de la lumière est appelée zone de champ proche optique. C'est dans cette région que le champ électromagnétique évanescent contribue de manière significative au champ total [6].

Pour détecter ces informations sub-longueur d'onde à la surface d'un objet, plusieurs configurations sont possibles : soit éclairer la surface par des ondes évanescentes qui, diffractées par cette surface, donneront naissance à des ondes homogènes (radiatives) contenant l'information champ proche et détectables par une méthode classique, soit éclairer la surface par des ondes homogènes, qui par diffraction par cette surface, donneront naissance à des ondes évanescentes porteuses des informations champ proche.

Dans ces deux cas, il est nécessaire de trouver un moyen de convertir des ondes homogènes en ondes évanescentes et vice versa. La solution de E. Synge [208] illustrée (fig. 7.1) utilise un nano-trou. Ce dernier peut également servir de nano-collecteur convertissant les ondes évanescentes en ondes homogènes capables de se propager dans l'air ou dans un guide jusqu'à un détecteur. Nous verrons que d'un point de vue pratique, il devra avoir des dimensions latérales très faibles afin de répondre à des contraintes liées à la nécessité de réaliser un balayage latéral de la sonde ou de l'échantillon pour obtenir une image.

Une deuxième possibilité consiste à utiliser l'extrémité très petite d'un objet effilé (fig. 7.2), considérée comme une particule de taille nanométrique diffusant localement le champ proche et par conséquent capable de jouer le rôle de convertisseur (qu'on appellera aussi sonde) d'ondes homogènes en ondes évanescentes et inversement.

Les ondes évanescentes porteuses de l'information champ proche d'une surface ont des « profondeurs de pénétration » très faibles (typiquement inférieures à 100 nm). Il sera donc nécessaire d'approcher la sonde le plus près possible de la surface. La résolution du microscope sera d'autant plus grande que la distance sonde/surface sera petite, cette distance pouvant atteindre quelques nanomètres.

## 7.2 Les différents montages en microscopie optique en champ proche.

Les deux éléments principaux d'un SNOM sont la sonde et le système d'approche permettant le contrôle de sa distance à la surface de l'échantillon. Pour différencier les montages, nous présenterons rapidement les différents types de sondes utilisées en SNOM, car leur description détaillée et leur méthode de fabrication font l'objet du chapitre 8.

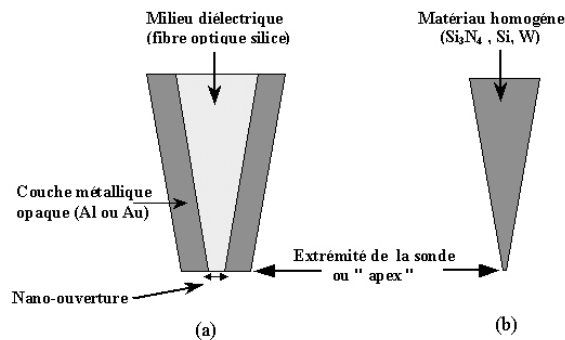


FIG. 7.3: Schéma des deux principaux types de sonde utilisés en SNOM. (a) sonde à ouverture (fibre optique métallisée); (b) sonde sans ouverture (matériau homogène).

### 7.2.1 Sondes utilisées en microscopie optique en champ proche

Une sonde peut être une nano-source (nano-illuminateur) et nous parlerons dans ce cas de SNOM en mode illumination locale, ou bien un nano-détecteur (nano-collecteur) et nous parlerons dans ce cas de SNOM en mode détection locale. La sonde utilisée sera principalement une fibre optique effilée dont l'extrémité métallisée lui permet de disposer d'une nano-ouverture (fig. 7.3 a) jouant ce rôle de nano-illuminateur ou de nano-collecteur. La dénomination de SNOM à sonde à ouverture est également utilisée.

Lorsque la sonde joue le rôle d'un nano-objet diffusant ou perturbateur (fig. 7.3 b), on parle de SNOM à sonde sans ouverture. La sonde est constituée d'un matériau homogène (métal, semi-conducteur ou diélectrique) et ne présente pas à son extrémité de nano-ouverture.

#### 7.2.1.1 Sondes à ouverture

Le concept de la sonde à ouverture reprend l'idée du *nano-trou* suggérée par E. Syngé [208]. Le rôle de cette ouverture optique est de confiner la lumière sur une zone très localisée de l'échantillon. Actuellement, cette nano-ouverture est généralement obtenue en métallisant une fibre optique monomode dont l'extrémité a été préalablement effilée (cf. chapitre 8). Elle présente alors à son extrémité une ouverture optique (milieu diélectrique) de quelques dizaines de nanomètres de diamètre entourée d'un écran métallique d'épaisseur supérieure à l'épaisseur de peau du métal utilisé (aluminium, or). Cette ouverture optique peut être utilisée pour éclairer localement l'échantillon (mode nano-illumination), on détecte alors le champ propagatif résultant de cette interaction locale, en champ lointain, en réflexion ou plus généralement en transmission à l'aide d'un système optique traditionnel (un objectif de microscope par exemple). Elle peut aussi être utilisée pour détecter localement les ondes évanescentes générées à la surface de l'échantillon éclairée en champ lointain (mode nano-collection). Le champ collecté par l'ouverture est rendu partiellement propagatif par cette interaction en champ proche et est guidé vers l'autre extrémité de la fibre où il est détecté par un photomultiplicateur avant d'être analysé.

Les photographies 7.4 a, b et c montrent des images de microscopie électronique à balayage de fibres optiques effilées et métallisées.

#### 7.2.1.2 Sondes sans ouverture

L'approche *sonde diffusante* généralise et applique le concept, décrit en introduction, de nano-diffuseur plongé dans le champ proche d'un objet. La famille des sondes diffusantes regroupe les sondes homogènes chimiquement (contrairement aux sondes à ouverture composées d'un cœur diélectrique entouré de métal).

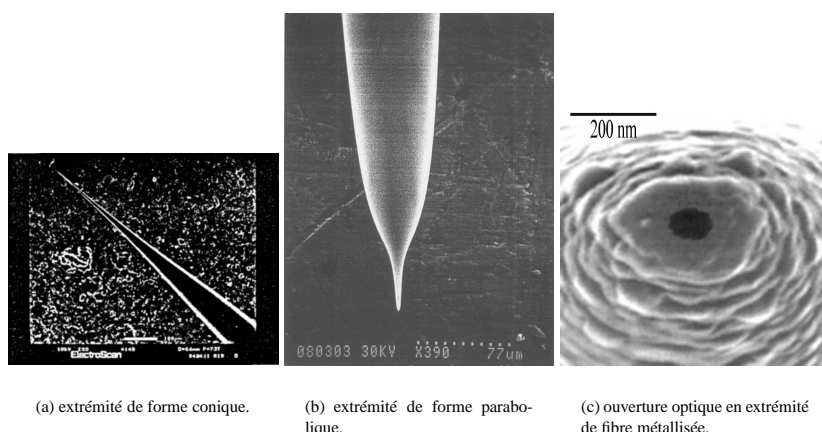


FIG. 7.4: Photographies de fibres optiques effilées métallisées.

On peut classer dans cette catégorie les fibres optiques effilées (non métallisées) et les sondes utilisées d'une manière générale en microscopie à sonde locale (AFM, STM, ...), (cf chapitre 8).

## 7.2.2 Système de régulation de la distance sonde/échantillon

Le principe de fonctionnement du système de régulation de la distance sonde/échantillon est décrit d'une part dans le cadre général des SPM dont font parties les SNOM, et d'autre part dans les cas particuliers d'un système de régulation à onde évanescente de Fresnel (cas des configurations appelées PSTM pour Photon Scanning Tunneling Microscope ou STOM pour Scanning Tunneling Optical Microscope) et d'un système à forces de cisaillement avec détection optique (« shear force ») développé spécifiquement pour le SNOM. Le système « shear force » utilisant un diapason sera largement décrit dans le chapitre 10. Nous n'aborderons pas les systèmes de type AFM [207, 211–217] traditionnel et STM [205, 206, 218, 219] qui font l'objet de nombreux articles disponibles dans la littérature.

### 7.2.2.1 Principe général d'un système de régulation d'un SPM

D'un point de vue expérimental, un microscope optique en champ proche, faisant partie de la catégorie des microscopes à sonde locale (SPM), repose sur le même principe que ces derniers, c'est-à-dire sur le positionnement d'une sonde de taille nanométrique au contact ou au voisinage immédiat de la surface (typiquement à quelques nanomètres) d'un échantillon et sur la détection de la grandeur d'interaction qui existe entre la sonde et l'échantillon. Les différents types de SPM ne diffèrent que par la nature de l'interaction sonde/échantillon détectée, qui dans le cas d'un SNOM est une intensité lumineuse. La figure 7.5 montre leur principe de base. Le signal détecté est envoyé vers un correcteur d'erreur qui compare ce signal à une consigne préalablement fixée dans le cas d'un asservissement. Le signal d'erreur (erreur = signal – consigne) à travers un correcteur, commande le système d'ajustement de la distance sonde/échantillon. Des tubes piézo-électriques sont utilisés dans les SPM afin d'assurer des déplacements très faibles (jusqu'à une fraction de nanomètre) entre la sonde et l'échantillon selon les trois directions de l'espace. L'image est obtenue par balayage de la surface de l'échantillon par la sonde, ou par déplacement de l'échantillon sous la sonde, et en enregistrant la grandeur d'interaction en chaque point du balayage.

Les microscopes à sonde locale possèdent essentiellement deux modes de balayage :

**le mode à hauteur constante** (fig. 7.6 a) où la pointe se déplace dans un plan parallèle au plan moyen de

l'échantillon. La distance sonde/échantillon varie alors avec la topographie de ce dernier ; la valeur de la grandeur mesurée en chaque point de la surface est directement affichée et constitue le signal de sortie du SPM.

**le mode à intensité constante** (fig. 7.6 b) qui utilise un asservissement pour garder l'intensité de la grandeur d'interaction égale à une consigne préalablement fixée. Ceci est réalisé en ajustant la distance sonde/échantillon à chaque point de mesure. Dans ce mode, ce sont les déplacements du tube piézo-électrique, maintenant l'intensité détectée à une valeur de consigne, qui constituent le signal de sortie du microscope.

Ce dernier mode n'est appelé mode à distance constante que si le signal détecté est directement relié à la topographie de l'échantillon. Dans ce cas, la sonde suit le relief topographique de l'échantillon. Le signal de sortie représente alors la topographie de la surface de l'échantillon (fig. 7.6 b). Dans le cas où le signal détecté ne dépend pas seulement de la topographie de l'échantillon, la sonde ne suit plus le relief mais un trajet qui dépend de l'évolution de ce signal au dessus de l'échantillon. Ce trajet peut être très différent de la topographie de l'échantillon (cas de la configuration PSTM décrite dans le § suivant) et expose ainsi la sonde à un contact destructeur avec l'échantillon. C'est ce qui se passe lorsque le signal détecté est une intensité lumineuse (cas du SNOM) dont les variations, qui dépendent de la nature physico-chimique du matériau constituant l'échantillon et de nombreux paramètres caractérisant l'onde électromagnétique incidente (polarisation, longueur d'onde, angle d'incidence, ...), ne sont pas reliées au profil géométrique de l'échantillon.

En général, pour résoudre ce type de problème, un signal annexe d'origine non optique (signal de force par exemple issu d'un AFM) sera utilisé comme signal de référence pour l'asservissement.

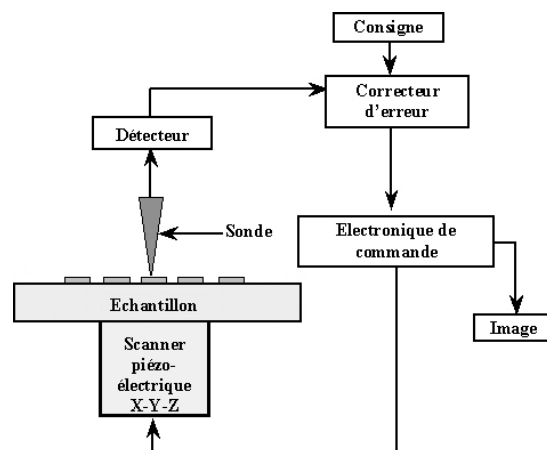


FIG. 7.5: Principe de fonctionnement des microscopes à sonde locale.

Chaque mode a ses avantages et ses inconvénients :

**le mode à hauteur constante** n'est utilisable qu'avec des échantillons présentant une très faible rugosité.

L'échantillon est alors positionné de façon à ce que sa surface soit parallèle au plan de balayage de la sonde afin de minimiser les risques de destruction de cette dernière par un contact avec la surface. Il peut être utilisé également pour réaliser des images à différentes hauteurs de l'échantillon. Le balayage dans ce mode est rapide et permet d'étudier plus facilement les phénomènes dynamiques se produisant à la surface des échantillons;

**le mode à intensité constante** qui permet de visualiser des surfaces plus rugueuses si le signal est relié à la topographie (mode à distance constante) en minimisant le risque de collision de la sonde avec

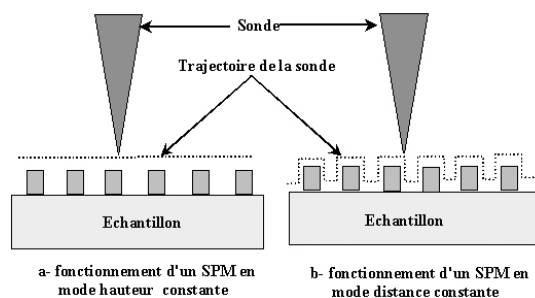


FIG. 7.6: Modes de balayage d'un SPM.

l'échantillon. Néanmoins le balayage dans ce mode est plus lent que celui du mode précédent, car le temps de réponse de l'asservissement doit être pris en compte.

Dans le cas d'un SNOM, la mesure de force est en général associée à une mesure optique. La plupart des SNOM sont donc des systèmes hybrides permettant de réaliser simultanément une double détection : celle d'un signal optique pour le signal champ proche et celle d'un deuxième signal associé à la topographie de l'échantillon.

### 7.2.2.2 Cas de l'asservissement optique par onde évanescente de Fresnel : configurations PSTM et STOM

La configuration schématisée figure 7.7 a été proposée pour la première fois en 1989 simultanément par R. Reddick & al [114], F. de Fornel & al [220] pour le PSTM et D. Courjon & al [115] pour le STOM.

Une onde évanescente de Fresnel, créée en configuration de réflexion totale par l'intermédiaire d'un prisme, éclaire par transmission un échantillon transparent ou semi-transparent. L'onde de Fresnel d'intensité  $I$  à décroissance exponentielle est perturbée par la surface de l'échantillon. Lorsque la sonde, une fibre optique effilée (non métallisée), est suffisamment proche de l'échantillon (fig. 7.7), elle pénètre dans le champ évanescent, le perturbe localement et partiellement, donnant naissance par diffusion à un champ progressif (on dit qu'on *frustre* la réflexion totale) d'intensité dépendante de  $I$  transmis à travers la fibre optique jusqu'à un photomultiplicateur. Ce mécanisme de diffusion est appelé *effet tunnel optique* par analogie à l'effet tunnel électronique à partir duquel fonctionne le STM. Le signal, qui dépend fortement de la distance pointe/échantillon, mais également de l'indice local de l'échantillon, est utilisé par une boucle d'asservissement afin de maintenir  $I$  constante pendant le balayage latéral (mode à intensité constante).

La figure 7.8 montre une courbe de décroissance de l'intensité lumineuse captée par une fibre optique. Cette courbe montre que l'intensité captée à l'approche de la surface commence par suivre en première approximation une décroissance exponentielle; puis elle s'incurve au voisinage immédiat de la surface. Un modèle où la sonde est remplacée par un plan semi-infini permet malgré cette approximation de rendre compte de cet effet [221].

La courbe de la figure 7.8 montre que l'asservissement aura une sensibilité maximale dans la zone de plus forte pente c'est-à-dire pour une distance sonde/échantillon supérieure à 50 nm, voire beaucoup plus (500 nm). Cette contrainte contribuera à une limitation en résolution d'un tel système qui typiquement est de l'ordre de 50 à 100 nm.

### 7.2.2.3 Cas d'un asservissement à forces de cisaillement à régulation optique (shear force)

Ce type d'asservissement a été imaginé en 1992 [222,223] dans le cadre spécifique des études en microscopie optique de champ proche utilisant une sonde à fibre optique. En effet, l'utilisation d'une technique AFM comme système d'asservissement posait le problème de l'utilisation de sonde qui n'était pas solidaire d'un bras de levier horizontal dont on mesure la déflexion verticale, c'est le cas des fibres optiques

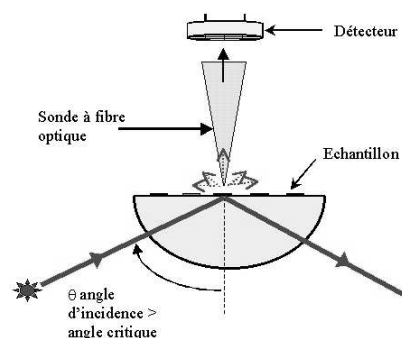
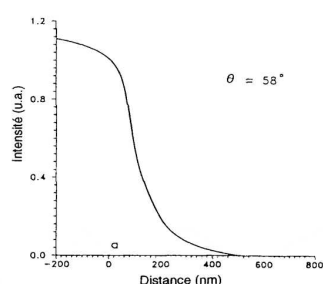


FIG. 7.7: Principe du microscope STOM/PSTM.

FIG. 7.8: Variation de l'intensité lumineuse en fonction de la distance sonde/échantillon dans une configuration PSTM ( $\theta$ : angle d'incidence de l'éclairage en réflexion totale); d'après L. Salomon [221].

rectilignes effilées. Une solution consista à réaliser des fibres optiques courbées [224–226]. Une autre solution fut de développer un mode résonant où la sonde, animée d'un mouvement de vibration latérale à une fréquence proche de sa fréquence de résonance avec une amplitude de quelques nanomètres, subit, très près de la surface, des forces latérales dites de cisaillement (shear force) dues à la présence de la surface. Cette interaction provoque un amortissement de l'oscillateur (la sonde) et donc une atténuation de son amplitude de vibration utilisée pour contrôler la distance sonde/échantillon. L'asservissement de la position de la sonde, pour une amplitude de vibration constante, conduit à la détection d'un signal fortement relié au profil topographique de l'échantillon [227, 228]. L'amplitude de vibration peut être mesurée par interférométrie optique (fig. 7.9) ou masquage ou ombrage d'un photo-détecteur à 2 ou 4 quadrants dans l'axe du faisceau [229, 230]. Dans ce type d'asservissement à forces de cisaillement, la résolution latérale est

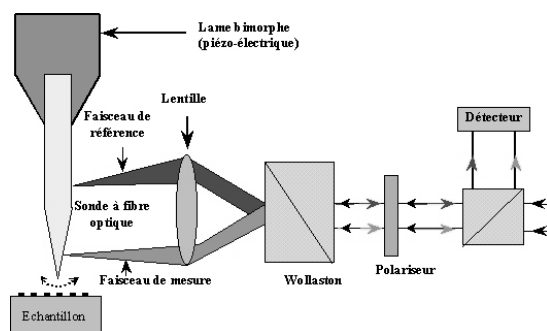


FIG. 7.9: Principe de fonctionnement d'un microscope à forces de cisaillement utilisant une sonde SNOM (fibre optique) avec une détection interférométrique.

limitée par l'amplitude crête à crête de vibration de la sonde qui est typiquement d'environ 10 nm.

La nature et l'origine exacte des forces de cisaillement ne sont pas très bien connues, plusieurs types de forces pourraient intervenir (acoustiques, de viscosité, dipolaires, ...).

Dans le chapitre 10, l'utilisation, dans un asservissement de type shear force, d'un diapason en quartz sur une des branches duquel est fixée la fibre optique est décrite. Les avantages de cette technique y sont



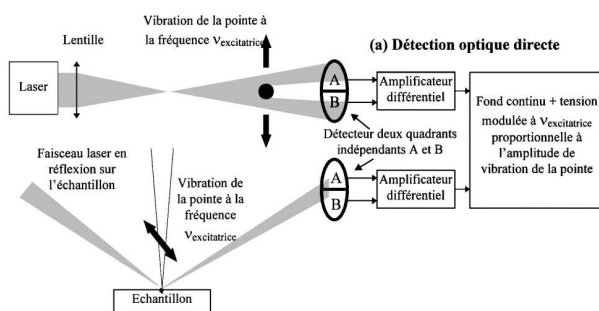


FIG. 7.10: Système de détection optique des forces de cisaillement (shear force) par « ombrage » de la fibre optique.

présentés.

### 7.2.3 Configurations expérimentales

Dans le paragraphe 7.2.1, consacré aux différents types de sondes utilisés en SNOM, nous avons proposé une classification des différentes configurations expérimentales s'appuyant essentiellement sur le rôle que joue la sonde: celui d'un nano-illuminateur, d'un nano-collecteur ou d'un nano-objet diffusant. Dans ce paragraphe nous nous appuyerons sur cette classification et nous verrons que selon la position de l'éclairage et de la détection par rapport à la sonde, nous parlerons de système en mode réflexion ou en mode transmission. Les figures 7.11 et 7.12 récapitulent schématiquement les principales configurations expérimentales de la microscopie optique en champ proche en s'appuyant sur les critères précédemment cités. L'éclairage et la détection lumineuse, lorsqu'ils ne sont pas assurés par la sonde, sont en général réalisés par des techniques classiques de champ lointain (source et photodétecteur associés à un objectif de microscope par exemple), l'éclairage pouvant dans certaines configurations (STOM et PSTM) être réalisé en réflexion totale interne. Dans ce paragraphe, nous ne ferons pas un état de l'art des différentes configurations de SNOM trop nombreuses à ce jour. Nous nous limiterons à décrire les deux grandes familles faisant l'objet de la classification proposée et donnerons pour les illustrer quelques exemples d'architectures expérimentales.

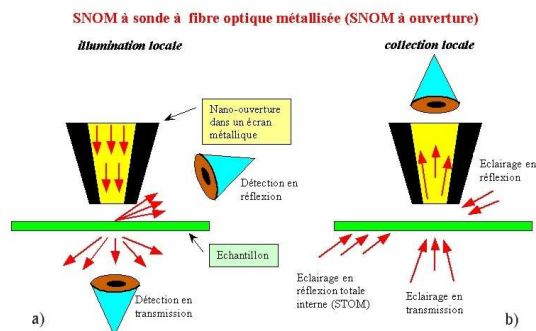


FIG. 7.11: SNOM à sonde à ouverture ; a) mode illumination locale, b) mode collection locale.

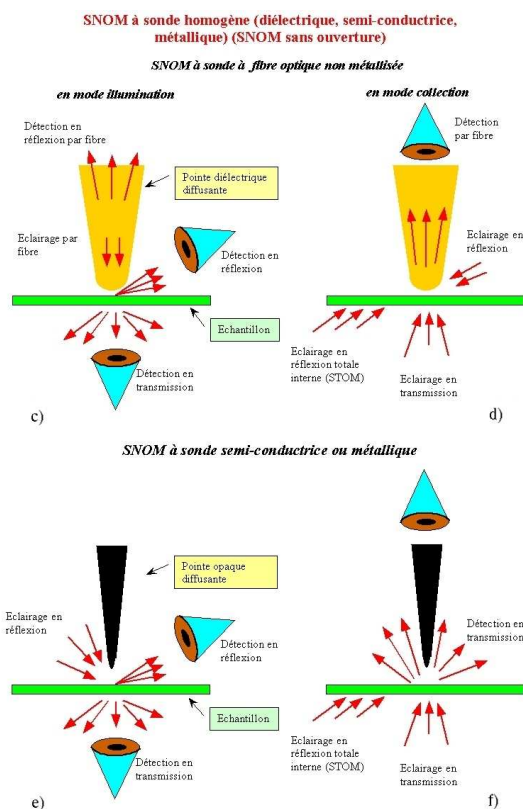


FIG. 7.12: SNOM à sonde sans ouverture ; c) et d) fibres optiques non métallisées, e) et f) sondes opaques (semi-conductrices ou métalliques).

### 7.2.3.1 SNOM à sonde à ouverture

**7.2.3.1.1 Mode nano-illumination** Ce type de configuration est le premier à avoir été proposé en microscopie optique en champ proche. D. Pohl [18] présente en 1984 une configuration de SNOM par transmission utilisant une sonde comme nano-source. Le schéma de la figure 7.13 rappelle le principe de cette configuration : les ondes évanescentes issues de la diffraction de la lumière excitatrice par l'ouverture de la sonde sont diffusées sous forme d'ondes homogènes par les hautes fréquences spatiales de la surface de l'échantillon. La sonde utilisée par Pohl est un cristal de quartz taillé en pointe recouvert d'une couche d'aluminium d'environ  $50\text{ nm}$  d'épaisseur et d'une fine couche d'or protégeant l'ensemble de la corrosion. Une ouverture optique est réalisée par élimination locale du métal en exerçant une légère pression mécanique sur l'extrémité de la sonde contre la surface d'un échantillon très plat. Un système optique classique collecte en champ lointain à travers l'échantillon, donc en transmission, la lumière diffusée contenant les informations champ proche (fig. 7.14). La résolution obtenue par ce premier système est de l'ordre de  $25\text{ nm}$  ( $\lambda/20$ ) pour une longueur d'onde d'éclairage de  $488\text{ nm}$ .

En 1986, le même groupe [231] propose d'utiliser la métallisation de la sonde pour réaliser le contrôle de la distance sonde/échantillon par STM. En 1987, il propose dans une deuxième configuration de travailler en mode réflexion [232]. La sonde est une lame de verre recouverte d'un film mince d'aluminium

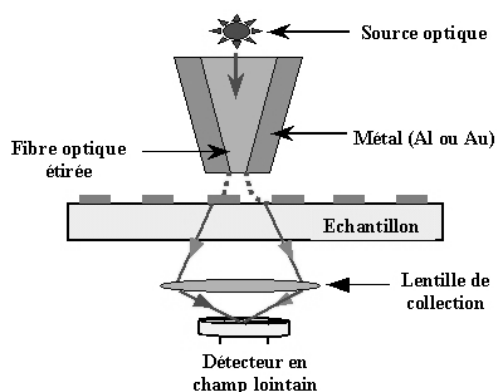


FIG. 7.13: Principe d'un SNOM à ouverture en mode illumination.

de 20 nm d'épaisseur. Un trou de 70 à 100 nm de diamètre réalisé dans le film métallique constitue une nano-ouverture ayant le double rôle de nano-illuminateur et de nano-collecteur (fig. 7.15). Le mode réflexion peut utiliser également la sonde comme nano-illuminateur et un système classique de collection en champ lointain placé en incidence plus ou moins rasante par rapport à l'échantillon. Ce type de configuration pose le problème des réflexions multiples du champ diffracté entre la partie métallique de l'extrémité de la sonde et l'échantillon avant d'atteindre le détecteur [233] (fig. 7.16). En 1995, D. Pohl & al. [234] développe une configuration originale appelée TNOM (Tunnel Near Field Optical Microscope) schématisée sur la figure 7.17 utilisant un STOM inversé. En s'inspirant du théorème de réciprocité de Helmholtz [10], les concepteurs supposent que le signal champ proche détecté reste inchangé lorsque la source et le détecteur en champ lointain sont interchangés. En conséquence, un STOM en mode inversé (la sonde devient nano-émetteur et la détection se fait au delà de l'angle critique), doit avoir les mêmes caractéristiques qu'un STOM/PSTM conventionnel. Dans cette configuration originale, (fig. 7.17), l'illumination se fait localement, comme dans le cas d'un SNOM à ouverture en mode nano-illumination, grâce à une fibre optique étirée et métallisée. Deux types de lumière détectée sont distingués: la lumière dite « permise » détectée à des angles inférieurs à l'angle critique qui contient un mélange de hautes et basses fréquences spatiales de l'objet, et la lumière dite « interdite » détectée au-delà de l'angle critique qui ne contient que des informations relatives aux hautes fréquences spatiales de l'objet. Ce dispositif permet de cumuler les avantages du SNOM en terme de confinement de l'éclairage et du STOM/PSTM en terme d'amélioration du rapport signal sur bruit (détection en champ sombre). L'intensité mesurée au delà de l'angle critique est relativement importante (30 % de la lumière transmise) et varie exponentiellement avec la distance sonde/échantillon. Le dispositif expérimental a été amélioré par l'utilisation de miroirs ellipsoïdaux qui maximisent la détection de la lumière « interdite ». Cette version [235] est connue sous le nom de TNOM-2. De nombreuses équipes ont utilisé ce mode *nano-illumination*. Différents types de sondes ont été proposés : micro-pipette en verre étirée à chaud et métallisée [236] à l'aluminium, sonde pyramidale creuse en nitrure de silicium métallisée [237], l'ouverture optique sur ce même type de sonde ayant également été réalisée par micro-perçage par faisceau d'ions focalisé [238].

Ce type de configuration a fait l'objet de nombreuses expérimentations décrites dans la littérature. Aujourd'hui, il utilise principalement comme sonde une fibre optique effilée métallisée associée à un système d'approche de type AFM [222, 226] (traditionnel dans le cas d'une fibre optique courbée, shear force dans les autres cas) ou STM [239, 240]. Dans ce dernier cas, les études sont limitées à des échantillons conducteurs ou nécessitent le dépôt préalable d'une fine couche de métal sur les échantillons isolants. L'épaisseur de cette couche doit être faible, environ 10 nm, afin de ne pas masquer les propriétés optiques de l'échantillon.

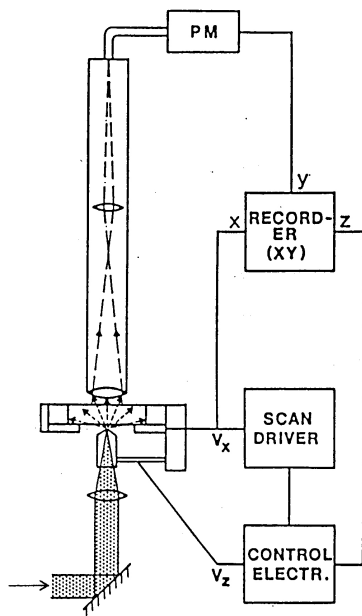


FIG. 7.14: Configuration de SNOM à ouverture en transmission (d'après D. Pohl & al. [18]).

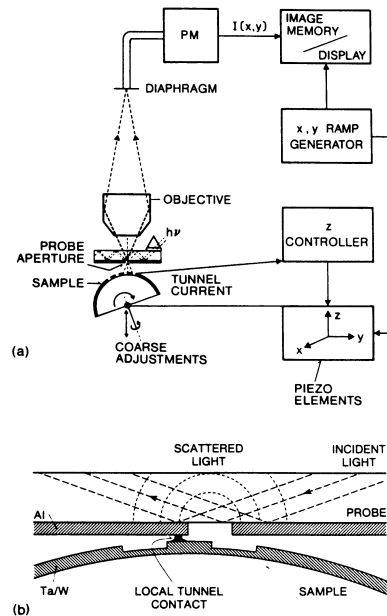


FIG. 7.15: SNOM à ouverture utilisant une nano-ouverture comme illuminateur et collecteur locale (d'après D. Pohl & al. [232]).

**7.2.3.1.2 Mode nano-collection** Le schéma de la figure 7.18 rappelle le principe de cette configuration. E. Betzig & al. [241] en 1987 proposent pour la première fois d'utiliser la nano-ouverture en extrémité de sonde comme nano-détecteur du champ proche d'un échantillon dans une configuration en mode transmission (fig. 7.19). Dans cette expérience, l'illumination se fait à l'aide d'un objectif de microscope et le champ collecté par la nano-sonde est transmis vers un photomultiplicateur par l'intermédiaire d'une fibre optique. Ce mode a fait l'objet d'un nombre limité d'expérimentation [242–244], car l'avantage d'éclairer un échantillon localement a souvent été dominant sur celui de détecter localement, principalement dans des expérimentations de spectroscopie. De plus, dans le cas du mode nano-collection, l'éclairage étant réalisé de manière classique, donc d'une étendue spatiale plus large, le rapport signal sur bruit est dégradé.

La figure 7.20 montre un schéma expérimental utilisé dans une expérimentation de spectroscopie Raman en champ proche [244]. L'échantillon est éclairé en réflexion totale interne et la fibre optique effilée métallisée collecte le signal champ proche, la régulation de la distance sonde/échantillon étant assurée par un système shear force.

**7.2.3.1.3 Avantages et inconvénients des sondes à ouverture.** Les configurations de SNOM à sonde à ouverture ont l'avantage principal de confiner spatialement, soit la zone éclairée (mode nano-illumination), soit la zone de capture du champ à détecter (mode nano-collection), minimisant ainsi les sources de bruit liées à la diffusion des zones adjacentes.

Ce confinement permet d'atteindre des résolutions typiques de l'ordre de 30 à 50 nm annoncées par la plupart des auteurs précédemment cités. Ce type de configuration a permis d'étudier à l'échelle sub-longueur d'onde de nombreux phénomènes et propriétés optiques.

Le mode transmission ou réflexion, ainsi que les différents modes de fonctionnement que permettent les systèmes de régulation de type AFM et STM, offrent la possibilité d'étudier aussi bien des échantillons

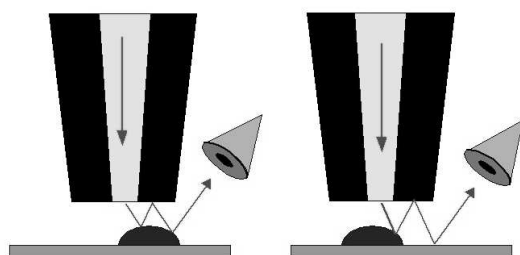


FIG. 7.16: Réflexions multiples entre la couche métallique de la sonde et l'échantillon en configuration de SNOM en mode réflexion.

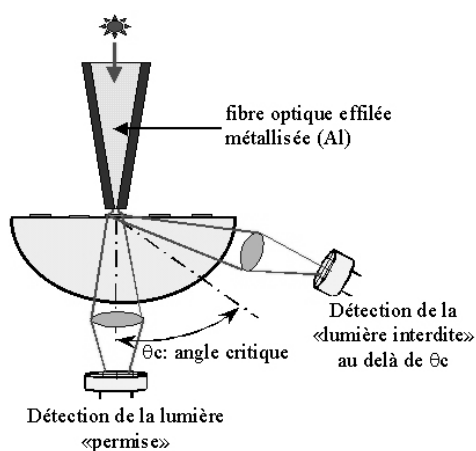


FIG. 7.17: Principe du microscope TNOM.

biologiques que des matériaux diélectriques, conducteurs ou semi-conducteurs.

L'inconvénient majeur du SNOM à sonde à ouverture est la difficulté de réaliser des sondes devant répondre à des caractéristiques géométriques reproductibles. En effet, les techniques utilisées pour effiler et métalliser les fibres optiques n'assurent pas une grande reproductibilité de la forme de la sonde, du diamètre de son extrémité avant métallisation, de son ouverture après métallisation. Cette métallisation doit permettre le dépôt d'une couche métallique dont l'épaisseur doit être au moins égale à son épaisseur de peau afin d'éviter des fuites de lumière trop importantes au niveau de la partie étirée de la fibre optique. Rappelons que l'épaisseur de peau d'un métal (en supposant que cette notion reste valable en champ proche) est l'épaisseur pour laquelle l'intensité transmise est atténuée d'un facteur  $e$ . Elle est d'environ 10 à 15 nm pour l'aluminium dans le visible. La résolution d'un SNOM à fibre optique métallisée sera donc fondamentalement limitée par l'épaisseur de peau de la couche métallique déposée en extrémité de fibre. Cela peut expliquer les difficultés rencontrées par ce type de microscopie à améliorer les premiers résultats obtenus par D. Pohl & al. [18] en 1984 avec une résolution de 25 nm, une des meilleures résolutions annoncées avec celle de E. Betzig & al. [245].

Un autre inconvénient inhérent à ce type de sonde concerne les pertes importantes du signal (six ordres

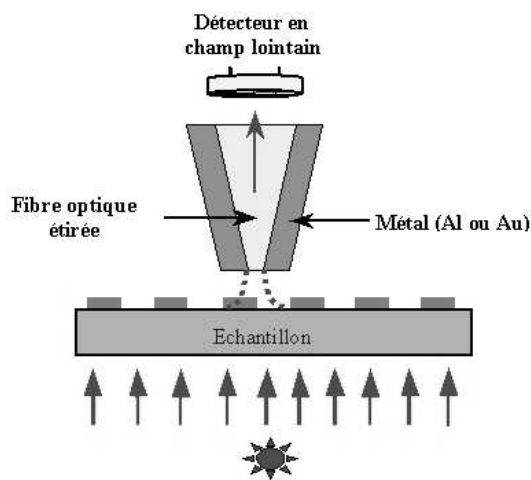


FIG. 7.18: Principe d'un SNOM à ouverture en mode collection.

de grandeurs) au niveau de la partie effilée de la sonde utilisée en mode nano-illumination, où il n'y a plus de mode guidé dans la fibre. Ces pertes ont pour conséquences de limiter les puissances incidentes sur l'échantillon, parfois insuffisantes dans des expérimentations de spectroscopie à faible rendement et d'induire des effets thermiques [246] qui vont dégrader la sonde soit en modifiant sa forme et ses dimensions [247], soit en faisant fondre la couche métallique entourant l'ouverture.

Une autre limitation concerne le domaine spectral d'utilisation de ce type de sonde. En effet, les fibres optiques disponibles aujourd'hui et pouvant être effilées correctement par les techniques actuelles sont limitées à transmettre depuis  $0,35\mu\text{m}$  jusqu'à  $3\mu\text{m}$  de longueur d'onde. Les fibres à base de chalcogénure utilisées dans l'infrarouge thermique posent des problèmes quant à leur mise en forme (opération d'effilage).

### 7.2.3.2 SNOM à sonde sans ouverture

La famille des sondes diffusantes regroupe les sondes homogènes chimiquement (au contraire des sondes à ouverture composées d'un matériau diélectrique recouvert d'un métal). On peut classer dans cette catégorie les fibres optiques effilées (non métallisées) constituées d'un matériau diélectrique et les sondes utilisées d'une manière générale en microscopie à sonde locale (AFM, STM, ...) constituées d'un matériau diélectrique, semi-conducteur ou métallique.

**7.2.3.2.1 Sondes diffusantes diélectriques** Les fibres optiques effilées (non métallisées) sont les premières sondes diffusantes à avoir été utilisées essentiellement comme collecteur de lumière dans les configurations expérimentales de microscopie à effet tunnel optique désignées par les acronymes PSTM [114, 220] (Photon Scanning Tunneling Microscope) et STOM [115] (Scanning Tunneling Optical Microscope) utilisant un éclairage en réflexion totale interne et présentées pour la première fois en 1989.

Dans ce type de configuration, la fibre optique diffuse l'onde évanescente de Fresnel ainsi que les ondes évanescentes issues de la diffraction par les structures sub-longueur d'onde de l'échantillon. A titre d'exemple, la figure 7.21 montre le schéma expérimental du STOM proposé en 1989 par D. Courjon & al. [115].

Ce type de configuration avec un éclairage en réflexion totale interne a souvent été utilisé pour perturber et donc détecter les plasmons de surface (voir Partie 1, Chapitre 5) excités par résonance à la surface d'une

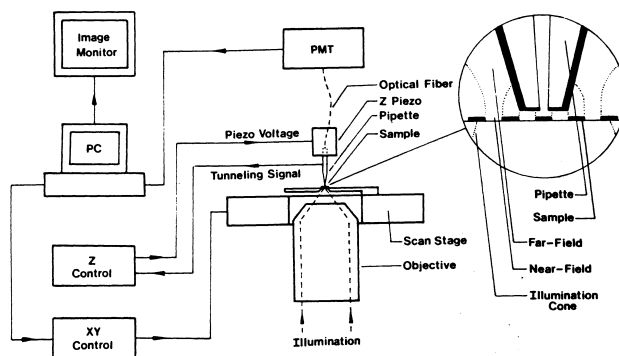


FIG. 7.19: Configuration de SNOM à ouverture en transmission en mode nano-collection proposée par E. Betzig & al. [241].

fine couche métallique d'argent déposée sur un prisme en verre [248, 249]. Rappelons que pour un certain angle d'incidence supérieur à l'angle critique, on observe un minimum du signal réfléchi par la face plane du prisme (condition de résonance) du à l'absorption du champ incident associée à la génération d'un plasmon de surface. L'extrémité de la pointe, approchée très près de la surface du film métallique, perturbe localement le plasmon. Ceci entraîne une modification de la résonance se traduisant par une augmentation du signal réfléchi. La perturbation dépend surtout de la distance sonde/échantillon, mais aussi des propriétés locales de l'échantillon. C'est la mesure de cette variation de réflexion optique qui permet d'imager, par balayage, la surface d'argent.

Nous verrons dans le paragraphe suivant que l'utilisation d'une sonde métallique perturbe plus efficacement les plasmons et permet ainsi d'améliorer considérablement la résolution. Ces sondes diélectriques ont également été utilisées en mode collection pour l'étude d'échantillons émetteurs de lumière (échantillons fluorescents [250] ou photoluminescents [251]). Des études sur les guides d'ondes optiques [252] (profil de mode, propagation dans les guides) ont permis de mesurer le champ en sortie de guide ou d'étudier la propagation dans les guides par la diffusion au dessus des guides de la composante évanescente des modes guidés.

Une configuration expérimentale en mode réflexion avec un asservissement par shear force utilisant la fibre effilée à la fois pour illuminer et pour collecter le signal optique a été proposée par M. Spajer & al [191, 253] (fig. 7.22). Parce que l'extrémité des fibres optiques non métallisées se comporte comme une petite particule diffusante frustrant localement un champ évanescent, seule la taille de ce centre diffusant devrait théoriquement être le facteur limitant la résolution. En réalité ce n'est pas le cas. En effet, même s'il est possible de réaliser des extrémités de fibre optique de 10 nm de diamètre, les résultats obtenus montrent que ces sondes n'ont pas permis d'atteindre des résolutions meilleures que 20 à 30 nm. Ceci peut avoir plusieurs explications:

- lorsque la sonde est utilisée en mode illumination, le confinement médiocre de l'éclairage empêche qu'il soit très localisé,
- en PSTM, la profondeur de pénétration de l'onde évanescente de Fresnel souvent trop importante limite la résolution.

De plus, ces sondes ne permettent pas d'avoir un bon rapport signal sur bruit :

- le centre diffusant (silice) est un diélectrique de faible permittivité  $\epsilon$  et ne permet donc que de faibles diffusions,
- la diffusion se produisant spatialement dans un cône dont l'ouverture est beaucoup plus importante

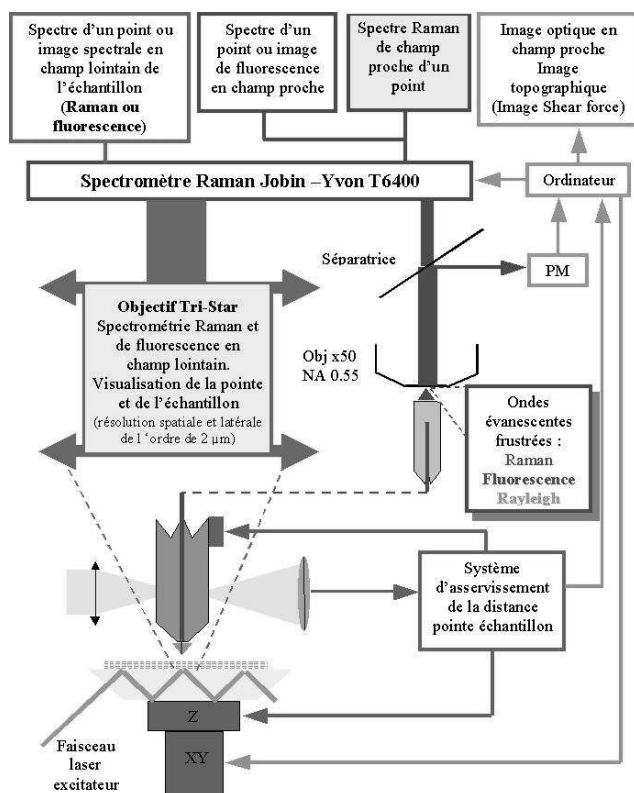


FIG. 7.20: SNOM à sonde à ouverture (fibre optique métallisée) en mode nano-collection appliqué à une expérimentation de spectroscopie Raman développée par J. Grausem & al. [244].

que celle de l'extrémité conique des fibres, seule une faible partie du champ diffusé pénètre dans le cœur de la fibre lorsqu'elle est utilisée en mode collection.

Un autre type de sonde diélectrique a fait l'objet de plusieurs études, c'est celui des sondes pyramidales en SiN utilisées en AFM. Elles ont l'avantage d'être transparentes dans le visible et jusqu'à 290 nm dans le proche UV, d'avoir un haut indice de réfraction ( $n = 2$ ), de présenter une extrémité de petite taille (typiquement 20 à 50 nm), d'être peu fragiles, d'être solidaires d'un bras de levier permettant leur utilisation avec un asservissement AFM en mode contact, donc favorable à l'obtention d'une bonne résolution, et finalement d'être disponibles commercialement. Ces sondes ont été utilisées par différents auteurs [238,254,255] comme sondes diffusantes. N. van Hulst & al. [254] proposa une configuration en mode réflexion utilisant la sonde à la fois comme illuminateur et comme collecteur du signal champ proche (fig. 7.23). L'illumination de l'objet est réalisée par l'extrémité de la sonde grâce à un faisceau laser focalisé à l'intérieur de celle-ci (pyramide creuse). La collection du signal champ proche se fait également par l'extrémité de la sonde jouant alors son rôle de particule diffusante. Pour augmenter le rapport signal sur bruit de la détection optique, un diaphragme placé devant le photodétecteur permet de sélectionner uniquement la partie du faisceau réfléchi issue du centre de la sonde, donc de son extrémité. Le mécanisme de conversion onde évanescente/onde homogène, donc de collection du signal champ proche dans ce type de sonde, présentant une structure complexe, a été étudié par M. Castagné & al. [256]. P. Adam & al. [257] proposent une



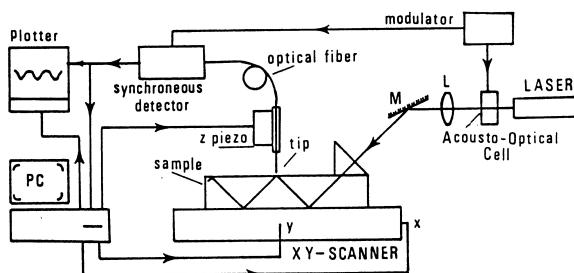


FIG. 7.21: Configuration STOM (Scanning Tunneling Optical Microscope) proposée par D. Courjon & al. [115].

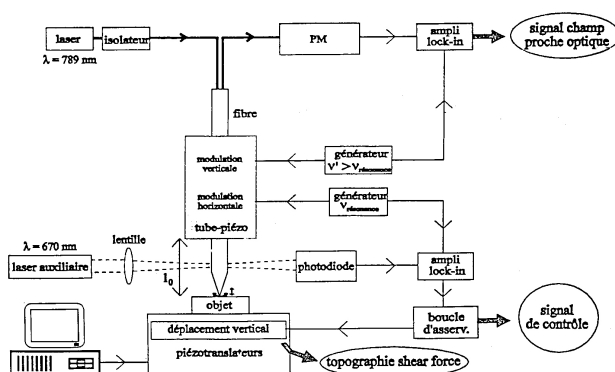


FIG. 7.22: SNOM à fibre optique effilée, non métallisée, utilisée simultanément en mode illuminateur et en mode collecteur développé par M. Spajer & al. [191, 253].

double configuration en transmission et en réflexion (fig. 7.24) où l'éclairage est respectivement réalisé, soit en incidence normale à travers l'échantillon en champ lointain par un objectif de microscope, soit au dessus de l'échantillon (donc en réflexion) pour deux angles d'incidence possibles, par une fibre optique couplée à une lentille à gradient d'indice ou par un objectif de microscope. La sonde joue le rôle d'un objet diffusant collectant le signal champ proche qui est envoyé vers un photomultiplicateur à travers une fibre optique placée à la verticale de la sonde. Cette configuration très polyvalente a permis de travailler sur l'influence sur le signal champ proche de différents paramètres optiques tels que l'angle d'incidence, l'angle de détection et la polarisation.

### 7.2.3.3 Sondes diffusantes semi-conductrices ou métalliques (sondes AFM et STM)

Les différents résultats obtenus avec les sondes diélectriques diffusantes ont montré que les meilleures résolutions produites étaient rarement supérieures à 20 nm. Dans l'espoir d'améliorer la résolution de la microscopie optique en champ proche, d'autres techniques se sont développées. Une technique très prometteuse, mettant toutefois en œuvre une expérimentation lourde et délicate, concerne l'utilisation comme particule diffusante d'une molécule fluorescente déposée en extrémité de sonde diélectrique qu'on éclaire dans sa bande d'absorption [258–260]. L'imagerie en champ proche d'un échantillon à proximité de la mo-

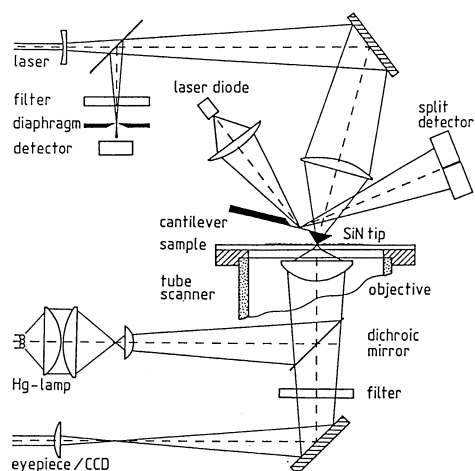


FIG. 7.23: SNOM sans ouverture en mode réflexion utilisant une sonde pyramidale en SiN développé par N. V. Hulst & al. [254].

lécule se fera à travers les modifications des caractéristiques de fluorescence (intensité émise, durée de vie de fluorescence, spectre de fluorescence) de la molécule dues à la présence de l'échantillon. Les avantages considérables de cette technique sont l'utilisation d'une sonde de taille moléculaire, ainsi que la connaissance parfaite des caractéristiques de l'émetteur (champ d'un dipôle). Très peu d'études sont entreprises actuellement avec cette technique et des résultats significatifs ne semblent pas à ce jour avoir encore été obtenus.

Une autre configuration de SNOM très prometteuse a été proposée en 1988 par C. Boccara [261] et en 1990 par K. Wickramasinghe [262]. Cette configuration repose surtout sur l'utilisation de sondes opaques telles que celles qui sont utilisées en AFM et en STM et qui sont généralement semi-conductrices (*Si*: silicium) et métalliques (*W*: tungstène), dont l'extrémité joue le rôle d'une nano-particule diffusante. Ces sondes présentent des avantages leur conférant un fort potentiel dans les expérimentations de SNOM. Parmi ces avantages, citons les principaux :

- la plupart des sondes sont disponibles commercialement. Dans le cas des sondes métalliques, le tungstène souvent utilisé, est facilement façonnable par électrochimie (effilement de l'extrémité);
- une large variété de sondes, en terme de géométrie, est disponible (conique, tétraédrale, hyperbolique, ... );
- ce type de sonde peut jouer le double rôle de nanosource et de nanodétecteur. Nous verrons que dans le cas des sondes métalliques, la possibilité d'avoir un effet d'exaltation du champ électromagnétique par effet de pointe en polarisation  $p$ , peut conférer à ces sondes un rôle de nanosource ;
- possibilité d'utiliser comme système d'asservissement de la distance entre la sonde et l'échantillon, l'AFM ou le STM avec les avantages qu'ils procurent par rapport à un asservissement optique (voir § 7.2.2);
- sondes en général de taille très petite donc haute résolution espérée, le diamètre de l'extrémité des sondes semi-conductrices ou métalliques peut facilement atteindre 10 nm, voire moins ;

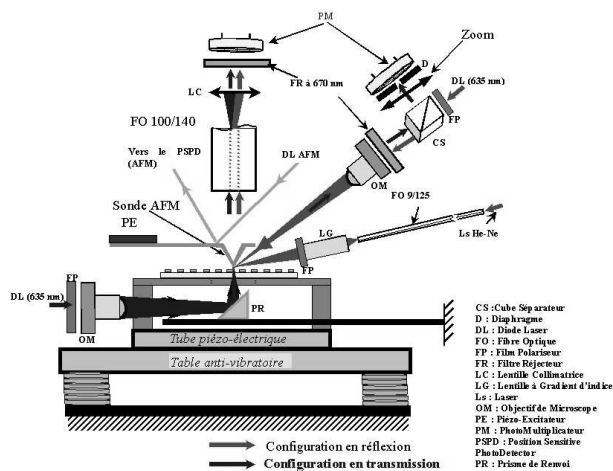


FIG. 7.24: SNOM sans ouverture (sonde pyramidale en SiN) en double mode transmission et réflexion développé par P. Adam & al. [257].

- domaine d'étude spectrale large (une fibre optique posera des problèmes de transmission optique ou de mise en forme de son extrémité par exemple dans l'infrarouge moyen où de nombreuses applications sont intéressantes) ;
- phénomènes thermiques minimisés (pas de problème de dégradation de la couche métallique d'une fibre optique métallisée quand elle est soumise à une densité d'énergie trop importante) ;
- l'illumination de l'échantillon et la détection du signal optique étant assurées en champ lointain, leur direction pourra facilement varier, l'état de polarisation des composants optiques assurant ces deux fonctions pourra être mieux contrôlé.

La figure 7.25 illustre schématiquement le principe de ce type de configuration en montrant que l'éclairage comme la détection peut se faire en transmission ou en réflexion.

Le fait, dans cette technique, d'éclairer classiquement l'échantillon en champ lointain peut poser un certain nombre de problèmes. En effet, pour minimiser les sources de lumière parasite et donc pour maximiser le rapport signal sur bruit d'un microscope utilisant de telles pointes, il sera nécessaire de réaliser un éclairage très focalisé, un spot de focalisation de quelques microns de diamètre peut être typiquement obtenu. Nous savons que dans un tel plan de focalisation, l'état de polarisation de l'éclairage sera mal défini. Un moyen de s'affranchir le plus possible de la lumière parasite (essentiellement la partie spéculaire) due à la non localité de l'éclairage est de réaliser un éclairage en réflexion totale interne, qui toutefois, sera limité à l'étude d'échantillons transparents ou semi-transparentes. Dans un cas plus général, la solution proposée consiste à faire vibrer verticalement la sonde à une fréquence  $f$  permettant ainsi la modulation du champ qu'elle diffuse (fig. 7.26). En effet, la lumière parasite diffusée par les parties de la sonde autres que son extrémité (cantilever, corps de la sonde : les flans du cône), est moins sensible à la vibration que ne l'est l'extrémité en interaction avec le champ évanescent. Le signal optique de fréquence  $f$  est alors extrait de l'intégralité du signal, détecté en champ lointain, par détection synchrone à cette même fréquence. La figure 7.26 illustre schématiquement l'effet de la vibration de la sonde. En position basse de la vibration, la sonde perturbe fortement le champ proche de l'échantillon, alors qu'en position haute de la vibration (quelques dizaines de nanomètres), l'interaction sonde/échantillon est beaucoup plus faible. Le signal champ proche, entre ces deux positions, varie de manière importante alors que l'intensité de la

composante champ lointain varie peu au cours de la vibration. Une détection synchrone permet de filtrer la composante continue du signal champ lointain.

Une autre possibilité, récemment proposée [263], pour filtrer le signal provenant de l'extrémité de la sonde en interaction avec l'échantillon, consiste à analyser à l'aide d'un polariseur le champ détecté par la sonde pour éliminer les éventuelles contributions des sources progressives au signal champ proche. Cette

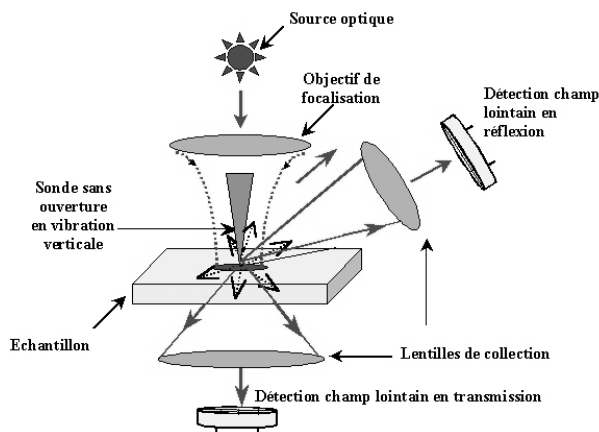


FIG. 7.25: Principe du SNOM sans ouverture dans le cas d'un éclairage en réflexion et en incidence normale. Deux modes de détection possibles sont représentés : détection en réflexion et détection en transmission.

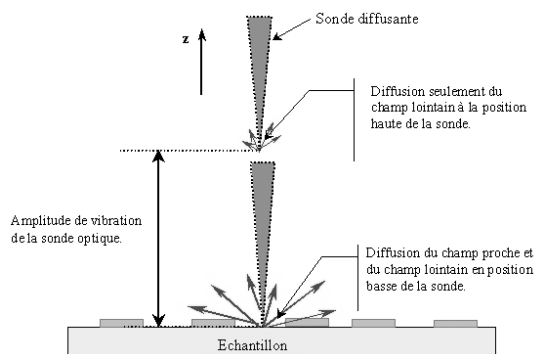


FIG. 7.26: Principe de la détection du champ proche optique par une sonde sans ouverture en mode vibrant.

technique de SNOM à sonde opaque fait actuellement l'objet d'un certain nombre de travaux théoriques [6, 264, 265] permettant de mieux comprendre les mécanismes de contraste intervenant dans la formation des images champ proche. Ces études ont montré que dans le SNOM sans ouverture la sonde a non seulement le rôle de nanodétecteur (particule diffusante), mais également le rôle de nanosource lorsqu'elle est éclairée en polarisation  $p$ . En effet, dans ce cas, la possibilité d'exalter le champ électromagnétique incident par effet de pointe peut permettre d'augmenter considérablement, localement sous la sonde, l'intensité de l'éclairage, d'où ce rôle de nanosource. La théorie [266, 267] prévoit des augmentations d'intensité de l'ordre d'un

facteur 1000 à 3000 pour une pointe métallique (or), ces augmentations étant beaucoup plus faibles pour des pointes diélectriques et semiconductrices. Cet effet a déjà été confirmé expérimentalement et utilisé dans plusieurs applications [268–270].

Pour illustrer le SNOM à sondes opaques, nous proposons de décrire différents montages expérimentaux s'appuyant sur des configurations en transmission, ou en réflexion, sur des éclairages classiques mais également en réflexion totale interne.

Dans la configuration présentée en 1994 [44] une sonde en silicium (extrémité environ  $5\text{ nm}$ ) est utilisée, son approche est assurée par un AFM fonctionnant en mode non contact, assurant ainsi à la sonde une vibration verticale d'amplitude quelques nanomètres ( $6$  à  $10\text{ nm}$ ). La figure 7.27 montre schématiquement le principe de la détection interférométrique utilisée. Un objectif de Nomarski assure la focalisation de deux spots laser sur la surface de l'échantillon, l'un servant de spot de référence non perturbé par la sonde et l'autre de spot de mesure perturbé par la sonde. Le champ électrique total recueilli et issu du spot de mesure est la somme du champ  $E_r$  qui représente le champ réfléchi par la surface de l'échantillon et du champ électrique  $E_s$  issu de la perturbation par la sonde des ondes évanescentes créées au voisinage de l'échantillon. L'interférence de ce champ total avec le champ de référence  $E_r$  réfléchi par la surface et issu du spot de référence permet d'extraire le champ  $E_s$  diffusé par la sonde. Les premiers résultats, bien

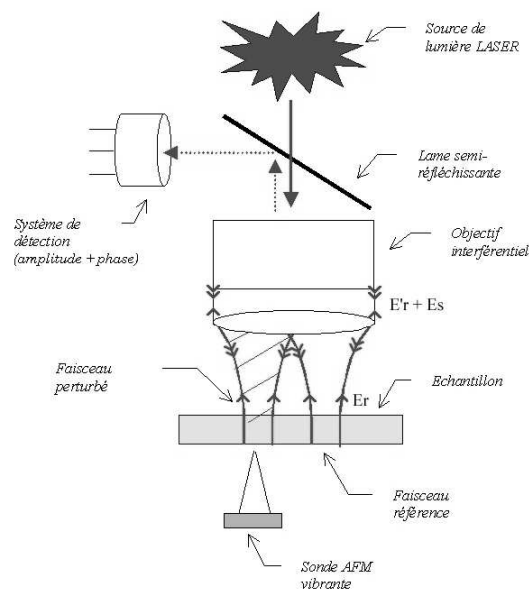


FIG. 7.27: SNOM à sonde diffuseuse en mode transmission avec détection interférométrique, développé par H. Wickramasinghe & al. [44].

que contestés [271] quant à la résolution annoncée (quelques nanomètres), confirment le fort potentiel de la configuration de SNOM à sonde sans ouverture et sa capacité à atteindre probablement de hautes résolutions.

L'année suivante, R. Bachelot & al. [272] proposent une configuration en réflexion du SNOM sans ouverture utilisant une fine pointe métallique en tungstène comme sonde diffuseuse (fig. 7.28). L'échantillon est éclairé par un objectif à forte ouverture numérique ( $O.N. = 0,85$ , grandissement  $X 100$ ) en réflexion et en incidence verticale. La taille de la zone illuminée est évaluée à un micron. La sonde métallique, qui vibre verticalement avec une amplitude de  $100\text{ nm}$ , est positionnée au-dessus de la tache de focalisation. La distance sonde/échantillon est contrôlée par le mode contact-intermittent d'un AFM. La lumière diffusée

par la sonde est ensuite collectée par le même objectif utilisé pour l'éclairage de l'échantillon. Finalement, un cube séparateur dirige la lumière collectée vers une photodiode derrière laquelle une détection synchrone extrait le signal utile à la fréquence de vibration de la sonde. La meilleure résolution atteinte par ce microscope dans le visible est de  $15\text{ nm}$ , elle semble être de l'ordre de la taille de la sonde. Ce même microscope utilisé dans l'infrarouge ( $10,6\ \mu\text{m}$ ) a donné une résolution de  $20\text{ nm}$  ( $\lambda/600$ ) [273]. Y. Inouye

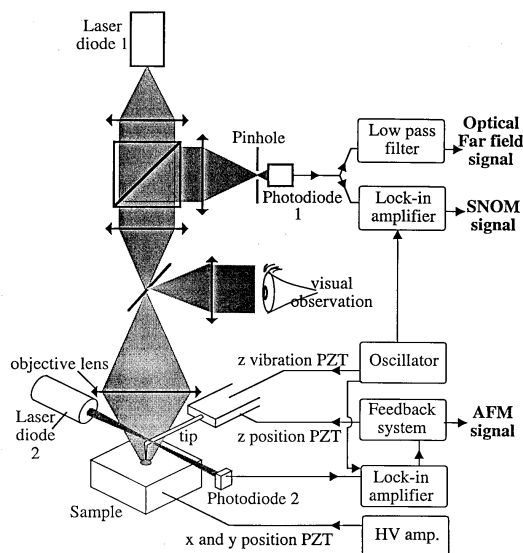


FIG. 7.28: Schéma d'un SNOM à sonde métallique en mode réflexion, développé par R. Bachelot & al. [272].

et S. Kawata [45] ont mis au point un SNOM à sonde sans ouverture (fig. 7.29) utilisant une pointe en or animée d'une vibration verticale de quelques nanomètres d'amplitude. Cette sonde a été utilisée pour la détection de l'onde évanescente de Fresnel dans une configuration d'éclairage en réflexion totale interne. Le contrôle de la distance pointe/échantillon est réalisée par STM. Ils ont montré que l'efficacité de diffusion d'une pointe en or ( $n = 0,608$  et  $k = 2,12$  à  $\lambda = 0,67\ \mu\text{m}$ ) était environ 30 fois supérieure à celle d'une pointe en verre ( $n = 1,5$ ). Ces auteurs [274] ont également développé un microscope optique en champ proche utilisant la pression de radiation exercée par des faisceaux lumineux pour déplacer une micro-bille en polystyrène jouant le rôle d'un centre diffuseur.

Celle-ci est déplacée par un faisceau laser (*Nd-YAG*) focalisé par un objectif de microscope. La résolution de ce microscope (quelques centaines de nanomètres) reste faible, ses avantages reposent sur la possibilité de mouvoir la sonde en milieu liquide dans les trois dimensions et sur l'absence d'un levier permettant une meilleure sélection spatiale du champ diffusé. Notons enfin qu'une autre version de ce microscope [275] a été développée en utilisant une micro-bille métallique en or de  $40\text{ nm}$  de diamètre.

H. Wioland & al. proposent une configuration (fig. 7.30) en transmission associant un AFM à un microscope optique inversé pour l'étude d'effets magnéto-optiques [276]. L'échantillon est éclairé en transmission par un objectif de microscope. La sonde en silicium d'un AFM utilisé en mode vibrant joue le rôle d'un nano-objet diffusant. Le signal champ proche recueilli dans la même direction que l'éclairage est dirigé par un cube séparateur vers un photomultiplicateur. Le SNOM à sonde opaque et plus principalement à sonde métallique a été utilisé dans des configurations à éclairage en réflexion totale pour imager une surface métallique par perturbation de plasmons de surface. M. Specht & al. [277] en 1992 (fig. 7.31) utilisent une sonde métallique (type sonde STM) pour perturber des plasmons de surface au dessus d'un

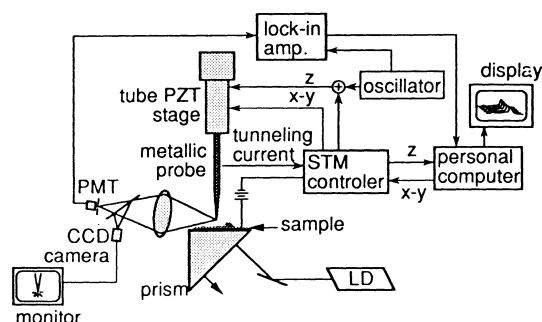


FIG. 7.29: SNOM à sonde diffusante à éclairage à réflexion totale, développé par S. Kawata & al. [45].

film métallique d'argent. Ce système couplé à un asservissement de type STM atteint, selon les auteurs, une résolution latérale de  $10\text{ nm}$ . En utilisant un principe complémentaire mais similaire, U. Fischer et D. Pohl [166] avaient déjà obtenu en 1988 une résolution d'une centaine de nanomètres. Dans leur configuration, les plasmons sont excités à la surface d'une nano-sphère de polystyrène déposée sur la surface d'une lamelle en verre, préalablement recouverte d'un film d'or, utilisée comme sonde locale. L'échantillon perturbant les plasmons, on détecte les modifications du signal de la réflexion totale sur la sonde. Bien qu'ayant l'originalité de travailler en réflexion, cette configuration, vue la géométrie complexe de la sonde, n'a pas permis de couplage avec un AFM ou un STM.

Citons la configuration proposée par T. Silva et S. Schultz en 1994 [278] qui utilisèrent comme sonde une petite particule d'argent déposée sur un substrat excitée à sa fréquence de résonance plasmon qui leur a permis d'imager des domaines magnétiques sub-microniques avec une résolution de  $100\text{ nm}$ .

La figure 7.32 montre une configuration en transmission développée par P. Adam & al. (unpubli) qui a permis de mettre en évidence des plasmons localisés sur des nano-particules sphériques d'or de  $40\text{ nm}$  de diamètre. La sonde utilisée est une sonde AFM conique en silicium. L'AFM fonctionne en mode vibrant.

### 7.3 Conclusion

Nous avons présenté un état de l'art des deux principales familles de configurations expérimentales, développées en microscopie optique en champ proche, en utilisant une classification s'appuyant essentiellement sur le type de sonde utilisée : SNOM à sonde à ouverture optique et SNOM à sonde sans ouverture optique ou encore appelée sonde diffusante. Ne pouvant passer en revue toutes les architectures expérimentales développées à ce jour, nous avons fait le choix de présenter celles illustrant le mieux possible les deux grandes familles de SNOM ainsi que les principales applications associées. Le choix d'une configuration expérimentale en microscopie optique en champ proche dépend de très nombreux paramètres, deux d'entre eux et certainement les plus importants étant l'échantillon que l'on souhaite étudier et le type de mesure que l'on souhaite réaliser. Les caractéristiques optiques telles que la réflectance et la transmittance de l'échantillon concerné, la nature du matériau le constituant (diélectrique, semi-conducteur, métal,...) permettent de définir dans quel mode expérimental (réflexion ou transmission) le système doit travailler ainsi que le type de système de régulation de la distance sonde/échantillon et par conséquent le type de sonde à utiliser. Les différents avantages et inconvénients des deux grandes familles de sondes qui ont été exposés dans cette partie, seront évidemment à prendre en compte dans ce choix. D'autres paramètres, comme par exemple le domaine spectral d'étude, la tenue de l'échantillon au flux laser, etc., pourront également conditionner l'architecture définitive à mettre en œuvre. Il n'y a donc pas de « règles générales » dictant le choix d'une configuration de SNOM. Toutefois, nous constatons actuellement que de plus en plus d'études du domaine de la microscopie optique en champ proche s'intéressent à des configurations utilisant des sondes sans ouverture et plus principalement des sondes métalliques et semi-conductrices. Les avantages qu'apporte cette

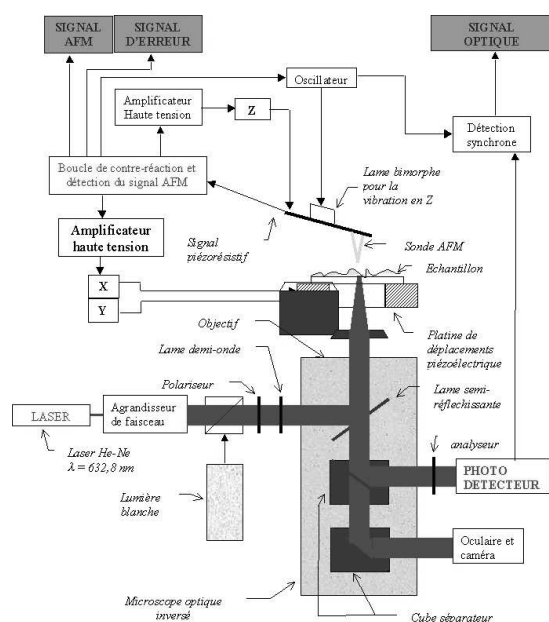


FIG. 7.30: SNOM à sonde diffusante en mode transmission proposé par H. Wioland & al. [276] appliqué à l'étude des effets magnéto-optiques.

famille de sondes semblent intéressants pour de nombreuses applications même si actuellement l'interprétation des résultats, associés à ce type de configuration, semble plus complexe. Les nombreux dispositifs existants à ce jour et qui font l'objet d'études de plus en plus diverses, indépendamment du type de configuration sur lequel ils s'appuient, soulèvent encore de nombreuses interrogations quant à la compréhension des mécanismes physiques qui sont à l'origine des contrastes dans les images obtenues. Une avancée significative des nombreux travaux théoriques et de modélisation réalisés dans ce domaine, dont une partie est présentée dans cet ouvrage, permet d'apporter des réponses de plus en plus crédibles à ces interrogations. Si d'un point de vue expérimental, de nombreuses applications sont actuellement à l'étude, il semble indispensable, qu'en parallèle à ces applications, les expérimentateurs travaillent toujours de pied ferme sur la compréhension des phénomènes physiques en étroite collaboration avec les théoriciens pour affiner le contenu scientifique de ces réponses. Nous constatons aujourd'hui que cette démarche est fructueuse car les résultats expérimentaux et théoriques présentés dans la littérature scientifique sont de plus en plus en adéquation.



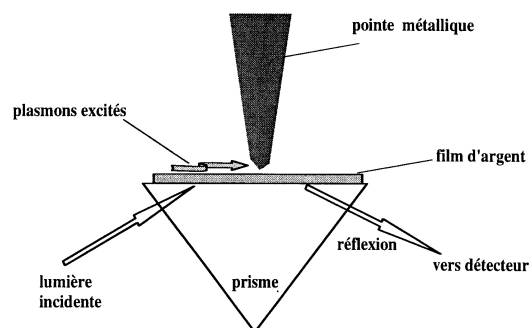


FIG. 7.31: SNOM à sonde métallique à éclairage en réflexion totale, appliqué à l'étude des plasmons de surface, proposé par M. Specht & al. [277].

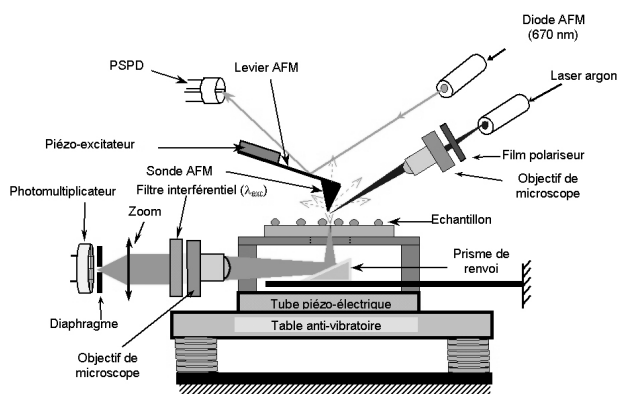


FIG. 7.32: SNOM à sonde diffusante en silicium en mode transmission appliqué à l'étude de nanoparticules métalliques développé par P. Adam & al.



# Chapitre 8

## Les sondes optiques en champ proche

### Sommaire

---

<b>8.1 Généralités sur les sondes</b> . . . . .	<b>147</b>
8.1.1 Aperçu théorique . . . . .	148
8.1.2 Métallisation et post-usinage . . . . .	150
8.1.3 Sondes fluorescentes . . . . .	151
8.1.4 Caractérisation des sondes . . . . .	152
<b>8.2 Étirage séquentiel</b> . . . . .	<b>153</b>
8.2.1 L'étirage séquentiel à chaud . . . . .	154
8.2.2 Attaque chimique en complément . . . . .	156
8.2.3 Conclusion . . . . .	159
<b>8.3 Attaque chimique</b> . . . . .	<b>161</b>
8.3.1 Attaque « simple » en une étape . . . . .	161
8.3.2 Attaque en plusieurs étapes . . . . .	162
8.3.3 Attaque avec gaine . . . . .	162
8.3.4 Caractérisation des pointes . . . . .	163
8.3.5 Conclusion sur l'attaque chimique . . . . .	163
<b>8.4 Pointes microlevier sur Si et composés III – V</b> . . . . .	<b>164</b>
8.4.1 Le silicium . . . . .	165
8.4.2 Matériaux III – V : gravure humide de l'InP et du GaAs . . . . .	167
8.4.3 Profils obtenus . . . . .	168
8.4.4 Dispositifs actifs . . . . .	168
<b>8.5 Sondes en tungstène</b> . . . . .	<b>168</b>
8.5.1 Fabrication et installation . . . . .	169
8.5.2 Utilisation en AFM . . . . .	172
8.5.3 Performances en SNOM . . . . .	174
8.5.4 Conclusion . . . . .	175

---

### 8.1 Généralités sur les sondes

Les sondes optiques utilisées pour la microscopie en champ proche doivent satisfaire à plusieurs exigences :

- optique : compromis entre le confinement de la lumière nécessaire à la résolution souhaitée, et la quantité de signal détecté ; adéquation du matériau au domaine spectral traité (absorption faible) ; réponse en polarisation ;
- mécanique : souplesse pour éviter la détérioration, finesse pour la résolution topographique ;
- thermique : la puissance lumineuse véhiculée par les sondes métallisées doit être limitée à une dizaine de mW pour éviter la destruction de la couche métallique ;

- chimique : sondes adaptées aux milieux biologiques.

Une abondante bibliographie concerne la fabrication et l'optimisation des sondes considérées comme guide d'onde, métallisé et terminé par une nano-ouverture, ou purement diélectrique : le plus souvent le trajet lumineux emprunte, au moins sur quelques microns, un guide conique (ou pyramidal) qui peut être l'extrémité d'une fibre amincie (voir § 8.2 et § 8.3) ou une pointe sur microlevier (voir § 8.4). Quel que soit le procédé d'usinage retenu pour son extrémité, la fibre optique présente, par rapport au micro-levier, l'inconvénient de la rigidité. Les dispositifs de « shear-force » utilisant un diapason ont toutefois montré leur fiabilité. Ils peuvent être intégrés sous l'objectif à longue frontale d'un microscope classique en courbant la fibre. Mais la fibre peut être transformée en micro-levier par coubure à chaud [279], ce qui permet d'utiliser la détection d'un AFM et rend la sonde plus facilement utilisable en réflexion. L'élément clé du microscope réside toujours dans les derniers microns de la pointe. D'autres sondes de type « antenne » exploitent le confinement et la diffraction au voisinage d'une pointe métallique non guidante (voir § 8.5), ainsi que les effets plasmons, ou encore la fluorescence de molécules greffées. Le type de sonde choisie dépend étroitement de l'application et de la configuration.

### 8.1.1 Aperçu théorique

Une première description qualitative des sondes peut être faite en utilisant le modèle des guides d'onde cylindriques [280], l'extrémité de la sonde étant assimilée à un empilement de tubes élémentaires. Elle permet d'évaluer leur résolution en émission :

- le mode fondamental d'un guide diélectrique n'a pas de coupure mais il existe un diamètre du guide qui optimise le confinement du mode propagé [281]. Pour un guide de silice dans l'air, ce confinement a un rayon  $r_c = 0.2\lambda$ ;
- la résolution est améliorée en métallisant le guide, mais le mode  $TE_{11}$  est coupé pour une valeur du rayon  $r_c = u\lambda/2\pi n$  ( $u = 1.841$  pour un conducteur parfait), en deçà de laquelle le mode devient évanescents, avec une absorption  $\beta = i(u^2/a^2 - k^2)^{1/2}$ . Ceci permet d'évaluer l'atténuation dans une terminaison effilée. La figure 8.1 montre toutefois les limites de cette évaluation en la comparant avec une méthode de discrétisation.

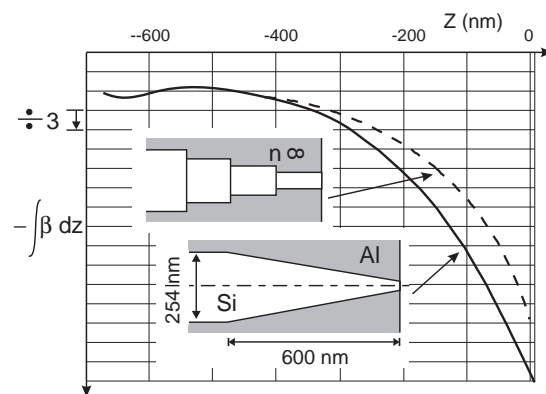


FIG. 8.1: Atténuation de  $|E|^2$  à l'extrémité d'une sonde conique métallisée : a) d'après le modèle des guides cylindriques, b) d'après la méthode MMP [282].

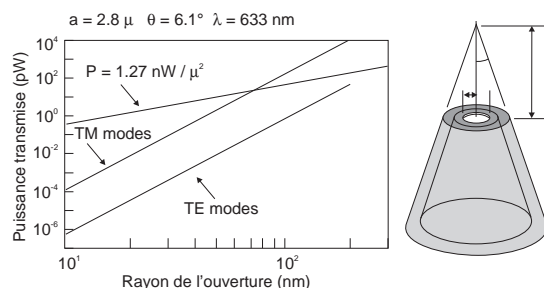


FIG. 8.2: Collection d'une sonde conique métallisée en fonction de l'ouverture, d'après [283].

Dans les deux cas, l'utilisation d'un matériau de fort indice favorise le confinement, ce qui est indispensable pour les grandes longueurs d'onde (infra-rouge): c'est l'avantage du silicium ( $n = 3.5$  dans le visible,  $3.9$  dans l'infrarouge, au lieu de  $1.5$  pour le verre). Dans le cas des sondes métallisées, cette description peut être affinée par le modèle des guides coniques [283, 284] (fig. 8.2).

Les modèles englobant toutes combinaisons diélectrique/métal et toutes formes de sonde doivent faire appel à des méthodes numériques basées sur un maillage de l'objet: soit la méthode auto-cohérente des *fonctions de Green* (voir chapitre 4 et références [122, 285–288]), soit la méthode des multiple-multipôles (fig. 8.1) [282, 289], soit la *FDTD* [290]. Elles cherchent à définir la qualité du confinement électromagnétique au voisinage de l'extrémité, le champ diffracté entrant dans l'optique de collection (objectif de grande ouverture ou fibre optique), et enfin la perturbation du champ par la présence de l'objet étudié. Etant donnée l'importance des moyens de calcul nécessaires à une étude 3-D, le problème a souvent été abordé en 2-D (fig. 8.3).

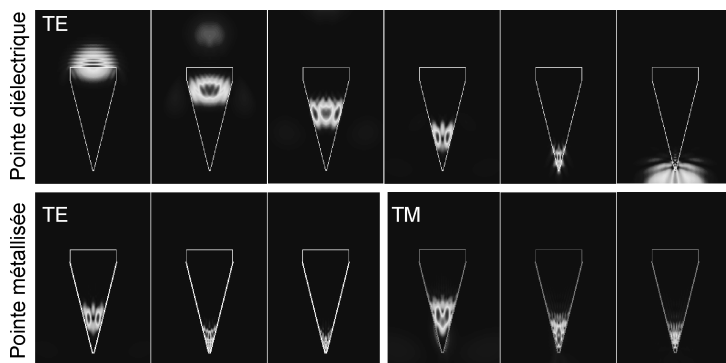


FIG. 8.3: Modèle 2D pour la propagation d'une impulsion lumineuse dans une pointe conique: cartographie du champ dans un dièdre, d'après [290].

Si la fabrication de nano-ouvertures « propres » reste d'un grand intérêt, une pointe dont l'extrémité sphérique, est semi-métallisée constitue une sonde généralement plus performante. Au lieu de présenter deux maxima sur le bord de l'ouverture (résultat connu depuis les travaux de H. Bethe [41]), le champ est confiné selon une tache circulaire. L. Novotny & al. [291] ont montré que pour un rayon de courbure de  $10\text{ nm}$  et une couche d'aluminium de  $3$  ou  $5\text{ nm}$  à l'extrémité, la taille de la tache est respectivement de l'ordre de  $22$  ou  $30\text{ nm}$  quel que soit le  $1/2$  angle au sommet jusqu'à  $50^\circ$ .

Un autre paramètre important est la dépendance du rendement avec l'angle du cône: les mêmes auteurs ont montré qu'il varie dans les proportions importantes suivantes [291]:

1/2 angle	44°	18°	11.3°
rendement	10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-8</sup>	10 <sup>-12</sup>

On aura donc intérêt à travailler avec des sondes très ouvertes (45°) si la topographie de l'objet le permet, pour des applications en transmission ou en réflexion. Par contre, la configuration STOM/PSTM conduira à restreindre l'angle de la sonde pour optimiser la résolution [292].

Un autre intérêt des sondes semi-métallisées est la génération de plasmons au voisinage de l'extrémité : elle permet, pour un métal et une longueur d'onde particuliers, de multiplier  $|E|^2$  par un facteur atteignant  $5 \cdot 10^4$  (Ag à 380 nm). De telles sondes (« plasmon probe ») ont été réalisées, moyennant certaines précautions quant à l'adhérence et à l'homogénéité du dépôt : une équipe japonaise [293] a utilisé une pointe (angle 20°, rayon de courbure 10 nm) recouverte de 30 à 60 nm d'or, mais dans la configuration STOM/PSTM. Le signal est multiplié par 6 par rapport à la fibre nue, l'exaltation de l'intensité  $|E|^2$  étant évaluée à 100 – 200.

Les méthodes évoquées traitent efficacement le problème de la propagation dans les derniers microns de la sonde. Dans le cas des fibres étirées, il est difficile, compte tenu de l'espace mémoire demandé par les calculs, de traiter globalement la propagation dans tout le *taper*, long de quelques centaines de microns, qui précède la pointe. Cette première étape de la propagation peut faire appel à des méthodes plus classiques telles que

- la *BPM* [294], dans la partie où le faisceau n'interagit pas avec la paroi de la pointe,
- l'approche géométrique fondée sur la réflexion des rayons par la paroi métallisée [246] : elle permet d'analyser qualitativement l'efficacité du *taper* et son comportement thermique, notamment la position des points chauds. Cette approche a dégagé l'idée d'une forme optimale obtenue par rotation d'un arc de parabole [295].

### 8.1.2 Métallisation et post-usinage

Le dépôt métallique sur les fibres amincies est généralement réalisé par évaporation thermique sous vide (effet Joule ou canon à électron), plus rarement par pulvérisation cathodique (« sputtering »). La plupart des métaux peuvent être utilisés (Al, Ag, Au, Cr, Pt, Ti, etc.) mais l'aluminium est souvent choisi pour son coefficient d'absorption élevé. L'épaisseur assurant une opacité totale est de l'ordre de 100 nm. L'ouverture dans la couche métallique se fait par ombrage, en inclinant la fibre à environ 75° par rapport au flux incident. Il est admis que l'obtention d'une ouverture bien définie suppose que l'extrémité de la sonde comporte un méplat. Le dépôt doit éviter la formation de grains. D'après [296], il faut pour cela :

- un vide inférieur à  $5 \cdot 10^{-6}$  bar (il faut éliminer l'oxygène, ainsi que la vapeur d'eau),
- une vitesse d'évaporation aussi grande que possible,
- maintenir le substrat aussi froid que possible, tout en s'approchant à 15 ou 20 mm de la source,
- une grande propreté du substrat : éviter le dépôt de particules par adhérence électrostatique, donc supprimer tout délai entre étirage et dépôt. Le nettoyage (solvants, acides, ultrasons) est rarement très efficace. Le plus important est de bien enlever les résidus de gaine plastique.

L'évaporation traditionnelle à l'aide d'un filament en double hélice est préférée au canon à électron. La vitesse de dépôt choisie est 25 nm/s. D'autres équipes [297] utilisent néanmoins avec succès l'évaporation plus lente par canon à électron (2 à 5 nm/s).

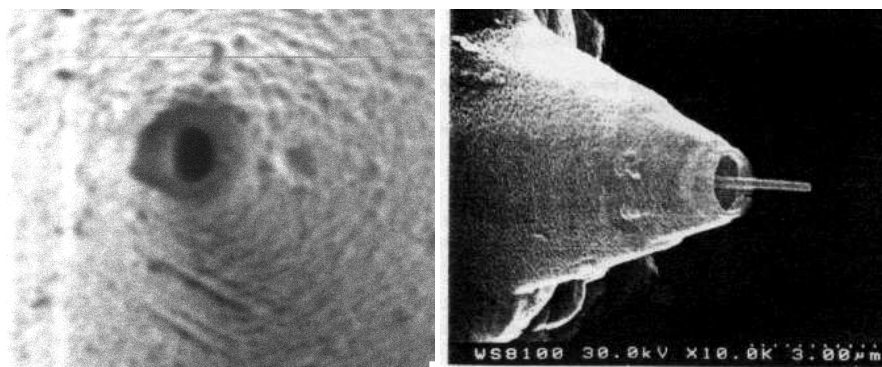
Au lieu d'utiliser l'ombrage lors de l'évaporation, deux méthodes chimiques permettent de réaliser l'ouverture voulue à l'extrémité d'une pointe complètement recouverte de métal :

- la lithographie [298] : la pointe métallisée est recouverte d'une résine photosensible, puis son extrémité irradiée par une onde évanescence. Après développement, l'ouverture pratiquée dans la résine permet d'attaquer très localement la couche de métal,

- l'électrolyte solide [299] : la pointe recouverte d'argent est mise à un potentiel positif au contact d'une solution électrolytique solide de sel d'argent. Les ions  $\text{Ag}^+$  migrent à travers la solution vers l'électrode, ce qui découvre progressivement l'extrémité de la pointe. La formation de l'ouverture peut être contrôlée par le passage de la lumière.

#### Usinage par faisceau ionique focalisé (FIB)

L'usinage par faisceau ionique focalisé (« Focused Ion Beam » ou FIB), apparu récemment, constitue un complément intéressant aux méthodes précédentes. L'appareil comporte une source d'ions gallium, accélérés et focalisés par une série d'optiques électrostatiques. Le choc des ions sur l'objet produit une usure de la surface, et les électrons libérés permettent aussi une imagerie mettant en évidence des contrastes chimiques. Ses performances atteignent quelques nanomètres en imagerie, quelques dizaines de nanomètres en gravure. Des ouvertures de grande qualité ont ainsi été réalisées en tronçonnant avec précision l'extrémité d'une pointe métallisée [300] (fig. 8.4). Au delà de cette procédure de retouche, le FIB permet, en associant usinage et dépôt métallique local, d'élaborer des formes de sonde plus sophistiquées, telles que des sondes coaxiales, utilisables en infrarouge [301] (fig. 8.4).



(a) Ouverture réalisée sur une pointe métallisée (image LOPMD-IMFC).

(b) Sonde coaxiale réalisée par dépôt métallique sous FIB [301].

FIG. 8.4: Sondes réalisées par FIB.

#### 8.1.3 Sondes fluorescentes

Une limite inférieure d'une dizaine de nanomètres dans la dimension des nano-ouvertures est imposée par la profondeur de l'effet de peau des métaux. Des nanosources de taille inférieure sont réalisables en mettant à profit la fluorescence de nanoparticules, de gouttelettes, voire de molécules greffées à l'extrémité de la sonde, la lumière excitatrice étant éliminée par filtrage chromatique. Les premiers essais sont dus à A. Lewis & al. [302], qui utilisaient une micropipette remplie d'un polymère coloré. Quelques exemples plus récents peuvent être cités :

- sondes polymères sur microleviers : leur avantage est de pouvoir être greffées plus facilement avec des dopants fluorescents [303],
- greffage de silicium poreux à l'extrémité d'une sonde, de façon à constituer une nanosource [304],
- les travaux de V. Sandoghdar & al. [305] sur les sondes actives visent à fixer à l'extrémité de la sonde une goutte de polymère dopé de dimension inférieure à  $50\text{ nm}$ , ou encore une molécule fluorescente unique (terrylène), notamment pour les expériences à très basse température.

## 8.1.4 Caractérisation des sondes

### 8.1.4.1 Comportement optique

L'évaluation la plus sûre de la qualité optique d'une sonde, notamment leur résolution, est donnée par l'analyse des images d'objets tests dotés de structures suffisamment fines, par exemple des trous réalisés dans une couche métallique. Les particules ou molécules fluorescentes constituent des tests de résolution optique plus faciles à découpler de la topographie, notamment en réflexion.

La lithographie permet par ailleurs de réaliser une image de la répartition d'intensité lumineuse au voisinage de la pointe. L'avantage est de pouvoir effectuer aussitôt la lecture de cette tache élémentaire avec la sonde elle-même. La réponse dépend de la réaction du milieu photosensible : s'il s'agit d'une variation de transmittance ou de réflectance, elle ressemble à l'autocorrélation de la tache ; s'il s'agit d'une variation topographique, la réponse est plus complexe car elle dépend aussi de la forme de la pointe (cf. chapitre 16).

Il est souvent souhaitable d'évaluer partiellement les performances des sondes au cours du processus de fabrication, avant qu'elles ne soient implantées dans la tête du microscope. La première vérification nécessaire pour la mise au point de toute nouvelle méthode est le contrôle au microscope électronique de la forme de la pointe. Le microscope doit être utilisé au mieux de sa résolution (courte distance de travail) lorsqu'on veut visualiser la qualité d'une pointe métallisée (forme et symétrie de l'ouverture, granularité de la couche).

L'examen du faisceau émis par la sonde, avant toute prise d'image, s'il ne donne pas accès à la résolution, permet toutefois d'éliminer les sondes trop défectueuses. Il est généralement constitué, pour la sonde non métallisée, d'anneaux dont la symétrie nous renseigne sur la qualité de la pointe. G. Valaskovic & al. [296] utilisent l'immersion dans une suspension de microbilles pour évaluer la partie de la sonde réellement éclairée par l'onde guidée dans le *taper* : cette zone doit être aussi réduite que possible pour optimiser le rendement lumineux de la sonde.

Cette analyse peut être affinée en étudiant le halo diffracté par la sonde placée dans une configuration « *STOM inversé* », à proximité de la lentille demi-boule servant de support. Il faut étudier essentiellement la partie sur-critique du faisceau réfracté dans la lentille car elle participe à la haute résolution des images. Cette analyse est d'autant plus pertinente que l'indice de la lentille est élevé.

Plus simplement, dans ce type de configuration (*STOM* ou *STOM inversé* sur-critique), la courbe d'approche (c'est-à-dire la variation de type exponentielle du signal en fonction de la distance de la sonde à la surface de la lentille) donne une indication utile sur l'état de la pointe et son rendement.

Enfin, des mesures de la polarisation sur le faisceau émis par la sonde peuvent être reliées à l'anisotropie de la nano-ouverture pour une pointe métallisée. Elles sont délicates car elles supposent une maîtrise de la polarisation à l'entrée du *taper*.

### 8.1.4.2 Comportement thermique

Une des limites les plus sévères imposées au signal optique, lorsqu'on utilise une sonde émettrice métallisée, est imposée par l'absorption de la lumière par la couche métallique. Elle entraîne un échauffement important de la sonde au voisinage de l'extrémité. Les mesures effectuées à l'aide d'un micro-thermocouple [306] (fig. 8.5) indiquent une élévation de température locale de l'ordre de 200°C pour une puissance injectée de 6 mW. Elle détruit la couche lorsqu'elle atteint 400°C [307]. Une équipe a récemment proposé d'améliorer l'adhérence du métal et la résistance de la sonde, notamment aux faisceaux pulsés (typiquement 270 μJ/10 ns) en procédant à un dépôt de multi-couches Al-Ti [308]. Bien avant d'atteindre la destruction de la sonde, l'échauffement peut avoir un effet observable sur le signal optique lorsque la lumière, donc la température, est modulée à basse fréquence (c'est le cas lorsque l'on utilise un « hacheur » mécanique). Les dimensions de la sonde sont modulées, notamment sa longueur, ce qui peut perturber le signal topographique.



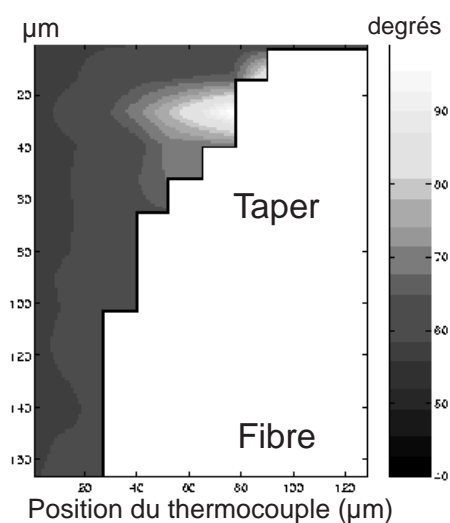


FIG. 8.5: Répartition de température au voisinage d'une sonde métallisée. (Résultats C. Bainier, D. Charraut).

## 8.2 Fabrication de pointes de fibre optique par étirage séquentiel à chaud

L'aminçissement d'une fibre optique par étirage à chaud est dérivé de celui développé pour les micropipettes de biologie [309]. Il consiste à chauffer localement, par absorption du rayonnement infrarouge ( $10,6 \mu\text{m}$ ) d'un laser  $\text{CO}_2$ , la fibre optique maintenue en tension sous l'action d'un poids. Au-delà d'une certaine température, l'aminçissement de la fibre intervient. Il s'apparente à l'écoulement d'un fluide visqueux. La formation de la pointe ultime se produit pendant le refroidissement, après que l'illumination par le laser  $\text{CO}_2$  a été interrompue. Elle est quelquefois assistée par l'application d'une force de tension impulsionnelle supplémentaire.

La procédure la plus répandue ne comprend qu'une seule séquence de chauffage-refroidissement, ou un petit nombre de cycles. Un exemple typique de la morphologie des pointes que l'on obtient ainsi, est présenté sur la figure 8.6. La forme générale de ces pointes se décompose schématiquement en 3 zones [296]: un premier *taper* suivi d'un filament terminé par un second *taper*. Ce dernier (soit environ les 15 derniers microns) joue un grand rôle dans la transmission de la pointe, et une brève attaque chimique peut en modifier efficacement l'angle terminal [310]. Une pointe de morphologie conique, sans changement notable de courbure et de grand angle au sommet, semble en définitive la forme la plus favorable. Une telle pointe peut être fabriquée lorsque l'étirage à chaud comprend de multiples étapes successives de chauffage-refroidissement, les caractéristiques de chacune des étapes étant conditionnées par la mesure du résultat des étapes précédentes. Or la plupart des procédures d'élaboration ne permettent qu'un contrôle *a posteriori* de ces paramètres. Nous allons montrer qu'il est possible de contrôler *in situ* la formation de la pointe, par un processus rétroactif. Dans ce procédé, la pointe est préformée par un étirage séquentiel à chaud, puis sa dimension est définie par une attaque chimique spécifique de sa morphologie.

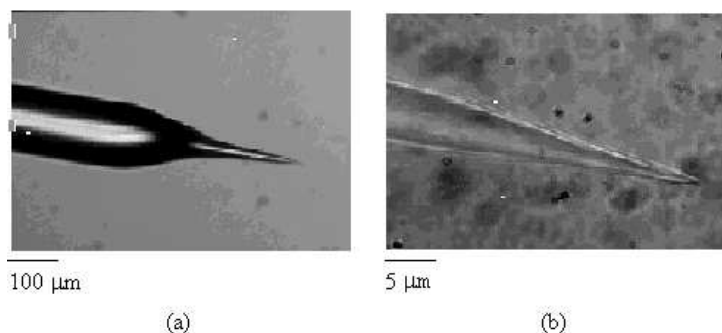


FIG. 8.6: Pointe de fibre optique amincie par une procédure d'étirage à chaud en une seule étape.

## 8.2.1 L'étirage séquentiel à chaud : un procédé rétroactif de formation d'une pointe de fibre optique.

### 8.2.1.1 Le dispositif

Le dispositif d'étirage séquentiel de fibre optique diffère peu d'un dispositif commercial usuel. Ses principales caractéristiques sont les suivantes. Une lentille positionne le faisceau du laser  $CO_2$  sur la fibre optique en un spot de diamètre typique 2 mm (soit 20 fois le diamètre de la fibre). Le laser délivre des impulsions dont la durée est ajustée par une commande *TTL* de son alimentation. La fibre est maintenue par pincement entre deux rails qui coulissent horizontalement sur des cages à billes. Les extrémités des rails sont reliées par un fil qui est guidé par des poulies et fixé à un poids libre. Ce poids détermine la force qui s'exerce pendant toute la procédure sur les deux rails pour maintenir la fibre optique en tension. Un microscope équipé d'une caméra permet de visualiser chaque étape de l'amincissement.

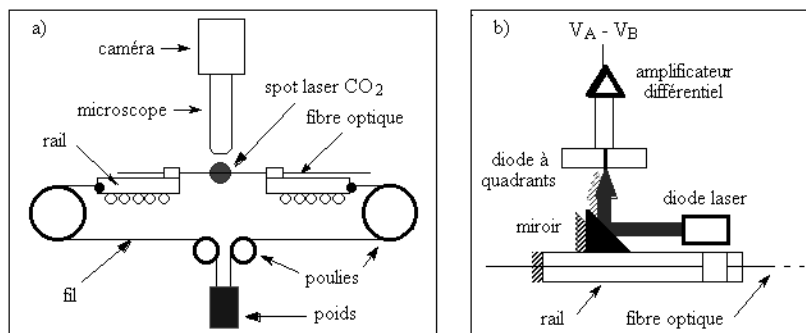


FIG. 8.7: a) Schéma du dispositif d'étirage séquentiel à chaud, b) Principe de mesure de l'éirement.

Si la pointe formée est de géométrie conique, la mesure de l'éirement de la fibre est caractéristique de son état d'amincissement et permet un contrôle du processus. La figure 8.7 b illustre le principe de cette mesure. Un miroir est fixé sur un des rails coulissants. Il réfléchit perpendiculairement au rail, sur une photodiode à quadrants, le faisceau émis parallèlement au rail par une diode laser. Une chaîne d'amplification différentielle mesure  $V = V_A - V_B$ , un signal proportionnel à la différence de puissance lumineuse reçue par les quadrants A et B de la photodiode. La diode laser et la photodiode étant fixes, le signal  $V$  indique la position absolue du rail, sa variation  $\Delta V$  et la dérivée de  $\Delta V$  par rapport au temps fournissent respective-

ment le déplacement du rail et sa vitesse de déplacement qui correspondent à l'allongement et à la vitesse d'étirage de la fibre.

### 8.2.1.2 Principe et mode opératoire

L'étirage séquentiel consiste à chauffer la fibre optique par une série (typiquement une centaine) d'impulsions laser de durée variable  $\tau_n$ . Chaque impulsion produit un étirage  $\Delta\ell_n$  correspondant à la variation de signal  $\Delta V_n$ . Entre deux impulsions, un délai est ménagé pour permettre le refroidissement de la fibre. La procédure se décompose en quatre phases. La phase 1 consiste à définir les conditions initiales de l'étirage. La phase 2 réalise un amincissement de la fibre par étapes constantes et assure une morphologie conique de la pointe. La phase 3 prépare avec précision le diamètre de la fibre pour la formation de la pointe. La phase 4 n'est constituée que d'une impulsion laser dont la durée assure la rupture de la fibre et la formation de la pointe.

Au cours de la phase 1, la durée des impulsions laser croît jusqu'à ce que l'étirage  $\Delta\ell_i$  dépasse un certain seuil  $\Delta\ell_I$ . L'impulsion  $i$  termine alors la phase 1 et définit les conditions initiales de l'étirage. La durée  $\tau_i$  de cette impulsion est choisie comme temps de référence  $\tau_{ref}$  pour définir l'échelle des temps de l'ensemble du processus ; c'est la durée d'impulsion nécessaire pour étirer une fibre de diamètre  $D_1$  ( $= 125 \mu m$ ), de la longueur  $\Delta\ell_I$  ( $= 2,5 \mu m$ ) (les valeurs données dans ce paragraphe sont indicatives).

La phase 2 correspond à un régime d'amincissement régi par une "rétroaction". Le premier paramètre que l'on définit est la consigne  $\Delta V_c$  qui correspond à la valeur  $\Delta\ell_c$  ( $= 2,5 \mu m$ ) de l'étirement que l'on souhaite maintenir constant pour toutes les impulsions. Au fur et à mesure que la fibre s'amincit, la durée de l'impulsion nécessaire pour obtenir une valeur fixée de l'étirage diminue (figure 8.8). La décroissance de

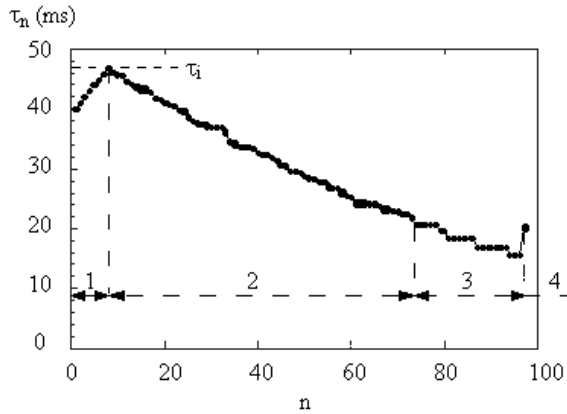


FIG. 8.8: Évolution de la durée des impulsions en fonction du numéro d'impulsion. Les 4 phases de la procédure d'étirage sont indiquées.

la durée des impulsions est contrôlée de manière itérative. Pour déterminer la durée de la  $n$ -ième impulsion du laser, on définit d'abord la durée dont l'écart à  $\tau_{n-1}$  est identique à celui entre  $\tau_{n-1}$  et  $\tau_{n-2}$  :

$$\tau_{n-2} - \tau_{n-1} = \tau_{n-1} - \tau_n^0. \quad (8.1)$$

Ensuite, on détermine la véritable durée  $\tau_n$  de la  $n$ -ième impulsion en ajoutant à  $\tau_n^0$  une correction qui tient compte, d'une part, de l'écart à la consigne mesuré lors de l'impulsion  $n-1$  et, d'autre part, de la pente avec laquelle l'étirage (ou l'écart à la consigne) varie entre les impulsions  $n-2$  et  $n-1$  :

$$\tau_n = \tau_n^0 + C_r \delta v_n = \tau_n^0 + \frac{C_r}{\Delta V_c} [(\Delta V_c - \Delta V_{n-1}) - (\Delta V_{n-1} - \Delta V_{n-2})]. \quad (8.2)$$

La valeur de la correction dépend du coefficient  $C_f$ . Ce coefficient joue le rôle d'un gain de rétroaction appliqué au signal d'erreur  $\delta v_n$ . Sa valeur est choisie pour maintenir le signal d'erreur le plus faible possible. Lorsque la durée de l'impulsion devient inférieure à  $\alpha \tau_{ref}$ , une fraction empiriquement choisie du temps de référence, la phase 2 se termine.

A ce stade, l'amincissement de la fibre a permis d'atteindre un diamètre  $D_2$  ( $= 25 \mu m$ ) par pas  $\delta D_2$  ( $= 1,5 \mu m$ ). Il est alors nécessaire de poursuivre le processus par pas plus petits, afin de préparer de façon précise, le diamètre de la fibre qui permettra la formation de l'extrémité de la pointe, avec les caractéristiques géométriques désirées. On définit pour cela la phase 3 où la durée des impulsions décroît par paliers dont les valeurs sont choisies de telle sorte que l'amincissement de la fibre à chaque impulsion soit inférieur à  $\delta D_3$  ( $= 0,5 \mu m$ ). Au cours de cette phase, ce n'est plus l'étrépage qui est mesuré mais directement le diamètre de la fibre, via le microscope représenté sur la figure 8.7 a. Lorsque la fibre atteint un diamètre  $D_3$  typiquement  $15 \mu m$ , valeur qui dépend de la tension appliquée à la fibre, de la puissance du laser, etc., la phase 3 se termine.

Le principe de rétroaction change pour la phase 4 : la durée de la dernière impulsion n'est pas fixée *a priori* d'après le résultat des impulsions précédentes. L'interruption du faisceau laser intervient lorsque la **vitesse d'étrépage**  $v_e$  de la fibre (vitesse de déplacement du rail) mesurée au cours de l'impulsion dépasse un certain seuil  $v_{es}$  dont la valeur est choisie d'après l'expérience. La pointe obtenue suite à cette dernière impulsion a la forme d'un cône tronqué dont l'extrémité a un diamètre  $D_4$  compris entre  $0,5 \mu m$  et  $1 \mu m$  (Figure 8.9). Les valeurs de l'angle au sommet  $\theta$  correspondantes sont comprises entre  $40^\circ$  et  $60^\circ$ . Les

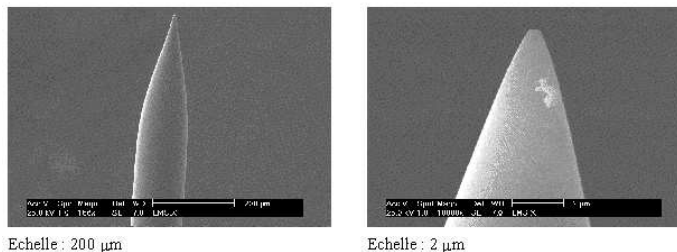


FIG. 8.9: Les pointes de fibre optique obtenues par étrépage séquentiel visualisées au Microscopie Electronique à Balayage. a) échelle :  $200 \mu m$ , b) échelle :  $2 \mu m$

couples de valeurs de  $D_4$  et  $\theta$  sont déterminés par la valeur précise de  $D_3$ . La dimension des pointes obtenues par cette méthode est au mieux de  $500 nm$ , précision avec laquelle on peut mesurer  $D_3$ . Cependant, la reproductibilité de l'expérience est proche de 100%. Dès lors, la recherche des paramètres permettant d'obtenir par étirement séquentiel à chaud des pointes de diamètre très inférieur semble être d'une difficulté démesurée en comparaison de la voie offerte à ce stade par une attaque chimique complémentaire.

## 8.2.2 Attaque chimique en complément

On peut se demander *a priori* quel peut être l'intérêt d'utiliser un étrépage séquentiel à chaud pour ensuite avoir recours à une technique d'attaque chimique qui permet à elle seule de fabriquer directement des pointes à partir d'une fibre optique à l'état brut (voir § 8.3). La raison tient à la forme de cône tronqué des pointes obtenues par étrépage séquentiel à chaud. Cette morphologie particulière a deux conséquences majeures.

D'une part, pour parvenir à une pointe de diamètre extrême typique  $10 nm$ , il est beaucoup plus facile de contrôler l'attaque chimique à partir d'un diamètre de  $500 nm$  (rapport 50) plutôt qu'à partir d'un diamètre de  $125 \mu m$  (rapport  $> 10^4$ ). Il est clair que l'influence de facteurs extérieurs qu'il est difficile de contrôler avec une grande précision, tels que la température, les vibrations, les turbulences, la concentration, se fait beaucoup moins sentir. De plus, la sensibilité aux dérives dans le temps de ces paramètres est moindre dans

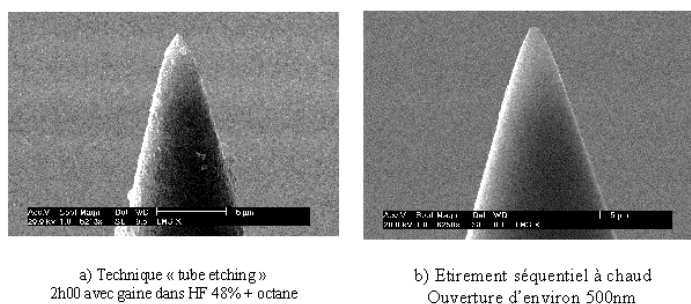


FIG. 8.10: a) Pointe obtenue par attaque chimique : technique « tube etching » 2h00 avec gaine dans HF 48% + octane. b) Pointe obtenue par étirement séquentiel à chaud : ouverture  $\simeq 500$  nm. (Echelle : 5  $\mu$ m)

la mesure où les temps d'immersion de la fibre dans la solution acide se trouvent considérablement réduits (3 mn dans HF 12% à comparer avec 90 mn dans HF 48%).

D'autre part, si les procédés d'attaque chimique (cf. § 8.3) présentent un certain nombre d'avantages (symétrie, maintien des propriétés guidantes du coeur ...), il n'en reste pas moins que les pointes qu'ils fournissent ne possèdent pas d'ouverture pré-définie contrairement à celles obtenues par étirement séquentiel à chaud (fig. 8.10). Cette propriété est particulièrement importante pour les expériences où la pointe est utilisée comme source locale de lumière. Dans ce cas, il est nécessaire de réaliser une métallisation de la pointe qui ménage une ouverture définissant la dimension de la source. Or, il est beaucoup plus facile d'effectuer un tel dépôt de métal sur une pointe en forme de cône tronqué, que sur une pointe possédant un rayon de courbure faible. On peut ainsi éviter d'avoir recours à la lourde technique d'usinage par focalisation de faisceau d'ions (Focused Ion Beam Milling) pour « gommer » l'extrémité de la pointe et dégager une ouverture [300]. Par ailleurs, il est important de remarquer que l'état de surface des pointes obtenues par étirage puis attaque HF est souvent de meilleure qualité que celui des pointes obtenues par le seul processus d'attaque chimique dans une solution d'acide fluorhydrique. La figure 8.10 permet de comparer l'état de surface d'une pointe obtenue par attaque chimique et d'une pointe ayant subi un étirage séquentiel ; on verra par la suite que l'attaque chimique complémentaire ne dégrade pas la qualité de surface des pointes, du fait de la faible quantité de matière dissoute. Cette qualité de surface est un avantage pour réaliser le dépôt de métal [308]. L'attaque chimique complémentaire d'une pointe préformée par amincissement séquentiel à chaud est basée sur trois principes :

- l'attaque chimique est isotrope et conserve la forme de cône tronqué de la pointe (l'angle est conservé, seul le diamètre change) ;
- la mesure des caractéristiques géométriques de la pointe préformée (angle, diamètre) fournit le « signal d'erreur » pour la dernière étape du processus rétroactif (i.e. pour le calcul du temps d'attaque nécessaire à obtenir le diamètre final désiré) ;
- le choix de la concentration de la solution de HF n'affecte que la vitesse d'attaque.

### 8.2.2.1 Attaque isotrope de la pointe préformée

La figure 8.11 représente une pointe observée au Microscope Electronique à Balayage (MEB) avant et après une minute d'attaque dans HF 12% à 25° C (échelle 500 nm) : ces clichés confirment clairement la validité de l'hypothèse selon laquelle l'attaque chimique est isotrope et conserve la forme de cône tronqué des pointes préformées. De plus, l'attaque complémentaire n'affecte pas de façon mesurable, à cette échelle, la rugosité de la surface. Il semble même que certaines irrégularités soient lissées.

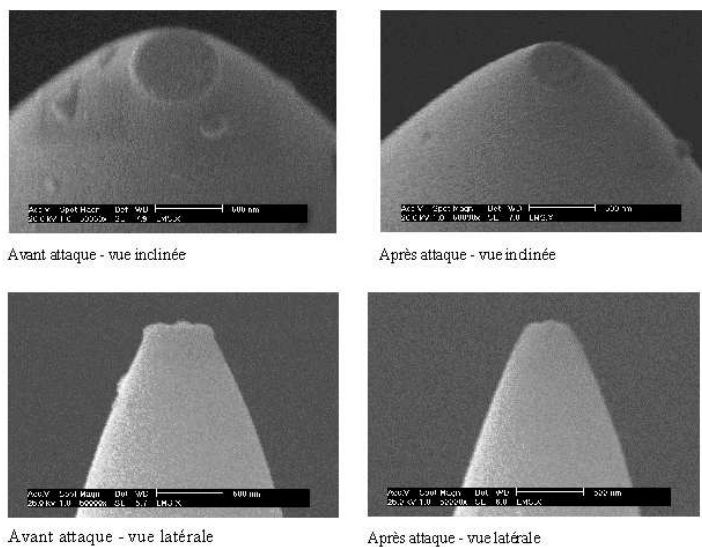


FIG. 8.11: Clichés MEB d'une pointe préformée avant et après attaque chimique complémentaire. De gauche à droite et de haut en bas ; avant et après attaque : vue inclinée, avant et après attaque : vue latérale.

### 8.2.2.2 Calcul du temps d'attaque chimique d'une pointe préformée

A partir d'une vue schématique (fig. 8.12) de l'attaque chimique isotrope, on peut calculer le temps d'attaque  $t$  nécessaire pour obtenir une pointe de diamètre final  $D$ .

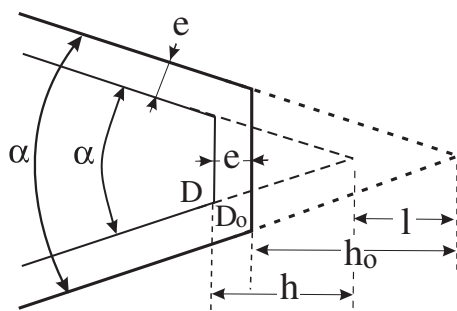


FIG. 8.12: Modèle de l'attaque isotrope de la pointe.

On définit la « vitesse d'attaque linéaire » de la fibre par  $HF$ , qui correspond à la diminution du rayon  $R$  d'une fibre optique cylindrique :  $v_L = -dR/dt$ . À partir de cette vitesse linéaire d'attaque et des caractéristiques géométriques de la pointe préformée définies sur la figure 8.12, on exprime facilement  $D$  en fonction de  $t$  :

$$D = D_0 - 2v_L t \frac{1 - \sin(\alpha/2)}{\cos(\alpha/2)}. \quad (8.3)$$

En fixant la valeur du diamètre  $D$  de l'ouverture que l'on veut obtenir, et en posant  $v_D = 2v_L$  on calcule le temps d'attaque par la formule suivante :

$$t = \frac{\cos(\alpha/2)}{v_D[1 - \sin(\alpha/2)]}(D_0 - D). \quad (8.4)$$

Lors de l'étirage à chaud, la rupture de la fibre fournit deux pointes préformées. L'une sera utilisée comme témoin pour évaluer le temps d'attaque. L'autre, destinée à être la nanosource, subira l'attaque chimique puis éventuellement la métallisation. Le témoin de chacune des fibres est observé au MEB. À partir de ces images, les grandeurs  $D_0$  et  $\alpha$  sont mesurées et peuvent être utilisées pour calculer  $t$ .

### 8.2.2.3 Choix de la concentration de la solution de HF

Pour qu'il soit simple de contrôler la durée d'immersion de la pointe préformée avec une précision d'environ 1%, il faut que sa valeur soit de l'ordre de 100 s (des temps beaucoup plus courts seraient entachés d'une incertitude de mesure, des temps beaucoup plus longs rendraient l'expérience sensible aux dérives). Les valeurs typiques de  $D_0$ , le diamètre initial, et de l'angle au sommet  $\alpha$  sont respectivement 500 nm et 45°. D'après ces caractéristiques et l'équation 8.4, pour obtenir par exemple, un diamètre final de 50 nm après une attaque de 100 s, il faut ajuster la concentration de la solution de HF de manière à obtenir  $v_L = 3,4 \text{ nm.s}^{-1}$ .

La figure 8.13 montre les mesures du diamètre d'une fibre cylindrique en fonction du temps d'attaque pour une solution de HF de concentration 48% en masse et à la température de 21°C. Ces valeurs s'alignent sur une droite de pente  $-v_D = 0,056 \mu\text{m.s}^{-1}$ . Soit une vitesse d'attaque linéaire  $v_L = 28 \text{ nm.s}^{-1}$ . Cette valeur de  $v_L$  est trop importante d'un ordre de grandeur. Mais la vitesse d'attaque varie rapidement avec la

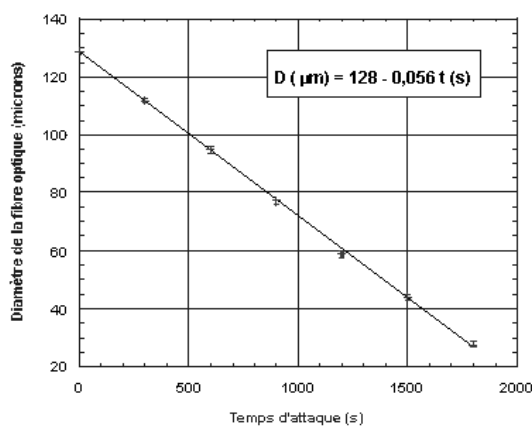


FIG. 8.13: Evolution du diamètre de la fibre en fonction du temps d'attaque (HF48%).

concentration [311], et les mêmes mesures réalisées dans une solution d'acide fluorhydrique de concentration en masse 12%, à la température de 25°C, donne une vitesse d'attaque linéaire  $v_L = 2,33 \text{ nm.s}^{-1}$ . Cette valeur est bien adaptée à la réalisation d'une attaque chimique complémentaire sur une pointe préformée.

### 8.2.3 Conclusion

En combinant la procédure d'étirage séquentiel à chaud et une attaque chimique complémentaire, il est possible de réaliser des pointes de fibre optique amincies dont la forme et la dimension sont contrôlées avec une très grande reproductibilité.

Par comparaison avec des études utilisant un dispositif commercial d'amincissement à chaud [310], l'avantage certain que l'on peut affecter à un système d'étirage séquentiel est la possibilité d'une rétroaction permanente de manière à maîtriser parfaitement les étapes de la formation de la pointe. Au terme de l'étirage, la dimension et la forme de la pointe préformée sont mesurées (figure 8.14). L'étape suivante, l'attaque chimique, peut être vue alors comme la dernière étape du processus rétroactif. Elle a pour particularité de ne pas modifier la forme générale de la pointe, mais elle permet d'ajuster précisément la dimension de son extrémité.

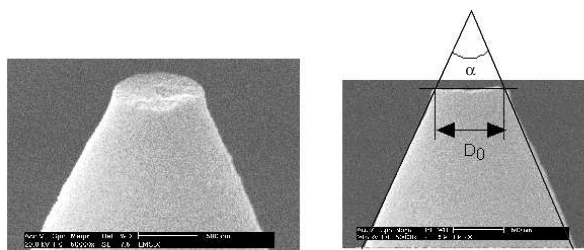


FIG. 8.14: Observation au MEB du témoin d'une pointe préformée (échelle : 500 nm). a) Visualisation de l'ouverture (vue inclinée). b) Mesure des caractéristiques géométriques de la pointe préformée (vue de profil).

Considérons l'exemple de pointe préformée dont le témoin est représenté sur la figure 8.14. Les valeurs du diamètre et de l'angle que l'on mesure sont :  $D_0 = 700 \text{ nm}$  et  $\alpha = 48^\circ$ . Pour obtenir un diamètre final de  $20 \text{ nm}$  avec une vitesse d'attaque linéaire  $v_L = 2,33 \text{ nm/s}$  (HF 12% à  $25^\circ\text{C}$ ), le temps d'attaque est  $t = 3 \text{ mn } 45 \text{ s}$ .

La pointe correspondant au témoin de la figure 8.14 a subi une attaque chimique dans les conditions décrites précédemment, puis une métallisation (dépôt de  $10 \text{ nm}$  de chrome puis de  $100 \text{ nm}$  d'aluminium) par évaporation sous vide secondaire. Dans le dispositif d'évaporation sous vide secondaire, la pointe tourne autour de son axe qui fait un angle de  $75^\circ$  avec la direction moyenne du flux de métal évaporé. De cette façon, comme le montre l'image de la figure 8.15 b, l'ouverture pré-définie à l'extrémité tronquée de la fibre est préservée du dépôt métallique. Son diamètre vaut environ  $50 \text{ nm}$ . Cette valeur est à comparer au diamètre  $D = 20 \text{ nm}$  qui était visé. Cet écart à la valeur calculée est probablement dû à une sous-estimation soit de la vitesse d'attaque linéaire (de seulement 4%), soit de l'angle du cône, soit du diamètre initial de l'extrémité de la pointe-témoin.

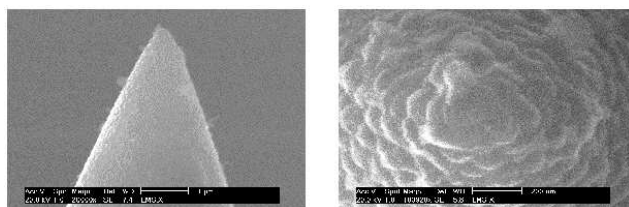


FIG. 8.15: Images MEB de la nanosource correspondant au témoin de la figure 8.10, et ayant subi l'attaque chimique complémentaire puis la métallisation. a) Vue inclinée (échelle :  $1 \mu\text{m}$ ). b) Vue de face (échelle :  $200 \text{ nm}$ ) l'ouverture à l'extrémité de la fibre est de  $50 \text{ nm}$ .

Notons que, sur les images de la figure 8.15, la morphologie du dépôt (couche compacte d'îlots de dimension  $100 \text{ nm}$ ) n'est pas idéale. Elle est probablement liée à une vitesse d'évaporation trop faible



(10 nm Cr à 0,5 nm/s puis 100 nm Al à 2,2 nm/s). Néanmoins, cette pointe constitue une source localisée et intense de lumière en champ proche dont la dimension est uniquement déterminée par l'ouverture pré-définie.

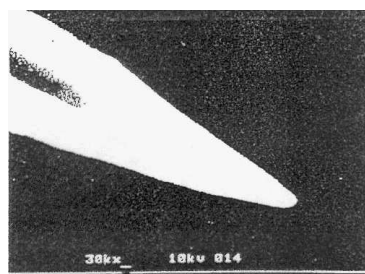
### 8.3 Pointes optiques réalisées par attaque chimique

La silice dopée qui constitue les fibres optiques pour le visible et le proche infrarouge est dissoute par l'acide fluorhydrique à raison d'environ  $1 \mu\text{m} / \text{mn}$  dans une solution à 40 %, soit 1 heure pour une fibre de  $125 \mu\text{m}$  à température ambiante. Au terme de cette attaque, la fibre se termine généralement par un cône dont on cherche à maîtriser l'angle. L'avantage de cette méthode est son faible coût et le bon rendement lumineux des pointes, du fait que le cœur est présent jusqu'à l'extrémité.

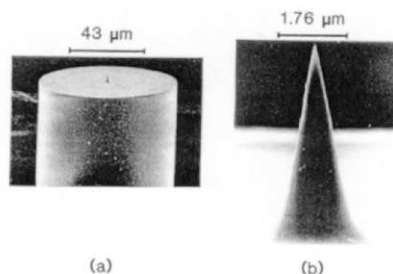
#### 8.3.1 Attaque « simple » en une étape

**Attaque simple.** L'attaque simple consiste à immerger les fibres optiques dans l'acide fluorhydrique, jusqu'à dissolution complète de la partie immergée et formation d'une pointe du fait de la présence d'un ménisque entre l'acide et la fibre et du fait de la vitesse d'attaque variable en fonction de la quantité de silice déjà attaquée. La durée d'attaque nécessaire dépend de la concentration de l'acide, de la température du bain et des paramètres du matériau formant la fibre. Pour que la pointe ne soit pas trop effilée, il est par ailleurs nécessaire d'arrêter la réaction au dessus du niveau de la solution par une couche de liquide non miscible [312] : l'angle obtenu dépend du ménisque entre les deux liquides et peut atteindre  $40^\circ$ . Une fois le processus optimisé, on peut avoir des pointes ayant à leur extrémité un rayon de courbure de l'ordre de  $100 \text{ nm}$  [221].

**Attaque tirant profit du profil d'indice des fibres utilisées.** Des pointes de fibres optiques ayant un diamètre de l'ordre d'une dizaine de nanomètres ont été réalisées par attaque chimique sélective [298]. L'angle du cône de la fibre est contrôlé en faisant varier le taux de dopant dans le cœur et ne tamponnant la solution avec du fluorure d'ammonium  $\text{NH}_4\text{F}$ . Le rayon de courbure final diminue avec le temps d'attaque [23, 292].



(a) Photographie d'une pointe après attaque simple (la barre mesure  $100 \text{ nm}$ ) [221].



(b) Photographies d'une pointe après attaque tirant partie de la différence de dopage entre cœur et gaine [292].

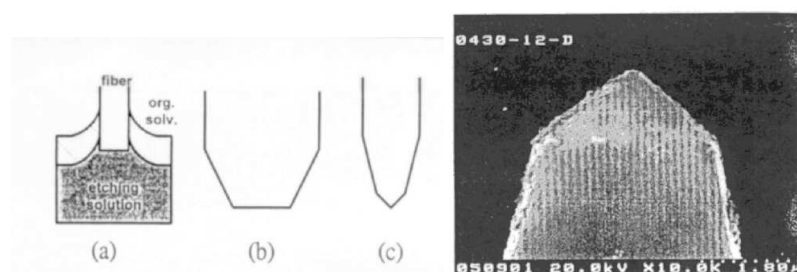
FIG. 8.16: Pointes réalisées par attaque chimique simple

### 8.3.2 Attaque en plusieurs étapes

Le défaut de la technique décrite par M. Ohtsu & *al.* est que la pointe obtenue se situe sur la face clivée de la fibre dont le diamètre est de l'ordre de  $125 \mu\text{m}$ . Il procède donc à une première attaque de la fibre afin de réduire le diamètre total de la fibre [23].

Une variante permet de réaliser des micro-ouvertures à fort coefficient de transmission. Deux attaques de la fibre avec des concentrations en acide fluorhydrique différentes permettent de réaliser des sondes ayant deux pentes, la pente la plus forte se situe à l'extrémité. Dans ces conditions, lorsque ces sondes sont métallisées et qu'une micro-ouverture existe à l'extrémité, le coefficient de transmission s'avère être supérieur à celui d'une sonde qui ne présenterait qu'une seule pente [313]. Cette forme a aussi prouvé son efficacité pour une utilisation en réflexion [314]. D'autres paramètres ont conduit l'équipe citée à procéder en plusieurs étapes, incluant la lithographie, pour dégager l'ouverture voulue ou laisser une protubérance diélectrique sortant de l'ouverture [315, 316].

L'inconvénient de ces méthodes est d'imposer une fibre particulière à cœur fortement dopé  $\text{GeO}_2$ . Un autre procédé sélectif, proposé par A. Kim & *al.*, semble moins limité dans son application car il utilise la présence d'un creux central d'indice dans certaines fibres. Ce creux d'indice correspond à une zone de la fibre où les dopants germanium ont subi une exodiffusion au moment de l'étape de rétreint lors de la fabrication de la préforme. La composition étant différente la vitesse d'attaque est localement variable [317].



(a) Schéma de l'attaque en deux étapes.

(b) Image au MEB d'une pointe ainsi réalisée.

FIG. 8.17: Pointe optique réalisée en deux étapes [313]

### 8.3.3 Attaque avec gaine

La fibre immergée peut être protégée par une fêrule de céramique, ou plus simplement par sa propre gaine, selon le procédé dit *tube etching* décrit simultanément par R. Stöckle & *al.* [318] et par P. Lambelet & *al.* [319]. Il consiste à laisser la gaine polymère de la fibre lors de l'attaque. Il se créerait des courants de diffusion le long de la fibre ce qui a pour conséquence de « nettoyer » la surface de la gaine des produits issus de l'attaque et d'éventuels polluants. La surface de la pointe s'avère beaucoup plus lisse que celle des pointes réalisées de façon traditionnelle. En fonction de la porosité de la gaine, la pointe a une forme variable. R. Stöckle & *al.* ont comparé des pointes réalisées à partir de différentes fibres, le tableau suivant montre que l'ouverture angulaire des pointes dépend de la concentration de l'acide et du type de fibre utilisée. Cette remarque s'applique à chaque méthode de fabrication de pointe par attaque chimique. Enfin, nous pouvons citer les travaux de N. Held & *al.* qui montrent que ces pointes peuvent être polies mécaniquement pour modifier *a posteriori* l'ouverture angulaire des pointes.

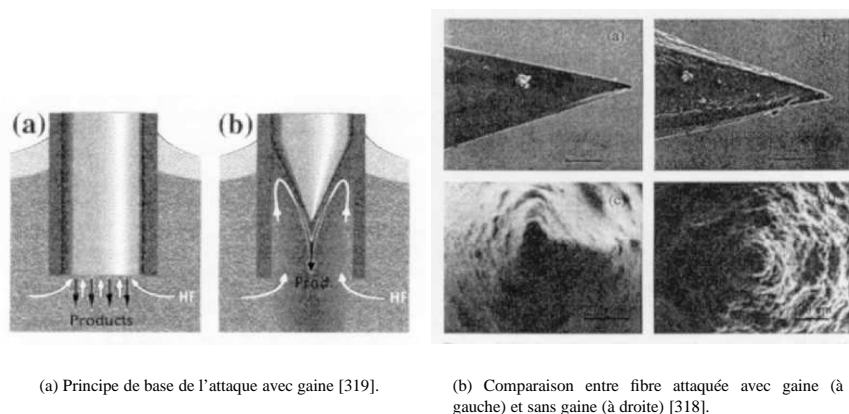


FIG. 8.18: Attaque chimique d'une fibre protégée par sa gaine plastique.

Fibre — % de HF	40%	34%	28%	21%
3M	22 ± 1	25 ± 1	22 ± 1	20 ± 1
Cabloptic	18 ± 2	23,6 ± 1	20,8 ± 1,5	19,4 ± 1,1
Laser Comp.100µm	22,9 ± 1,2	26 ± 1	...	35,1 ± 1

TAB. 8.1: Ouverture angulaire (en degrés) de pointes en fonction de la concentration en acide pour différentes fibres et à température ambiante [318].

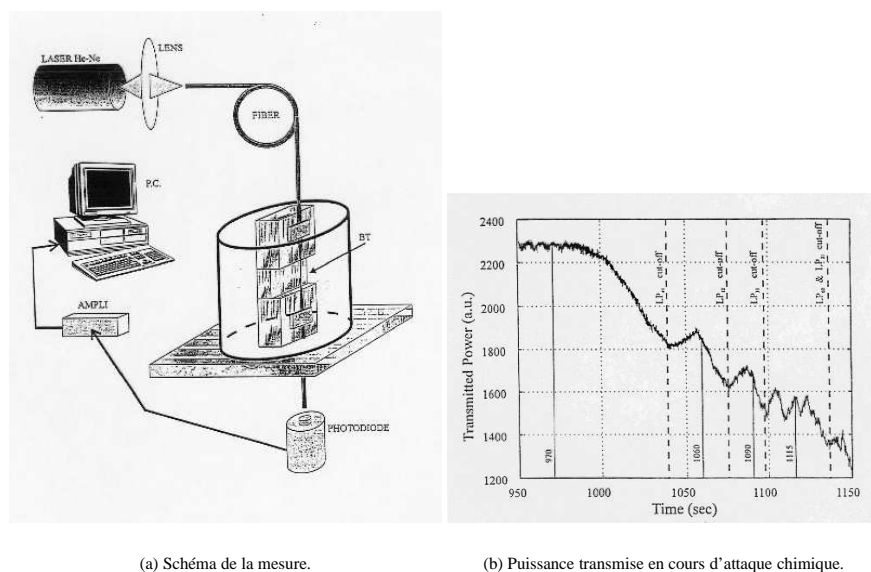
### 8.3.4 Caractérisation des pointes

**Caractérisation a posteriori.** La caractérisation est réalisée habituellement en métallisant la sonde et en la visualisant au MEB. Les montages utilisant des pointes non métallisées ne peuvent bénéficier de telles caractérisations. Dans ce dernier cas, il est nécessaire de faire un test témoin en métallisant une partie des pointes, quand le procédé s'avère reproductible, on suppose que toutes les sondes faites dans les mêmes conditions ont les mêmes caractéristiques.

**Caractérisation en temps réel.** La caractérisation en temps réel est délicate. Il faut tout de même noter, les mesures obtenues par T. Pagnot & al. qui en cours d'attaque a déterminé le taux de transmission de la fibre [320]. Celle-ci étant multimode, il est possible de voir en cours d'attaque le passage des modes à leur coupure et d'en déduire la taille de la fibre attaquée. Ce procédé ne peut malheureusement s'appliquer jusqu'à la fin de l'attaque, car la fibre multimode devient monomode. Dans le cas d'une fibre monomode, le mode n'a pas de fréquence de coupure.

### 8.3.5 Conclusion sur l'attaque chimique

Différentes techniques permettent actuellement de réaliser des sondes par attaque chimique ayant de faibles rayons de courbure (10 nm) avec des angles de cône contrôlés. Pour garantir la dimension des pointes réalisées par attaque chimique, il est nécessaire de contrôler la reproductibilité car la forme des pointes dépend de tous les paramètres d'attaque (pureté des produits, température, durées de traitement, etc.) mais aussi de la composition de la fibre optique qui n'est pas toujours une donnée aisée à obtenir de la part du fabricant. Il reste encore à montrer par des études comparatives (expérimentales et théoriques, si



(a) Schéma de la mesure.

(b) Puissance transmise en cours d'attaque chimique.

FIG. 8.19: Contrôle en temps réel de l'étréage d'une fibre multimode [320].

l'on peut réellement simuler la sonde), que la forme qui semble être un optimum géométrique est également optimale pour les mesures en champ proche.

#### 8.4 Pointes microlevier sur *Si* et composés *III – V*

L'utilisation des sondes optiques de champ proche micro-usinées est une alternative intéressante à l'emploi de sondes de type fibres optiques étréées.

En effet, cette catégorie de sondes présente plusieurs avantages.

- La méthode de fabrication issue de la microélectronique permet une fabrication de masse (environ 1200 sur une plaquette 8"). Il en découle deux points importants, le faible prix de revient et la grande reproductibilité;
- La structure en levier et le rapport longueur/épaisseur de ces derniers, donnent une tolérance de plusieurs micromètres en flexion avant d'atteindre la rupture, ce qui permet d'éviter les "accidents" lors des déplacements;
- Enfin, l'intégration de diverses fonctions sur le support du levier est un autre point fort de ces systèmes. Parmi les fonctions, on peut envisager l'intégration :
  - du capteur de force entre la pointe sonde et l'échantillon, ce qui permet de déterminer la distance sonde-échantillon,
  - de fonctions photoniques (émission localisée ou réception),
  - d'actionneurs, pour asservissement en position ou en flux lumineux.

Ces objectifs nécessitent différentes étapes de fabrication du levier-sonde. Cette section s'intéressera à la conception et à la réalisation de dispositifs micro-usinés sur substrat silicium et composés III-V, sondes destinées à la microscopie en champ proche optique.

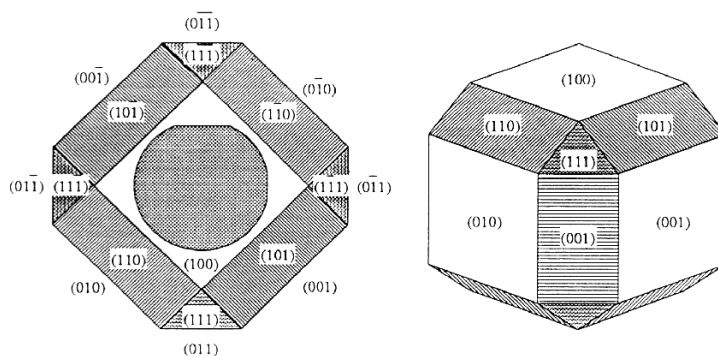


FIG. 8.20: Orientation des plans cristallins dans un système cubique faces centrées.

### 8.4.1 Le silicium

Le silicium monocristallin est toujours utilisé pour ses propriétés électroniques, mais depuis quelques années, grâce à ses propriétés mécaniques, il a servi de base au développement de nouveaux dispositifs intégrés appelés de manière générale micro-systèmes. Des connaissances bien établies sur son micro-usinage, son oxyde et son nitrure ont permis de fabriquer en production de masse et à faible coût, de nombreux capteurs et actionneurs.

#### 8.4.1.1 Généralités sur le micro-usinage du silicium

**8.4.1.1.1 La gravure humide anisotrope** La gravure humide anisotropique du silicium, dont la vitesse varie selon les directions cristallographiques, est utilisée dans la technologie de fabrication des dispositifs semi-conducteurs depuis le début des années 1950. Les solutions de graveurs sont nombreuses. Elles peuvent être dépendantes ou non du dopage et possèdent des degrés de sélectivité variés par rapport à ce matériau. Pour chacune d'entre elles, compte tenu de leurs propriétés chimiques, il faudra utiliser un matériau de masquage approprié. Nous pouvons citer parmi celles-ci :

- $NaOH$ ,  $CsOH$ ,  $NH_4OH$  en solution aqueuse [321],
- éthylène diamine, pyrocatechol et eau plus connu sous le nom d'EDP [321],
- hydrazine  $H_2N_4$  et eau [321],
- hydroxyde de potassium  $KOH$  et eau [321],
- tetramethyl ammonium hydroxyde  $TMAH$  et eau [321].

Le tableau 8.2 regroupe quelques données relatives à ces solutions.

Ce micro-usinage anisotrope révèle des plans cristallins bien définis permettant d'obtenir un angle de gravure de  $54,74^\circ$ , spécifique au  $Si$  orienté  $\langle 100 \rangle$ , ou bien un flanc parfaitement vertical pour le substrat orienté  $\langle 110 \rangle$  (cf. fig. 8.21).

**8.4.1.1.2 La gravure humide isotrope** La gravure humide isotrope du silicium basée sur le couple  $HNO_3 - HF$  est un processus très complexe, d'alternances d'oxydation et de dissolution de l'oxyde. Si le mélange est riche en HF, la gravure est limitée par l'oxydation grâce à  $HNO_3$ . Inversement, si l'espèce  $HF$  est présente dans des proportions limitées, la dissolution du  $SiO_2$  formé limite la gravure. Des études de gravure isotrope du silicium sont proposées par B. Schwartz [322] pour des solutions  $HNO_3 - HF$  utilisant

Solution d'attaque diluant	Composition typique	Température en ° C	Vitesse de gravure ( $\mu\text{m}/\text{mn}$ )	Selectivité <100>/<111>	Dépendance au dopage	Matériau de masquage
NaOH eau	10 g 100 ml	65	0,25-1,0	—	dopage au bore $3 \times 10^{20} \text{cm}^{-3}$ réduit d'un facteur 10 la vitesse de gravure	$\text{Si}_3\text{N}_4, \text{SiO}_2$ ( $7\text{Å}/\text{mn}$ )
éthylène-diamine Pyrocatechol eau	750 ml 120 g 100 ml	115	0.75	35:1	Dopage au bore $7 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ réduit d'un facteur 50 la vitesse de gravure	$\text{Si}_3\text{N}_4,$ ( $1\text{Å}/\text{mn}$ ) $\text{SiO}_2$ ( $2\text{Å}/\text{mn}$ ) Au, Cr, Ag, Cu, Ta
éthylène-diamine Pyrocatechol eau	750 ml 120 g 240 ml	115	1,25	35:1		
$\text{H}_2\text{N}_2$ eau	100 ml 100 ml	100	2,0	—	independant	$\text{SiO}_2, \text{Al}$
KOH eau	44 g 100 ml	85	1,4	400:1	dopage au bore $\geq 10^{20} \text{cm}^{-3}$ réduit d'un facteur 20 la vitesse de gravure	$\text{Si}_3\text{N}_4, \text{SiO}_2,$ ( $14\text{Å}/\text{mn}$ )
KOH eau	50 g 100 ml	50	1,0	400:1		

TAB. 8.2: Caractéristiques des solutions de gravures anisotropes humides du silicium d'après K. E. Petersen [321].

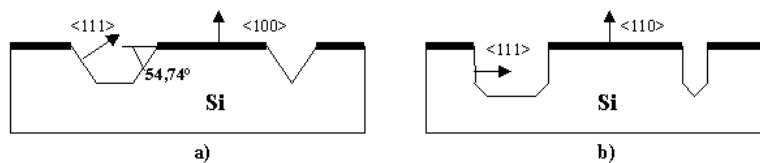


FIG. 8.21: Géométries de gravure anisotrope du Si. a) plaquette Si orienté <100>, b) plaquette Si orienté <110>.

l'eau  $H_2O$  ou bien l'acide acétique  $CH_3COOH$  comme diluant. Toutes ces attaques ont lieu à température ambiante et avec agitation (figure 8.22).

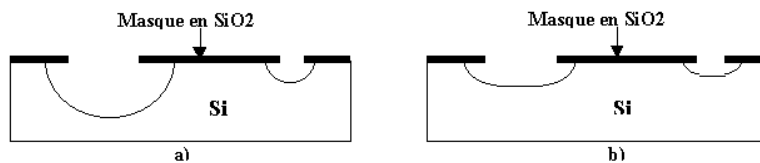


FIG. 8.22: Profil de gravure humide isotrope du silicium à l'ambiante : a) avec agitation, b) sans agitation.

#### 8.4.1.2 Réalisation de leviers

Les microsondes silicium sont réalisées en utilisant les techniques classiques des procédés de la microélectronique. La pointe est fabriquée par photolithographie anisotrope ou isotrope d'un substrat de silicium. Le profil de la monopoutre est ensuite réalisé en face avant par gravure sèche (RIE). La libération de la poutre est effectuée par gravure anisotrope de la face arrière par photolithographie double face. La poutre est au préalable fortement dopée  $p$  dans son épaisseur de manière à ne pas être attaquée au cours de la gravure anisotrope du substrat de silicium mais aussi dans le but de constituer une couche d'arrêt. La figure 8.23 propose une présentation du processus de production des sondes AFM silicium.

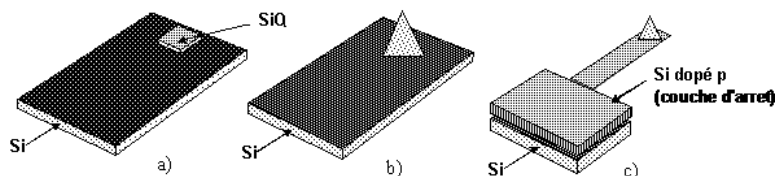


FIG. 8.23: Fabrication d'une sonde mono-poutre silicium : a) masquage  $SiO_2$  pour gravure anisotrope, b) gravure de la pointe, c) libération par la face arrière.

#### 8.4.2 Matériaux III – V : gravure humide de l'InP et du GaAs

Quelques généralités sur la gravure des matériaux III-V et plus particulièrement l'InP et le GaAs sont présentées dans ce paragraphe. Le micro-usinage de ces matériaux a été développé pour la microélectronique et l'optoélectronique des dispositifs intégrés.

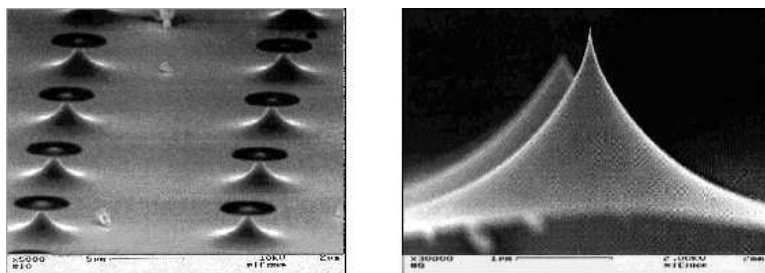


FIG. 8.24: Images MEB de pointes obtenues par attaque isotrope [323].

#### 8.4.2.1 Compositions chimiques des solutions d'attaque de l'*InP* <100>

De nombreux travaux concernant la gravure chimique de l'*InP* ont été effectués par S. Adachi [324]. Les caractéristiques des gravures chimiques ont été étudiées pour divers systèmes de gravure : *HCl*, *HCl* : *HNO*<sub>3</sub>, *H*<sub>2</sub>*SO*<sub>4</sub> (profil *a*), *HBr* (profil *b, c* ou *d*), *Br*<sub>2</sub> : *CH*<sub>3</sub>*OH* (profil *d*) (voir fig. 8.25). Différents profils de gravure peuvent résulter de l'utilisation de ces solutions d'attaque. Pour une solution donnée le profil obtenu dépend aussi de l'axe cristallographique, <110> ou <-110>. Enfin, suivant la solution utilisée, la sélectivité de l'attaque est variable (de totale à nulle) par rapport aux matériaux ternaires et quaternaires relatifs à l'*InP* tels que l'*InGaAs* et le *GaAlInAs*. Du point de vue cristallographique les profils de gravure peuvent être classés en quatre grandes catégories présentées sur la figure 8.25.

#### 8.4.3 Profils obtenus

(voir figure 8.25).

#### 8.4.4 Dispositifs actifs

##### 8.4.4.1 Détecteur sur levier :

**Sur structure III – V** Ce type de détecteur est utilisable dans une gamme de longueur d'onde comprise entre 800 nm et 1600 nm.

**Sur structure Si** En transmission, le silicium est transparent dans la bande 1100 nm – 1600 nm (environ) en détection, il est possible d'intégrer un détecteur de type *Schottky*, sur la pointe silicium (400 nm < λ < 1100 nm) [325].

##### 8.4.4.2 Guide optique intégré sur levier

Le levier est réalisé sur un substrat silicium. Le guide optique est constitué de *SiN<sub>x</sub>* transparent dans une gamme de longueurs d'ondes comprises entre l'*UV* et le proche *IR*. Le schéma (figure 8.28) montre les différentes étapes de réalisation de ce dispositif. On notera la couche de *SiO*<sub>2</sub> qui sert à confiner l'énergie lumineuse dans le guide.

### 8.5 Sondes en tungstène pour la microscopie optique en champ proche

L'objectif principal de cette section est de décrire une méthode de réalisation de sondes en tungstène qui peuvent être facilement adaptées sur les microscopes à sonde locale (SPM<sup>1</sup>) commerciaux et utilisées

1. De l'anglais « Scanning Probe Microscope » : AFM, STM, SNOM.



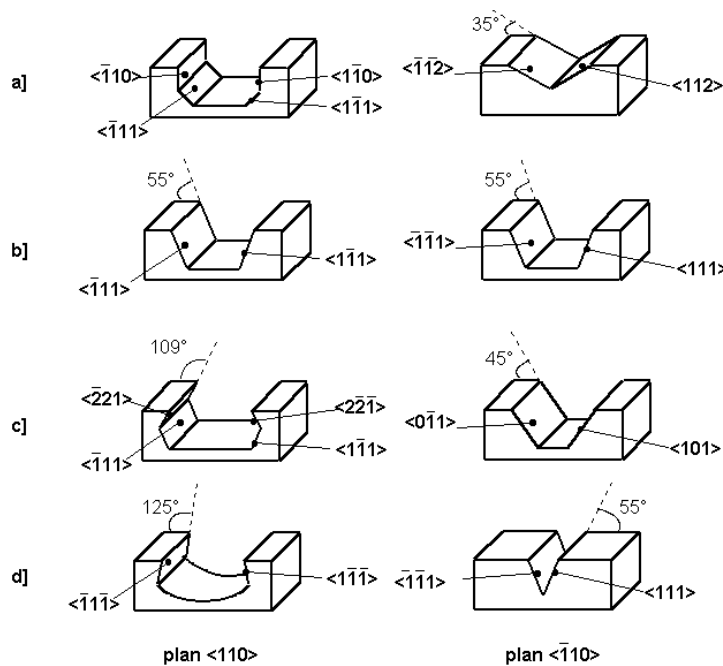


FIG. 8.25: Différents profils de gravure produits dans l'InP  $\langle 100 \rangle$  suivant les solutions de gravure humide utilisées d'après S. Adachi [324].

simultanément pour la microscopie optique en champ proche et pour la microscopie à force atomique.

La méthode de fabrication et l'installation de ces sondes sont décrites ainsi que leurs caractéristiques en tant que pointe pour la microscopie à force atomique. Nous nous attarderons, à l'aide d'un survol de la littérature, sur leurs performances en tant que sonde pour la microscopie optique en champ proche.

### 8.5.1 Fabrication et installation

Deux étapes bien distinctes sont nécessaires pour fabriquer et installer ces sondes. Ces deux étapes sont respectivement imagées par les figures 8.29 et 8.30.

Une tige cylindrique en tungstène (état rectiligne, diamètre 125 *microns*) est pliée à l'aide d'une simple pince brucelle. Sur la figure 8.29 *a*, la partie *A* correspond à la future pointe, et la partie *B* au futur levier AFM. Lorsque la sonde sera prête pour utilisation, les dimensions respectives de ces deux parties seront d'environ 1 *mm* et 4 *mm*. Ces dimensions résultent d'un subtil compromis entre les performances optiques et mécaniques de la sonde. Ce compromis est développé en détail dans la référence [326], mais nous pouvons ici donner un exemple. La pointe (partie *A*) doit être suffisamment longue pour éviter les contributions du levier à la formation d'une image optique; par contre sa longueur doit rester nettement plus faible que celle du levier afin de minimiser les mouvements latéraux de la pointe lors de la déflexion verticale du levier. Sur la figure 8.29 *a*, notons que le pliage n'est pas à  $90^\circ$  mais à  $106^\circ$ . Cette différence n'est pas systématique, elle est nécessaire pour compenser l'éventuelle inclinaison naturelle du porte-pointe dans certains AFM commerciaux. La pointe étant assez longue, il est en effet important d'assurer sa parfaite verticalité au dessus de l'échantillon.

La partie *B* est ensuite polie. Cette étape est nécessaire si la sonde est destinée à un *SPM* commercial. En

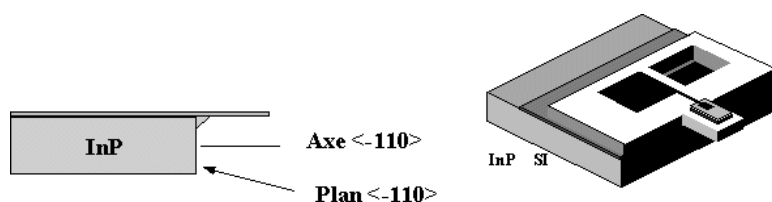
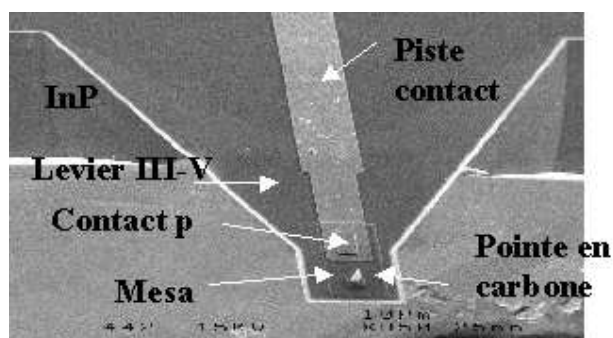


FIG. 8.26: Structure d'un levier à photodétecteur intégré.

FIG. 8.27: Image au MEB d'une levier à photodétecteur intégré fonctionnant à  $1,55 \mu\text{m}$ .

effet, dans la plupart des AFM, la déflexion du levier est mesurée optiquement par réflexion d'un faisceau laser sur le levier. Ce dernier doit donc présenter un méplat suffisamment réfléchissant. La mesure optique de la déflexion serait impossible avec la tige en  $W$  « brute », celle-ci ayant une géométrie cylindrique et une rugosité de surface de plusieurs microns *rms*. Inspirée du polissage optique, la méthode utilise une pâte à diamant déposée sur un disque rotatif (vitesse typique : un tour par seconde) sur lequel est plaqué le levier (sans en être solidaire) [327]. L'opération se déroule pendant quelques minutes et est répétée plusieurs fois. A chaque fois, on change la pâte de diamant (en passant d'un grain important à un grain plus faible). Typiquement, les grains successivement utilisés ont un diamètre de 7, 4, 1 et  $0.1 \mu\text{m}$ . Le résultat du polissage est caractérisé par microscopie optique à l'aide d'un objectif de grande ouverture numérique. Cette méthode permet d'obtenir un méplat d'une trentaine de microns de large et dont la surface présente une rugosité bien inférieure au micron. Notons que l'étape de polissage n'est pas nécessaire lorsqu'une méthode alternative de mesure de déflexion du levier est utilisée. Par exemple, on peut utiliser un faisceau laser latéral (perpendiculaire au levier et à la pointe) focalisé sur le levier [49, 328]. Ce dernier joue alors le rôle d'un couteau qui occulte plus ou moins le faisceau selon la déflexion qu'il subit. Le levier est placé entre le faisceau incident et une photodiode dont le signal permet de décrire les déflexions.

Le levier poli est ensuite installé sur son support (fig. 8.29 b). Dans le cas d'un SPM commercial ce support est initialement destiné à accueillir les « chips » parallélépipédiques sur lesquels quelques leviers AFM sont intégrés. Le support est métallique pour des raisons que nous verrons bientôt. Le levier y est fixé à l'aide d'une goutte de *Phényl Salicylate* qui a la particularité de se cristalliser à la température ambiante et de passer à la phase liquide lors d'un léger chauffage ( $\sim 50^\circ\text{C}$ ). Cette colle peut passer successivement d'une phase à l'autre ce qui la rend facile d'utilisation. C'est lors de ce collage que l'on choisit la longueur du levier dont dépend sa fréquence de résonance et sa raideur (cf. § 8.5.2). Un contact électrique entre la pointe et le support est assuré par une goutte de laque d'argent. Ce contact est nécessaire pour l'étape suivante : la fabrication de la pointe.

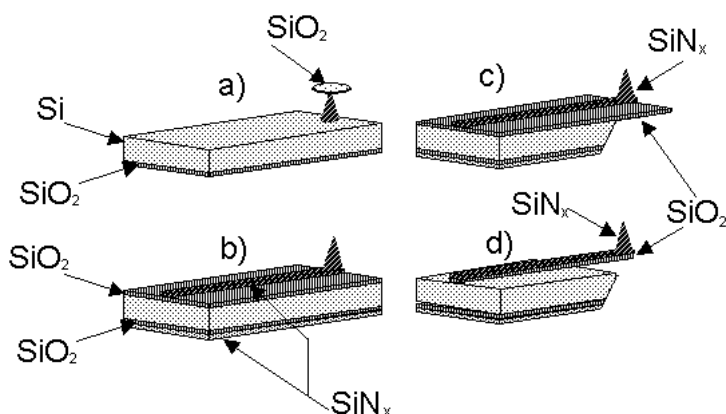
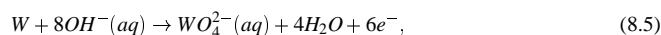


FIG. 8.28: Etapes de réalisation d'un levier avec guide optique intégré.

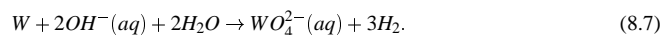
La deuxième étape, illustrée figure 8.30, consiste à fabriquer l'extrémité nanométrique de l'apex. Il est nécessaire que cette étape soit l'étape finale afin de minimiser tout risque d'endommagement de la pointe. Cette étape est inspirée des méthodes de fabrication de pointes STM [329, 330]. Elle se résume à une attaque électrochimique basée sur l'oxydation du fil de tungstène plongé dans une solution basique (*NaOH* par exemple). La pointe est reliée, via le support métallique, à l'anode d'un générateur de tension, alors que la cathode est reliée à une électrode en platine plongée dans la solution. Dans le cas de l'utilisation de la soude, les demi-réactions aux électrodes sont : à l'anode,



à la cathode,



et le bilan de la réaction s'écrit :



La production d'hydrogène gazeux révélée par le bilan ci-dessus est facilement observable expérimentalement : de petites bulles sont visibles autour de la pointe. La littérature (par exemple les références [329, 330]) indique que deux types de tension peuvent être appliquées : une tension *DC* ou une tension *AC*. Dans le premier cas, on peut obtenir des pointes de 5 nm de rayon de courbure terminal. Le deuxième mode est beaucoup plus rapide (il faut environ 5 minutes pour faire une pointe) car l'inversion périodique de la polarisation permet l'évacuation régulière des « déchets » de la réaction qui ralentissent considérablement celle-ci dans le cas du mode *DC*. La littérature conseille parfois une combinaison des deux modes (*AC* suivi d'*DC*). Le mode *AC* permet d'obtenir des pointes d'une vingtaine de nanomètres. Il est très important d'enregistrer et d'analyser le courant électrolytique lors de la fabrication de la pointe car c'est ce signal qui fournit un critère d'arrêt de la réaction. La figure 8.30 *b* montre l'évolution typique du courant *I* pendant l'opération (exemple du mode *AC*). De nombreux essais [326, 327] ont montré qu'il fallait ouvrir le circuit lorsque le gradient  $\partial I / \partial t$  commençait à décroître notablement (trait vertical pointillé sur la figure 8.30 *b*). Un résultat significatif de la procédure est montré sur la figure 8.31. Notons, sur l'image 8.31 *a* l'extrême finesse de la pointe (permettant l'éclairage aisé de son extrémité à l'aide d'un faisceau laser), ainsi que le rayon de courbure final qui, sur l'image 8.31 *b*, ne dépasse pas les 30 nm. Il est important de préciser que la géométrie finale de la pointe est susceptible de dépendre des paramètres suivants : concentration molaire de

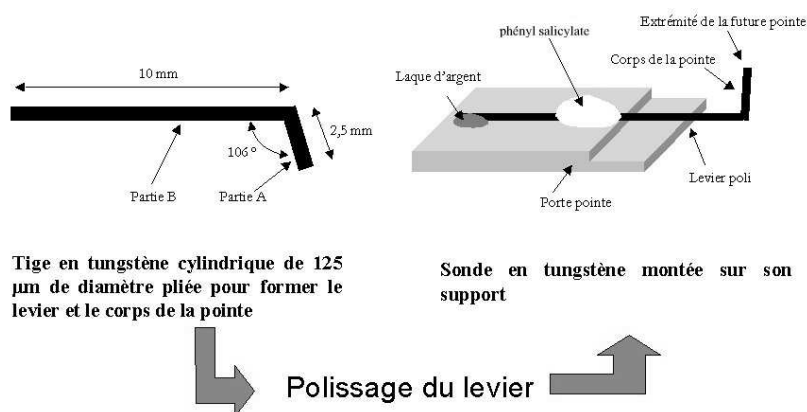


FIG. 8.29: Première étape : pliage, polissage et installation du levier.

la soude, longueur et inclinaison de la pointe immergée dans la solution, fréquence du générateur de tension (dans le cas du mode AC), valeur de la tension de polarisation, moment d'arrêt. Un utilisateur soucieux de contrôler la géométrie de sa sonde devra étudier et évaluer l'influence de ces paramètres qui devront être contrôlés. À titre d'exemple, la sonde présentée figure 8.31 a été préparée avec les paramètres suivants : soude à 1 mole/l, mode AC (100 Hz, 3 Vcc), 1.5 mm de tige plongée verticalement,  $I_{AC}$  départ : 7 mA,  $I_{AC}$  fin : 5 mA.

### 8.5.2 Utilisation en AFM

La pointe étant fabriquée et le levier installé, la sonde peut être testée en tant qu'oscillateur mécanique. La figure 8.32 montre la courbe de résonance de la sonde mesurée par un SPM commercial sur lequel elle a été installée. Cette courbe révèle une résonance à 5670 Hz et un facteur de qualité de l'ordre de 200. Du fait de la simplicité de la géométrie de la sonde, ses caractéristiques mécaniques peuvent être théoriquement prévues à l'aide de notions de résistance des matériaux.

La raideur  $k$  du levier en flexion verticale nous est donnée par [331] :

$$k = \frac{3EI}{l^3} \quad (8.8)$$

où  $l$  est la longueur du levier,  $E$  est le module d'élasticité de première espèce, ou module d'Young, égal à 411 Gpa pour le tungstène, soit  $4.11 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$ .  $I$  est le moment d'inertie du levier pour des charges verticales, c'est-à-dire par rapport à l'axe horizontal perpendiculaire au levier,  $I$  s'écrit [332] :

$$I = \frac{\pi}{4} R^4, \quad (8.9)$$

car, si l'on néglige le méplat, le levier est un cylindre plein uniforme de rayon  $R$  ( $= 62.5 \mu\text{m}$ ). La masse du levier s'écrit  $m = Sl\mu$ ,  $S$  étant la section transversale du levier ( $\pi R^2$ ), et  $\mu$  la masse volumique du tungstène, égale à  $19.3 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ . La fréquence de résonance  $f_r$  du levier est donnée par l'expression [333] :

$$f_r = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m_p + cm}}, \quad (8.10)$$

où  $m_p$  est la masse de la pointe (charge) et  $c$  est le coefficient de réduction ( $< 1$ ) égal à la proportion de la masse du levier qui joue, avec  $m_p$ , le rôle de charge. La valeur de ce coefficient est de 33/140 [333] dans

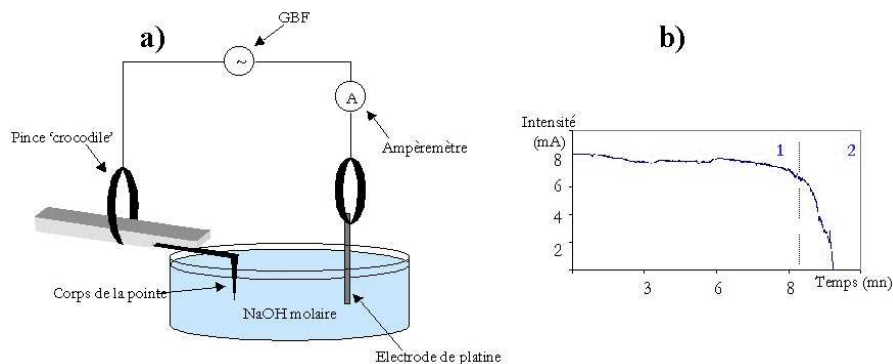


FIG. 8.30: Etape de fabrication de la pointe par érosion électrochimique : a) montage électrochimique, b) enregistrement du courant (AC) pendant l'opération (mode AC).

le cas d'une tige qui supporte une charge à une extrémité et dont l'autre extrémité est encastrée (c'est notre cas). En première approximation,  $m_p$  est la masse d'un cône en tungstène :

$$m_p = \frac{Sl_p\mu}{3} \quad (8.11)$$

où  $l_p$  est la longueur de la pointe  $\sim 1 \text{ mm}$  (cf. fig. 8.31 a).

A l'aide des expressions 8.8, 8.9, 8.10, 8.11 on peut calculer les fréquences de résonance et raideur de la sonde  $W$  en fonction de la longueur du levier. Le résultat de ces calculs est présenté figure 8.33. La courbe 8.33 b a été vérifiée expérimentalement [334]. Sur la figure 8.33 a, on peut voir que pour des longueurs typiques de levier ( $\sim 4 \text{ mm}$ ), la raideur de ce dernier est élevée ( $100 - 300 \text{ N/m}$ ) par rapport aux raideurs typiques des leviers AFM ( $0.1 - 10 \text{ N/m}$ ). La sonde ne fonctionne ici donc qu'en mode AFM *tapping*. Ce mode, décrit par exemple dans les références [216, 335], est un mode intermédiaire entre le *contact* et le mode *attractif* [335]. En mode *tapping*, la pointe oscille verticalement à la fréquence de résonance du levier (comme en mode attractif) mais avec une importante amplitude d'oscillation de quelques dizaines de nanomètres (contre quelques fractions de nanomètres en mode attractif). La forte raideur du levier permet à la pointe de traverser périodiquement le potentiel attractif (dû essentiellement aux forces de Van der Waals) de l'échantillon pour pénétrer périodiquement dans le potentiel répulsif (rencontre des nuages électroniques de la pointe et de l'échantillon). Ce mode permet, notamment, d'être insensible aux forces latérales et à leur effet destructeur et de travailler en milieu liquide [216].

La figure 8.34 montre deux images AFM significatives, réalisées à l'aide d'une pointe  $W$  montée sur un AFM commercial. La figure 8.34 a est une image d'un réseau de plots d'aluminium sur substrat en verre. Elle révèle une résolution de l'ordre de  $20 \text{ nm}$ . La figure 8.34 b. est une image d'une surface de verre recouverte d'une couche liquide de plusieurs microns. Les défauts de la surface (petites rayures) ont pu être décrits à travers la couche liquide. L'utilisation de ces pointes par un SPM commercial a été validée sur 3 modèles : le *CP* et le *M5* de Park Scientific Instrument et le *D3100* de Digital.

Précisons un point important : lorsque la pointe est détériorée, elle peut être remise en état en replongeant l'extrémité émoussée dans la solution de soude pendant quelques secondes, sans la décoller de son support. Cette nano-réparation permet d'utiliser le même levier malgré quelques « accidents » habituels en microscopie à sonde locale.

Enfin, notons que le coût total d'une sonde  $W$  est d'environ 2 euros.

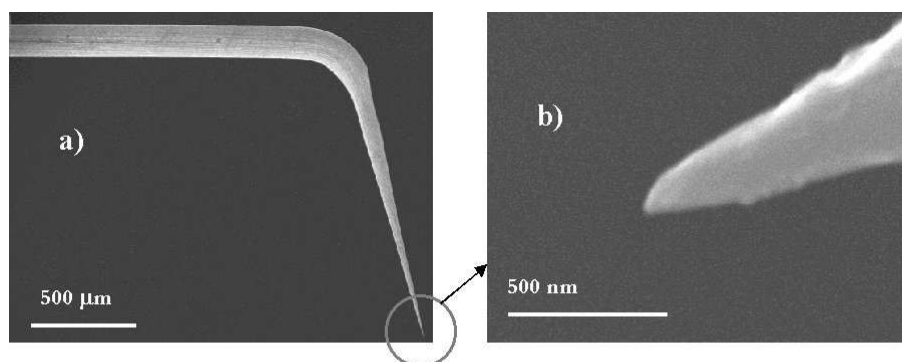


FIG. 8.31: Image MEB d'une sonde en tungstène réalisée en mode AC. a) levier et pointe, b) extrémité de la pointe.

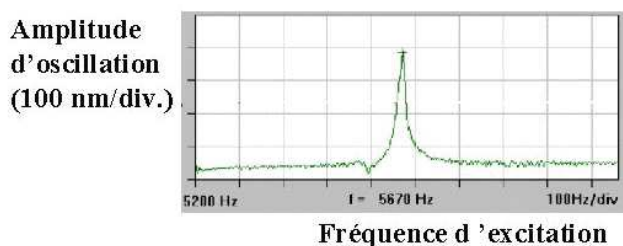


FIG. 8.32: Courbe de résonance d'une sonde en tungstène mesurée par un AFM commercial sur lequel la sonde est installée.

### 8.5.3 Performances en SNOM

La pointe en tungstène est régulièrement utilisée en microscopie optique en champ proche à « pointe sans ouverture » (cf. § 7.2.1.2 du chapitre 7). Elle est appréciée essentiellement pour sa facilité de fabrication, son efficacité de diffusion en intensité (10 fois supérieure à celle du verre) et pour le large domaine spectral qu'elle permet d'explorer (de l'UV à l'infrarouge lointain). De plus, elle peut être utilisée simultanément comme sonde AFM (en mode tapping, cf. § 8.5.2), mais aussi en mode attractif [211]) ou STM [277]. Enfin, elle peut jouer le rôle de nanosource optique lorsque « l'effet de pointe » est excité [49].

Un bilan (non exhaustif) de son utilisation en SNOM peut être établi ; de nombreuses équipes l'ont utilisée dans la large gamme spectrale citée plus haut :

- pour mettre en évidence des contrastes locaux de constante diélectrique [328,336],
- pour perturber et détecter des plasmons-polaritons générés à la surface d'un film d'argent [277],
- en nano photo-lithographie sur couche d'or [268] ou sur silicium passivé à l'hydrogène [337],
- pour détecter en champ proche la lumière diffusée lors d'une expérience de photo-acoustique nanoseconde [338],

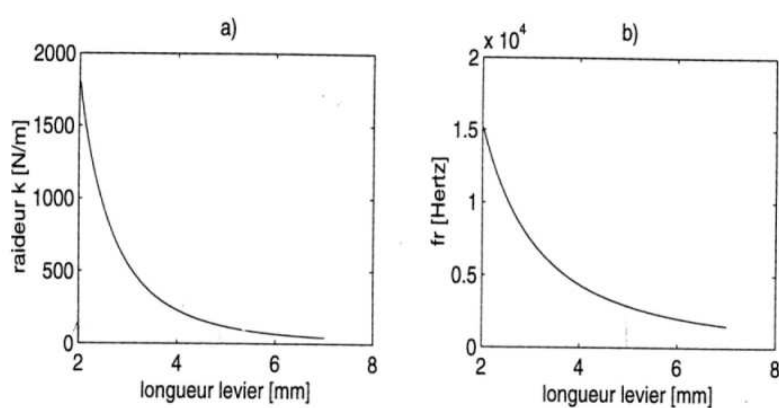


FIG. 8.33: Raideur (a) et fréquence de résonance (b) de la sonde W calculées en fonction de la longueur du levier.

- pour amorcer localement une photopolymérisation radicalaire [270],
- pour mettre en évidence des contrastes magnéto-optiques en champ proche [276, 339],
- pour détecter des exaltations de champs locaux sur une surface métallique percolante [33],
- pour caractériser en champ proche l'émission de lumière d'une diode laser en fonctionnement [340].

#### 8.5.4 Conclusion

Nous avons décrit une méthode de fabrication des sondes en tungstène utilisées en microscopie optique en champ proche. Ces sondes sont de faible coût et peuvent fonctionner sur les SPM commerciaux et être restaurées plusieurs fois en cas d'endommagement. En SNOM, elles peuvent jouer le rôle de nano-collecteur de lumière mais aussi de nano-illuminateur. Enfin, elles peuvent être utilisées, simultanément à leur fonction optique, comme sondes AFM ou comme sondes STM.

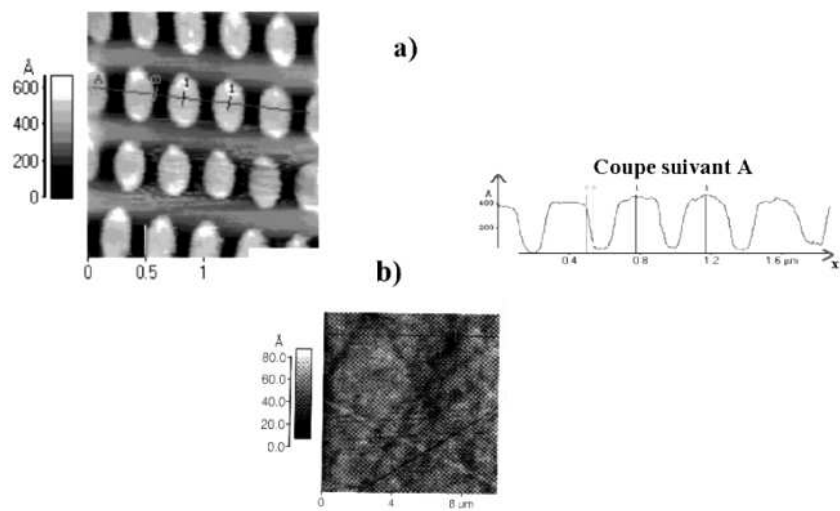


FIG. 8.34: Images AFM ( $2 \times 2 \mu\text{m}^2$ , mode tapping) : a) réseau de plots Al sur substrat de verre (avec profil correspondant) ; b) surface de verre recouverte d'une couche liquide de quelques microns d'épaisseur.



# Chapitre 9

## Introduction à la piézoélectricité

### Sommaire

---

<b>9.1 Généralités</b>	<b>177</b>
9.1.1 Historique	177
9.1.2 Approche cristallographique	178
9.1.3 La ferroélectricité	178
<b>9.2 Équations de base de la piézoélectricité</b>	<b>180</b>
9.2.1 Variables de la piézoélectricité	180
9.2.2 Caractéristiques piézoélectriques	180
9.2.3 Autres caractéristiques	182
<b>9.3 Caractéristique dynamique</b>	<b>182</b>
<b>9.4 Exemples de matériaux piézoélectriques</b>	<b>184</b>
<b>9.5 Usage des matériaux piézo</b>	<b>184</b>
9.5.1 Matériaux piézoélectriques comme dispositifs de balayage	185
9.5.2 Matériaux piézoélectriques comme dispositifs vibrants	187

---

### 9.1 Généralités

Un matériau possède des propriétés piézoélectriques si une déformation mécanique sur ce matériau se traduit par l'apparition de charges, créant un champ électrique entre les faces polarisées. Ces phénomènes étant réversibles, une déformation apparaît dans le matériau lorsqu'il est soumis à un champ électrique.

Dans le premier cas, on parle d'*effet piézoélectrique direct*, dans le second cas il s'agit de l'*effet piézoélectrique inverse* (fig. 9.1).

#### 9.1.1 Historique

L'effet piézoélectrique direct est connu depuis l'antiquité. Il y a en effet au moins trois mille ans que les indiens de Ceylan connaissent les propriétés des sels de tourmaline.

La première observation quantitative du phénomène a été effectuée par R. Haiÿ en 1817. Cependant, la découverte de la piézoélectricité fut attribuée aux frères Pierre et Jacques Curie en 1880, car c'est à cette époque qu'ils publièrent la première étude systématique sur les symétries de l'état cristallin. Ils énoncèrent un certain nombre de lois et effectuèrent des travaux sur différents cristaux, dont le *quartz*, la *topaze*, la *tourmaline*, le *sel de Rochelle*. En 1881, G. Lippmann suggère l'effet inverse, qu'il déduit de façon théorique à partir des principes fondamentaux de la thermodynamique. En vingt-cinq ans les vingt classes cristallines présentant des propriétés piézoélectriques et les dix-huit coefficients piézoélectriques permettant l'analyse tensorielle complète ont été définis.

L'étude mathématique des milieux anisotropes et, en particulier des phénomènes piézoélectriques, est due à Voigt. Ses principaux travaux ont été publiés en 1910 dans un ouvrage qui sert de référence : *Lehrbuch der Kristallphysik*. Il y introduit la notion de tenseur et donne la première théorie de l'élasticité des matériaux.

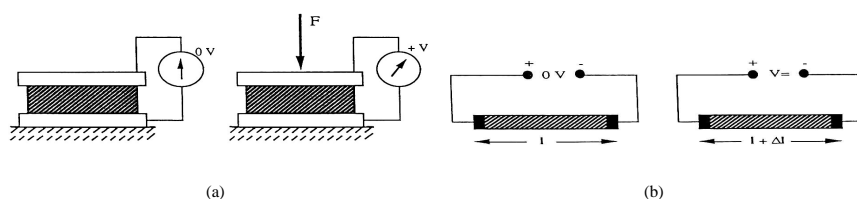


FIG. 9.1: Effet piézoélectrique, a) effet direct, b) effet inverse [341]

Les applications industrielles importantes n'apparaissent cependant que beaucoup plus tard. C'est en 1917 que Paul Langevin construit un générateur d'ondes ultra sonores pour la mesure et la détection sous-marine. Peu de temps après, W. Cady propose l'utilisation du quartz pour le contrôle des fréquences dans les oscillateurs radioélectriques [341].

Pendant la seconde guerre mondiale, des groupes isolés aux USA, au Japon et en Union Soviétique découvrent que certaines céramiques, préparées par frittage de poudres d'oxydes métalliques, présentent des constantes piézoélectriques plus de 100 fois supérieures à celles des cristaux. Jusqu'en 1965, les recherches portèrent sur le développement de la famille des titanates de baryum, puis des zirconate-titanates de plomb (PZT), l'étude des structures des cristaux de perovskite, et des dopages possibles pour l'optimisation des propriétés.

Les premières exploitations commerciales de matériaux piézoélectriques sont japonaises, après la présentation en 1951 d'un appareil de détection des bancs de poissons. Depuis, les industriels de nombreuses autres nations se sont lancés dans l'aventure.

La piézoélectricité est présente partout, du satellite ou du laboratoire de recherche jusqu'à la cuisine familiale, de l'hôpital jusqu'au "vêtement" grand public, discrètement cachée à l'intérieur des filtres électroniques dont sont truffés nos téléviseurs, radios, lecteurs-enregistreurs audio et vidéo, dans un oscillateur de hautes performances, mais aussi dans un allume-gaz, à la base du fonctionnement d'un appareil d'échographie médicale ou d'un sonar, dans une montre, un téléphone portable ou un capteur pour l'automobile. Sans oublier, bien sûr, la fameuse "cale piézo" que tout microscopiste connaît.

### 9.1.2 Approche cristallographique

L'effet piézoélectrique ne peut s'observer que dans un certain nombre de cristaux non conducteurs dans lesquels existe une anisotropie qui privilégie un axe d'apparition des charges, l'axe de polarisation [341]. C'est l'arrangement des ions, chargés positivement et négativement qui, dans certaines structures cristallines, sont à l'origine de l'apparition de charges de polarisation lorsqu'elles subissent une déformation mécanique : le déplacement des barycentres des charges positives et négatives provoque l'apparition de moments dipolaires dans la structure. Les cristaux susceptibles de présenter un effet piézoélectrique doivent être dépourvus de centre de symétrie (fig. 9.2) Sur les 32 classes cristallines existant dans la nature, 21 ne présentent pas de centre de symétrie, mais, parmi celles-ci, 20 seulement sont piézoélectriques.

### 9.1.3 La ferroélectricité

Parmi les vingt classes cristallines piézoélectriques, 10 possèdent une polarisation rémanente en l'absence de champ électrique externe appliqué. L'application d'un champ électrique  $\mathbf{E}$  provoque l'apparition d'une polarisation  $\mathbf{P}$  et la représentation graphique de  $|\mathbf{P}|$  en fonction de  $|\mathbf{E}|$  est une courbe analogue au cycle d'hystérésis des matériaux ferromagnétiques (fig. 9.3). C'est le cycle d'hystérésis ferroélectrique. Il se caractérise par une polarisation maximum  $P_m$ , un champ coercitif  $E_c$  pour lequel la polarisation spontanée s'inverse et une polarisation rémanente  $P_r$  en l'absence de champ électrique appliqué [8]. Les composés obtenus par frittage, les céramiques piézoélectriques, ne présentent pas l'anisotropie nécessaire à l'apparition d'un moment dipolaire global. L'orientation aléatoire des cristaux élémentaires doit être corrigée par l'ap-

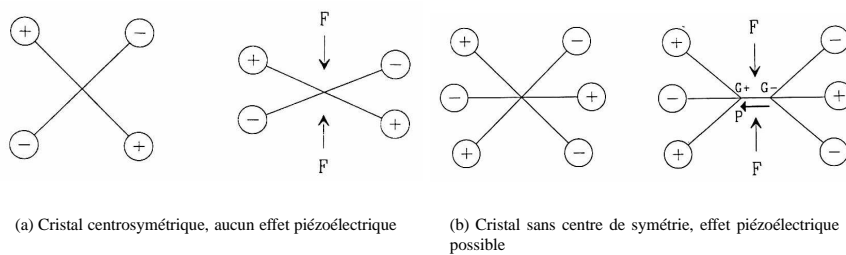


FIG. 9.2: Conditions de symétrie pour un effet piézoélectrique possible ([341])

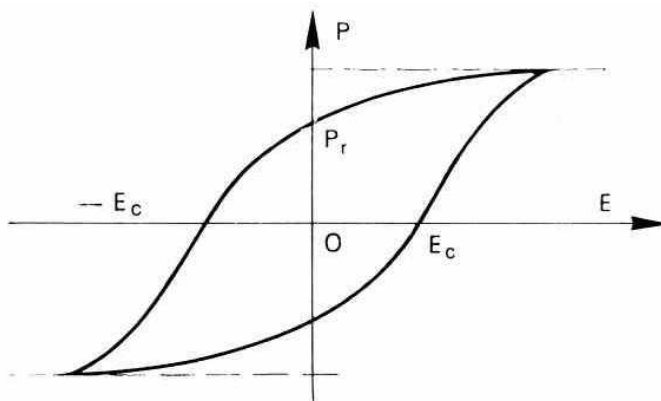


FIG. 9.3: Cycle d'hystérésis ferroélectrique ([342])

plication d'un champ intense, appelé *champ de polarisation*, qui leur confère le caractère ferroélectrique nécessaire à l'exploitation de leurs propriétés piézoélectriques.

Le processus de polarisation consiste en l'application à chaud, à une température située au-delà du "point de Curie" ferroélectrique (température critique au-delà de laquelle l'orientation des cristaux –la polarisation– disparaît), d'un champ électrostatique de quelques  $kV/mm$ , puis de leur refroidissement en présence de ce même champ. Cette opération est assez délicate pour une céramique épaisse. Une couche mince de l'ordre du micron se contentera de quelques volts. Elle risque corrélativement d'être dépolarisée ou inversée par la même très basse tension.

En général, dans de tels composés, il se produit une altération des propriétés piézoélectriques. Celle-ci se fait, soit progressivement par suite d'une lente relaxation au cours du temps des contraintes internes engendrées par le processus de polarisation, soit à la suite d'une exposition à une température au moins égale à la température de Curie. Selon leur plus ou moins grande facilité à se dépolariser, on peut classer, de façon sommaire, les différentes nuances de céramiques piézoélectriques en matériaux "durs" et "doux". Les matériaux doux tendent à se dépolariser plus facilement, par exemple sous l'effet d'une contrainte élevée.

Les matériaux tels que le quartz, qui ne sont pas ferroélectriques, n'ont pas besoin d'être polarisés pour que l'effet piézoélectrique soit présent.

## 9.2 Équations de base de la piézoélectricité

### 9.2.1 Variables de la piézoélectricité

Le phénomène piézoélectrique est donc le résultat d'un couplage entre les propriétés élastiques et les propriétés électriques de certaines structures cristallines, anisotropes et ne présentant pas de centre de symétrie. Les équations piézoélectriques expriment le lien entre les variables mécaniques que sont le *tenseur des déformations relatives*  $S$  et des contraintes  $T$  et les variables électriques, vecteur excitation électrostatique  $D$  et champ électrique  $E$ . Ce sont les applications qui imposent le choix des variables.

La poursuite de cette étude, nécessite l'examen du comportement élastique des matériaux, notamment au niveau des relations contraintes — déformations, puis de la polarisation électrique des milieux diélectriques. Nous n'entrerons pas dans les détails décrits dans les références [343, 344] pour les coefficients élastiques et électrostatiques. Nous rappellerons simplement que le comportement élastique des matériaux obéit à la loi de Hooke généralisée reliant les contraintes et les déformations. Celle-ci est supposée valable pour de petites déformations dans les limites d'élasticité des matériaux. Elle admet que les composantes des contraintes soient des fonctions linéaires des composantes des déformations. Cette hypothèse permet donc un traitement tensoriel des problèmes d'élasticité.

### 9.2.2 Caractéristiques piézoélectriques

#### 9.2.2.1 Relations entre grandeurs mécaniques et électriques. Effet direct, effet inverse

Les caractéristiques piézoélectriques traduisent le couplage entre les variables mécaniques et électriques, dans certains matériaux, obligatoirement anisotropes. Avec l'hypothèse de linéarité, on peut écrire ces relations sous différentes formes, selon que l'on veut décrire l'effet direct ou l'effet inverse :

##### Apparition d'une polarisation $P$ sous l'effet d'une déformation $S$ à champ électrique constant

$$\mathbf{P} = \mathbf{e} \mathbf{S} \quad (\text{effet direct}) \quad (9.1)$$

où  $\mathbf{e}$  est le tenseur des constantes piézoélectriques, traduisant la proportionnalité entre la charge électrique et la déformation. Elles s'expriment en  $C/m^2$ .

##### Apparition d'une polarisation $P$ sous l'effet d'une contrainte $T$ à champ électrique constant

$$\mathbf{P} = \mathbf{d} \mathbf{T} \quad (\text{effet direct}) \quad (9.2)$$

$\mathbf{d}$  est le tenseur des constantes piézoélectriques traduisant la proportionnalité entre la charge et la contrainte. Leur unité est le  $C/N$ .

##### Apparition d'une contrainte $T$ sous l'effet d'un champ électrique appliqué $E$ à déformation nulle

$$\mathbf{T} = -\mathbf{e}' \mathbf{E} \quad (\text{effet inverse}) \quad (9.3)$$

$\mathbf{e}'$  est la transposée de la matrice des constantes piézoélectriques  $\mathbf{e}$ , exprimées en  $N/V.m$ .

##### Apparition d'une déformation $S$ sous l'effet d'un champ électrique appliqué, à effort constant

$$\mathbf{S} = \mathbf{d}' \mathbf{E} \quad (\text{effet inverse}) \quad (9.4)$$

$\mathbf{d}'$  est la transposée de la matrice des constantes piézoélectriques  $\mathbf{d}$ , dont les unités sont données en  $m/V$ . *Remarque* : suivant les relations dans lesquelles ils interviennent, les mêmes coefficients sont exprimés dans des unités différentes.

## 9.2.2.2 Équations de la piézoélectricité

Nous avons décrit ci-dessus trois types de phénomènes dans les matériaux : leur comportement élastique, sous la forme des relations contraintes-déformations, l'apparition de charges sous l'influence d'un champ électrostatique externe dans les milieux diélectriques et, pour certains cristaux anisotropes, les couplages piézoélectriques. En réalité, pour les matériaux piézoélectriques ces phénomènes ne sont pas dissociables. L'hypothèse de leur linéarité dans les limites élastiques des matériaux et pour les déformations de faible amplitude permet d'appliquer le principe de superposition des effets. Les huit équations d'état s'écrivent alors sous la forme :

Effet piézoélectrique direct	Effet piézoélectrique inverse
$\mathbf{D} = \epsilon^T \mathbf{E} + \mathbf{d}\mathbf{T}$	$\mathbf{S} = s^E \mathbf{T} + \mathbf{d}' \mathbf{E}$
$\mathbf{E} = \beta^T \mathbf{D} - \mathbf{g}\mathbf{T}$	$\mathbf{S} = s^{D'} \mathbf{T} + \mathbf{g}' \mathbf{D}$
$\mathbf{D} = \epsilon^S \mathbf{E} + \mathbf{e}\mathbf{S}$	$\mathbf{T} = \mathbf{c}^E \mathbf{S} - \mathbf{e}' \mathbf{E}$
$\mathbf{E} = \beta^S - \mathbf{h}\mathbf{S}$	$\mathbf{T} = \mathbf{c}^D \mathbf{S} - \mathbf{h}' \mathbf{D}$

TAB. 9.1: Équations de la piézoélectricité.

Dans ce tableau, les lettres majuscules en exposant indiquent la variable maintenue constante. Le  $t$  minuscule en exposant indique la matrice transposée. Ainsi,  $\epsilon^T$  représente le tenseur des coefficients de permittivité électrique à contrainte maintenue constante,  $\mathbf{d}'$  est la transposée de la matrice des coefficients piézoélectriques  $\mathbf{d}$ . De nouveaux coefficients apparaissent :

- Le tenseur des coefficients  $\mathbf{g}$  (matrice 3, 6), qui sont des constantes piézoélectriques traduisant la proportionnalité entre la contrainte et le champ à induction constante, en  $V.m/N$  dans le cas de l'effet piézoélectrique direct (calcul du champ), ou en  $m_2/C$ , dans le cas du calcul de la déformation (effet inverse)
- Le tenseur des coefficients  $\mathbf{h}$  (matrice 3, 6), traduisant la proportionnalité entre la déformation et le champ résultant à induction constante. Les unités de ces coefficients sont le  $V/m$  pour l'effet direct, ou le  $N/C$  pour l'effet inverse.

## 9.2.2.3 Remarque sur les symétries cristallines

Les symétries d'orientation cristallines, c'est à dire les opérations de symétrie ou de rotation qui laissent inchangées les propriétés des matériaux, permettent de réduire le nombre de coefficients indépendants. Pour un cristal, les symétries possibles sont :

- Rotation directe de  $2\pi/p$  autour d'un axe,  $p$  étant égal à 1, 2, 3, 4 ou 6, ou inverses (rotation de  $2\pi/p$  par rapport à un axe + symétrie par rapport à un point sur l'axe)
- Symétrie par rapport à un plan, notée  $m$

Ces symétries définissent 32 classes cristallines. Une description de ces classes cristallines, est détaillée dans les références [345] et [346].

Considérons les lois de transformation des composantes d'un tenseur  $\mathcal{T}$  lors d'un changement de coordonnées orthogonales : pour écrire les composantes  $t'_{ij}$  de  $\mathcal{T}$  dans un système d'axes  $ox'_i$ , de vecteurs unitaires  $\mathbf{e}'_i$  à partir des composantes  $t_{ij}$  de ce tenseur  $\mathcal{T}$  dans un système d'axes  $ox_i$ , de vecteurs unitaires  $\mathbf{e}_i$ , on écrit la matrice de transformation dont les composantes sont les cosinus directeurs du changement d'axes  $a_{ij} = \cos(\alpha'_{ij}, \alpha_j)$ . On a :

$$t'_{ij} = a_{ik} a_{jl} t_{kl} \quad (9.5)$$

Dans le cas où cette transformation correspond à une opération de symétrie dans le cristal, laissant invariantes ses propriétés, on a  $t'_{ij} = t_{ij}$ .

Dans le cas où le cristal possède un centre de symétrie, la matrice de transformation s'écrit :

$$[a_{ij}] = \begin{vmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{vmatrix} \quad (9.6)$$

Pour les coefficients à nombre impair d'indices, comme par exemple pour les coefficients piézoélectriques (qui ont trois indices avant prise en compte des conditions de symétrie des tenseurs des déformations), on obtient  $e_{ijk} = -e_{ijk}$ , ce qui signifie qu'ils sont tous nuls. On vérifie ainsi qu'un cristal possédant un centre de symétrie ne peut pas être piézoélectrique. Il en est de même pour les matériaux isotropiques [346].

### 9.2.3 Autres caractéristiques

#### Couplage électromécanique

D'autres caractéristiques comme le couplage mécanique donnent une indication sur la capacité du matériau piézoélectrique à effectuer la conversion électromécanique. Les différents coefficients de couplage sont définis dans les références [343, 345, 347, 348].

$$k_p = k_{31} \sqrt{\frac{2}{1 - \sigma^E}} \quad \text{avec } \sigma^E = \text{coefficient de Poisson} \quad (9.7)$$

$$\sigma = \frac{s_{12}}{s_{11}} \quad \text{et} \quad k_1 = h_{33} \sqrt{\frac{e_{33}^S}{c_{33}^D}} \quad (9.8)$$

On utilise l'un ou l'autre de ces coefficients suivant la forme de l'élément piézoélectrique utilisé. Par exemple, le coefficient de couplage longitudinal intrinsèque,  $k_{33}$ , est utilisé pour les couches épaisses vibrant suivant la direction de polarisation. On choisit le coefficient de couplage transverse,  $k_{15}$ , pour les pièces vibrant dans la direction transversale perpendiculaire à la direction de polarisation.  $k_p$  est utilisé pour les vibrations transversales des disques minces perpendiculaire à la direction de polarisation et  $k_r$ , pour les vibrations suivant la direction de polarisation des pièces minces. Pour plus de détails le lecteur est invité à se référer aux références [342, 345].

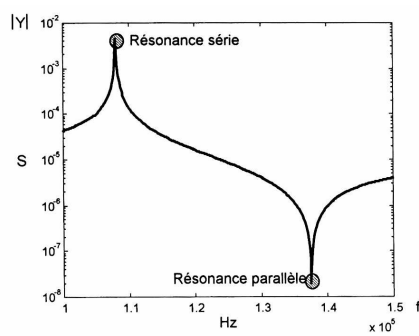
## 9.3 Caractérisation dynamique : facteur de pertes et coefficient de surtension. Schéma électrique équivalent

Quand un élément piézoélectrique est soumis à un champ électrique alternatif en régime sinusoïdal, il présente une impédance électrique et peut être représenté par un schéma électrique équivalent. La courbe de l'impédance, ou de l'admittance en fonction de la fréquence (9.4) met en évidence la présence de deux fréquences,  $f_a$ , pour laquelle l'admittance du système est minimum, et  $f_r$ , pour laquelle l'admittance est maximum.

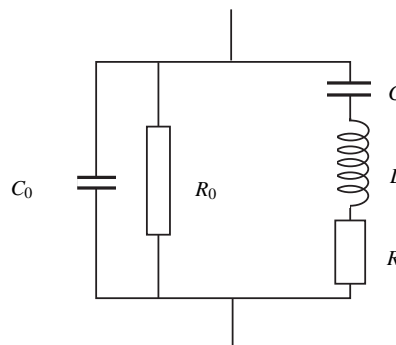
$f_a$  est appelée la fréquence d'antirésonance,  $f_r$  est la fréquence de résonance, pour laquelle les amplitudes de vibration de l'élément piézoélectrique sont maximum. La forme la plus courante de circuit électrique associé à cette courbe est un circuit oscillant *RLC* du type de celui de la figure 9.4. La capacité  $C_0$  caractérise l'élément piézoélectrique, considéré comme un simple condensateur (en faisant abstraction des propriétés piézoélectriques), dont la permittivité du diélectrique serait égale à celle de la céramique.  $R_0$  est une résistance qui représente les pertes diélectriques. Elle permet de définir le coefficient de pertes diélectriques par la relation, dans laquelle  $\omega$  représente la pulsation en *rad/s* :

$$\tan \delta = \frac{1}{RC_0\omega} \quad (9.9)$$

La valeur très élevée de  $R_0$  permet de souvent la négliger dans la représentation du circuit électrique équivalent.



(a) Courbe d'admittance d'un élément piézoélectrique



(b) Circuit électrique équivalent [347]

FIG. 9.4:

Les parties  $C_0$  et  $R_0$  représentent la partie parallèle, ou branche bloquée, du circuit oscillant. La branche  $R, L, C$  est appelée la branche motionnelle.  $R$  représente les pertes mécaniques dans le matériau. La self  $L$  est proportionnelle à la masse de la céramique. La capacité  $C$  est proportionnelle à la constante élastique  $s$ . En fait, les schémas électriques ou électromécaniques reposent sur l'analogie électromécanique représentée dans le tableau ci-dessous, repris dans la thèse de R. Le Letty [348].

Grandeurs physiques	Grandeurs mécaniques	Grandeurs mécaniques (mouvement de rotation)
Capacité $C(F)$	Élasticité $c(m/N)$	Inverse du moment de torsion $l/(k \cdot m^2/M)$
Inductance $L(H)$	Masse $m(kg)$	Moment d'inertie $j(kg \cdot m^2)$
Charge électrique $q(C)$	Amortissement $c(kg/s)$	Amortissement $c(kg \cdot m/s)$
Courant $i(A)$	Vitesse $v(m/s)$	Vitesse angulaire $\Omega(rad/s)$
Diff. de Potentiel $\phi(V)$	Force $F(N)$	Couple $T(Nm)$

TAB. 9.2: Analogies électromagnétiques

L'acuité de la résonance est définie, comme pour tous les circuits résonnants, par le coefficient de surtension :

$$Q = \frac{1}{RC\omega_r} = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L}{C}} \quad \text{de la branche motionnelle} \quad (9.10)$$

$\omega_r$  est la pulsation correspondant à la fréquence  $f_r$ . De même, si l'on définit de façon classique, la bande passante  $\Delta f$  comme l'écart des fréquences de part et d'autre du pic de résonance, pour un affaiblissement de 3 dB, on a  $Q = f_r/\Delta f$ . Les céramiques actuelles peuvent atteindre des valeurs de  $Q$  de 2000. On démontre d'autre part que le coefficient de couplage  $k$  est relié aux capacités  $C$  et  $C_0$  par la relation :

$$k^2 = \frac{C}{C + C_0} \quad (9.11)$$

## 9.4 Exemples de matériaux piézoélectriques

On peut classer les matériaux présentant des propriétés piézoélectriques ou ferroélectrique selon trois familles : les monocristaux, les céramiques et les polymères piézoélectriques.

Parmi les cristaux, il faut citer les plus connus que sont le quartz et la tourmaline. Le quartz est un système trigonal, de masse volumique  $2,65 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ , très rigide : il possède un axe d'ordre 3, l'axe optique ( $p = 3$ , propriétés inchangées lors de rotations de  $2\pi/3$  autour de l'axe optique) et trois axes d'ordre 2, perpendiculaires à l'axe optique et disposés à  $120^\circ$  les uns par rapport aux autres (axes électriques). Il appartient à la classe cristalline 18. La tourmaline est un cristal de la classe 3, qui présente trois plans de symétrie dont l'intersection est un axe d'ordre 3.

Le quartz est utilisé pour sa stabilité (bases de temps) et pour sa grande rigidité, d'où les applications dans la haute fréquence et dans les filtres. La tourmaline est remarquable pour la gamme de température dans laquelle elle peut être utilisée. Elle est cependant chère et de faible sensibilité.

Les céramiques sont des corps polycristallins, formés d'un composé de monocristaux possédant des propriétés ferroélectriques, obtenu par frittage. Ce sont des titanates, niobates, zirconates de plomb, calcium et baryum. Parmi ces matériaux, les plus connus sont les *PZT* (titanates - zirconates de plomb). Les propriétés d'anisotropie de ces matériaux sont obtenues par l'orientation de ces cristaux en appliquant un champ électrique de l'ordre de quelques  $kV/mm$ .

Pour une stabilité chimique comparable à celle du quartz, les céramiques piézoélectriques présentent des coefficients piézoélectriques de valeurs plus de 100 fois supérieures, ce qui leur donne des coefficients de couplage élevés. Elles permettent d'autre part de nombreuses variations de leur composition.

Par suite de leurs performances, les domaines d'utilisation des céramiques piézoélectriques sont extrêmement nombreux. Elles se présentent sous de nombreuses formes : en couche mince, d'épaisseur de l'ordre du  $1/10^{\text{ème}}$  de micron jusqu'à  $10 \mu m$ . Des travaux sont également en cours dans les laboratoires sur les techniques de dépôt en couches épaisses pour réaliser des stators de micromoteurs par des techniques collectives de fabrication ou sous forme de composés multicouches pour diminuer les tensions d'alimentation. Pour des applications d'imagerie, le plus souvent médicale, mais également pour des microactionneurs, elles se présentent également sous la forme de composites résine-céramique, appelés piézocomposites de connectivité 1-3 [349, 350].

Pour terminer, nous mentionnerons les polymères piézoélectriques, parmi lesquels le *PVDF* (polyfluorure de vinylidène), qui sont des polymères semi-cristallins comprenant une phase amorphe, qui donne les propriétés mécaniques et une phase cristalline pour les propriétés piézoélectriques. Ces polymères existent sous deux formes différentes :

- sous forme de film monoaxial, où la résistance mécanique et les coefficients piézoélectriques sont les plus élevés dans le sens de l'étirage (sous un champ électrique intense de  $40 \text{ kV}/\mu m$ ),
- sous forme de film biaxial : la résistance mécanique est élevée dans toutes les directions et les coefficients piézoélectriques  $d_{31}$  et  $d_{32}$  sont égaux.  $d_{33}$  est égal à  $-30 \text{ pC/N}$  et  $d_{31}$  à  $20 \text{ pC/N}$  à température ambiante.

Les épaisseurs obtenues varient de 0.3 à quelques centaines de microns. Les applications des films *PVDF* sont les détecteurs acoustiques ou pyroélectriques, les transducteurs électro-acoustiques (haut-parleurs) et les actionneurs (ventilateurs, miroirs à focale variable, interrupteurs opto-mécaniques).

## 9.5 Usage des matériaux piézoélectriques en microscopie champ proche

La piézoélectricité a accompagné dès ses premiers jours l'évolution des microscopes à sonde locale. Elle a même été présente bien avant que l'on soit capable de construire le premier microscope. E. H. Synge déjà considéré comme l'inventeur de la microscopie optique en champ proche, [208] (voir chapitre 7) proposa en 1932 l'usage de matériaux piézoélectriques afin de contrôler avec précision la distance séparant collecteur et échantillon [351]. La puissance du matériau piézoélectrique est sa capacité à se dilater, se comprimer et plus généralement se déformer de manière répétitive et avec une résolution subnanométrique.



Il est effectivement aisé de contracter un élément piézoélectrique de quelques dixièmes d'angströms sans grande difficulté; ce sont les bruits électronique et thermique qui fixeront la résolution.

Notons que les matériaux piézoélectriques sont utilisés de deux manières différentes en microscopie à sonde locale. Ils fonctionnent :

- soit en régime quasi-statique comme cale piézoélectrique pour assurer le balayage de l'objet et le positionnement de la pointe,
- soit en régime dynamique (oscillant), afin d'amener la fibre optique (ou le microlevier) à vibrer dans les configurations faisant appel au *tapping-mode* ou aux forces de cisaillement (voir chapitres 7 et 8).

Dans les deux cas, les matériaux mis en œuvre sont le quartz et les céramiques de type *PZT*.

### 9.5.1 Matériaux piézoélectriques comme dispositifs de balayage

Toutes les configurations présentées dans le chapitre 7 ont ceci en commun : elles ont besoin de déplacements micro et nanométriques en translation pour assurer le balayage en  $x$  et  $y$  et l'approche en  $z$  entre la pointe et l'échantillon.

La première configuration de microscope tunnel électronique faisait appel à un trièdre en quartz permettant des déplacements dans les trois directions (voir fig. 9.5). Cette configuration souffrait de nombreux défauts liés d'une part à la faible sensibilité du quartz et à la forme même du dispositif propre à générer et entretenir des modes de vibration de poutre. Très rapidement, ce système a été remplacé par le tube en céramique de type *PZT* dont le principe de fonctionnement est décrit dans le paragraphe 9.5.1.1. D'autres solutions ont été également développées. Elles sont généralement basées sur la combinaison plus ou moins intégrée de cales piézoélectriques associées afin de créer un actionneur triaxe. Ces solutions plus coûteuses et encombrantes intègrent souvent des dispositifs de correction d'hystérésis par adjonction d'un capteur capacitif. Le fabricant *Queensgate* fournit des cales permettant des déplacements de plusieurs microns quasi exempt d'hystérésis. Si de fortes amplitudes de déplacement sont nécessaires, la technologie *inchworm* développée par *Burleigh* est à préférer. Elle permet des excursions de plusieurs centimètres grâce à un procédé de reptation séquentielle de trois tubes piézoélectriques solidaires, en céramique piézoélectrique et enserrant un tube également en céramique. Le déplacement n'est pas sans rappeler la reptation d'un lombric ... L'inconvénient de cette technique utilisée dans certains STM commerciaux et en SNOM est l'effet de recul lorsque les cylindres se contractent sur le tube central. Les conséquences de ce comportement saccadé peut être minimisé en choisissant une configuration adéquate. Il n'a à notre connaissance pas été réellement corrigé.

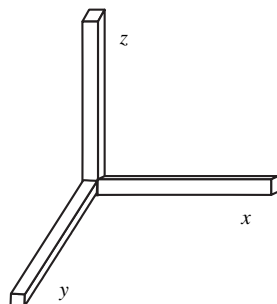


FIG. 9.5: Trièdre en quartz assurant les déplacements suivant les 3 directions  $x$ ,  $y$  et  $z$

### 9.5.1.1 Le tube piézoélectrique comme actionneur triaxe

Le tube piézoélectrique est sans aucun doute le moyen le plus répandu pour assurer des déplacements dans les trois directions de manière simple, efficace et précise. Le principe consiste

- à métalliser intérieurement et extérieurement un tube piézoélectrique généralement en *PZT*. Le métal est de l'aluminium, du chrome, du nickel ou de l'argent ;
- à découper l'électrode extérieure en quatre segments de surface égale soit par voie chimique à l'acide nitrique dilué (procédé répandu mais déconseillé car les céramiques présentent une certaine porosité), soit par abrasion mécanique au moyen d'une meule très fine, (le fournisseur peut se charger de cette opération) ;
- d'appliquer des tensions en push-pull ( $+V_x, -V_x; +V_y, -V_y;$ ) sur les électrodes opposées et une tension de référence  $+V_r$  sur l'électrode interne (souvent la masse).

L'application des champs électriques de signe opposé entraîne une déformation du matériau comme indiqué sur la figure 9.6 *a* et *b*. Puisque les parties opposées du tube sont soumises à des différences de potentiel  $V_x - V_r, -V_x - V_r; V_y - V_r, -V_y - V_r$ , le tube subira simultanément un allongement et une contraction sur la partie opposée. Le résultat sera une légère courbure du tube permettant d'induire des déplacements parfaitement contrôlés suivant  $x$  et  $y$ . Il est donc possible de générer très facilement des allongements allant du nanomètre à plusieurs dizaines de microns. Le déplacement selon  $z$  (c'est-à-dire le long de l'axe du cylindre) est obtenu en ajoutant sur l'électrode interne (ou les quatre électrodes externes) une tension déterminée qui se traduira par un allongement ou une contraction global du tube (voir équation 9.12).

La géométrie habituelle d'un tube est quelques centimètres de long, une épaisseur de 0,6 à 1 mm et un diamètre compris entre 5 mm à quelques centimètres. L'allongement du tube est lié au coefficient de charge  $d_{31}$  et la relation entre l'élongation  $\Delta L$ , la longueur du tube  $L$  et l'épaisseur  $e$ , quand il est soumis à une différence de potentiel  $V$  s'écrit :

$$\Delta L = d_{31} V \frac{L}{e} \quad (9.12)$$

La valeur  $L/e = 50$  est proche du maximum réalisable, ce qui conduit par exemple pour le modèle *Quartz et Silice, P4 68* [342] à des valeurs de déplacement :

- pour  $V = 1000 \text{ volts}$ ,  $\Delta L = -10 \text{ microns}$
- pour  $V = 1 \text{ volt}$ ,  $\Delta L = -10 \text{ nanomètres}$

### 9.5.1.2 Amélioration de la technique

On sait qu'il est possible d'empiler des disques en céramique, ceux-ci montés mécaniquement en série et électriquement en parallèle vont ajouter leurs déformations, augmentant ainsi l'allongement global. De la même manière, il est possible de combiner  $n$  tubes identiques comme indiqué sur la figure 9.6 (dans ce cas  $n = 2$ ) afin d'augmenter la longueur globale du déplacement, et d'autre part de compenser d'éventuels défauts de linéarité de balayage en jouant sur les polarités des différentes électrodes. Les tubes sont simplement assemblés au moyen d'un joint de colle époxy ou cyanoacrylate. L'électrode externe est alors composée de  $4 \times n$  segments dont la combinaison électrique peut être plus ou moins sophistiquée en fonction de l'effet désiré.

### 9.5.1.3 Connection des fils sur les électrodes

Des précautions doivent être prises pour assurer la connection des électrodes. La température de Curie des matériaux *PZT* est généralement basse (entre 150 et 300°C) la dépolarisation intervenant bien avant ces valeurs, il est déconseillé de procéder par soudure à l'étain. Une colle époxy conductrice est la solution à privilégier, malgré la durée de polymérisation.

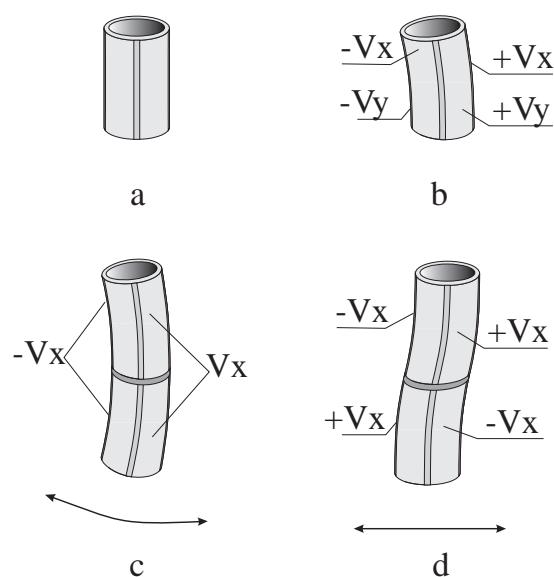


FIG. 9.6: Déformations d'un tube piézoélectrique en fonction de la combinaison choisie d'excitation ; en a et b, un seul élément au repos et excité ; en c, la dissymétrie de l'excitation entraîne un déplacement résultant qui n'est pas rigoureusement linéaire, par contre en d, le problème est résolu.

#### 9.5.1.4 Compensation thermique

Un autre exemple d'assemblage de tubes piézoélectriques est présenté sur la figure 9.7. Il permet de s'affranchir de la dérive thermique des matériaux. En effet, la microscopie en champ proche souffre en général d'une trop grande sensibilité aux variations de température. Dans cet assemblage mécanique de deux tubes concentriques, la dilatation du tube extérieur compense exactement celle du tube intérieur. De plus, le déplacement vertical global résultant est le double du déplacement d'un seul tube. Des combinaisons jusqu'à 8 tubes concentriques ont été tentées. La gestion des tensions à appliquer devient toutefois délicate.

#### 9.5.2 Matériaux piézoélectriques comme dispositifs vibrants

L'autre domaine d'application est l'utilisation de pastilles piézoélectriques ou de diapasons comme dispositifs d'excitation mécanique. Par exemple, la figure 9.8 montre une configuration dans laquelle une pastille céramique en *PZT* de quelques millimètres de diamètre est excitée au moyen d'une source de tension alternative à quelques dizaines de kHz. La vibration mécanique est alors transmise à la fibre optique qui se comporte alors comme une poutre vibrante encastrée. Une autre application est décrite dans le détail dans le chapitre 10. Il s'agit de détecter l'amortissement des forces de cisaillement au moyen d'un diapason d'horloger ou réalisé à partir d'un assemblage de plaquettes de *PZT*. La technique utilisant les diapasons en quartz est aujourd'hui aussi incontournable que l'usage des dispositifs de balayage à base de *PZT*.

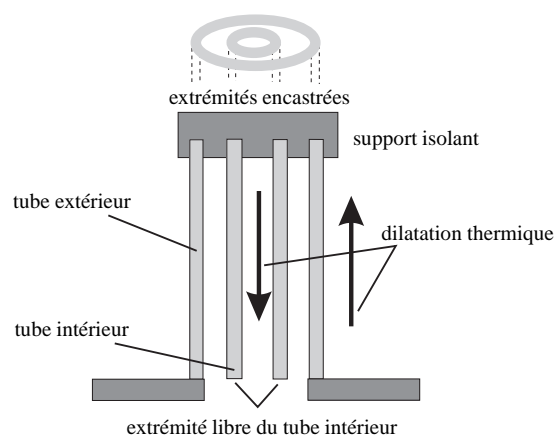


FIG. 9.7: Assemblage de tubes permettant une compensation de la dérive thermique

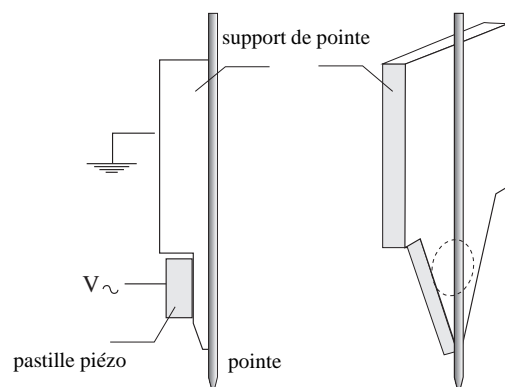


FIG. 9.8: Mise en vibration d'une fibre au moyen d'une pastille piézoélectrique

# Chapitre 10

## Détection des forces de friction et de cisaillement à l'aide d'un diapason en quartz

### Sommaire

---

<b>10.1 Introduction</b>	<b>189</b>
<b>10.2 Modèle de l'oscillateur</b>	<b>189</b>
10.2.1 Constante de raideur statique d'un bras du diapason	190
10.2.2 Modes de courbure des bras du diapason	191
10.2.3 Modèle de l'oscillateur harmonique avec une masse effective	193
10.2.4 Pourquoi utiliser un diapason plutôt qu'un simple levier?	197
<b>10.3 Le courant piézoélectrique</b>	<b>197</b>
<b>10.4 Détection et calibration du signal</b>	<b>199</b>
<b>10.5 Limites thermodynamiques à la détection de force</b>	<b>202</b>
<b>10.6 Détection des forces de friction et de cisaillement</b>	<b>204</b>
<b>10.7 Réponse de la boucle fermée</b>	<b>209</b>
<b>10.8 Conclusion</b>	<b>213</b>

---

### 10.1 Introduction

Les diapasons en quartz sont particulièrement réputés pour leur facteur de qualité mécanique très élevé (de  $10^3$  à  $10^5$ ) 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 ( $10^4$  à  $5 \cdot 10^6$  Hz). La mesure de l'amplitude d'oscillation utilise l'effet piézo-électrique naturellement présent dans le cristal de quartz, conduisant à un signal électrique proportionnel aux forces appliquées. Petits, solides, d'utilisation simple comparée aux systèmes de détection optique, ils sont principalement utilisés comme détecteur de force en microscopie acoustique [352], en microscopie à force [353] atomique [354, 355], magnétique [356], en magnétométrie [357] et bien sûr en microscopie en champ proche optique [358, 359]. Ils ont été exploités également dans le but de créer des structures semiconductrices nanométriques avec une force parfaitement contrôlée [360].

Ce chapitre présente le diapason en quartz, son utilisation en microscopie à force et un état de l'art des mesures à faible bruit des forces de friction et de cisaillement inférieures au  $pN$ .

### 10.2 Modèle de l'oscillateur pour un diapason, constante de raideur

Nombre de diapasons ont été développés pour exploiter les résonances mécaniques que sont les modes de flexion, d'extension, de torsion et de cisaillement. La sensibilité en fréquence de ces modes aux perturbations extérieures (surcharge massique, pression ou variation de température, par exemple) rend les oscillateurs à quartz adaptés à la technologie des capteurs. Bien que tous les modes de résonances cités

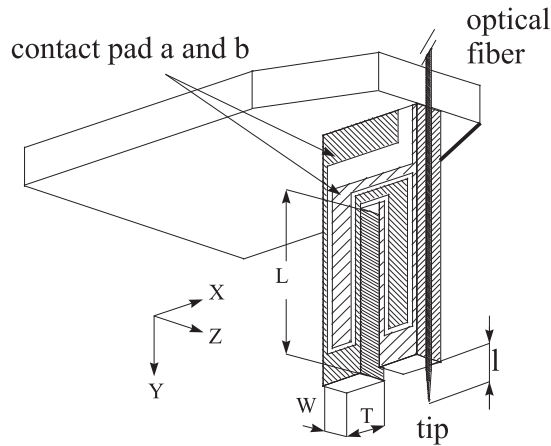


FIG. 10.1: Schéma représentant le diapason de quartz avec la fibre collée le long de l'un de ses bras. Les deux aires grisées représentent les deux électrodes métalliques A et B qui collectent les charges piézo-électriques. Les axes X, Y, Z du cristal sont également représentés. Du fait de la symétrie du cristal, la polarisation piézoélectrique est uniquement engendrée dans le plan XY. La base du diapason est collée sur un support comprenant le système de préamplification électronique. Le plan  $y = 0$  est défini comme étant celui de la base du diapason.

ci-dessus puissent être utilisés, nous avons choisi de nous concentrer sur des mesures de force à partir des modes de flexion des bras d'un diapason miniature en cristal de quartz.

### 10.2.1 Constante de raideur statique d'un bras du diapason

Le bras du diapason sur lequel est fixée la pointe est une poutre encastrée de longueur  $L$ , d'épaisseur  $T$  et de largeur  $W$  comme le montre la figure 10.1. Il se déforme périodiquement suivant l'axe  $X$  et il est supposé être fixé de façon rigide dans le plan  $y = 0$ . Une telle vibration mécanique est connue sous le nom de « mode de flexion plane » d'un diapason. Nous supposons que :

- la longueur de la pointe dépassant du bras est suffisamment courte pour être considérée comme infiniment rigide et se comporter comme un capteur parfait des forces de cisaillement selon  $X$ ,
- la pointe se trouve dans le plan  $y = L$ ,
- la partie de la fibre optique qui est collée sur le bras soit suffisamment légère pour ne pas modifier de façon significative la raideur de la poutre.

Si une force  $F$  est appliquée le long de l'axe  $X$  à  $y = L$ , le bras se courbe selon  $X$ . Le rayon de courbure  $R(y)$  du grand axe de la poutre (*i.e.* l'axe qui ne subit pas d'effort) est donné à une position  $y$  de l'axe  $Y$  par [361] :

$$\frac{1}{R(y)} = \frac{M(y)}{EI_{IN}}, \quad (10.1)$$

où  $M(y)$  est le moment de la force de flexion,  $E$  est le module d'élasticité (*i.e.* le module de Young) du matériau piézoélectrique du diapason et  $I_{IN} = \int x^2 dx dz$  est le moment d'inertie d'un des bras. Dans le cas d'une poutre homogène ayant une coupe transversale  $WT$  rectangulaire, le moment d'inertie vaut  $I_{IN} = WT^3/12$  [361]. Pour de petites amplitudes de courbure, nous pouvons écrire  $1/R \cong \partial^2 u / \partial y^2$  où

$u(y)$  représente la déformation de la poutre qui est définie comme le déplacement du bras par rapport à sa position de repos qu'est l'axe  $Y$ . Dans ces conditions l'équation 10.1 devient :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial y^2} = \frac{M(y)}{EI_N}. \quad (10.2)$$

Dans le cas d'une déformation statique, le moment de la force de flexion est uniquement dû à  $F$  et vaut  $M(y) = (L - y)F$ . La déformation statique  $u(y)$  est alors obtenue de façon triviale en résolvant l'équation 10.2, ce qui donne :

$$u(y) = \left[ \frac{2y^2(3L - y)}{(EWT^3)} \right] F \quad (10.3)$$

$$u(L) = x_L = \frac{4L^3}{(EWT^3)} F \quad (10.4)$$

$$u(y) = \left[ \frac{y^2(3L - y)}{2L^3} \right] x_L. \quad (10.5)$$

L'équation 10.5 est une formulation de la déformation dans laquelle la force appliquée n'intervient pas de façon explicite. Le déplacement  $x_L$  de l'extrémité de la poutre qui correspond également à la position de la pointe est donné pour  $y = L$  par l'équation 10.4 et dépend de la force appliquée  $F$ . La relation 10.4 montre que le bras se comporte comme un ressort avec une constante de raideur  $k_{stat}$  et opposant une force  $F = k_{stat}x_L$  à un écart  $x_L$  de la position d'équilibre. Nous avons ici la première équation descriptive intéressante, à savoir la constante de raideur des bras du diapason :

$$k_{stat} = \frac{E}{4} W \left( \frac{T}{L} \right)^3. \quad (10.6)$$

### 10.2.2 Modes de courbure des bras du diapason

Afin d'étudier les propriétés dynamiques de la poutre comme par exemple la fréquence de résonance, nous avons besoin d'établir en premier lieu l'équation du mouvement d'une tranche infiniment fine  $\delta y$  du bras. L'équation de Newton du mouvement de cet élément s'écrit :

$$\delta f = (\tau_S + \delta\tau_S) - \tau_S = \delta m \left( \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \right). \quad (10.7)$$

où  $-\tau_S$  et  $\tau_S + \delta\tau_S$  sont respectivement les forces de cisaillement selon  $X$  ressenties par la poutre dans les plans  $y$  et  $y + \delta y$ .  $\delta m = \rho WT \delta y$  représente la masse de l'élément du bras et  $\rho$  la densité du matériau du diapason. À tout moment, la somme de l'ensemble des moments appliqués à l'élément de poutre  $\delta y$  est nulle, cette condition s'écrit :

$$(M + \delta M) - \delta M + (\tau_S + \delta\tau_S) \delta y + \frac{\delta f \delta y}{2} = 0. \quad (10.8)$$

D'après l'équation 10.7,  $\delta f$  est proportionnel à  $\delta y$ , en conséquence le dernier terme de l'équation 10.8 peut être limité au premier ordre de  $\delta y$ . Sous la condition aux limites  $\delta y = 0$ , l'équation 10.8 se réduit à  $\tau_S = -\partial M / \partial y$ . Cette expression de  $\tau$  ainsi que la limite  $\delta y = 0$  pour l'équation 10.7 donne la nouvelle équation du mouvement :

$$\frac{\partial^2 M}{\partial y^2} + \rho WT \left( \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \right) = 0. \quad (10.9)$$

En se servant de la relation 10.2 qui relie l'amplitude  $u(y)$  de vibration des bras du diapason dans le plan parallèle  $Z = 0$ , il nous reste l'équation habituelle du mouvement d'un levier en vibration :

$$\frac{\partial^4 u}{\partial y^4} + (\rho WT / EI_N) (\partial^2 u / \partial t^2) = 0. \quad (10.10)$$

Considérons les solutions de l'équation 10.10 qui présentent une dépendance temporelle périodique  $u = u_0 \exp(i\omega_n t)$  où  $\omega_n = 2\pi f_n$  est une des fréquences de résonance du mode normal du bras. Dans ce cas, l'équation 10.10 se réduit à l'équation du mouvement d'un levier résonant :

$$\frac{\partial^4 u}{\partial y^4} = (\alpha_n)^4 u \quad (10.11)$$

$$(\alpha_n)^4 = \left( \frac{\rho W T}{E I_{IN}} \right) \omega_n^2. \quad (10.12)$$

L'équation différentielle 10.11 doit être résolue avec les conditions aux limites telles que  $u(y=0) = 0$  et  $\partial u / \partial y = 0$  imposées par le fait que le bras est solidaire de sa base. Pour un résonateur en oscillation libre, il faut ajouter les conditions supplémentaires  $M(L) = 0$  et  $\tau_S(L) = 0$ . Ceci, en relation avec l'équation 10.2, implique que  $[\partial^2 u / \partial y^2]_{y=L} = 0$ . De plus, puisque  $\tau_S = -\partial M / \partial y$ , la dernière condition aux limites est donnée par  $[\partial^3 u / \partial y^3]_{y=L} = 0$ . La solution générale de l'équation 10.11 conduit à l'équation aux valeurs propres en  $\alpha_n$  suivante :

$$\cos(\alpha_n L) \cosh(\alpha_n L) + 1 = 0. \quad (10.13)$$

Les valeurs de  $\alpha_n L$  satisfaisant l'égalité 10.13 sont pour le mode fondamental et les cinq premières harmoniques :

$$\begin{aligned} \alpha_0 L = \eta_0 &= 1.87510 \\ \alpha_1 L = \eta_1 &= 4.69409 \\ \alpha_2 L = \eta_2 &= 7.85476 \\ \alpha_3 L = \eta_3 &= 10.99554 \\ \alpha_4 L = \eta_4 &= 14.13717 \\ \alpha_5 L = \eta_5 &= 17.27876. \end{aligned} \quad (10.14)$$

Pour des plus grandes valeurs de  $n$ , les modes propres peuvent être approchés par  $\alpha_n L = \eta_n \cong n(2n+1)\pi$ . D'après la définition de  $\alpha_n$  donnée par la relation 10.12 et en se restreignant au cas des leviers rectangulaires pour lesquels  $I = WT^3/12$ , on obtient pour les fréquences de résonance :

$$\omega_n = 2\pi f_n = \eta_n^2 \left( \frac{T}{L^2} \right) \left( \frac{E}{12\rho} \right)^{1/2} \quad (10.15)$$

$$\omega_0 = 2\pi f_0 = 1.0150 \left( \frac{T}{L^2} \right) \left( \frac{E}{\rho} \right)^{1/2}. \quad (10.16)$$

L'équation 10.16 est la deuxième équation importante donnant la fréquence de résonance du mode fondamental du diapason. Pour le cas réel dans lequel une fibre optique est collée le long du bras, la formule ci-dessus est seulement approximative. La fibre rend le levier plus rigide et nous pouvons nous attendre à ce que les fréquences de résonances soient plus élevées que celles données par la relation 10.16.

Comme nous le verrons dans les parties suivantes, la sensibilité du diapason est principalement déterminée par sa constante de raideur  $k_{stat}$  en plus de sa fréquence de résonance. Dans le but de concevoir un capteur de force optimal, nous devons tout d'abord cerner les valeurs désirées pour  $k_{stat}$  et  $f_0$  et en déduire les dimensions correspondantes  $L$ ,  $T$  et  $W$  des bras. Puisqu'un diapason est fabriqué par gravure d'un *wafer* de quartz d'épaisseur  $W$ , il est tout aussi préférable d'utiliser  $W$  comme un paramètre spécifié. En résolvant le système d'équation 10.6 et 10.16 en  $T$  et  $L$ , nous obtenons pour le capteur de forces les dimensions suivantes :

$$L = (1.0150/2\pi f_0)(4k_{stat}/EW)^{1/3}(E/\rho)^{1/2} \quad (10.17)$$

$$T = (1.0150/2\pi f_0)(4k_{stat}/EW)^{2/3}(E/\rho)^{1/2}. \quad (10.18)$$



L (mm)	T(mm)	W (mm)	$f_0$ (Hz)	$k_{static}$ ( $\mu\text{N}/\text{nm}$ )
2,65	0,265	0,125	32 768	2,46
3,98	0,600	0,400	32 768	26,9
2,28	0,600	0,400	100 000	144,0

TAB. 10.1: Dimensions caractéristiques de quelques diapasons de quartz disponibles dans le commerce. Les paramètres utilisés sont : densité,  $\rho = 2659 \text{ kg}/\text{m}^3$ , module d'Young  $E = 7,87 \cdot 10^{10} \text{ N}/\text{m}^2$ .

### 10.2.3 Modèle de l'oscillateur harmonique avec une masse effective

Lorsque le diapason est excité à sa fréquence de résonance, ses bras oscillent parallèlement à l'axe  $X$ . Dans cette partie, nous calculons la position de la pointe lorsque le diapason est excité mécaniquement. L'approche rigoureuse de ce problème serait d'établir les équations du mouvement dérivées de l'équation 10.10 avec en plus un terme de force dissipative pour tenir compte de l'absorption d'énergie par le système. Deux de ces équations doivent être écrites pour chacun des deux bras et elles doivent être reliées l'une à l'autre par un terme de couplage piézo-électrique conduisant le diapason à ne fonctionner que sur un seul mode résonant. La dynamique du système peut être décrite de façon tout à fait satisfaisante avec un modèle phénoménologique de l'oscillateur harmonique à une dimension efficace et plus simple. Pour des petites amplitudes  $x_L(t)$ , chaque bras du diapason peut être vu comme un ressort de constante de raideur  $k_{stat}$ . En conséquence  $x_L(t)$  est solution d'une équation du mouvement d'un oscillateur harmonique effectif excité à la fréquence  $\omega$ . L'équation du mouvement est donnée par :

$$m_0 \frac{\partial^2 x_L}{\partial t^2} + F_D + k_{stat} x_L = F \exp(i\omega t), \quad (10.19)$$

avec  $m_0$  la masse effective qui est à déterminer et  $F$  la force d'excitation mécanique. Cette force est habituellement ajustée en jouant sur la tension d'alimentation des électrodes du diapason ou sur l'excitation mécanique obtenue grâce à un piézo auxiliaire.  $F_D$  est un terme dissipatif proportionnel à la vitesse. Il représente une force de frottement qui s'oppose au mouvement des bras du diapason. Nous supposons que cette force de résistance est la somme des forces résultant de l'interaction due aux forces de cisaillement entre la pointe et l'échantillon et à la force de résistance interne correspondant aux pertes visqueuses dans le bras du diapason. Nous supposons pour le moment que  $F_D$  est une force de type visqueux qui peut être entièrement caractérisée par un paramètre phénoménologique  $\gamma$  qui a la dimension d'une fréquence :

$$F_D = m_0 \gamma \frac{\partial x_L}{\partial t}. \quad (10.20)$$

La masse effective  $m_0$  est choisie de telle façon que la fréquence de résonance  $f_0$  de cet oscillateur harmonique corresponde au mode résonant donné par l'équation 10.16. Cette condition est remplie si l'on écrit :

$$2\pi f_0 = \omega_0 = \left( \frac{k_{stat}}{m_0} \right)^{1/2}. \quad (10.21)$$

En remplaçant  $k_{stat}$  par son expression (égalité 10.6) et en utilisant la relation 10.16 pour  $2\pi f_0$ , la masse effective est donnée par :

$$m_0 = \frac{3m}{\eta_0^4} = 0,2427 m \quad (10.22)$$

où  $m = \rho(LTW)$  est la masse de l'un des bras du diapason. L'équation du mouvement 10.19 est résolue de façon triviale dans le cas de faibles forces de frottement. Cette limite correspond à la condition réaliste  $\gamma \ll \omega_0$ . Dans ce cas, la dépendance temporelle de  $x_L(t)$  est simplement en  $x_L \exp(i\omega t)$ . De l'équation 10.19 on tire :

$$x_L(t) = \exp(i\omega t) (F/m_0) / (\omega_0^2 - \omega^2 + i\gamma\omega). \quad (10.23)$$

Finalement en combinant avec l'équation 10.20, la force de glissement devient :

$$F_D(t) = im_0\gamma\omega x_L(t) \quad (10.24)$$

$F_D(t)$  comme  $x_L(t)$  présente un pic de résonance pour la fréquence  $f_0$ . L'amplitude  $x_L$  de  $x_L(t)$  est donnée par :

$$|x_L/x_{L0}| = \frac{\gamma\omega_0}{[(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2\omega^2]^{1/2}} \quad (10.25)$$

où  $x_{L0} = F/\omega_0/(ik_{stat}\gamma)$  représente l'amplitude d'oscillation de la pointe à la résonance (*i.e.* pour  $\omega = \omega_0$ ). L'équation ci-dessus montre que la réponse fréquentielle de ces amplitudes d'oscillation est de type lorentzien avec un maximum pour  $\omega = \omega_0$ . Ce résultat est vérifié en routine avec une très grande précision expérimentale comme le montre la figure 10.2.

Une résonance de type lorentzien peut être entièrement caractérisée par sa résonance, sa largeur à mi-hauteur et son amplitude maximum. Nous définissons alors le facteur de qualité  $Q$  tel que :

$$Q = f_0/FWHM \quad (10.26)$$

où  $FWHM$  est la largeur à mi-hauteur du pic de résonance lorentzien des amplitudes d'oscillation de la pointe. Cette définition est pratique car  $FWHM$  et  $f_0$  sont contrairement à  $\gamma$  directement mesurables. À partir de cette définition, nous pouvons relier  $\gamma$  à  $FWHM$  en résolvant l'équation en  $\omega$  :  $|x_L/x_{L0}| = 1/2$ . La condition  $|x_L/x_{L0}| = 1/2$  permet de trouver les fréquences à mi-hauteur. Le résultat est alors :

$$\gamma = 2\pi FWHM/\sqrt{3}. \quad (10.27)$$

À la résonance, l'amplitude de la pointe et la force de frottement ressenties par le diapason sont données à  $\omega = \omega_0$  par :

$$x_{L0} = [\sqrt{3}Q_0/(ik_{stat})]F \quad (10.28)$$

$$F_{D0} = i[k_{stat}/(\sqrt{3}Q_0)]x_{L0}. \quad (10.29)$$

Notons que  $x_{L0}$  et  $F_{D0}$  sont déphasés de  $\pi/2$ . L'équation 10.28 montre que, pour de petites pertes (*i.e.*  $\gamma \ll \omega_0$ ), le maximum d'amplitude de vibration  $x_{L0}$  est proportionnel à  $Q_0$ . Cela s'est avéré être le cas expérimentalement pour un véritable diapason piézoélectrique en quartz [353,358]. L'équation 10.29 donne la force de résistance ressentie par le diapason en fonction de l'amplitude de vibration, elle ne dépend pas de façon explicite de la force d'excitation  $F$ . Elle démontre en fait qu'un diapason peut être utilisé comme un capteur de force dissipative. Cela est plus flagrant si l'on remarque que l'équation 10.29 est l'équation d'un ressort avec une constante de raideur effective  $k_0$  donnée par le terme entre crochets :

$$k_0 = k_{stat}/(\sqrt{3}Q_0). \quad (10.30)$$

En excitant le diapason à sa résonance, cette constante de raideur effective est plus petite que la constante de raideur statique d'un facteur  $\sqrt{3}Q_0$ . Puisque  $Q_0$  peut atteindre  $10^3$ , les bras du diapason, qui sont très rigides comparés aux leviers habituellement utilisés en microscopie à force atomique, peuvent donc être « dynamiquement plus souples ». Comme nous le verrons bientôt, cette augmentation de la constante de raideur effective est uniquement obtenue dans une bande de fréquences centrée sur  $f_0$  et de largeur  $f_B = \pi FWHM/\sqrt{3}$ . La relation 10.29 montre également que l'on peut obtenir une information quantitative sur le maximum de la force de frottement  $F_{D0}$  ressentie par le diapason. À la fois  $Q_0$  et  $x_{L0}$  sont des quantités relativement simples à déduire de mesures indépendantes [353,358]. La valeur de  $k_{stat}$  est aussi nécessaire pour déterminer  $F_{D0}$ . Elle peut être, ou calculée à partir de l'équation 10.6, ou directement déduite de la mesure de la fréquence de résonance  $f_0$  en utilisant les équations 10.21 et 10.22. Les deux méthodes donnent des valeurs de  $k_{stat}$  cohérentes entre elles à quelques pour cent près.

Une telle analyse du modèle de l'oscillateur harmonique est valable bien sûr pour les harmoniques plus élevées des résonances de vibrations des bras. Dans ce cas, il faut remplacer dans toutes les équations précédentes, l'indice 0 par l'ordre des harmoniques  $n$ . Pour augmenter la sensibilité du détecteur de force,

il peut être préférable de choisir un diapason fonctionnant sur ses harmoniques plus élevées. On s'en rend compte en réunissant les équations 10.15, 10.26 et 10.30. Pour des harmoniques plus élevées, la constante de raideur effective dynamique des bras vaut :

$$k_n = k_0(\eta_0/\eta_n)^2 = k_{stat}(\eta_0/\eta_n)^2/(\sqrt{3}Q_0) . \quad (10.31)$$

On observe par exemple une augmentation de la sensibilité d'un facteur 300 par rapport à  $k_0$  en travaillant à la cinquième harmonique. Une augmentation supplémentaire de la sensibilité est obtenue par le courant piézoélectrique qui augmente proportionnellement avec la fréquence (*i.e.* voir partie 3). Puisque les harmoniques supérieures sont plus élevées en fréquence que le mode fondamental dans le rapport  $(\eta_n/\eta_0)^2$ , nous supposons que l'amélioration totale de la sensibilité devrait être proportionnelle à  $(\eta_n/\eta_0)^4$ . Cela est synonyme d'une augmentation d'un facteur 39 en travaillant au premier harmonique et d'environ  $10^5$  pour le cinquième. Cependant, il serait nécessaire de redessiner les électrodes du diapason afin que l'harmonique la plus élevée souhaitée, puisse être détectée. En écrivant l'équation 10.31 nous avons fait l'hypothèse implicite que la largeur à mi-hauteur *FWHM* ne dépendait pas de la fréquence. Cette approximation est très raisonnable car *FWHM* traduit les pertes mécaniques dues aux imperfections du quartz, de la fibre optique et de la colle qui les maintient solidaires. Dans la configuration présente, de telles pertes ne sont pas censées dépendre fortement de la fréquence si celle-ci reste inférieure au *MHz*.

La largeur de bande de détection  $f_B$  du diapason utilisé ici est obtenue grâce aux solutions transitoires des équations du mouvement 10.19 en appliquant la force d'excitation à partir de l'instant  $t = 0$ . La vibration des bras diminuera librement avec une constante de temps  $\tau$ . Un tel temps de relaxation est directement relié à la bande passante de détection caractéristique :  $f_B = 1/\tau$ . L'équation 10.19 devient alors une simple équation différentielle linéaire ne comportant aucun terme de force excitatrice et dont la solution physique est :

$$x_L(t) = x_L(0) \exp[i(\omega - 2\gamma^2/\omega)t] \exp(-\gamma t/2) . \quad (10.32)$$

Cette solution correspond à une fonction oscillante (légèrement décalée en fréquence) dont l'enveloppe décroît exponentiellement et dont la relaxation est donnée par :

$$1/\tau = \gamma/2 . \quad (10.33)$$

D'après la définition de  $\gamma$  donnée par l'équation 10.27, la largeur de bande  $f_B = 1/\tau$  s'écrit :

$$f_B = \pi FWHM / \sqrt{3} . \quad (10.34)$$

La décroissance exponentielle prévue par l'équation 10.32 est en parfait accord avec les mesures de la décroissance de l'amplitude de vibration des bras d'un diapason de quartz piézoélectrique [353, 358] lorsque l'on coupe l'excitation à  $t = 0$ . Les mesures (fig. 10.2) ont été réalisées avec un diapason commercial brut. La fréquence de résonance de ce diapason est enregistrée grâce à un analyseur FFT (Stanford Instrument) en l'excitant par l'intermédiaire d'une source de bruit blanc. De la mesure de la fréquence de résonance ( $f_0 = 32674$  Hz) et de sa largeur à mi-hauteur ( $FWHM = 0.576$  Hz), nous pouvons calculer le facteur de qualité ( $Q_0 = f_0/FWHM = 56882$ ). Pour mesurer la dépendance temporelle de la relaxation du diapason, ses électrodes sont excitées avec une tension périodique de fréquence  $f_0$ . Le courant piézoélectrique correspondant est mesuré avec démodulateur synchronisé sur la tension d'excitation. À l'instant  $t = 0$  cette tension est nulle et le signal de sortie du démodulateur est enregistré en fonction du temps. Nous avons tracé la courbe expérimentale ainsi que la décroissance théorique  $\exp(-t/\tau)$  où  $\tau = \sqrt{3}/(\pi FWHM)$ . La très bonne correspondance montre que le diapason peut être considéré comme un oscillateur harmonique parfait.

Nous présentons maintenant les changements relatifs des mesures du signal piézoélectrique en fonction de la force de frottement ressentie par la pointe quand celle-ci est en interaction avec les forces de cisaillement à proximité de l'échantillon. Tout ce que nous avons besoin de savoir pour l'instant est que le signal piézoélectrique issu du diapason est proportionnel aux amplitudes de vibration  $x_{L0}$ . Nous le démontrerons dans le § suivant. Dans le mode normal de détection de force, le diapason est excité mécaniquement ou électriquement à la fréquence de résonance de son mode fondamental. L'essentiel est que l'excitation

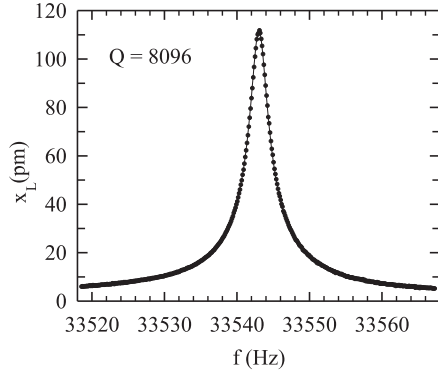


FIG. 10.2: Spectre de résonance d'un diapason monté avec une fibre optique métallisée (diamètre 125  $\mu\text{m}$ ). Les points expérimentaux, sont à comparer avec la représentation de l'équation 10.25 (ligne continue). La fréquence  $f$  est celle d'un piézo collé près de la base du diapason. L'ensemble est refroidi à 4,2 K, sous faible pression d'hélium (10 mbars). Le facteur de qualité est de 8096.

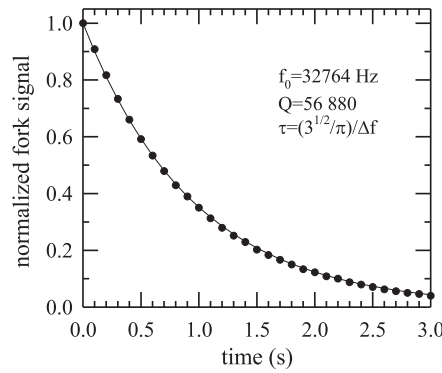


FIG. 10.3: Comportement en relaxation du signal issu du diapason. L'instant  $t = 0$  correspond à l'arrêt d'excitation du diapason. Les points représentent les données expérimentales et la ligne continue le calcul théorique.

conduise à une force qui reste constante durant toute la mesure. Lorsque la pointe est loin de la surface de l'échantillon,  $x_{L0}$  est maximum tout comme le signal piézoélectrique correspondant. Lorsqu'elle s'approche, l'amplitude du signal se réduit proportionnellement à  $x_0$ . La force d'excitation reste constante pendant l'approche de la pointe vers l'objet. En conséquence, la diminution des amplitudes correspond à une diminution dans les mêmes proportions de  $Q_0$  comme le montre l'équation 10.28 et donc le rapport  $x_{L0}/Q_0$  reste constant. Ceci implique d'après l'équation 10.29 que la force de frottement  $F_{D0}$  détectée par le diapason n'est pas affectée par l'interaction entre la pointe et l'échantillon. Il est important de comprendre que le diapason réagit à cette force entre la pointe et l'échantillon tout en gardant la force de frottement globale constante. Un système de contrôle de la distance pointe-échantillon basé sur l'utilisation d'un diapason piézoélectrique fonctionne à force de frottement globale constante. Apparemment un tel système ne peut pas nous renseigner sur les forces de friction qui existent entre la pointe et l'objet. Mais dans les faits, la force de frottement totale  $F_D$  agissant sur le bras du diapason est la somme d'une force de résistance  $F_P$  interne au système et d'une autre force de résistance  $F_S$  due à l'interaction entre la pointe et l'échantillon. Lorsque la pointe est loin de la surface de l'objet, le système ne détecte que la force de résistance interne nominale :  $F_{P0} = F_D = F$ . Lorsque la pointe atteint le domaine d'interaction, la force de frottement agissant sur le diapason est  $F_P + F_S = F_D$ . Alors que la force globale est constante, ses différentes composantes se modifient lorsque la pointe approche de l'objet. Cela nous conduit à écrire :

$$F_S = F_{P0}(1 - F_P/F_{P0}) \quad (10.35)$$

où  $F_{P0} = F_D$  d'après l'équation 10.29. La nature de la force interne ne dépend manifestement pas de la distance pointe-échantillon. C'est pourquoi  $F_P$  diffère de  $F_{P0}$  seulement par le fait que l'amplitude de la pointe se réduit avec l'approche. Nous pouvons alors écrire que l'amplitude de la force de résistance interne change proportionnellement au signal piézoélectrique :

$$F_P/F_{P0} = V/V_0 \quad (10.36)$$

$V_0$  et  $V$  étant respectivement les signaux piézoélectriques détectés lorsque la pointe est loin de l'échantillon et lorsqu'elle se trouve dans la région d'interaction. La force de cisaillement enregistrée par la pointe est

alors :

$$F_S = (1 - V/V_0)[k_{stat}/(\sqrt{3}Q_0)]x_{L0} \quad (10.37)$$

où  $Q_0$  est le facteur de qualité du diapason et  $x_{L0}$  l'amplitude des oscillations lorsque la pointe est loin de l'objet. Comme  $Q_0$ ,  $x_{L0}$  et  $k_{stat}$  sont des paramètres auxquels on remonte facilement, l'équation ci-dessus permet de connaître quantitativement la force d'interaction entre la pointe et l'échantillon. Notons que la connaissance de la valeur de la force d'excitation et des paramètres piézoélectriques du diapason n'interviennent pas de façon explicite dans le calcul de cette force de frottement. Puisque le signal est proportionnel à l'amplitude de flexion, nous pouvons ré-écrire l'équation 10.37 sous une forme dont nous nous servirons souvent par la suite :

$$F_S = (1 - x_L/x_{L0})[k_{stat}/(\sqrt{3}Q_0)]x_{L0}. \quad (10.38)$$

#### 10.2.4 Pourquoi utiliser un diapason plutôt qu'un simple levier ?

L'analyse que nous venons d'effectuer étant valable pour un levier, on pourrait penser qu'il suffit d'utiliser une poutre en quartz de la dimension de l'un des bras du diapason comme capteur de force. En fait, si les conditions sont exactement les mêmes, le facteur de qualité du diapason est supérieur à celui d'un levier. Un diapason est un système de deux poutres couplées oscillant en opposition. De ce fait, le centre de masse reste immobile en dépit du mouvement des bras. Par contre, le centre de masse d'un bras unique oscille et ce mouvement dissipe de l'énergie par l'intermédiaire du point d'ancrage. Cette source de perte d'énergie n'existe manifestement pas pour un diapason bien symétrique. La seule possibilité de perte reste liée au matériau du diapason et à l'émission d'ondes acoustiques lorsque l'on opère dans l'air. Les pertes dues au mouvement du centre de masse sont généralement importantes, se produisent au niveau du point d'ancrage et réduisent le facteur de qualité  $Q$  de plusieurs ordres de grandeur. Ceci explique aussi pourquoi un diapason résiste bien aux vibrations extérieures. Si l'on ajoute une pointe sur l'un des bras du diapason, la symétrie de répartition des masses est brisée ce qui entraîne un couplage avec le mouvement du centre de masse. En pratique, la masse ajoutée, due à la pointe et la colle, ne représente que quelques pour cent et en général n'amène pas de pertes d'énergie supérieures à celles occasionnées par la viscosité en excès de la liaison entre pointe et bras du diapason.

### 10.3 Le courant piézoélectrique

Un diapason oscillant engendre entre ses électrodes des charges qui varient avec le temps. Ainsi, peut-il être considéré idéalement comme un générateur de courant dont l'intensité est proportionnelle à l'amplitude de la courbure mécanique des bras. Nous démontrons dans ce chapitre la relation entre l'amplitude  $x_L$  des oscillations de la pointe et le courant piézoélectrique induit par la flexion des bras du diapason.

Lorsque les bras du diapason se plient dans leur mouvement d'oscillation, une contrainte de tension  $\sigma(x, y)$ , longitudinale et orientée selon l'axe  $Y$ , apparaît localement au point  $(x, y)$  de la coupe transversale des bras. Cette contrainte induit à son tour une polarisation locale  $\mathbf{p}(x, y)$  du matériau piézoélectrique responsable du signal détecté sur les électrodes. La polarisation et les contraintes sont reliées par le tenseur piézoélectrique  $[\mathbf{d}]$  du matériau du diapason :  $\mathbf{p} = [\mathbf{d}]\sigma$  [362]. Nous ne développerons pas la relation tensorielle complète entre  $\mathbf{p}$  et  $\sigma$ , le lecteur intéressé trouvera l'information dans la référence [362]. Nous nous restreignons à un matériau piézoélectrique semblable au quartz (*i.e.* cristal trigonale de classe 32) et au cas particulier où les axes de la figure 10.1 correspondent aux axes  $X, Y$ , et  $Z$  du cristal du diapason. Dans ce cas, on mesure l'effet de la polarisation  $\mathbf{p}$  orientée selon l'axe  $X$ , perpendiculairement aux contraintes de tension et la relation tensorielle entre  $\mathbf{p}$  et  $\sigma$  se réduit à une équation scalaire :

$$p_x = d_{12}\sigma_{yy} = -d_{11}\sigma_{yy} \quad (10.39)$$

$\sigma_{yy}$  est la seule composante non nulle de  $\sigma(x, y)$  (*i.e.* orientée selon  $Y$ ) et  $d_{11}$  est le module longitudinal piézoélectrique. Nous avons besoin maintenant de connaître  $\sigma_{yy}$  en fonction de la courbure du bras  $x_L$

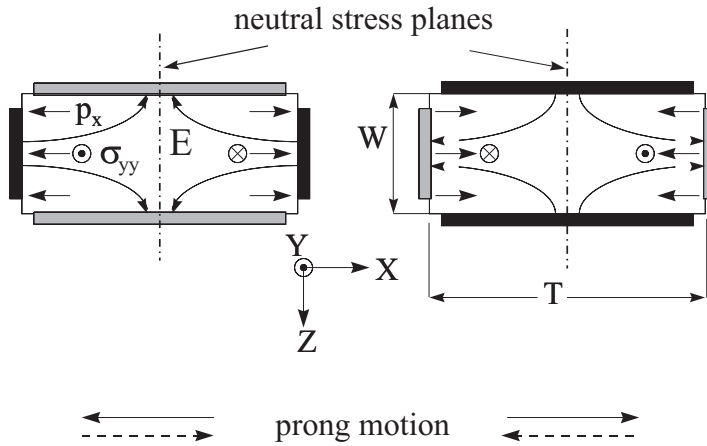


FIG. 10.4: Coupe des bras du diapason dans le plan XZ de la figure 10.1. Les deux bras sont dessinés avec leurs électrodes. La zone grisée correspond à un contact métallique et se trouve à un potentiel constant. Les deux bras oscillent en opposition suivant l'axe X. Dans le plan YZ passant par chacun des bras en son milieu, les contraintes et les efforts sont nuls. Le vecteur  $\sigma$  des contraintes de tension et de compression est perpendiculaire au plan de la figure. Le vecteur  $\mathbf{p}$  de la polarisation piézoélectrique correspondante est orienté selon l'axe X. L'oscillation dans le temps de  $\mathbf{p}$  induit un courant. Les lignes de champ  $\mathbf{E}$  sont indiquées.

au niveau de la pointe. La loi de Hook, au point de coordonnées  $(x, y)$  de la coupe transversale des bras, s'exprime localement par :

$$\sigma_{yy}/E = x \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} . \quad (10.40)$$

Utilisons la relation 10.5 pour  $u(y)$ . L'équation 10.40 se réduit alors à :

$$\sigma_{yy}(x, y) = 3Ex_L(L - y)x/L^3 . \quad (10.41)$$

Cette dernière relation montre que les contraintes de tension longitudinales sont les plus importantes dans les plans suivants :  $y = 0$  qui est le plan d'ancrage des bras et  $x = \pm T/2$  qui est le plan des bords extérieurs des bras. Il est alors possible de relier la polarisation  $p$  à  $x_L$ . En particulier la composante selon l'axe X vaut :

$$p_x(x, y) = 3d_{12}Ex_L(L - y)x/L^3 . \quad (10.42)$$

Comme l'on s'y attendait, la polarisation induite par les charges locales est proportionnelle à l'amplitude de la pointe  $x_L$ . La densité de courant  $j_X(x, y)$  s'écrit :

$$j_X(x, y) = \frac{\partial p_x}{\partial t} = i\omega p_x(x, y) . \quad (10.43)$$

La densité de courant maximum est prévue selon l'axe X aux points de coordonnées  $(y = 0, x = T/2)$  et  $(y = 0, x = -T/2)$ . Le courant total collecté par une paire d'électrodes opposées est alors donné par :

$$I_{arm} = 2i\omega u_L \int_{-W/2}^{W/2} dz \int_0^L dy p(x = T/2, y) . \quad (10.44)$$

Nous avons supposé que les contacts métalliques recouvrent les bras en entier. Les deux bras du diapason contribuent au signal, donc le courant total vaut  $I = \ell I_{arm}$ . Après calcul de l'intégrale, le courant total par unité de courbure du bras est donné par :

$$\frac{I}{u_L} = i2\pi f_0 3d_{11} E \frac{TW}{L}. \quad (10.45)$$

Pour le quartz,  $d_{11} = 2,31 \cdot 10^{-12} \text{ C/N}$  (ou  $m/V$  de façon équivalente) et  $E = 7,87 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ . Le courant théorique détecté par un tel diapason serait alors :

$$\frac{I}{x_L} = 3.42 f_0 (TW/L) \quad \text{en unités de } A/m. \quad (10.46)$$

Dans le cas particulier où  $f_0 = 33 \text{ kHz}$ ,  $W = 0,4 \text{ mm}$ ,  $T = 0,6 \text{ mm}$  et  $L = 4 \text{ mm}$ , le courant collecté devrait être de l'ordre de  $I/x_L = 6,8 \text{ A/m}$ . En pratique nous avons mesuré  $I/x_L \sim 2 \text{ A/m}$ . L'écart peut s'expliquer par le fait que toute la surface piézo disponible n'est pas métallisée et qu'une partie du courant généré à une électrode est réutilisée pour activer le bras opposé du diapason.

Exprimons maintenant en terme de courant la sensibilité du capteur de force basé sur le diapason. Nous avons vu que la force de frottement due à l'interaction pointe-échantillon est donnée par l'équation :

$$F_S = (1 - x_L/x_{L0})/(\sqrt{3}Q)k_{stat}x_L. \quad (10.47)$$

On peut remplacer  $x_L$  par son expression en fonction du signal d'intensité, on utilise  $k_{stat} = (E/4)W(T/L)^3$  et  $2\pi f_0 = 01.0150(T/L^2)(E/rho)^{1/2}$ . On trouve alors que la force détectée est liée à l'intensité du courant par

$$F_S \cong \left(1 - \frac{u_L}{u_{L\infty}}\right) \frac{I}{12\sqrt{3}Q} \sqrt{\frac{\rho}{E}} \frac{T}{d_{12}}. \quad (10.48)$$

Il est intéressant de remarquer que les seuls paramètres géométriques intervenant dans la sensibilité à la force de frottement est la largeur  $T$  des bras du diapason.

## 10.4 Détection et calibration du signal

Afin d'utiliser les diapasos comme capteurs de force, il est nécessaire de mesurer leur résonance fondamentale en fonction de la force qu'on leur applique. Cela se fait soit en excitant mécaniquement le diapason à sa résonance et en mesurant la tension induite, soit en le pilotant directement avec une tension résonante et en enregistrant le courant induit. Nous montrons dans ce paragraphe comment réaliser au mieux cette dernière méthode car elle fournit un système plus simple mécaniquement au prix de très peu d'électronique. Lorsque les électrodes  $A$  et  $B$  de la figure 10.1 sont connectées à un oscillateur externe basse tension, les bras du diapason sont entraînés dans un mouvement d'oscillation. Les bras peuvent être ainsi pilotés à leur fréquence de résonance avec une tension d'excitation  $U_{exc}$ . Le signal enregistré dans ce mode opératoire est le courant alternatif traversant le diapason. Pour des fréquences éloignées des conditions de résonance, le diapason et les électrodes ne sont rien d'autre qu'une capacité  $C_p$  (typiquement de quelques  $pF$  pour des diapasos commerciaux à  $33 \text{ kHz}$ ). Le courant résultant  $I_{capa} = i2\pi f C_p U_{exc}$  augmente de façon linéaire avec la fréquence. Lorsque le diapason est excité à sa fréquence de résonance, le courant atteint une valeur maximale  $I_{max}$  qui dépend de la résistance ressentie par le diapason. Ce maximum de courant est le signal utile pour contrôler la distance pointe-échantillon. Par opposition à l'excitation mécanique, la partie utile du signal dans ce mode opératoire interfère avec les pertes capacitives du fond continu  $I_{capa}$ . Ce comportement du courant est décrit par l'équation 10.49 qui est obtenue à partir d'une analyse identique à celle présentée dans la troisième partie. En écrivant que la densité de courant  $j$  et le vecteur déplacement électrique  $D$  vérifient la condition  $\partial D/\partial t + j \cong 0$ , nous trouvons que l'amplitude du courant à travers le diapason vaut :

$$I = i2\pi f_0 (3d_{11} E \frac{TW}{L} x_L + C_p U_{exc}). \quad (10.49)$$

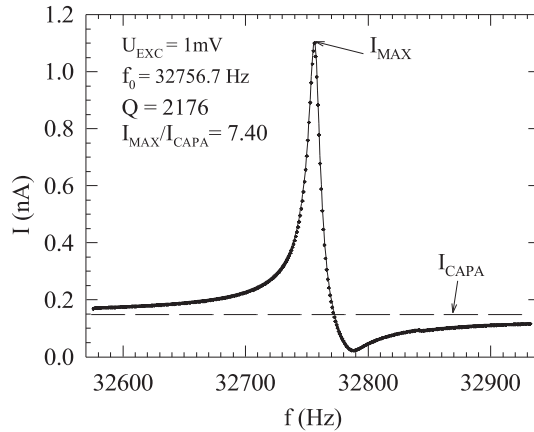


FIG. 10.5: Amplitude crête à crête du courant traversant le diapason en fonction de la fréquence de la tension d'excitation  $U_{exc}$  maintenue constante (1 mV crête-crête). Les points représentent les données expérimentales et la ligne continue l'approximation fournie par l'équation 10.50. En dehors des conditions de résonance, le diapason se comporte comme une capacité. La ligne en traits discontinus représente le courant  $I_{capa}$  le traversant.

Le premier terme entre parenthèses contient la force de cisaillement, son amplitude n'est importante que proche des conditions de résonance. Par contre, le deuxième terme qui est le potentiel d'excitation est responsable du fond continu capacitif. Cela vaut la peine de remarquer que l'on ne peut pas réduire le fond continu en diminuant la tension d'excitation  $U_{exc}$  car  $x_L$  est aussi proportionnel à  $U_{exc}$ . Plutôt que d'utiliser l'équation 10.49, nous avons préféré mesurer le courant pour une condition expérimentale caractéristique. La figure 10.5 donne une mesure de ce courant traversant le diapason sur lequel est montée une fibre optique taillée en pointe. Ces mesures ont été réalisées pour de nombreux  $Q_0$  et pour trois diapasons de quartz différents présentés dans le tableau 10.1 et nous avons trouvé que  $I_{max}/I_{capa} - \ell \cong \alpha Q_0/f_0 = \alpha/FWHM$  avec  $\alpha \cong 110$  une constante dépendant de la nature du matériau du diapason. Le rapport  $I_{max}/I_{capa} - \ell$  représente le contraste entre le signal utile et les pertes en courant  $I_{capa}$ . Pour  $Q_0 = 2176$ ,  $f_0 = 33$  kHz,  $W = 0,4$  mm,  $T = 0,6$  mm et  $L = 4$  mm, la mesure de ce rapport de contraste vaut  $I_{max}/I_{capa} - \ell \cong 6,40$ , le diapason étant excité avec une amplitude crête à crête  $U_{exc}$  de 1 mV. Dans de telles conditions et loin de l'échantillon, l'amplitude de vibration résonante de la pointe est d'environ 0,5 nm et les courants correspondants étaient de 1,1 nA pour  $I_{max}$  à  $f_0$  et de 0,149 nA pour  $I_{capa}$  à 30 kHz. Comme nous pouvons le voir sur la figure 10.5, le profil du pic de résonance mesuré est une fonction asymétrique de la fréquence. Ceci s'explique par le fait que la phase du courant piézoélectrique change de  $180^\circ$  lorsque la fréquence passe par la résonance. Par contre le courant capacitif présente une phase constante et le résultat global correspond à l'interférence de ces deux courants. On peut simuler simplement un tel comportement en écrivant une équation phénoménologique similaire à l'équation 10.49 :

$$\frac{I}{I_{capa}} = \left| \Delta \frac{\gamma \omega_0}{(\omega_0^2 - \omega^2 + i\gamma\omega)} + \ell \right|. \quad (10.50)$$

Le premier terme du membre de droite est proportionnel aux amplitudes de vibration des bras du diapason dans le rapport :  $\Delta^2 = (I_{max}/I_{capa})^2 - \ell$ . Le deuxième terme  $\ell$  représente la contribution des pertes de courant qui interfèrent avec le premier terme. La meilleure approximation des données de la figure 10.5 est obtenue pour les valeurs de  $Q$ ,  $f_0$  et  $I_{max}/I_{capa}$  qui y sont indiquées.

Dans le but d'éliminer les effets des pertes dues à la capacité parallèle, nous avons utilisé le « circuit-pont » de la figure 10.6. La tension d'excitation est  $V_{in}$ . Grâce au point de masse au centre, le transformateur fournit deux ondes en opposition de phase. En ajustant de façon approximative la capacité variable, on peut



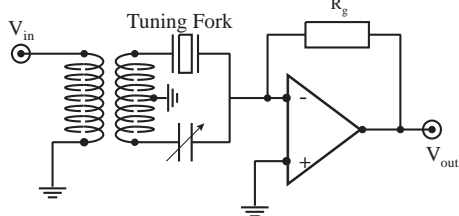


FIG. 10.6: Circuit en pont d'excitation du diapason et de détection des oscillations. La réponse de l'ensemble est celle d'un circuit oscillant RLC série et n'est due qu'au mouvement du résonateur. Le courant résultant est mesuré en fonction de la tension de sortie  $V_{out}$  aux bornes de la résistance de charge  $R_g$ .

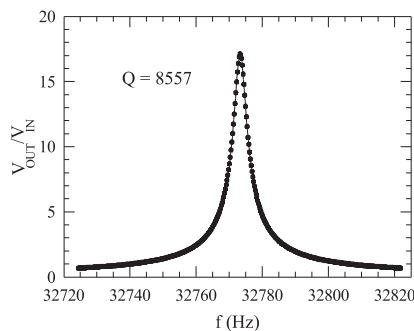


FIG. 10.7: Points de mesures de la réponse du diapason. La ligne continue est l'approximation déduite de l'équation (10.52). Cette réponse symétrique contraste avec celle de la figure 10.5.

annuler le courant dans la capacité parallèle. Celle-ci est responsable de la déformation de la résonance. Un circuit amplificateur standard convertit le courant instantané en tension. Nous avons miniaturisé le circuit et positionné l'amplificateur au niveau de la base du diapason afin d'éliminer tout problème dû à la capacité des câbles. Le gain courant-tension ( $I - V$ ) du circuit a été calibré de 0 à 100 kHz et il est décrit par la relation :

$$Z_{gain} = \frac{R_g}{1 + (\omega R_g C_g)^2} \quad (10.51)$$

où  $\omega = 2\pi f$  est la pulsation,  $R_g = 9,51 \text{ M}\Omega$  et  $C_g = 0,260 \text{ pF}$  est la capacité parasite en parallèle avec  $R_g$ . Le gain résultant à 32,7 kHz est de  $Z_{gain} = 8,47 \text{ M}\Omega$ . Le système de mesure étant calibré, l'impédance du diapason peut être mesurée précisément. Nous avons testé un diapason nu dans les conditions ambiantes (température et pression de la pièce). Un bruit blanc est appliqué au diapason et on enregistre tension de sortie. Le rapport des tensions sortie/entrée est montré sur la figure 10.7. La réponse se rapproche bien de la lorentzienne (ligne continue) définie par :

$$\frac{V_{out}}{V_{in}} = A \frac{(f_0/Q)f}{[(f_0^2 - f^2)^2 + ((f_0/Q)f)^2]^{1/2}} \quad (10.52)$$

avec  $A = 17,14$ ,  $f_0 = 32773,3 \text{ kHz}$  et  $Q = 8557$ . Ce résultat montre que l'effet de la capacité parasite a été annulé et l'oscillateur harmonique est un excellent modèle pour la réponse du diapason. Les valeurs de  $R$ ,  $L$  et  $C$  du circuit équivalent peuvent être déterminées en comparant la forme de la courbe à la formule du gain de l'amplificateur avec le résonateur RLC comme impédance d'entrée ; on obtient alors  $R = Z_{gain}/A = 0,49 \text{ M}\Omega$ ,  $L = RQ/2\pi f_0 = 20,5 \text{ kHz}$  et  $C = 1/(4\pi^2 f_0^2 L) = 1,14 \text{ fF}$ . La résistance  $R$  est suffisamment importante pour qu'on l'attribue complètement à la dissipation mécanique associée au mouvement du quartz.

Une autre calibration importante est celle de l'amplitude des oscillations du diapason en fonction de la tension de sortie, calibration que l'on caractérise par le paramètre  $\alpha$ . Ce paramètre a été déterminé en mesurant grâce à un interféromètre les amplitudes physiques des oscillations d'un bras du diapason et en enregistrant en même temps la tension de sortie du système. Cette technique interférométrique est décrite en détail dans les références [363, 364]. Nous montrons sur la figure 10.8 l'agencement optique d'un interféromètre différentiel de Nomarski. Pour interpréter ces mesures, il est nécessaire d'établir une relation entre la tension de sortie mesurée et l'amplitude d'oscillation du bras du diapason. La tension de sortie ne traduit que les modes antisymétriques du diapason,  $V_{out} = C(x_1 - x_2)$  où  $C$  est une constante et

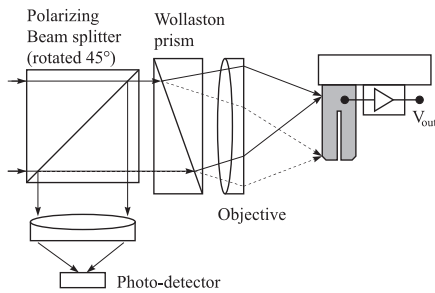


FIG. 10.8: Interféromètre différentiel pour la mesure de l'amplitude d'oscillation des bras du diapason. Deux points lumineux ( $\lambda = 633 \text{ nm}$ ) sont focalisés l'un sur la base immobile du bras et l'autre sur son extrémité oscillante. Les faisceaux réfléchis sont collectés par un photodétecteur.

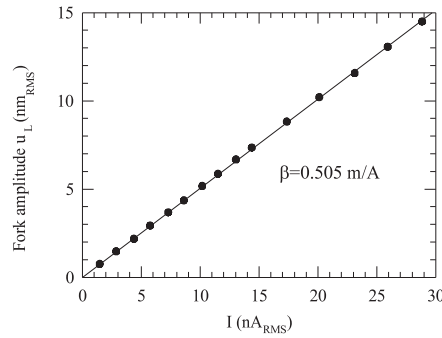


FIG. 10.9: Calibration du courant piézoélectrique en fonction de l'amplitude des oscillations des bras du diapason. Les points représentent les mesures et la ligne continue est la droite de meilleure approximation linéaire conduisant à une pente de calibration de  $0,505 \text{ nm/nA}$ .

$x_1$  et  $x_2$  sont les amplitudes des mouvements des deux bras. En alimentant le diapason avec une tension externe comme dans nos expériences, seul le mode antisymétrique est excité : on a alors  $x_1 = -x_2$ . Nous définissons ainsi  $V_{out} = 2Cx_1 = x_1/\alpha$ . Notre calibration conduit à  $\alpha = 59,6 \pm 0,1 \text{ pm/mV}$ . En considérant le diapason comme une source de courant, il est pratique d'écrire l'équation ci-dessus en terme d'une résistance convertissant courant en tension,  $\alpha = \beta/Z_{gain}$  avec  $\beta = 0,505 \text{ m/A}$ . Puisque la séparation des charges dans le diapason dépend de l'amplitude, la calibration en terme de courant conduit à une mesure précise de l'amplitude du mouvement des bras.

## 10.5 Limites thermodynamiques à la détection de force

Les limites fondamentales à mesurer la résonance sont définies par le bruit intrinsèque du système. Nous pouvons déterminer ces limites expérimentalement en mesurant le bruit en sortie, la tension d'entrée étant mise à la masse. Les mesures sont tracées sur le graphe 10.10 (cercles pleins). Une analyse du bruit du circuit montre que les deux sources primaires de bruit sont le bruit de Johnson de la résistance  $(4k_BTR_g)^{1/2}$  en  $V/\sqrt{Hz}$  et le bruit brownien associé à la dissipation mécanique dans le diapason, à l'image de  $R$  dans le circuit  $RLC$  équivalent :

$$\sqrt{4k_BTR} \frac{Z_{gain}}{R} \frac{(f_0/Q)f}{[(f_0^2 - f^2)^2 + ((f_0/Q)f)^2]^{1/2}} \quad (10.53)$$

$k_B$  est la constante de Boltzman,  $T$  est la température et tous les autres paramètres ont déjà été déterminés expérimentalement. Ces deux termes de bruit sont en quadrature. Dans ce modèle il n'y a pas de paramètre ajustable et la courbe résultante est tracée en trait plein sur la figure 10.10. Sur la base du bon accord entre le modèle et les données, nous estimons que nous en savons suffisamment pour cerner définitivement les limites fondamentales de l'utilisation d'un diapason en quartz pour la mesure de force. Nous nous limiterons à apporter quelques résultats concernant le déplacement minimum détectable, la plus petite force mesurable et la vitesse de mesure la plus rapide.

Le premier problème est donc le plus petit déplacement détectable. Le spectre de puissance du bruit associé au diapason (i.e. le carré de l'équation 10.53) peut être intégré afin d'obtenir l'écart type du bruit de tension qui vaut  $V_{rms} = 3,81 \mu V$ .

$$V_{rms}^2 = 4k_BTR(Z_{gain}/R)^2(\pi f_0/2Q). \quad (10.54)$$

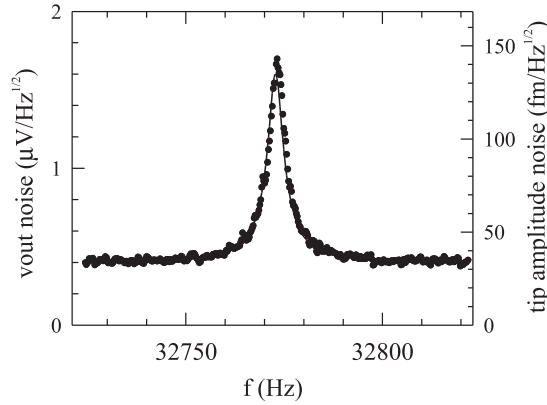


FIG. 10.10: Spectre de bruit du diapason obtenu avec le pont de mesure (fig. 10.6). La tension d'excitation  $V_{IN}$  est reliée à la masse. La courbe en trait plein est le résultat du modèle du bruit sans paramètre ajustable. L'accord entre expérience et théorie montre que le bruit a pour origine le bruit associé à  $R_g$  (le fond continu) et le bruit thermique de l'oscillateur (pic).

Pour le relier au mouvement thermique des bras du diapason, nous avons pris la moyenne temporelle de la définition vue auparavant qui relie la tension de sortie au mouvement des bras du diapason :

$$V_{rms}^2 = \langle C(x_1 - x_2)^2 \rangle = C^2(\langle x_1^2 \rangle + \langle x_2^2 \rangle - 2\langle x_1 x_2 \rangle). \quad (10.55)$$

Nous avons supposé que les bras n'étaient que très faiblement couplés et donc que leurs mouvements thermiques étaient décorrélés, ce qui nous donne :

$$V_{rms}^2 = 2C^2\langle x_1^2 \rangle. \quad (10.56)$$

Grâce aux mesures par interférométrie, nous pouvons en déduire l'écart-type du déplacement du bras :

$$x_{rms} = \sqrt{2}\alpha V_{rms} \cong 0.312 \text{ pm}. \quad (10.57)$$

Cela représente les mouvements aléatoires, de l'un des bras du diapason, dus aux fluctuations thermiques. Avec cette valeur pour  $x_{rms}$ , nous utilisons le théorème d'équipartition pour calculer une constante de raideur effective  $K = k_B T / 2x_{rms}^2 \approx 40,2 \text{ kN/m}$ . Cela revient exactement au même que de faire une analogie entre l'énergie totale des bras  $2(Kx^2/2)$  et l'énergie de l'oscillateur  $LI^2/2$ . Nous pouvons comparer cette valeur expérimentale de  $k$  avec la valeur calculée de la constante de raideur d'un bras. La valeur théorique est obtenue à partir de la formule  $K = EWT^3/(4L^3)$  déterminée auparavant où  $E = 7,87 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$  est le module de Young du quartz,  $W = 0,5 \text{ mm}$  est la largeur,  $T = 0,65 \text{ mm}$  l'épaisseur et  $L = 3,85 \text{ mm}$  la longueur d'un des bras du diapason. Avec ces valeurs, nous obtenons  $k_{static} = 47 \text{ kN/m}$  ce qui correspond relativement bien avec nos résultats expérimentaux.

L'énergie thermique peut être considérée comme une force effective qui agit sur le diapason. Cette force possède un spectre de puissance  $S_F$  ( $N^2/Hz$ ) plat et on peut l'obtenir à partir de l'équation :

$$x_{rms}^2 = \int_0^\infty S_F \left| \frac{f_0^2/K}{f_0^2 - f^2 - i(ff_0/Q)} \right|^2 df. \quad (10.58)$$

En calculant l'intégrale et en utilisant une nouvelle fois le théorème d'équipartition, on obtient :

$$S_f^{1/2} = \sqrt{2/\pi f_0 Q} (k_B T / 2x_{rms}) = 0.44 \text{ pN}/\sqrt{Hz}. \quad (10.59)$$

Il est important de noter que la sensibilité à la force est une fonction de la bande passante. Le rapport signal sur bruit  $S/N$ , en tant que mesure de la bande passante  $\Delta f_B$ , s'exprime comme suit :

$$\frac{S}{N} = \frac{\frac{1}{\beta} \left( \frac{Q}{K} \right) F_S}{\sqrt{4k_B T \left( \frac{\Delta f_B}{R_g} + \frac{Q}{Z_r} \int_{f_0 - \Delta f_B/2}^{f_0 + \Delta f_B/2} \frac{(f f_0 / Q)^2}{(f_0^2 - f^2)^2 + (f f_0 / Q)^2} df \right)}} \quad (10.60)$$

Le numérateur représente simplement la réponse du système à une force résonante  $F_S$  et le dénominateur est la somme quadratique de deux termes de bruit. Nous avons écrit que  $R$  était égal à  $Z_r/Q$  où  $Z_r = (L/C)^{(1/2)}$  est l'impédance à la résonance des composantes inductive et capacitive du résonateur  $RLC$ . L'intégrale a une solution analytique si  $Q \gg 1$ . Cette condition est toujours réalisée dans les cas pratiques. Le résultat se simplifie alors :

$$\frac{S}{N} \cong \frac{(Q/K)(F_S/\beta)}{\sqrt{4k_B T \sqrt{(\Delta f_B/R_g) + (f_0/Z_r) \arctan(\Delta f_B Q/f_0)}}} \quad (10.61)$$

Cette équation est très utile car elle montre directement comment  $S/N$  varie en fonction de  $Q$ ,  $R_g$  et  $\Delta f_B$ . Deux cas limites peuvent être envisagés. Dans le cas de faible bande passante où  $\Delta f_B \ll f_0/Q$ , le bruit est essentiellement dû au mouvement brownien du diapason lui-même, comme on s'y attendait. Le rapport signal sur bruit augmente proportionnellement à  $Q^{1/2}$  :

$$\frac{S}{N} = \frac{(Q/K)(F_S/\beta)}{\sqrt{4k_B T \Delta f_B \sqrt{1/R_g + Q/Z_r}}} \approx \frac{1}{\beta} \frac{F_S}{K} \sqrt{\frac{Q Z_r}{4k_B T \Delta f_B}} \quad (10.62)$$

Ce cas offre une sensibilité maximum mais correspond évidemment à la réponse la plus lente. Le bruit est essentiellement dû à l'impédance résonante du diapason tant que cette dernière est inférieure de façon significative à  $R_g$ . Le critère est valable jusqu'à des fréquences de l'ordre de :

$$\Delta f_B \leq \frac{f_0}{Q} \sqrt{Q \frac{R_g}{Z_r} - 1} \quad (10.63)$$

Il s'agit clairement du cas de la figure 10.10. On aurait préféré que le bruit soit toujours dû au bruit thermique du diapason, mais, lorsque l'on travaille avec une bande passante plus élevée, le bruit associé à  $R_g$  devient prépondérant. C'est le deuxième cas limite correspondant à des larges bandes passantes où  $\Delta f_B \ll f_0/Q$ . On a alors :

$$\frac{S}{N} \approx \frac{(Q/K)(F_S/\beta)}{\sqrt{4k_B T \sqrt{\Delta f_B/R_g + (\pi/2) f_0/Z_r}}} \quad (10.64)$$

On peut remédier au problème du bruit en augmentant la valeur de  $R_g$  ; cependant on dégrade par ce biais le temps de réponse de l'amplificateur du fait de sa capacité parasite  $C_g$ . En fin de compte le choix de  $R_g$  résulte d'un compromis entre la rapidité de la réponse et un rapport signal sur bruit important. Nous estimons que  $R_g \sim 10 M\Omega$  est un choix raisonnable pour notre système.

## 10.6 Détection des forces de friction et de cisaillement

Les diapasons sont habituellement utilisés comme capteur de force en fixant une sonde appropriée sur l'un de ses bras. La mesure est réalisée en excitant à la résonance, à amplitude de force constante et en enregistrant la réponse en fonction de la distance pointe-échantillon. Le mouvement d'oscillation de la pointe peut être soit parallèle, soit perpendiculaire à la surface. En microscopie optique en champ proche, la pointe oscille parallèlement à la surface, comme pour les applications en nano-tribologie. Lorsqu'elle s'approche de la surface, elle ressent à la fois des forces de réaction et de dissipation d'où une diminution de l'amplitude de vibration et un déplacement de la fréquence de résonance du diapason, comme le

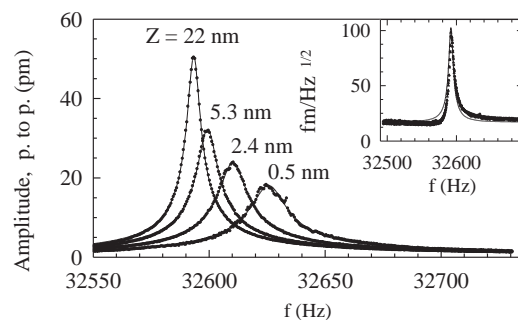


FIG. 10.11: Courbes de résonance du diapason au niveau de la pointe pour différentes distances  $Z$  pointe-échantillon. Les mesures ont été réalisées sans boucle de contrôle. La distance  $Z$  est prise par rapport au point où, sous une tension de 50 mV, un courant tunnel de 1 nA passe entre la pointe en or et une surface plane au niveau atomique de graphite pyrolythique (HOPG) hautement orienté. L'expérience s'est déroulée sous vide poussé ( $10^{-7}$  mbar) et à température ambiante. La sonde est obtenue à partir d'un fil d'or de  $25\ \mu\text{m}$  de diamètre taillé en pointe et elle dépasse du bras du diapason de  $75\ \mu\text{m}$ . Les lignes continues sont une approximation des mesures obtenues à partir de l'équation 10.52. La mesure du bruit obtenue lorsque la pointe est complètement en retrait, est indiquée dans l'encart.

montre la figure 10.11. Tous les spectres des résonances du diapason sont très bien approchés par celui d'un oscillateur harmonique forcé, ce qui laisse supposer qu'il n'y a pas d'effet non linéaire même lorsque la pointe est en interaction tunnel avec l'échantillon (à partir de 0,5 nm). Cela écarte l'idée [365] que la pointe touche parfois l'échantillon. Une approximation par une courbe de Lorentz donne l'amplitude de la pointe à la résonance, la fréquence de résonance et le facteur de qualité.

La figure 10.12 montre ce qui se passe lorsque la pointe s'approche de la surface, l'évolution de l'amplitude d'oscillation  $x(z)$  et le glissement de la fréquence de résonance  $\Delta f(z)$  par rapport à la fréquence  $f_0$  où le diapason est très loin de la surface. Ces données ont été enregistrées à température ambiante et sous vide poussé ( $10^{-7}$  mbar), l'amplitude est de  $17,7\ \text{pm}$ . La sonde est une pointe de STM en or et effilée; l'échantillon est du graphite pyrolythique hautement orienté et clivé juste avant les mesures. Cette configuration favorise un effet tunnel entre la pointe et l'échantillon ce qui permet de connaître l'instant où la pointe entre en contact avec la surface. Le courant tunnel est également tracé sur la figure 10.12. La hauteur de la pointe au-dessus de l'échantillon est déterminée d'après le contact des deux éléments, le contact étant défini par le courant tunnel. Ces données écartent complètement l'idée [365] que la courbe d'approche implique un contact entre la pointe et la surface. Les courbes ont été obtenues en boucle ouverte (pas de contre-réaction) en vérifiant la réponse du diapason, le système de positionnement restant lui à une hauteur constante au-dessus de la surface. Notons que les forces dissipatives dominent quasiment tout le long de la courbe d'approche alors que le déplacement de la fréquence de résonance devient important (*i.e.* plus grand que la largeur de la résonance) seulement à quelques nanomètres de la surface. Ce fait est déterminant pour l'analyse qui suit. Nous discuterons de la nature des forces mises en jeu dans cette expérience. Nous n'avons pas tracé la dépendance de  $Q$  en fonction de  $z$  car nous avons établi que  $Q$  était rigoureusement proportionnel à l'amplitude  $x$  de la pointe (voir fig. 10.13). La dépendance linéaire de  $Q$  en fonction de  $x$  est une condition prérequis pour utiliser les formules présentées dans ce travail et qui sont basées sur l'hypothèse de l'oscillateur harmonique amorti. Il est en particulier facile de démontrer que si la force d'amortissement intervenant dans l'équation de l'oscillateur harmonique n'est pas de nature visqueuse, c'est-à-dire s'il n'y a pas de relation linéaire avec la vitesse d'oscillation des bras, alors le facteur de qualité  $Q$  n'est pas plus proportionnel à l'amplitude des oscillations. Les mesures présentées auparavant nous assurent que, premièrement, le diapason fonctionne toujours en régime linéaire et que, deuxièmement, les forces de frottement entre la pointe et l'échantillon sont d'origine visqueuse. C'est net-

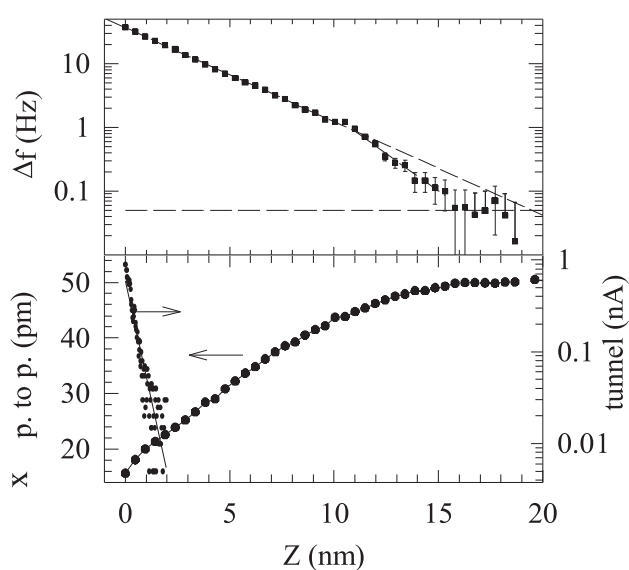


FIG. 10.12: Glissement de la fréquence et amplitude du maximum des oscillations de la pointe en fonction de la distance pointe-échantillon. Notons que le glissement de fréquence n'intervient que dans les derniers nanomètres de l'approche. Il est mesuré par rapport à la fréquence de résonance lorsque la pointe est complètement éloignée. Les conditions expérimentales sont les mêmes que celles de la figure 10.11. Le courant tunnel utilisé comme indicateur de la distance absolue pointe-échantillon est également tracé.

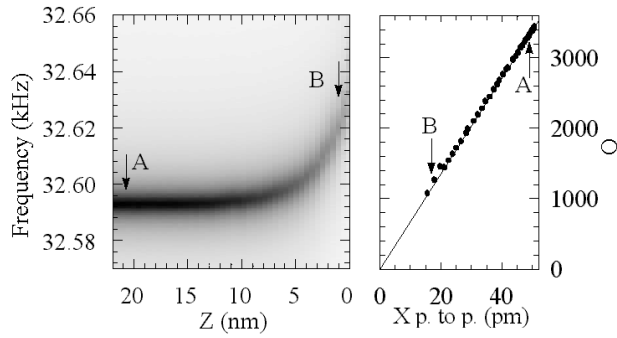


FIG. 10.13: Représentation en échelle de gris de tous les spectres de résonance mesurés en fonction de la distance pointe-échantillon dans les mêmes conditions que celles de la figure 10.11. La figure de droite montre que le facteur de qualité est tout à fait proportionnel aux amplitudes de la pointe.

tement différent d'une friction directe avec contact entre deux solides qui ne dépend pas de la vitesse mais plutôt de la force de charge normale. Donc les forces dont nous parlons ici ne sont pas de façon évidente liées à un mécanisme du type glissement-adhérence comme pour les frottements de contact entre deux solides. Il est possible de déterminer à la fois les forces de cisaillement et de friction d'après le déplacement et le changement d'amplitude.

$$F_{shear}(z) = 2k_{stat} \frac{\Delta f}{f_0} x(z). \quad (10.65)$$

Cette force est une force de rappel le long de l'axe X de la pointe. Son origine physique est élaborée en détail dans la référence [366]. Pour écrire l'équation 10.65 nous avons supposé que le déplacement en fréquence était très inférieur à  $f_0$ . Les forces de friction agissant sur la pointe sont identiques à la force de frottement effective visqueuse que nous avons tiré du modèle de l'oscillateur harmonique forcé. Elle est donnée par :

$$F_{friction}(z) = i \left(1 - \frac{x}{x_0}\right) \frac{k_{stat}}{\sqrt{3}Q_0} x_0. \quad (10.66)$$

En appliquant ces deux égalités à l'approximation des valeurs de  $x$  et  $\Delta f$  obtenues par la mesure de la résonance du signal issu du diapason, on obtient l'évolution des forces de friction et de cisaillement en fonction de la distance pointe-échantillon. Le résultat (fig. 10.14) montre que la pointe ressent ces forces sur des distances supérieures à 15 nm. Nous ne nous attendions pas à ce résultat car nous opérons dans un vide poussé. Il faut également garder à l'esprit un autre point important, à savoir que les amplitudes d'oscillation de la pointe étaient inférieures à 0,05 nm. Cela signifie que la pointe ne pourra jamais toucher accidentellement la surface de l'échantillon pendant ses excursions périodiques. Nous écartons donc toutes les tentatives d'explication trouvées dans la littérature [365] pour justifier que l'interaction entre la pointe et l'échantillon se faisait par contact mécanique. Nous voudrions également faire remarquer que toutes les courbes d'approche ont été réalisées en approchant la pointe de l'échantillon. La courbe obtenue quand elle s'éloigne ne se superpose pas à la courbe d'approche dans la zone d'effet tunnel dans le cas de la surface de graphite. Ce comportement d'hystérésis est assez prononcé avec des échantillons de graphite et il est quasiment absent sur des semi-conducteurs de GaAs clivé. Nous attribuons pour le moment l'existence de cet hystérésis au fait que le graphite se compose de plusieurs couches empilées, ce qui le rend beaucoup plus élastique, le long de la normale à sa surface, que le GaAs. Remarquons qu'en dépit de sa taille relativement grande, le diapason permet de mesurer à la fois les forces de friction et de cisaillement avec un niveau de bruit aussi petit que le pN. La figure 10.15 montre comment se modifie la résonance du

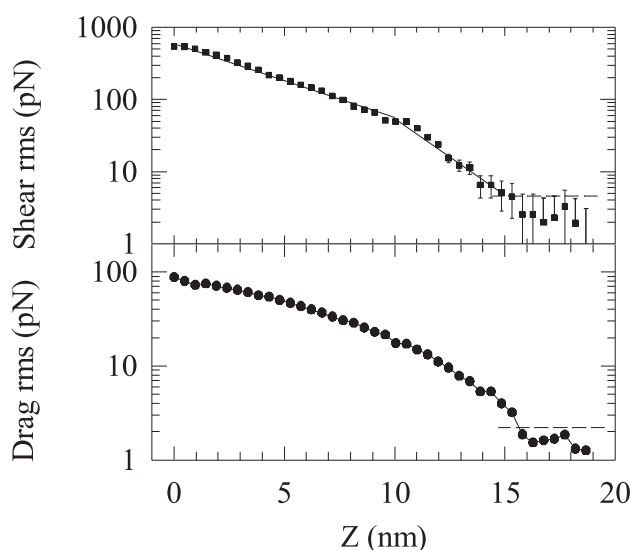


FIG. 10.14: Forces de friction et de cisaillement (*i.e.* forces de frottement) agissant sur la pointe lorsque celle-ci s'approche de la surface de l'échantillon. Les valeurs sont obtenues d'après les amplitudes de la pointe et le glissement de fréquence (fig. 10.12) et d'après les équations (10.65) et (10.66).

diapason sous l'effet d'une très petite force de friction. Il est clair que cette force peut être mesurée avec une résolution meilleure que  $1 \text{ pN}$ . Des mesures de force de friction aussi faibles sont à notre connaissance sans précédent et sont supérieures de 2 ou 3 ordres de grandeur à celles obtenues avec des *AFM* standards. Elles sont aussi meilleures que celles obtenues grâce à la technique de la microbalance en cristal de quartz utilisée en science des surfaces. Le diapason offre donc de grandes possibilités pour l'utilisation en microscopie de forces de friction et de cisaillement en nano-tribologie. De plus, c'est la seule technique que nous connaissons où ces forces peuvent être mesurées d'abord sans contact réel et ensuite à n'importe quelle distance de l'échantillon. Il est également intéressant de tracer la dépendance du terme d'amortissement  $\gamma = 2\pi f / (Q\sqrt{3})$  de l'oscillateur harmonique forcé en fonction de  $z$ . Dans cette relation à la fois  $Q$  et  $f$  dépendent de  $z$ . Remarquons aussi que le facteur d'amortissement semble augmenter exponentiellement avec la distance pointe-échantillon. L'origine physique de cet effet est discuté dans la ref. [366]. Nous pouvons déduire de cette observation que le nombre de possibilités de collisions participant à l'amortissement augmente exponentiellement au fur et à mesure que la pointe se rapproche. Un tel comportement serait attendu dans la zone d'effet tunnel et cela ne peut donc pas en être l'explication.

### Effet de la longueur de la pointe

Il est important que la pointe reste rigide à la fréquence de résonance afin d'assurer un amortissement maximum du diapason. Dans nos mesures actuelles, la pointe est un fil d'or taillé en pointe de  $25 \mu\text{m}$  de diamètre. Du fait de ce diamètre particulièrement petit, il est important que la partie libre de la pointe dépassant du diapason soit aussi courte que possible. La constante de raideur statique de la pointe doit être beaucoup plus grande que celle du bras du diapason. Dans le cas d'une pointe cylindrique, la constante de



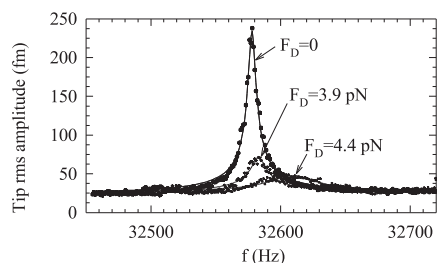


FIG. 10.15: Courbes de résonance pour de très faibles valeurs de la force de friction entre la pointe et l'échantillon. Elles montrent clairement qu'une sensibilité à ces forces inférieure à 1 pN est accessible. La force de friction est déduite de l'équation (10.66).

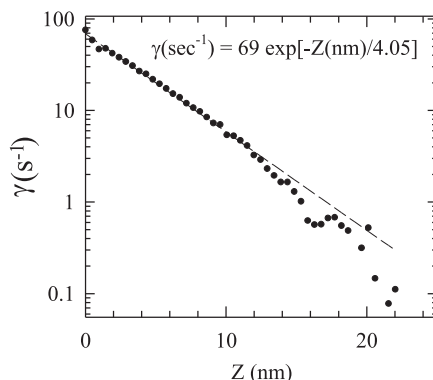


FIG. 10.16: Évolution du paramètre d'amortissement  $\gamma$  de la friction ressentie par le diapason lorsque la pointe approche de la surface de l'échantillon. Les conditions expérimentales sont celles de la figure 10.11.  $\gamma$  intervient dans l'amplitude par le biais de l'équation (10.25). On note qu'il augmente de façon exponentielle lorsque la distance pointe-échantillon diminue.

raideur est donnée par :

$$k_{probe} = \frac{3\pi E_{probe} r^4}{4\ell^3} . \quad (10.67)$$

où  $r$  représente le rayon du fil et  $\ell$  la longueur de la partie libre dépassant du bras du diapason. Pour l'or, le module de Young vaut  $E_{probe} = 8.10^{10} \text{ N/m}^2$ . La figure 10.17 montre une courbe d'approche lorsque cette condition n'est pas remplie. La longueur de la pointe est alors de  $\ell = 200 \mu\text{m}$  ce qui donne  $k_{probe} = 572 \text{ N/m} \ll k_{stat} (\sim 40 \text{ kN/m})$ . Cette courbe d'approche est clairement différente de celle présentée par la figure 10.13 avec une longueur de pointe plus courte ( $\ell = 75 \mu\text{m}$ ). La vérification de la dépendance de  $Q$  en fonction de l'amplitude  $x$  à la résonance exhibe clairement deux régimes différents. Dans chacun de ces régimes le résonateur se comporte comme un oscillateur harmonique amorti de façon visqueuse. Lorsque la pointe, éloignée au départ, s'approche (point A sur la figure 10.17), le facteur de qualité de la résonance diminue comme prévu. À environ  $50 \text{ nm}$  du contact pointe-échantillon (défini par mesure de l'effet tunnel), il inverse la tendance et commence à augmenter au fur et à mesure que  $z$  diminue. Ce revirement intervient dans la région indiquée par la lettre B sur la figure 10.17. Le facteur de qualité augmente ensuite linéairement jusqu'au point de contact tunnel (point C). Nous déduisons de ces mesures que les forces de cisaillement au point B sont suffisamment importantes pour que la sonde commence à se courber de manière élastique. De ce fait l'excursion de la pointe est plus petite et avec elle les frictions au niveau de l'échantillon. Plus la pointe est rapprochée, plus les forces de rappel sont importantes et plus la pointe se courbe au détriment des amplitudes d'oscillation à son extrémité. La contribution aux pertes totales des frottements de la pointe se réduit en conséquence, conduisant à une augmentation de  $Q$  vers le point C.

## 10.7 Réponse de la boucle fermée

Le dernier problème concerne la vitesse à laquelle les mesures peuvent suivre les variations de la force. Les cartographies de forces surfaciques sont réalisées en faisant fonctionner le système en boucle fermée

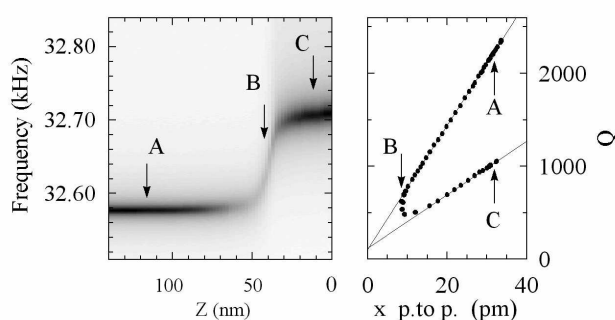


FIG. 10.17: Mêmes courbes que celles de la figure 10.13 mais avec une pointe dépassant du bras du diapason de  $200 \mu\text{m}$  ( $75 \mu\text{m}$  dans l'autre cas). Si la longueur de la pointe est trop longue, sa constante de raideur devient trop faible par rapport à celle du diapason. Lorsque les forces de cisaillement deviennent trop importantes, l'extrémité de la pointe est immobile et le système pointe-diapason s'apparente à des ressorts en série qui résonnent à une fréquence plus élevée. Ce comportement est clairement mis en évidence sur le graphe en échelle de gris. La courbe de  $Q$  montre qu'il y a deux régimes d'amortissement visqueux distincts dépendant du fait que la pointe est en mouvement libre ou bien qu'elle est retenue par son interaction avec la surface.

avec une contre-réaction et en choisissant comme signal de référence soit l'amplitude, soit la phase, soit une combinaison des deux. Lorsqu'on utilise des leviers de silicium conventionnels [367], on doit recourir à des techniques de rétroaction en boucle fermée basées sur la phase de sorte que le système réagisse plus vite que le temps de réponse du résonateur en boucle ouverte à savoir  $1/\tau = \pi f_0/Q$ . Ces techniques ont été aussi employées avec succès pour des systèmes utilisant des diapasons [356, 368, 369]. Cependant nous montrerons par la suite qu'une simple boucle de contre-réaction proportionnelle intégrale (PI) est suffisante pour la plupart des utilisations de diapasons. Nous justifierons cette observation expérimentale par une brève discussion théorique.

Les expériences sont menées à température ambiante et sous pression atmosphérique. Pour plus de clarté, la figure 10.18 donne le schéma expérimental. Une fibre optique taillée en pointe est montée sur le diapason de sorte à fonctionner en microscopie optique en champ proche. La réponse en boucle ouverte du diapason chargé correspond à l'équation 10.52 avec  $f_0/2Q = 8 \text{ Hz}$  soit  $\tau = 20 \text{ ms}$ . Le diapason est excité à sa résonance par une tension de fréquence et d'amplitude fixes et le courant résultant est mesuré avec le circuit de la figure 10.6. La sortie est envoyée sur un amplificateur synchrone dont la phase se réfère à celle du diapason à la résonance. La sortie « X » du détecteur synchrone alimente une électronique de rétroaction classique (PI) qui ajuste la position de la pointe au-dessus de la surface. Le point de fonctionnement de la rétroaction est ajusté de sorte que la pointe se trouve toujours à environ  $10 \text{ nm}$  de la surface. Pour tester la réponse du système en boucle fermée, la position verticale de l'échantillon est volontairement modulée à  $100 \text{ Hz}$  par un créneau de  $1 \text{ nm}$  de hauteur. La figure 10.19 montre la sortie de l'électronique de contrôle qui suit clairement le signal de  $100 \text{ Hz}$ . Le temps de montée de la réponse est de l'ordre de  $0,5 \text{ ms}$  soit 40 fois plus rapide que la réponse en boucle ouverte. Nous ne pouvons pas aller plus vite et nous pensons que cela provient de résonances dans le système de positionnement mécanique ; cependant il est clair qu'une simple électronique de contrôle (PI) fournit un système d'asservissement en boucle fermée stable et qui peut fonctionner à des vitesses beaucoup plus élevées qu'en boucle ouverte.

Nous présentons maintenant une justification théorique simple de ce résultat expérimental. Considérons le diapason et l'amplificateur synchrone comme un seul système. L'amplificateur synchrone démodule le signal issu du diapason, fournissant une tension continue à partir d'une tension alternative. La fonction de transfert d'un oscillateur harmonique démodulé à sa fréquence de résonance est un filtre passe-bas à pôle

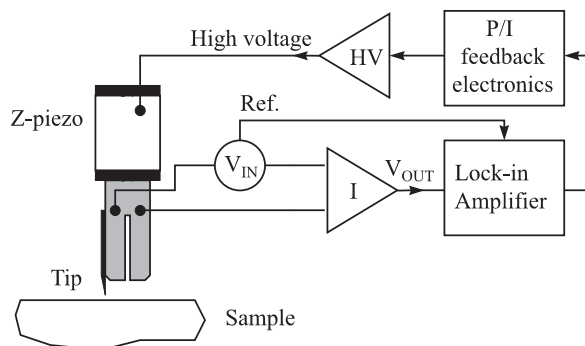


FIG. 10.18: Représentation schématique du système de contrôle. Le diapason est excité à sa fréquence de résonance par un générateur de tension  $V_{in}$ . Le courant résultant est démodulé grâce à un amplificateur synchrone et réinjecté dans l'électronique de contrôle qui pilote un amplificateur haute tension. La boucle est fermée par l'intermédiaire d'un dispositif d'entraînement piézoélectrique qui permet d'ajuster la distance pointe-échantillon. La force d'interaction entre la pointe et la surface contrôle la totalité du courant généré par le diapason.

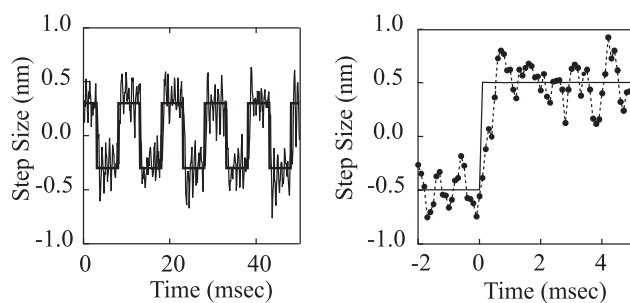


FIG. 10.19: Ces deux figures présentent la réponse de la boucle de contre-réaction à une modulation en créneaux à 100 Hz et à 1 nm de la distance pointe-échantillon. La ligne continue indique l'entrée et les points la réponse. Le cadre de droite donne une vue agrandie de celui de gauche. Le temps de réponse du système est de l'ordre de 0,5 ms ce qui est plus rapide que celui du résonateur en boucle ouverte. Les données proviennent de la référence [370].

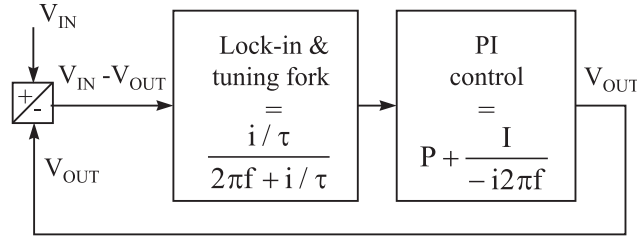


FIG. 10.20: Schéma de la boucle de rétroaction donnant la fonction de transfert du diapason et du détecteur synchrone suivi par une contre-réaction proportionnelle intégrale. La tension de sortie alimente l'amplificateur haute-tension du dispositif piézo d'entraînement en  $Z$  qui ajuste la distance pointe-échantillon en fonction de la force ressentie par la pointe.

unique présentant la réponse :

$$T(f) = (i/\tau)/(2\pi f + i/\tau) . \quad (10.68)$$

$\tau$  étant donné ci-dessus. Le système de contrôle est maintenant celui d'un système classique d'asservissement où l'ensemble à contrôler réagit comme un filtre passe-bas à pôle unique. Ce problème est très bien documenté dans la référence [371]. L'électronique de contrôle optimale pour ce système utilise une contre-réaction PI. La réponse pour le système en boucle fermée est obtenue en calculant  $V_{out}/V_{in}$  ; on établit l'équation pour la fonction de transfert de l'ensemble du système en boucle fermée :

$$V_{out} = (V_{in} - V_{out}) \frac{i/\tau}{2\pi f + i/\tau} \left( P + \frac{I}{-i2\pi f} \right) . \quad (10.69)$$

La résolution de  $V_{out}/V_{in}$  dans le domaine temporel conduit à une fonction de transfert de la boucle fermée proportionnelle à  $\exp(-\Gamma t \pm i\Omega t)$ . Lorsque les valeurs de  $P$  et  $I$  sont optimisées telles que  $I = (1+P)^2/(4\tau)$ , nous obtenons les relations  $\Gamma = (1+P)/(2\tau)$  et  $\Omega = 0$ . Si  $I = (1+P)^2/2\tau$ , nous obtenons une bonne réponse de la rétroaction à une perturbation du type échelon et on a alors  $\Gamma = (1+P)/2\tau = \Omega$ . Notons que si l'on augmente  $P$  et  $I$  le système répond plus vite et reste stable.

Des complications apparaissent avec cette analyse simple car  $Q$  et  $f_0$  dépendent de la hauteur de l'oscillateur par rapport à la surface. Ces complications réduisent la vitesse de réponse maximale que l'on peut atteindre uniquement lorsqu'elles introduisent un retard de phase supplémentaire dans le circuit de rétroaction. Si seul le facteur de qualité  $Q$  du résonateur change, le diapason se comporte encore comme un filtre passe-bas à pôle unique et aucun retard de phase supplémentaire n'est introduit. Quand la fréquence de résonance se déplace vers  $f + \varepsilon$ , la réponse démodulée devient :

$$T(f) = \frac{1}{2} \left[ \frac{i/\tau}{2\pi(f - \varepsilon) + i/\tau} + \frac{i/\tau}{2\pi(f + \varepsilon) + i/\tau} \right] . \quad (10.70)$$

La réponse en boucle fermée de ce système conserve la même forme  $e^{-\Gamma t} e^{\pm \Omega t}$  avec la modification suivante :

$$\Gamma = \frac{(1+P)}{2\tau} \quad \text{et} \quad \Omega \approx \frac{(1+P)}{2\tau} \sqrt{1 + \left( \frac{2\pi\varepsilon}{(1+P)} \right)^2} . \quad (10.71)$$

Cette simple analyse montre clairement l'origine des oscillations de boucle fermée qui accompagnent normalement un changement de fréquence du résonateur. Cela revient à augmenter le gain d'intégration de sorte que la boucle de contrôle soit déséquilibrée. Cet effet n'est pas important tant que  $\varepsilon < (1+P)/(4\pi\tau)$  c'est-à-dire, dans l'expérience précédente, tant que  $\varepsilon < 300 \text{ Hz}$ . Cette condition est satisfaite même pour le décalage en fréquence maximum de la figure 10.12. La situation est différente pour des applications basées sur des leviers de silicium très sensibles pour lesquels les amplitudes de mouvement et les glissements en

fréquence sont plus importants et les bandes passantes de la boucle fermée sont intentionnellement petites. Les glissements de la fréquence de résonance deviennent évidemment un problème sérieux pour ces leviers de silicium et des solutions utilisant une détection sensible à la phase sont nécessaires [367]. Cependant, comme nous l'avons vu plus haut, les capteurs à base de diapason ne souffrent pas de ce problème et par conséquent une simple boucle de contrôle PI suffit.

Il est clair qu'avoir une sonde avec un très haut facteur de qualité offre l'avantage de pouvoir mesurer de très faibles forces. D'après l'analyse du bruit ci-dessus, lorsque l'on fait les mesures avec une boucle fermée significativement plus rapide que la réponse en boucle ouverte, le rapport signal sur bruit varie comme  $Q/(\Delta f_B)^{1/2}$ . Ceci laisse fortement supposer que l'on n'aurait pas intérêt à réduire  $Q$  si l'on souhaite balayer rapidement. Il est beaucoup plus efficace de maximiser  $Q$  et de réaliser un système de contrôle correct puisque la sensibilité au bruit n'augmente qu'en fonction de la racine carrée de la bande passante désirée.

## 10.8 Conclusion

En résumé, nous avons montré quelques limites fondamentales à l'utilisation des diapasons en quartz comme capteurs de force en microscopie à balayage de sonde. À la température ambiante et sous pression atmosphérique, ces capteurs de force présentent un seuil de bruit de  $0,4 \text{ pN}/\sqrt{\text{Hz}}$  et un écart-type pour le mouvement thermique de seulement  $0,2 \text{ pm}$ . Nous avons montré que le facteur de qualité  $Q$  devait toujours être maximisé afin d'obtenir la plus grande sensibilité et que cela ne dégrade aucunement le temps de réponse de la mesure lorsque le diapason est monté dans une boucle fermée classique. Finalement la rétroaction proportionnelle intégrale est un système de contrôle stable permettant de réaliser des mesures plus rapides que le temps de réponse de ces résonateurs en boucle ouverte car leurs amplitudes de vibration et le glissement en fréquence induit par la force sont relativement faibles.

# Bibliographie

- [1] J.-M. Vigoureux, C. Girard et D. Courjon. *General principles of scanning tunneling optical microscopy*. Opt. Lett., **14**(19): 1039–1041 (1989).
- [2] J.-M. Vigoureux et D. Courjon. *Detection of nonradiative fields in light of the Heisenberg uncertainty principle and the Rayleigh criterion*. Appl. Opt., **31**(16): 3170–3177 (1992).
- [3] C. Girard et D. Courjon. *Model for scanning tunneling optical microscopy; a microscopic self-consistent approach*. Phys. Rev. B, **42**: 9340–9349 (1990).
- [4] D. V. Labek et D. Barchiesi. *Scanning-tunneling optical microscopy: a theoretical macroscopic approach*. J. Opt. Soc. Am. A, **9**(5): 732–738 (1992).
- [5] C. Girard et A. Dereux. *Near-field optics theories*. Rep. Prog. Phys., **59**(5): 657–699 (1996).
- [6] J.-J. Greffet et R. Carminati. *Image formation in near-field optics*. Progress in Surface Science, **56**, **3**: 133–237 (1997).
- [7] C. Girard, C. Joachim et S. Gauthier. *The physics of the near-field*. Report on Progress in Physics, **63**: 893–938 (2000).
- [8] M. Nieto-Vesperinas. *Scattering and Diffraction in Physical Optics*, chapitre 9 (Wiley, New York, 1991).
- [9] L. Mandel et E. Wolf. *Optical Coherence and Quantum Optics* (Cambridge University Press, Cambridge, UK., 1995).
- [10] M. Born et E. Wolf. *Principles of Optics, Sixth Edition* (Pergamon Press, Oxford, 1980).
- [11] J. W. Goodman. *Introduction to Fourier Optics* (Mc Graw-Hill Book Company, 1996).
- [12] R. Harrington. *Field computation by moment methods* (IEEE Press, New York, the USA, 1993).
- [13] J. Wang. *Generalized moment methods in electromagnetics* (John Wiley, New York, the USA, 1991).
- [14] J. D. Jackson. *Classical electromagnetics* (John Wiley, New York, the USA, 1975).
- [15] J. van Bladel. *Singular electromagnetic fields and sources*, p. 83 (IEEE Press, New York, 1995).
- [16] C.-T. Tai. *Dyadic Green Functions in Electromagnetic Theory* (IEEE Press, Series on Electromagnetic Waves, New York, 1994).
- [17] A. D. Yaghjian. *Electric dyadic green's functions in the source region*. Proceedings of the IEEE, **68**: 248–263 (1980).
- [18] D. W. Pohl, W. Denk et M. Lanz. *Optical stethoscopy: image recording with resolution  $\lambda/20$* . Appl. Phys. Lett., **4**: 651–653 (1984).
- [19] E. Betzig, A. Lewis, A. Harootunian, M. Isaacson et E. Kratschmer. *Near-field scanning optical microscopy (NSOM). Development and biophysical applications*. Biophys. J., **49**: 269–279 (1986).
- [20] D. Pohl et D. Courjon, réds. *Near-field optics and related techniques*, tome E 242 de *NATO ASI Series* (Kluwer, Dordrecht, the Netherlands, 1993).
- [21] O. Marti et R. Möller, réds. *Photons and local probes*, tome E 300 de *NATO ASI Series* (Kluwer, Dordrecht, the Netherlands, 1995).

- [22] M. Nieto-Vesperinas et N. García, réds. *Optics at the nanometer scale*, tome E 319 de *NATO ASI Series* (Kluwer, Dordrecht, the Netherlands, 1996).
- [23] M. Ohtsu, réd. *Near-field nano/atom optics and Technology* (Springer-Verlag, Tokyo, Japan, 1998).
- [24] O. Marti, H. Bielefeldt, B. Hecht, S. Herminghaus, P. Leiderer et J. Mlynek. *Near-field optical measurement of the surface plasmon field*. *Optics Commun.*, **96**(4,5,6): 225–228 (1993).
- [25] B. Hecht, H. Bielefeldt, L. Novotny, Y. Inouye et D. W. Pohl. *Local excitation, scattering, and interference of surface plasmons*. *Phys. Rev. Lett.*, **77**: 1889–1892 (1996).
- [26] S. Bozhevolnyi et F. Pudonin. *Two-dimensional micro-optics of surface plasmons*. *Phys. Rev. Lett.*, **78**(14): 2823–2826 (1997).
- [27] J. R. Krenn, A. Dereux, J.-C. Weeber, E. Bourillot, Y. Lacroute, J.-P. Goudonnet, G. Schider, W. Gotschy, A. Leitner, F. R. Aussenegg et C. Girard. *Squeezing the optical near-field zone by plasmon coupling of metallic nanoparticles*. *Phys. Rev. Lett.*, **82**(12): 2590–2593 (1999).
- [28] E. Betzig et J. K. Trautman. *Near-field optics: microscopy, spectroscopy, and surface modification beyond the diffraction limit*. *Science*, **257**: 189–195 (1992).
- [29] E. Betzig et R. J. Chichester. *Single molecules observed by near-field scanning optical microscopy*. *Science*, **262**: 1422–1425 (1993).
- [30] Y. Martin, F. Zenhausern et H. K. Wickramasinghe. *Scattering spectroscopy of molecules at nanometer resolution*. *Appl. Phys. Lett.*, **68**(18): 2475–2477 (1996).
- [31] L. Aigouy, F. X. Andréani, A.-C. Boccarda, J. C. Rivoal, J. A. Porto, R. Carminati, J.-J. Greffet et R. Mégy. *Near-field optical spectroscopy using an incoherent light source*. *Appl. Phys. Lett.*, **76**: 397 (2000).
- [32] S. I. Bozhevolnyi. *Localization phenomena in elastic surface-polariton scattering caused by surface roughness*. *Phys. Rev. B*, **54**(11): 8177–8185 (1996).
- [33] S. Grébillon, L. Aigouy, A.-C. Boccarda, J.-C. Rivoal, X. Quelin, C. Desmarest, P. Gadenne, V. A. Shubin, A. K. Sarychev et V. N. Shalaev. *Experimental observation of localized optical excitation in random metal-dielectric films*. *Phys. Rev. Lett.*, **82**: 4520–4523 (1999).
- [34] D. V. Labeke et D. Barchiesi. *Probes for scanning tunneling optical microscopy: A theoretical comparison*. *J. Opt. Soc. Am. A*, **10**(10): 2193–2201 (1993).
- [35] L. Novotny, D. W. Pohl et P. Regli. *Light propagation through nanometer-size structures: the two-dimensional-aperture scanning near-field optical microscope*. *J. Opt. Soc. Am. A*, **11**(6): 1768–1779 (1994).
- [36] R. P. King. *Electromagnetic Engineering*, tome I (McGraw Hill, New York, the USA, 1945).
- [37] D. S. Jones. *The theory of electromagnetism* (Pergamon, Oxford, UK, 1964).
- [38] P. Johansson, R. Monreal et P. Apell. *Theory for light emission from a scanning tunneling microscope*. *Phys. Rev. B*, **42**(14): 9210–9213 (1990).
- [39] J. A. Porto, R. Carminati et J.-J. Greffet. *Theory of electromagnetic field imaging and spectroscopy in scanning near-field optical microscopy*. *J. Appl. Phys.*, **88**: 4845–4850 (2000).
- [40] R. Carminati et J. J. Sáenz. *Scattering theory of Bardeen's formalism for tunneling: new approach to near-field microscopy*. *Phys. Rev. Lett.*, **84**(22): 5156–5159 (2000).
- [41] H. A. Bethe. *Theory of diffraction by small holes*. *Phys. Rev.*, **66**: 163–182 (1944).
- [42] C. J. Bouwkamp. *Diffraction theory*. *Rep. Phys.*, **27**: 35–100 (1954).
- [43] D. V. Labeke, F. Baida, D. Barchiesi et D. Courjon. *A theoretical model for the inverse scanning tunneling optical microscope (ISTOM)*. *Optics Commun.*, **114**: 470–480 (1995).
- [44] F. Zenhausern, M. P. O'Boyle et H. K. Wickramasinghe. *Apertureless near-field optical microscope*. *Appl. Phys. Lett.*, **65** no **13**: 1623–1625 (1994).
- [45] Y. Inouye et S. Kawata. *Near-field scanning optical microscope with a metallic probe tip*. *Opt. Lett.*, **19**(3): 159–161 (1994).

- [46] P. Gleyzes, A.-C. Boccara et R. Bachelot. *Near field optical microscopy using a metallic vibrating tip*. Ultramicroscopy, **57**(2-3): 318-322 (1995).
- [47] H. Cory, A.-C. Boccara, J.-C. Rivoal et A. Lahrech. *Electric field intensity variation in the vicinity of a perfectly conducting conical probe: Application to near-field microscopy*. Microwave and Optical Technology Letters, **18**: 120-124 (1998).
- [48] T. B. A. Bowman et P. L. E. Uslenghi. *Electromagnetic and Acoustic Scattering by simple Shapes* (Hemisphere Publishing Corporation, Bristol. P.A., 1987).
- [49] L. Aigouy, A. Lahrech, S. Grésillon, H. Cory, A.-C. Boccara et J.-C. Rivoal. *Polarization effects in apertureless scanning near-field optical microscopy: an experimental study*. Opt. Lett., **24**: 187 (1999).
- [50] W. Denk et D. W. Pohl. *Near-field optics: Microscopy with nanometer-size fields*. J. Vac. Sci. Technol. B, **9**(2): 510-513 (1991).
- [51] F. Zenhausern, Y. Martin et H. K. Wickramasinghe. *Scanning interferometric apertureless microscopy: Optical imaging at 10 angström resolution*. Science, **269**: 1083-1085 (1995).
- [52] C. J. Hill, P. M. Bridger, G. S. Picus et T. C. McGill. *Scanning apertureless microscopy below the diffraction limit: Comparisons between theory and experiment*. Appl. Phys. Lett., **75**(25): 4022 (1999).
- [53] E. Betzig. *Principles and applications of near-field scanning optical microscopy (NSOM)*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *NATO ASI Series*, pp. 7-15. Arc et Senans, France (Kluwer Academic Publishers, 1993).
- [54] B. Knoll, F. Keilmann, A. Kramer et R. Guckenberger. *Contrast of microwave near-field microscopy*. Appl. Phys. Lett., **70**: 2667-2669 (1997).
- [55] B. Hecht, H. Bielefeldt, Y. Inouye, D. W. Pohl et L. Novotny. *Facts and artifacts in near-field optical microscopy*. J. Appl. Phys., **81**(6): 2492-2498 (1997).
- [56] V. Sandoghdar, S. Wegscheider, G. Krausch et J. Mlynek. *Reflection scanning near-field optical microscopy with uncoated fiber tips: How good is the resolution really*. J. Appl. Phys., **81**(5): 2499-2503 (1997).
- [57] R. Carminati, A. Madrazo, M. Nieto-Vesperinas et J.-J. Greffet. *Optical content and resolution of near-field optical images: Influence of the operating mode*. J. Appl. Phys., **82**(2): 501-509 (1997).
- [58] R. Carminati et J.-J. Greffet. *Influence of dielectric contrast and topography on the near field scattered by an inhomogeneous surface*. J. Opt. Soc. Am. A, **12**(12): 2716-2725 (1995).
- [59] F. de Fornel, P. M. Adam, L. Salomon, J.-P. Goudonnet, A. Santenac, R. Carminati et J.-J. Greffet. *Analysis of image formation with a photon scanning tunneling microscope*. J. Opt. Soc. Am. A, **13**(1): 35-45 (1996).
- [60] D. Barchiesi, C. Girard, O. J. F. Martin, D. V. Labeke et D. Courjon. *Computing the optical near-field distributions around complex subwavelength surface structures: A comparative study of different methods*. Phys. Rev. E, **54**(4): 4285-4292 (1996).
- [61] L. Landau, E. Lifchitz, et L. Pitaevskii. *Electrodynamics of Continuous Media* (Pergamon Press, Oxford, UK, 1984).
- [62] P. M. Morse et H. Feshbach. *Methods of Theoretical Physics* (McGraw-Hill, New York, USA, 1953). Part I, sect. 7.5.
- [63] R. Carminati, M. Nieto-Vesperinas et J.-J. Greffet. *Reciprocity of evanescent electromagnetic waves*. J. Opt. Soc. Am., **15**(3): 706-712 (1998).
- [64] Lord Rayleigh (J. W. Strutt). *On the dynamical theory of gratings*. Proc. R. Soc. London Ser. A, **79**: 399-416 (1907).
- [65] L. Rayleigh. *Theory of Sound* (Dover, New York, 1945).
- [66] A. Maradudin et D. Mills. *Scattering and absorption of electromagnetic radiation by a semi-infinite medium in the presence of roughness*. Phys. Rev. B, pp. 1392-1415 (1975).
- [67] G. S. Agarwal. *Interaction of electromagnetic waves at rough dielectric surfaces*. Phys. Rev. B, **15**(4): 2371-2383 (1977).
- [68] E. L. Church et J. M. Zavada. *Residual surface roughness of diamond-turned optics*. Appl. Opt., **14**: 1788 (1975).



- [69] J. C. Stover. *Optical Scattering. Measurement and Analysis* (Mac Graw Hill, New York, 1990).
- [70] D. Barchiesi et D. V. Labeke. *Application of Mie scattering of evanescent waves to scanning tunneling optical microscope theory*. *J. Mod. Opt.*, **40**(7): 1239–1254 (1993).
- [71] D. Barchiesi et D. V. Labeke. *Scanning tunneling optical microscopy (STOM): Theoretical study of polarization effects with two models of tip*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *Series E: Applied Sciences*, pp. 179–188. NATO (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 1993).
- [72] D. Barchiesi et D. V. Labeke. *A perturbative diffraction theory of a multilayer system: applications to near-field optical microscopy SNOM et STOM*. *Ultramicroscopy*, **57**: 196–203 (1995).
- [73] D. Barchiesi. *A 3-D multilayer model of scattering by nanostructures. Application to the optimisation of thin-coated nano-sources*. *Optics Commun.*, **126**: 7–13 (1996).
- [74] F. Baida. *Microscope hybride : association d'un microscope optique en champ proche et d'un microscope à forces atomiques*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, France (1995).
- [75] D. Barchiesi et D. V. Labeke. *Une modélisation de l'influence de la métallisation des objets et de la forme des sondes en SNOM*. *Microsc. Microanal. Microstruc.*, **5**(1): 1–10 (1994).
- [76] D. C. Champeney. *Fourier Transforms and their Physical Applications* (Academic Press, London, 1973).
- [77] R. Petit et M. Cadilhac. *Théorie électromagnétique du coupleur à prisme*. *J. Optics (Paris)*, **8**(1): 41–49 (1977).
- [78] J. J. Stamnes. *Waves in focal region* (Hilger, Bristol, U.K., 1986).
- [79] R. Petit. *Electromagnetic Theory of Gratings*, tome 22 de *Topics in Current Physics* (Springer Verlag, Berlin, 1980).
- [80] D. Maystre. *Rigorous vector theories of diffraction gratings*. Dans E. Wolf, éd., *Progress in Optics XXI*, tome 22, pp. 1–66 (Elsevier, 1984).
- [81] M. Nevière et P. Vincent. *Diffraction gratings as components for photon scanning tunneling microscope image interpretation*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *NATO ASI Series*, pp. 377–378. Arc et Senans, France (Kluwer Academics Publishers, 1993).
- [82] J.-C. Weeber, F. de Fornel, L. Salomon, E. Bourillot, P. Adam et J.-P. Goudonnet. *Computation of near field diffraction by a dielectric grating: A comparison with experiments*. *Optics Commun.*, **119**: 23–29 (1995).
- [83] J.-C. Weeber, F. de Fornel et J.-P. Goudonnet. *Numerical study of the tip-sample interaction in the photon scanning tunneling microscope*. *Optics Commun.*, **126**: 286–292 (1996).
- [84] J. C. Weeber, F. de Fornel et J.-P. Goudonnet. *Computation of the field diffracted by a local surface defect: application to tip-sample interaction in the photon scanning tunneling microscope*. *J. Opt. Soc. Am. A*, **13**(5): 944–951 (1996).
- [85] J.-J. Greffet. *Scattering of electromagnetic waves by rough dielectric surfaces*. *Phys. Rev. B*, **37**(11): 6436–6441 (1988).
- [86] F. I. Baida, D. V. Labeke et J.-M. Vigoureux. *Theoretical study of near-field surface plasmon excitation, propagation and diffraction*. *Optics Commun.*, **171**: 317–331 (1999).
- [87] A. Messiah. *Mécanique Quantique* (Dunod, Paris, France, 1964).
- [88] M. Born et E. Wolf. *Principles of Optics, Seventh (Expanded) Edition* (Cambridge University Press, 1999).
- [89] J. V. Bladel. *Singular Electromagnetic Fields and Sources* (Clarendon Press, Oxford, 1991).
- [90] F. Pincemin, A. Sentenac et J.-J. Greffet. *Near field scattered by a dielectric rod below a metallic surface*. *J. Opt. Soc. Am.*, **11** no 3: 1117–1127 (1994).
- [91] C. F. Bohren et D. R. Huffmann. *Absorption and scattering of light by Small Particles* (Wiley, New York, 1983).
- [92] A. Marvin, F. Toigo et V. Celli. *Light scattering from rough surfaces: General incidence angle and polarization*. *Phys. Rev. B*, **11**: 2777–2782 (1975).
- [93] G. S. Agarwal. *Integral equation treatment of scattering from rough surfaces*. *Phys. Rev. B*, **14**: 846–848 (1976).
- [94] D. L. Mills. *Attenuation of surface polaritons by surface roughness*. *Phys. Rev. B*, **12**: 4036–4046 (1975).

- [95] R. Petit et J. Cadilhac. *Sur la diffraction D'une onde plane par un Réseau infiniment conducteur*. C. R. Acad. Sci. Paris B, **262**: 468–471 (1966).
- [96] A. G. Voronovich. *About the Rayleigh Hypothesis for the problem of sound scattering on rough free surfaces*. Dokl. Akad. Nauk. SSSR Geofiz., **273**: 85–89 (1983).
- [97] V. L. Tatarskii. *Relation between the Rayleigh equation in diffraction theory and the equation based on Green's formula*. J. Opt. Soc. Am., **12**(6): 1254–1260 (1995).
- [98] J.-J. Greffet et Z. Maassarani. *Scattering of electromagnetic waves by a grating: a numerical evaluation of the iterative-series solution*. J. Opt. Soc. Am. A, **7**(8): 1483–1493 (1990).
- [99] J.-J. Greffet, C. Baylard et P. Versaevel. *Diffraction of electromagnetic waves by crossed gratings: a series solution*. Opt. Lett., **17**(24): 1740–1742 (1992).
- [100] M. F. Pascual, W. Zierau, T. A. Leskova et A. A. Maradudin. *Surface electromagnetic waves in near-field optical microscopy*. Optics Commun., **155**: 351–360 (1998).
- [101] J. P. Perez. *Optique* (Masson, 1991).
- [102] J.-J. Greffet, A. Sentenac et R. Carminati. *Surface profile reconstruction using near-field data*. Optics Commun., **116**: 20–24 (1995).
- [103] B. Hecht, D. W. Pohl, H. Heinzelmann et L. Novotny. *'Tunnel' near-field optical microscopy: TNOM-2*. Dans O. Marti et R. Möller, réds., *Photons and local Probes*, pp. 93–107 (Kluwer, Dordrecht, The Netherlands, 1995).
- [104] D. V. Labeke, F. Baida, D. Barchiesi et D. Courjon. *A theoretical model for the inverse scanning tunneling optical microscope (ISTOM)*. Optics Commun., **114**: 470–480 (1995).
- [105] D. V. Labeke, D. Barchiesi et F. Baida. *Optical characterization of nanosources used in scanning near-field optical microscopy*. J. Opt. Soc. Am. A, **12**: 695–703 (1995).
- [106] G. C. Sherman, J. J. Stamnes et E. Lalor. *Asymptotic approximations to angular spectrum representations*. J. Math. Phys., **17**: 760–776 (1976).
- [107] E. R. Mendez, J.-J. Greffet et R. Carminati. *On the equivalence between the illumination and collection modes of the scanning near-field optical microscope*. Optics Commun., **142**: 7–13 (1997).
- [108] D. V. Labeke, D. Barchiesi et F. Baida. *Optical characterization of nanosources used in scanning near-field optical microscopy*. J. Opt. Soc. Am. A, **12**(4): 695–703 (1995).
- [109] D. V. Labeke, F. Baida et J.-M. Vigoureux. *A theoretical study of near-field detection and excitation of surface plasmons*. Ultramicroscopy, **71**: 351–359 (1998).
- [110] F. Baida, D. V. Labeke et J.-M. Vigoureux. *Near-field surface plasmon microscopy: A numerical study of plasmon excitation, propagation, and edge interaction using a three-dimensional Gaussian beam*. Phys. Rev. B, **60**(11): 7812–7815 (1999).
- [111] G. Parent, D. V. Labeke et D. Barchiesi. *Fluorescence lifetime of a molecule near a corrugated interface: Application to near-field microscopy*. J. Opt. Soc. Am. A, **16**: 896–908 (1999).
- [112] U. C. Fischer et H. P. Zingsheim. *Submicroscopic contact imaging with visible light by energy transfer*. Appl. Phys. Lett., **40**(3): 195–197 (1982).
- [113] D. W. Pohl, U. C. Fischer et U. Dürig. *Scanning near-field optical microscopy (SNOM)*. J. Microscopy, **152**(3): 853–861 (1988).
- [114] R. C. Reddick, R. J. Warmack et T. L. Ferrell. *New form of scanning optical microscopy*. Phys. Rev. B, **39**(1): 767–770 (1989).
- [115] D. Courjon, K. Sarayedine et M. Spajer. *Scanning tunneling optical microscopy*. Optics Commun., **71**: 23–28 (1989).
- [116] D. W. Pohl. *Scanning near-field optical microscopy (SNOM)*. Dans T. Mulvey et C. J. R. Sheppard, réds., *Advances in Optical and Electron Microscopy*, pp. 243–312 (Academic Press, London, 1990).
- [117] D. W. Pohl. *Nano-optics and scanning near-field optical microscopy*. Scanning Tunneling Microscopy, **2**: 233–271 (1992).

- [118] D. Courjon et C. Bainier. *Near field microscopy and near field optics*. Rep. Prog. Phys., **57**(10): 989–1028 (1994).
- [119] A. Dereux. *Théorie de l'optique de champ proche*. Thèse de doctorat, Facultés Universitaires Notre Dame de la Paix, Namur, Belgium (1991).
- [120] D. V. Labeke et D. Barchiesi. *Theoretical problems in scanning near-field optical microscopy*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *Series E: Applied Sciences*, pp. 157–178. NATO (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 1993).
- [121] A. Dereux, J.-P. Vigneron, P. Lambin et A. A. Lucas. *Theory of near-field optics with applications to SNOM and optical binding*. Physica B, **175**: 65–67 (1991).
- [122] A. Dereux et D. W. Pohl. *The 90° prism edge as a model SNOM probe: Near-field photon tunneling and far-field properties*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *NATO ASI Series*, pp. 189–198. Arc et Senans, France (Kluwer Academic Publishers, 1993).
- [123] A. A. Lucas, H. Morawitz, G. R. Henry, J.-P. Vigneron, P. Lambin, P. H. Cutler et T. E. Feuchtwang. *Scattering-theoretic approach to elastic one-electron tunneling through localized barriers: Application to scanning tunneling microscopy*. Phys. Rev. B, **37**: 10708–10720 (1988).
- [124] E. N. Economou. *Green's functions in quantum physics*, tome 7 de *Springer Series in Solid-State Science* (Springer Verlag, Berlin, Germany, 1983), second édition.
- [125] G. Arfken. *Mathematical methods for physicists* (Academic, New York, the USA, 1985), third édition.
- [126] R. Carminati. *Analyse de la formation des images en optique de champ proche*. Thèse de doctorat, École Centrale Paris, 92295 Chatenay Malabry (1996).
- [127] A. Castiaux. *Modélisation du comportement du champ proche optique en microscopie et en interférométrie*. Thèse de doctorat, Facultés Universitaires Notre Dame de la Paix, Namur, Belgique (1997).
- [128] O. Keller. *Local fields in the electrodynamics of mesoscopic media*. Physics Reports, **268**: 85–262 (1996).
- [129] J.-C. Weeber. *Diffraction en champ proche optique. Analyse des images de microscopies à effet tunnel photonique*. Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, Dijon, France (1996).
- [130] L. D. Landau et E. M. Lifshitz, réds. *Field theory* (Pergamon Press, London, 1960), third édition.
- [131] A. D. MacLachlan, R. D. Gregory et M. A. Ball. *A completer*. Mol. Phys., **7**: 119–124 (1963).
- [132] G. S. Agarwal. *Quantum electrodynamics in the presence of dielectrics and conductors. IV. General theory for spontaneous emission in finite geometry*. Phys. Rev. A, **12**(4): 1475–1497 (1975).
- [133] O. J. F. Martin, C. Girard et A. Dereux. *Generalized field propagator for electromagnetic scattering and light confinements*. Phys. Rev. Lett., **74**: 526–529 (1995).
- [134] O. Keller, M. Xiao et S. Bozhevolnyi. *Configurational resonances in optical near-field microscopy: a rigorous point-dipole approach*. Surf. Sci., **280**: 217–230 (1992).
- [135] A. D. Buckingham. *Long range interactions between molecules*. Advan. Chem. Phys., **12**: 107 (1967).
- [136] C. Mavroyannis. *Long range interaction between an atom and a surface*. Mol. Phys., **6**: 593–603 (1963).
- [137] E. Purcell et C. R. Pennypacker. *Scattering and absorption of light by nonspherical dielectric grains*. Astro. J., **186**: 705–714 (1973).
- [138] N. B. Piller et O. J. F. Martin. *Increasing the performance of the coupled-dipole approximation: a spectral approach*. IEEE Trans. Antennas Propag., **46**: 1126–1137 (1998).
- [139] A. Dereux, C. Girard, O. J. F. Martin et M. Devel. *Optical binding in scanning probe microscopy*. Europhys. Lett., **26**(1): 37–42 (1994).
- [140] A. Dereux, J.-C. Weeber, E. Bourillot, J.-P. Goudonnet et C. Girard. *Progrès de l'interprétation de l'optique de champ proche*. Annales de Physique, France, **23**(C1): 27–34 (1998).
- [141] C. Girard et X. Bouju. *Coupled electromagnetic modes between a corrugated surface and a thin probe tip*. J. Chem. Phys., **95**: 2056–2064 (1991).

- [142] C. Girard et A. Dereux. *Optical spectroscopy of a surface at the nanoscale: A theoretical study in real space*. Phys. Rev. B, **49** no 16: 11344–11350 (1994).
- [143] C. Girard, A. Dereux et O. J. F. Martin. *Theory in near-field optics*. Dans O. Marti et R. Möller, réds., *Photons and Local Probes*, tome 300 de *Series E: Applied Sciences*, pp. 1–20. NATO (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 1995).
- [144] C. Girard. *Transmittance of subwavelength optical tunnel junction*. Phys. Rev. B, **58**: 12551–12554 (1998).
- [145] C. Girard, A. Dereux et C. Joachim. *Photonic transfer through subwavelength optical waveguides*. Europhys. Lett., **44**(6): 686–692 (1998).
- [146] O. Keller. *Tensor-product structure of a new electromagnetic propagator for nonlocal surface optics of metals*. Phys. Rev. B, **37**: 10588–10607 (1988).
- [147] O. Keller. *Propagator study of the selvedge field in linear and nonlinear nonlocal jellium optics*. Phys. Rev. B, **38**: 8041–8060 (1988).
- [148] O. J. F. Martin, A. Dereux et C. Girard. *An iterative scheme to compute exactly the total field propagating in dielectric structures of arbitrary shapes*. J. Opt. Soc. Am. A, **11**: 1073–1080 (1994).
- [149] O. J. F. Martin, C. Girard et A. Dereux. *Light confinement by subwavelength objects in near-field optics*. Helv. Phys. Acta, **10**: 12–13 (1995).
- [150] O. J. F. Martin, C. Girard, D. R. Smith et S. Schultz. *Generalized field propagator for arbitrary finite-size photonic band gap structures*. Phys. Rev. Lett., **82**: 315–318 (1999).
- [151] H. Metiu. *Surface enhanced spectroscopy*. Prog. Surf. Sci., **17**: 153–320 (1984).
- [152] J. B. Pendry, A. Prêtre, P. J. Rous et L. Martin-Moreno. *Causal-surface Green's function method*. Surf. Sci., **244**: 160–176 (1991).
- [153] F. Pincemin, A. A. Maradudin, A. D. Boardman et J.-J. Greffet. *Scattering of a surface plasmon by a surface defect*. Phys. Rev. B, **50**: 15261–15275 (1994).
- [154] J.-C. Weeber, C. Girard, J. Krenn, A. Dereux et J.-P. Goudonnet. *Near-field optical properties of localized plasmons around lithographically designed nanostructures*. J. Appl. Phys., **86**(5): 2576–2583 (1999).
- [155] J.-C. Weeber, A. Dereux, C. Girard, J. Krenn et J.-P. Goudonnet. *Plasmon polaritons of metallic nanowires for controlling submicron propagation of light*. Phys. Rev. B, **60**: 9061–9068 (1999).
- [156] C. Girard, O. J. F. Martin et A. Dereux. *Molecular lifetime changes induced by nanometer scale optical fields*. Phys. Rev. Lett., **75**: 3098–3111 (1995).
- [157] D. Pastré, P. Grossel et M. Troyon. *Fluorescence imaging in near-field optical microscopy: influence of the molecule excitation rate*. Optics Commun., **156**: 92–100 (1998).
- [158] G. Parent, D. V. Labeke et D. Barchiesi. *Surface imaging in near-field optical microscopy by using the fluorescence decay rate: a theoretical study*. J. of Microscopy, **194**: 281–290 (1999).
- [159] C. Henkel et V. Sandoghdar. *Single-molecule spectroscopy near structured dielectrics*. Optics Commun., **158**: 250–262 (1998).
- [160] A. Dereux, C. Girard et J.-C. Weeber. *Theoretical principles of near-field optical microscopies and spectroscopies*. J. Chem. Phys., **112**: 7775–7789 (2000).
- [161] C. Girard, A. Dereux, O. J. F. Martin et M. Devel. *Generation of optical standing waves around mesoscopic surface structures: Scattering and light confinement*. Phys. Rev. B, **52**: 2889–2898 (1995).
- [162] J.-C. Weeber, E. Bourillot, A. Dereux, J.-P. Goudonnet, Y. Chen et C. Girard. *Observation of light confinement effects with a near-field optical microscope*. Phys. Rev. Lett., **77**(27): 5332–5335 (1996).
- [163] H. Raether. *Surfaces plasmons on smooth and rough surfaces and on gratings*, tome 111 de *Springer Tracts on Modern Physics* (Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1988).
- [164] N. Kroo, J.-P. Thost, M. Völcker, W. Krieger et H. Walther. *Decay length of surface plasmons determined with a tunnelling microscope*. Europhys. Lett., **15**(3) (1991).
- [165] P. Dawson, F. de Fornel et J.-P. Goudonnet. *Imaging of surface plasmon propagation and edge interaction using a photon scanning tunnelling microscope*. Phys. Rev. Lett., **72**(8): 2927–2930 (1994).

- [166] U. C. Fischer et D. W. Pohl. *Observation of single-particle plasmons by near-field optical microscopy*. Phys. Rev. Lett., **62**(4): 458–461 (1989).
- [167] V. I. Safarov, V. A. Kosobukin, C. Hermann, G. Lampel, J. Peretti et C. Marlière. *Magneto-optical effects enhanced by surface plasmons in metallic multilayer films*. Phys. Rev. Lett., **73**(26): 3584–3587 (1994).
- [168] A. Bouhelier, T. Huser, J. M. Freyland, H. J. Güntherodt et D. W. Pohl. *Plasmon transmissivity and reflectivity of narrow grooves in a silver film*. J. Microscopy, **194**(Pt2/3): 571–573 (1999).
- [169] G. I. Stegeman, A. A. Maradudin et T. S. Rahman. *Refraction of a surface polariton by an interface*. Phys. Rev. B, **23**(6): 2576–2585 (1981).
- [170] R. F. Wallis, A. A. Maradudin et G. I. Stegeman. *Surface polariton reflection and radiation at end faces*. Appl. Phys. Lett., **42**: 764–766 (1983).
- [171] L. Novotny, B. Hecht et D. W. Pohl. *Interference of locally excited surface plasmons*. J. Appl. Phys., **81**(4): 1798–1806 (1997).
- [172] D. Barchiesi. *Optique* (Ellipses, Paris, France, 1998).
- [173] D. Barchiesi. *Modélisation des microscopes optiques en champ proche : STOM et SNOM. Optimisation et Spectroscopie*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté (1993).
- [174] J. W. Goodman. *Introduction à l'optique de Fourier et à l'holographie* (Masson, Paris, France, 1972).
- [175] V. Ronchi. *Resolving power of calculated and detected images*. J. Opt. Soc. Am., **51**: 458–460 (1961).
- [176] D. Barchiesi. *Pseudo modulation transfer function in reflection scanning near-field optical microscopy*. Optics Commun., **154**: 167–172 (1998).
- [177] F. de Fornel, P. M. Adam, L. Salomon, J.-P. Goudonnet et P. Guerin. *Effect of the coherence of the source on the images obtained with a photon scanning tunneling microscope*. Opt. Lett., **19**(14) (1994).
- [178] C. Vannier, C. Bainier et D. Courjon. *Isotropic incoherent scanning tunneling optical microscope (I2 STOM)*. Optics Commun., **175**: 83–88 (2000).
- [179] J.-J. Greffet et R. Carminati. *Relationship between the near-field speckle pattern and the statistical properties of a surface*. Ultramicroscopy, **61**: 43–50 (1995).
- [180] D. Charrat, D. Courjon, C. Bainier et L. Moulinier. *Analysis of optical near-field images by Karhunen-Loève transform*. Appl. Opt., **35**(20): 3853–3861 (1996).
- [181] M. Schrader et S. W. Hell. *Potential of confocal microscopes to resolve in the 50–100 nm range*. Appl. Phys. Lett., **69**(24): 3644–3646 (1996).
- [182] C. J. R. Sheppard, M. Gu et X. Q. Mao. *Three-dimensional coherent transfer function in a reflection-mode confocal scanning microscope*. Optics Commun., **81**(5): 281–284 (1991).
- [183] E. Wolf et M. Nieto-Vesperinas. *Analyticity of the angular spectrum amplitude of scattered fields and some of its consequences*. J. Opt. Soc. Am. A, **2**(6): 886–890 (1985).
- [184] F. I. Baida, D. Barchiesi et D. V. Labeke. *Near-field effects of focused illumination on periodic structures in scanning tunneling optical microscopy*. Opt. Lett., **24**(22): 1587–1589 (1999).
- [185] F. Pincemin, A. Sentenac et J.-J. Greffet. *Near field scattered by a dielectric row below a metallic surface*. J. Opt. Soc. Am. A, **11**(3): 1117–1127 (1994).
- [186] J.-P. Goudonnet, E. Bourillot, P. M. Adam, F. de Fornel, L. Salomon, P. Vincent, M. Nevière et T. L. Ferrel. *Imaging of test quartz gratings with a photon scanning tunneling microscope. experiment and theory*. J. Opt. Soc. Am. A, **12**(8): 1749–1764 (1995).
- [187] D. Courjon, C. Bainier et M. Spajer. *Imaging of submicron index variations by scanning optical tunneling*. J. Vac. Sci. Technol., **10**(B): 2436–2439 (1992).
- [188] S. Davy, D. Barchiesi, M. Spajer et D. Courjon. *Spectroscopic study of resonant dielectric structures in near-field*. European Physical Journal-Appl. Phys., **5**(3): 277–281 (1999).
- [189] F. de Fornel, L. Salomon, P. Adam, E. Bourillot et J.-P. Goudonnet. *Resolution of the photon scanning tunneling microscope: influence of physical parameters*. Ultramicroscopy, **42-44**: 422–429 (1992).

- [190] J. R. Krenn, J. C. Weeber, A. Dereux, E. Bourillot, J.-P. Goudonnet, B. Schider, A. Leitner et F. R. Aussenegg. *Direct observation of localized surface plasmon coupling*. Phys. Rev. B, **60**(7): 5029–5033 (1999).
- [191] D. Courjon, J.-M. Vigoureux, M. Spajer, K. Sarayeddine et S. Leblanc. *External and internal reflection near field microscopy: experiments and results*. Appl. Opt., **29**: 3734–3740 (1990).
- [192] R. U. Maheswari, H. Kadono et M. Ohtsu. *Power spectral analysis for evaluating optical near-field images of 20 nm gold particles*. Optics Commun., **131**: 133–142 (1996).
- [193] C. Girard et D. Courjon. *The role of scanning mode in near-field optical microscopy*. Surf. Sci., **382**: 9–18 (1997).
- [194] N. Bonnet. *On the use of correlation functions for improving the image signal-to-noise ratio*. Optik, **80**(3): 103–106 (1988).
- [195] D. Barchiesi, O. Bergossi, M. Spajer et C. Pieralli. *Image resolution in reflection scanning near-field optical microscopy using shear-force feedback: characterization with a spline and Fourier spectrum*. Appl. Opt., **36**(10): 2171–2177 (1997).
- [196] T. Gharbi et D. Barchiesi. *Local signal processing to evaluate resolution in SNOM images, using 1D wavelets*. Optics Commun., **177**: 85–93 (2000).
- [197] D. Barchiesi. *Application of Fourier algorithm to near field optical images: local resolution estimation*. Microsc. Microanal. Microstruct., **8**: 1–10 (1997).
- [198] D. Barchiesi, O. Bergossi, C. Pieralli et M. Spajer. *Reflection scanning near-field optical microscopy (R-SNOM) in constant height mode with a dielectric probe. Image interpretation and resolution for high topographic variations*. Ultramicroscopy, **71**: 361–370 (1998).
- [199] L. Cohen. *Time-frequency distribution – a review*. Dans Proc. IEEE, tome 77/7, pp. 941–981 (1989).
- [200] F. Auger et P. Flandrin. *Improving the readability of time frequency and time-scale representations by the reassignment method*. Dans Transactions on Signal processing, tome 43 de Proc. IEEE, pp. 1068–1089 (1995).
- [201] H. Wioland, O. Bergossi, S. Hudlet, K. Mackay et P. Royer. *Magneto-optical Faraday imaging with an apertureless scanning near field optical microscope*. Eur. Phys. J. Appl. Phys., **5**: 289–295 (1999).
- [202] D. Barchiesi et T. Gharbi. *Wavelet analysis of near-field data and the resolution problems*. Eur. Phys. J. (Appl. Phys.), **5**: 297–301 (1999).
- [203] D. Barchiesi et T. Gharbi. *Local spectral information in the near field with wavelet analysis and entropy*. Appl. Opt., **38**(31): 6587–6596 (1999).
- [204] F. de Fornel. *Les ondes évanescentes* (Eyrolles, France, 1997), collection techniques et scientifique des télécommunications édition.
- [205] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber et E. Weibel. *Tunneling through a controllable vacuum gap*. Appl. Phys. Lett., **40**: 178 (1982).
- [206] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber et E. Weibel. *Surface studies by scanning tunneling microscopy*. Phys. Rev. Lett., **49**: 57–60 (1982).
- [207] G. Binnig et C. F. Quate. *Atomic force microscope*. Phys. Rev. Lett., **56** no 9: 930–933 (1986).
- [208] E. H. Syngé. *Suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region*. Philosophical Magazine, **6**: 356–362 (1928).
- [209] G. A. Massey. *Microscopy and pattern generation with scanned evanescent waves*. Appl. Opt., **23** No 5: 658–660 (1984).
- [210] E. A. Ash et G. Nicholls. *Super-resolution aperture scanning microscope*. Nature (London), **237**: 510–52 (1972).
- [211] Y. Martin, C. C. Williams et H. K. Wickramasinghe. *Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100 Å scale*. J. Appl. Phys., **61**(10): 4723–4729 (1987).
- [212] G. M. McClelland, R. Erlandsson et S. Chiang. *Atomic force microscopy*. Rev. Prog. Qual. Non-Destr. Eval., **6B**: 1307–1314 (1987).

- [213] G. Meyer et N. Amer. *Novel optical approach to atomic force microscopy*. Appl. Phys. Lett., **53** no 12: 1045–1047 (1988).
- [214] S. Alexander, L. Hellmans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, M. Lonmire et J. Gurley. *An atomic resolution atomic force microscope implemented using an optical level*. J. Appl. Phys., **65**: 164–167 (1989).
- [215] D. Zhong, K. Innis, V. Kjoller et B. Elings. *Fractured polymer/silica fiber surface by tapping mode atomic force microscopy*. Surf. Sci. Lett., **290**(1–2): 688–692 (1993).
- [216] J. P. Hansma, M. Radmacher, D. A. Walters, P. E. Hillner, M. Bezanilla, M. Fritz, D. Vie et H. G. Hansma. *Tapping mode atomic force microscopy in liquids*. Appl. Phys. Lett., **64**(13): 1738–1740 (1994).
- [217] C. A. J. Putman. *Tapping mode atomic force microscopy in liquid*. Appl. Phys. Lett., **64**(18): 2454–2456 (1994).
- [218] H. J. Güntherodt et R. Wiesendanger. *Scanning Tunneling Microscopy I*. Surface sciences (Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1994).
- [219] C. Bai. *Scanning Tunneling Microscopy and its applications*. Surface Sciences 32 (Springer, Shanghai, China, 1995).
- [220] F. de Fornel, J.-P. Goudonnet, L. Salomon et E. Lesniewska. *An evanescent field optical microscope*. Proc. Soc. Phot–Opt. Instrum. Eng., **1139**: 77–84 (1989).
- [221] L. Salomon, F. de Fornel et J.-P. Goudonnet. *Sample-tip coupling efficiencies of the photon-scanning tunneling microscope*. J. Opt. Soc. Am. A, **8**(12): 2009–2015 (1991).
- [222] E. Betzig, P. L. Finn et J. S. Weiner. *Combined shear force and near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **60**(20): 2484–2486 (1992).
- [223] R. Toledo-Crow, P. C. Yang, Y. Chen et M. Vaez-Iravani. *Near-field differential scanning optical microscope with atomic force regulation*. Appl. Phys. Lett., **60**(24): 2957–2959 (1992).
- [224] K. Lieberman, N. Ben-ami et A. Lewis. *A fully integrated near-field optical, far-field optical, and normal-force scanned probe microscope*. Rev. Sci. Instrum., **67**(10): 3567 (1996).
- [225] H. Muramatsu, N. Chiba, T. Ataka, S. Ohta, A. Kusumi et M. Fujihira. *Scanning near-field optical/atomic force microscopy in liquids*. Thin Solid Films, **273**: 335 (1996).
- [226] K. Nakajima, H. Muramatsu, N. Chiba, T. Ataka et M. Fujihira. *Optical processing by scanning near-field optical/atomic force microscopy*. Thin Solid Film, **273**: 327 (1996).
- [227] M. A. Taubenblatt. *Lateral forces topography using tunneling microscopy with optical sensing of the tip position*. Appl. Phys. Lett., **54** no 9: 801–803 (1989).
- [228] P.-C. Yang, Y. Chen et M. Vaez-Iravani. *Attractive-mode atomic force microscopy with optical detection in an orthogonal cantilever/sample configuration*. J. Appl. Phys., **71**: 2499 (1992).
- [229] F. F. Froehlich et T. D. Milster. *Detection of probe dither motion in near-field scanning optical microscopy*. Appl. Optics, **34**(31): 7273 (1995).
- [230] B. Vöhnson, S. Bozhevolnyi et R. Olesen. *Study of shear force technique for near-field microscopy with an uncoated fiber tip*. Ultramicroscopy, **61**: 207 (1995).
- [231] U. Dürig, D. W. Pohl et F. Rohner. *Near-field optical-scanning microscopy*. J. Appl. Phys., **59**(10): 3318–3327 (1986).
- [232] U. C. Fischer, U. T. Dürig et D. W. Pohl. *Near field optical scanning microscopy in reflection*. Appl. Phys. Lett., **52**(4): 249–251 (1987).
- [233] J. A. Cline et M. Isaacson. *Probe-sample interactions in reflection near-field scanning optical microscopy*. Appl. Optics, **34**(22): 4869–4876 (1995).
- [234] B. Hecht, H. Heinzelmann et D. W. Pohl. *Near-field fluorescent imaging of single proteins*. Ultramicroscopy, **57**(2–3): 228–234 (1995).
- [235] B. Hecht, D. W. Pohl, H. Heinzelmann et L. Novotny. *'tunnel' near-field optical microscopy: TNOM-2*. Ultramicroscopy, **61**(1–4): 99–104 (1995).
- [236] A. Harootunian, E. Betzig, M. Isaacson et A. Lewis. *Super-resolution fluorescence near-field scanning microscopy*. Appl. Phys. Lett., **49**(11): 674–676 (1986).

- [237] M. Radmacher, P. E. Hillner et P. K. Hansma. *Scanning nearfield optical microscope using microfabricated probes*. Rev. Sci. Instrum., **65**(8): 2737–2738 (1994).
- [238] F. Baida, D. Courjon et G. Tribillon. *Combination of a fiber and a silicon nitride tip as a bifunctional detector; first results and perspectives*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *Series E: Applied Sciences*, pp. 71–78. NATO (Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, The Netherlands, 1993).
- [239] K. Lieberman et A. Lewis. *Simultaneous scanning tunneling and optical near-field imaging with a micropipette*. Appl. Phys. Lett., **62**(12): 1335–1337 (1993).
- [240] M. García-Parajo, E. Cambriil et Y. Chen. *Simultaneous scanning tunneling microscope and collection mode scanning near-field optical microscope using gold coated optical fiber probes*. Appl. Phys. Lett., **65**(12): 1498–1500 (1994).
- [241] E. Betzig, M. Isaacson et A. Lewis. *Collection mode near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **51**(25): 2088–2090 (1987).
- [242] M. Vaez-Iravani, R. Toledo-Crow et Y. Chen. *Correlative imaging in scanning near-field optical microscopy*. J. Vac. Sci. Technol. A, **11**(4): 742–747 (1993).
- [243] E. L. Buckland, P. J. Moyer et M. A. Paesler. *Resolution in collection-mode scanning optical microscopy*. J. Appl. Phys., **73**(3): 1018–1028 (1996).
- [244] J. Grausem. *Analyse du champ proche optique inélastique : réalisation et applications d'une nanosonde pour la spectrométrie Raman*. Thèse de doctorat, Université de Nancy, Nancy, France (1998).
- [245] E. Betzig, J. K. Trautman, T. D. Harris, J. S. Weiner et R. L. Kostelak. *Breaking the diffraction barrier: optical microscopy on a nanometric scale*. Science Reprint Series, **251**: 1468–1470 (1991).
- [246] B. I. Yakobson et M. A. Paesler. *Tip optics for illumination NSOM: extended-zone approach*. Ultramicroscopy, **57**(2–3): 204–207 (1995).
- [247] C. Lienau, A. Richter, A. Klehr et T. Elsaesser. *Near-field scanning optical microscopy of polarization bistable laser diodes*. Appl. Phys. Lett., **69**(17): 2471–2473 (1996).
- [248] L. Salomon, F. de Fornel et P. M. Adam. *Analysis of the near-field and the far-field diffracted by a metallized grating at and beyond the plasmon resonance*. J. Soc. of Am. A, **16**: 2695–2703 (1999).
- [249] H. Bielefeldt, B. Hecht, S. Herminghaus, J. Mlynek et O. Marti. *Direct measurement of the field enhancement caused by surface plasmons with the scanning tunneling optical microscope*. Dans D. W. Pohl et D. Courjon, réds., *Near Field Optics*, tome 242 de *NATO ASI Series*, pp. 281–286. Arc et Senans, France (Kluwer Academic Publishers, 1993).
- [250] K.-B. Song, J.-E. Bae, K. Cho, S.-Y. Yim et S.-H. Park. *Near-field scanning photoluminescence measurements using an uncoated fiber tip: A potential high resolution diagnostic technique for semiconductor devices*. Appl. Phys. Lett., **73**(16): 2260–2262 (1998).
- [251] C. M. Finnie et P. W. Bohn. *Near-field photoluminescence of microcrystalline arsenic oxides produced in anodically processed gallium arsenide*. Appl. Phys. Lett., **74**(8): 1096–1098 (1999).
- [252] F. Mignard. *Microscopie optique en champ proche de dispositifs optoélectroniques intégrés*. Thèse de doctorat, Université Paris 7, France (1999).
- [253] M. Spajer, D. Courjon, K. Sarayeddine, A. Jalocha et J.-M. Vigoureux. *Microscopie en champ proche par réflexion*. J. Phys. (Paris), **1**: 1–12 (1991).
- [254] N. F. van Hulst, M. H. P. Moers, O. F. J. Noordman, T. Faulkner, F. B. Segerink, K. O. van der Werf, B. G. de Grooth et B. Bölger. *Operation of a scanning near field optical microscope in reflection in combination with a scanning force microscope*. SPIE, Scanning Probe Microscopies, **1639**: 36–43 (1992).
- [255] P. M. Adam, P. Royer, R. Laddada et J.-L. Bijeon. *Polarization contrast with an apertureless near field optical microscope*. Ultramicroscopy, **71**(1-4): 327–331 (1998).
- [256] M. Castagné, C. Prioleau et J. P. Fillard. *Optical properties of silicon-nitride atomic-force-microscopy tips in scanning tunneling optical microscopy: experimental study*. Appl. Optics, **34**(4): 703–708 (1995).
- [257] P. M. Adam, P. Royer, R. Laddada et J.-L. Bijeon. *Apertureless near field microscopy: influence of the illumination conditions on the image contrast*. Appl. Optics, **37**: 1814 (1998).



- [258] K. Lieberman, S. Harush, A. Lewis et R. Kopelman. *A light source smaller than the optical wavelength*. *Science*, **247**: 59–61 (1990).
- [259] A. Lewis et K. Lieberman. *Near-field optical imaging with a non-evanescently excited high-brightness light source of sub-wavelength dimensions*. *Nature*, **354**: 214–216 (1991).
- [260] V. Sandoghdar et J. Mlynek. *Prospects of apertureless SNOM with active probes*. *J. Opt., A*: 523–530 (1999).
- [261] A.-C. Boccara (1988). Contrat MRT N°88 P0249.
- [262] H. K. Wickramasinghe et C. C. Williams. *Apertureless near field optical microscope* (1990). US Patent N°4 947 034.
- [263] C. Adelmann. *Experiments on the depolarization near-field scanning optical microscope*. *Appl. Phys. Lett.*, **74**(2): 179–181 (1999).
- [264] A. Madrazo, R. Carminati, M. Nieto-Vesperinas et J.-J. Greffet. *Polarization effects in the optical interaction between a nanoparticle and a corrugated surface: Implications for apertureless near-field microscopy*. *J. Opt. Soc. Am. A*, **15**: 109–119 (1998).
- [265] A. Madrazo et M. Nieto-Vesperinas. *Reconstruction of corrugated dielectric surfaces with a model of a photon scanning tunneling microscope: influence of the tip on the near field*. *J. Opt. Soc. Am. A*, **14**(3): 618–628 (1997).
- [266] L. Novotny, X. Bian et X. S. Xie. *Theory of nanometric tweezers*. *Phys. Rev. Lett.*, **79**: 645–648 (1997).
- [267] L. Novotny, E. J. Sanchez et X. S. Xie. *Near-field optical imaging using metal tips illuminated by higher-order hermite-gaussian beams*. *Ultramicroscopy*, **71**: 21–29 (1998).
- [268] J. Jersch et K. Dickman. *Nanostructure fabrication using laser field enhancement in the near field of a scanning tunneling microscope tip*. *Appl. Phys. Lett.*, **68**(6): 868–870 (1996).
- [269] A. V. Bragas, S. M. Landi et O. E. Martinez. *Laser field enhancement at the scanning tunneling microscope junction measured by optical rectification*. *Appl. Phys. Lett.*, **72**(17): 2075–2077 (1998).
- [270] G. Wurtz, R. Bachelot, F. H'Dhili, P. Royer, C. Triger, C. Ecoffet et D. J. Lougnot. *Photopolymerization induced by optical field enhancement in the vicinity of a conducting tip under laser illumination*. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **39**: L98–L100 (2000).
- [271] N. García et M. Nieto-Vesperinas. *Theory for the apertureless near-field optical microscope: image resolution*. *Appl. Phys. Lett.*, **66**(25): 3399–3400 (1995).
- [272] R. Bachelot, P. Gleyzes et A.-C. Boccara. *Near-field optical microscope based on local perturbation of a diffraction spot*. *Opt. Lett.*, **20**(18): 1924–1926 (1995).
- [273] A. Lahrech, R. Bachelot, P. Gleyzes et A.-C. Boccara. *Infrared-reflection-mode near-field microscopy using an apertureless probe with a resolution of  $\lambda/600$* . *Opt. Lett.*, **21**(17): 1315–1317 (1996).
- [274] S. Kawata, Y. Inouye et T. Sugiura. *Near-field scanning optical microscope with a laser trapped probe*. *Jpn. J. App. Phys.*, **33**: L1725–L1727 (1994).
- [275] T. Sugiura, T. Okada, Y. Inouye, O. Nakamura et S. Kawata. *Gold-bead scanning near-field optical microscope with laser-force position control*. *Opt. Lett.*, **22**(22): 1663–1665 (1997).
- [276] H. Wioland, O. Bergossi, S. Hudlet, K. Mackay et P. Royer. *Magneto-optical Faraday imaging with an apertureless scanning near-field optical microscope*. *Eur. Phys. Jour., (Appl. Phys.)*, **5**: 289–295 (1999).
- [277] M. Specht, J. D. Pedarnig, W. M. Heckl et T. W. Hänsch. *Scanning plasmon near-field microscope*. *Phys. Rev. Lett.*, **68**(4): 476–479 (1992).
- [278] T. J. Silva, S. Schultz et D. Weller. *Scanning near-field optical microscope for the imaging of magnetic domains in optically opaque materials*. *Appl. Phys. Lett.*, **65**: 658 (1994).
- [279] H. Muramatsu, N. Chiba, N. Yamamoto, K. Homma, T. Ataka, M. Shigeno, H. Monobe et M. Fujihira. *Multi-functional SNOM/AFM probe with accurately controlled low spring constant*. *Ultramicroscopy*, **71**(1-4): 73–79 (1998).
- [280] N. S. Kapany et J. J. Burke. *Optical Waveguides* (Academic Press, New York & London, 1972).
- [281] E. L. Buckland, P. J. Moyer et M. A. Paesler. *Resolution in collection-mode scanning optical microscopy*. *J. Appl. Phys.*, **73**(3): 1018–1028 (1993).

- [282] L. Novotny et D. Pohl. *Light confinement in scanning near-field optical microscopy*. Ultramicroscopy, **61**(1-4): 1–16 (1995).
- [283] A. Roberts. *Small-hole coupling of radiation into a near-field probe*. J. Appl. Phys., **70** no 8: 4045–4049 (1991).
- [284] B. Knoll et F. Keilmann. *Electromagnetic fields in the cutoff regime of tapered metallic waveguides*. Opt. Commun., **162**: 177–181 (1999).
- [285] A. Castiaux, H. U. Danzebrink et X. Bouju. *Glass and silicon probes: A comparative theoretical study for near-field optical microscopy*. J. Appl. Phys., **94**(1): 52–57 (1998).
- [286] H. U. Danzebrink, A. Castiaux, C. Girard, X. Bouju et G. Wilkening. *Transmission scanning near-field optical microscopy with uncoated silicon tips*. Ultramicroscopy, **71**(1-4): 371–377 (1998).
- [287] X. Bouju, A. Dereux, J.-P. Vigneron et C. Girard. *Scattering of electromagnetic waves by silicon nitride tips*. J. Vac. Sci. Technol., **B 14**(2): 816–819 (1996).
- [288] A. Vollkopf, O. Rudow, T. Leinhos, C. Mihalcea et E. Oesterschulze. *Modified fabrication process for aperture probe cantilevers*. J. Microscopy, **194**(2-3): 344–348 (1999).
- [289] L. Novotny, D. W. Pohl et P. Regli. *Light propagation through nanometer-sized structures: the two-dimensional-aperture scanning near-field optical microscope*. J. Opt. Soc. Am. A, **11**(6): 1768–1779 (1994).
- [290] G. Parent. *Phénomènes transitoires en optique de champ proche : durée de vie de fluorescence et propagation d'impulsions dans des mésostructures*. Thèse de doctorat, Univ. Franche-Comté, Besançon, France (1999).
- [291] L. Novotny, D. W. Pohl et B. Hecht. *Scanning near-field optical probe with ultrasmall spot size*. Opt. Lett., **20**(9): 970–972 (1995).
- [292] T. Pangaribuan, K. Yamada, S. Jiang, H. Ohsawa et M. Ohtsu. *Reproducible fabrication technique of nanometric tip diameter fiber probe for photon scanning tunneling microscope*. Jpn. J. Appl. Phys., **31**(9A): L1302–L1304 (1992).
- [293] M. Ashino et M. Ohtsu. *Fabrication and evaluation of a localized plasmon resonance probe for near-field optical microscopy/spectroscopy*. Appl. Phys. Lett., **72**(11): 1299–1301 (1998).
- [294] B. Hillerich et J. Guttman. *Deterioration of taper lens performance due to taper asymmetry*. J. Lightwave Technol., **7**: 99–104 (1989).
- [295] M. A. Paesler et P. J. Moyer. *Near-Field Optics: Theory, Instrumentation and Applications* (Wiley-Interscience, New York, 1996).
- [296] G. A. Valaskovic, M. Holton et G. H. Morrison. *Parameter control, characterization, and optimization in the fabrication of optical fiber near-field probes*. Appl. Opt., **34**(7): 1215–1228 (1995).
- [297] S. Madsen, N. C. R. Holme, P. S. Ramanujam, S. Hvilsted, J. M. Hvam et S. J. Smith. *Optimizing the fabrication of aluminum-coated fiber probes and their application to optical near-field lithography*. Ultramicroscopy, **71**(1–4): 65–71 (1998).
- [298] M. Ohtsu. *Progress of high-resolution photon scanning tunneling microscopy due to a nanometric fiber probe*. IEEE Journal of Lightwave Technology, **13**(7): 1200–1221 (1995).
- [299] D. Mulin, D. Courjon, J.-P. Malugani et B. Gauthier-Manuel. *Use of solid electrolytic erosion for generating nano-aperture near-field collectors*. Appl. Phys. Lett., **71**(4): 437–439 (1997).
- [300] J. A. Veerman, A. M. Otter, L. Kuipers et N. F. van Hulst. *High definition aperture probes for near-field optical microscopy fabricated by focused ion beam milling*. Appl. Phys. Lett., **72**(24): 3115–3117 (1998).
- [301] T. Leinhos, O. Rudow, M. Stopka, A. Vollkopf et E. Oesterschulze. *Coaxial probes for scanning near-field microscopy*. J. Microscopy, **194**(2/3): 349–352 (1999).
- [302] A. Lewis et K. Lieberman. *Near-field optical imaging with a non-evanescently excited high-brightness light source of sub-wavelength dimensions*. Nature, **354**(6350): 214 (1991).
- [303] H. Stürmer, J. M. Köhler et T. M. Jovin. *Microstructured polymer tips for scanning near-field optical microscopy*. Ultramicroscopy, **71**(1-4): 107–110 (1998).
- [304] H. Gottlich et W. M. Heckl. *A novel probe for near field optical microscopy based on luminescent silicon*. Ultramicroscopy, **61**: 145–153 (1995).

- [305] V. Sandoghdar et J. Mlynek. *Prospects of apertureless SNOM with active probes*. J. Opt. A: Pure Appl. Opt., pp. 523–530 (1999).
- [306] L. Thiéry, N. Marini, J.-P. Prenel, M. Spajer, C. Bainier et D. Courjon. *Temperature profile measurements of near-field optical microscopy fiber tips by means of sub-micronic thermocouple*. Int. J. Therm. Sci., **39**(4): 519–525 (2000).
- [307] M. Stähelin, M. A. Bopp, G. Tarrach, A. J. Meixner et I. Zschokke-Gränacher. *Temperature profile of fiber tips used in scanning near-field optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **68**(19): 2603–2605 (1996).
- [308] R. Stöckle, N. Schaller, V. Deckert, C. Fokas et R. Zenobi. *Brighter near-field optical probes by means of improving the optical destruction threshold*. J. Microscopy, **194**(2/3): 178–182 (1999).
- [309] K. T. Flaming et D. G. Brown. *Advanced Micropipette Technique for Cell Physiology* (Wiley Interscience, Chichester, UK, 1986).
- [310] N. Essaidi, Y. Chen, V. Kottler, E. Cambril, C. Mayeux, N. Ronarch et C. Vieu. *Fabrication and characterization of optical-fiber nanopores for scanning near-field optical microscopy*. Appl. Opt., **37**(4): 609–615 (1998).
- [311] A. Sayah, C. Philipona, P. Lambelet, M. Pfeffer et F. Marquis-Weible. *Fiber tips for scanning near field optical microscopy fabricated by normal and reverse etching*. Ultramicroscopy, **71**: 59–63 (1998).
- [312] P. Hoffmann, B. Dutoit et R. Salaté. *Comparison of mechanically drawn and protection layer chemically etched optical fiber tips*. Ultramicroscopy, **61**: 165–170 (1995).
- [313] Y. H. Chuang, K. G. Sun, C. J. Wang, J. Y. Huang et C. L. Pan. *A simple chemical etching technique for reproducible fabrication of robust scanning near-field fiber probes*. Rev. Sci. Instrum., **69**: 2 (1998).
- [314] T. Saiki et K. Matsuda. *Near-field optical fiber probe optimized for illumination-collection hybrid mode operation*. Appl. Phys. Lett., **74**(19): 2773–2775 (1999).
- [315] T. Matsumoto et M. Ohtsu. *Fabrication of a fiber probe with nanometric protrusion for near-field optical microscopy by a novel technique of three-dimensional nanophotolithography*. J. Lightwave Technol., **14**(10): 2224–2230 (1996).
- [316] T. Yatsui, M. Kourogi et M. Ohtsu. *Increasing throughput of a near-field optical probe over 1000 times by the use of a triple-tapered structure*. Appl. Phys. Lett., **73**(15): 2090–2092 (1998).
- [317] A. Kim, T. David, E. Bourillot, S. Emonin, P. Papadopoulos, J.-P. Goudonnet et G. Kotrotsios. *Reproducible optical fiber tips for photon scanning tunneling microscopy with very small ( $< 5^\circ$ ) cone angle*. J. L. T., **16**: 7 (1998).
- [318] R. Stöckle, C. Fokas, V. Deckert, R. Zenobi, B. Sick, B. Hecht et U. P. Wild. *High-quality near-field optical probes by tube etching*. Appl. Phys. Lett., **75**(2): 160–162 (1999).
- [319] P. Lambelet, A. Sayah, M. Pfeffer, C. Pilipona et F. Marquis-Weible. *Chemically etched fiber tips for near-field optical microscopy: a process for smoother tips*. Appl. Opt., **37**: 31 (1998).
- [320] T. Pagnot et C. Pieralli. *Fabrication of multimode fiber tapers with a high reproducibility of the subwavelength extremity size: application to scanning near-field optical microscope probes*. Optics Commun., **132**: 161–169 (1996).
- [321] K. E. Petersen. *Silicon as a mechanical material*. Proc. IEEE, **70**: 420–457 (1982).
- [322] B. Schwartz et H. Robbins. *Chemical etching of silicon*. J. Electrochem. Soc.: J. Solid. St. Technol., **123**(12): 1903–1909 (1976).
- [323] O. Yaradou. *Simulation, conception et caractérisation de microcathodes à émission de champ sur arséniure de gallium. Intégration d'une grille de commande*. Thèse de doctorat, Univ. des Sciences et Technologies de Lille (USTL), Lille, France (2000).
- [324] S. Adachi et H. Kawaguchi. *Chemical etching characteristics of (001) InP*. J. Electrochem.Soc., **128**(6): 1342 (1981).
- [325] H. U. Danzebrink, O. Ohlsson et G. Wilkening. *Fabrication and characterization of optoelectronic near-field probes based on a SFM cantilever design*. Ultramicroscopy, **61**: 131–138 (1995).
- [326] R. Bachelot. *Etude et réalisation d'un microscope optique en champ proche utilisant une sonde sans ouverture*. Thèse de doctorat, Université Paris VII, Paris, France (1996).

- [327] H. Wioland. *Étude en champ proche d'effets optiques et magneto-optiques par microscopie locale à sondes diffusantes*. Thèse de doctorat, Univ. Technol. Troyes, France (2000).
- [328] R. Bachelot, P. Gleyzes et A. C. Boccara. *Reflection mode scanning near-field optical microscopy using an apertureless metallic tip*. Appl. Opt., **20**: 1994 (1997).
- [329] A. J. Melmed. *The art and science and other aspects of making sharp tips*. J. Vac. Sci. Technol., **9**: 601 (1991).
- [330] H. Lemke, T. Göddenhenrich, U. Hartmann et C. Heiden. *Improved microtips for scanning probe microscopy*. Rev. Sci. Instrum., **61**: 2538 (1990).
- [331] J. P. D. Hartog. *Mechanical vibrations*, pp. 47–69 (Dover, 1988).
- [332] S. P. Timoshenko. *Résistance des matériaux*, p. 400 (Dunod Technique, 1981).
- [333] V. Féodosiev. *Résistance des matériaux*, p. 517 (Editions MIR, Moscou, URSS, 1976).
- [334] G. Wurtz. *Développement d'un microscope optique en champ proche utilisant une sonde métallique*. Thèse de doctorat, Univ. Technol. Troyes (2000).
- [335] R. Bachelot, P. Gleyzes et A.-C. Boccara. *Influence of both repulsive and attractive force fields in tapping mode atomic force microscopy*. Probe Microscopy, **1**: 89–97 (1997).
- [336] A. Lahrech, R. Bachelot, P. Gleyzes et A.-C. Boccara. *Infrared near-field imaging of implanted semiconductors: Evidence of a pure dielectric contrast*. Appl. Phys. Lett., **71**: 575–577 (1997).
- [337] Y. F. Lu, Z. H. Mai, G. Quiu et W. K. Chim. *Laser-induced nano-oxidation on hydrogen-passivated*. Appl. Phys. Lett., **75**: 2359–2361 (1999).
- [338] D. W. Blodgett et J. B. Spicer. *Detection of ultrasound using an apertureless near-field scanning optical microscope*. Appl. Phys. Lett., **74**: 3735–3737 (1999).
- [339] L. Aigouy, S. Grébillon, A. Lahrech, A.-C. Boccara, J.-C. Rivoal, V. Mathet, C. Chappert, J.-P. Jamet et J. Ferré. *Apertureless scanning near-field magneto-optical microscopy of magnetic multilayers*. J. of Microscopy, **194**: 295 (1999).
- [340] R. Bachelot, G. Wurtz et P. Royer. *An application of the apertureless scanning near-field optical microscopy: imaging a GaAlAs laser diode in operation*. Appl. Phys. Lett., **73**(23): 3333–3335 (1998).
- [341] C. Gehin. *La piézoélectricité*. Dans *Exposé général sur la piézoélectricité*, État de l'art, capteurs piézoélectriques (Laboratoire de Mesures en Ferroélectricité et Optique d'Annecy, 1994).
- [342] Quartz & Silice, Saint-Gobain, France. *Céramiques piézoélectriques*, catalogue 2/1/203f édition (1997).
- [343] L. Eyraud. *Diélectriques solides anisotropes et ferroélectricité* (Gauthier-Villars, Paris, France, 1969).
- [344] R. Chaléat. *Mécanique des milieux déformables*. Rapport technique, ENSMM, Besançon, France (1978).
- [345] L. Eyraud et M. Brissaud. *Le transducteur piézoélectrique - théorie - fonctionnement - caractérisation*. Rapport technique, INSA, cours d'énergétique, Lyon, France (XX).
- [346] R. Bourquin. *Applications de la piézoélectricité*. Rapport technique, ENSMM, option Électronique et capteurs, Besançon, France (1995).
- [347] L. Lebrun. *Étude de moteurs piézoélectriques ultrasonores*. Thèse de doctorat, INSA, thèse de doctorat en acoustique, Lyon, France (1995).
- [348] R. L. Letty. *Conception de moteurs piézoactifs à l'aide de la modélisation*. Thèse de doctorat, INSA, thèse de doctorat en acoustique, Lyon, France (1994).
- [349] D. Certon, F. Levassort, A. Nguyen et F. Patat. *Piézo-composites de connectivité 1–3 : du mode d'épaisseur aux modes latéraux*. Dans *Matériaux et composants piézo-pyro-ferroélectriques et leurs applications*, Actes des 3èmes journées d'études (Société de Electriciens et Electroniciens (SEE), Limoges, France, 1996).
- [350] R. Duffait, P. Wurmsdobler, C. E. Hassani, H. Aikyo, A. Nguyen-Dinh et E. Lacaze. *Moteur piézoélectrique à transducteur à couplage longitudinal*. Dans *Matériaux et composants piézo-pyro-ferroélectriques et leurs applications*, Actes des 3èmes journées d'études (Société de Electriciens et Electroniciens (SEE), INSA, Lyon, France, 1999).

- [351] E. H. Syngé. *An application of piezo-electricity to microscopy*. Phil. Mag. 1932, **S7 vol 13 No 83**: 297–300 (1932).
- [352] P. Günther, U. C. Fischer et K. Dransfeld. *Scanning near-field acoustic microscopy*. Appl. Phys. B, **48**: 89–21 (1989).
- [353] K. Karrai et R. D. Grober. *Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes*. Appl. Phys. Lett., **66**(14): 1842–1844 (1995).
- [354] A. G. T. Ruiter, J. A. Veerman, K. O. van der Werf et N. F. van Hulst. *Dynamic behavior of tuning fork shear-force feedback*. Appl. Phys. Lett., **71**(1): 28–30 (1997).
- [355] W. H. J. Rensen, N. F. van Hulst, A. G. T. Ruiter et P. E. West. *Atomic steps with tuning-fork-based noncontact atomic force microscopy*. Appl. Phys. Lett., **75**: 1640 (1999).
- [356] H. Edwards, L. Taylor, W. Duncan et A. J. Melmed. *Fast, high-resolution atomic force microscopy using a quartz tuning fork as actuator and sensor*. J. Appl. Phys., **82**(3): 980 (1997).
- [357] M. Todorovic et S. Schultz. *Miniature high-sensitivity quartz tuning fork alternating gradient magnetometry*. Appl. Phys. Lett., **73**: 3595 (1998).
- [358] K. Karrai et R. D. Grober. *Tip-sample distance control for near-field scanning optical microscopes*. Dans *Proc. SPIE*, tome 2535, p. 69 (1995).
- [359] C. Obermüller, A. Deisenrieder, G. Abstreiter, K. Karrai, S. Grosse, S. Manus, J. Feldmann, H. Lipsanen, M. Sopanen et J. Ahopelto. *Pauli-blocking imaging of single strain-induced semiconductor quantum dots*. Appl. Phys. Lett., **74**: 3200 (1999).
- [360] C. Obermüller, A. Deisenrieder, G. Abstreiter, K. Karrai, S. Grosse, S. Manus, J. Feldmann, H. Lipsanen et M. S. and J. Ahopelto. *Mechanical nano-manipulation of single strain-induced semiconductor quantum dot*. Appl. Phys. Lett., **75**: 358–360 (1999).
- [361] D. Sarid. *Scanning Force Microscopy*. Oxford Series (Oxford University Press, Oxford England, 1991).
- [362] J. F. Nye. *Physical Properties of Crystals* (Oxford University Press, Oxford, UK, 1985).
- [363] G. Nomarski. *Micrinterferomètre différentiel à ondes polarisées*. J. Phys. and Radium, **16**: 9S–13S (1955).
- [364] C. Schonenberger et S. F. Alvarado. *A differential interferometer for force microscopy*. Rev. Sci. Instrum., **60**: 3131–3134 (1989).
- [365] M. J. Gregor, P. G. Blome, J. Schöfer et R. G. Ulbrich. *Probe-surface interaction in near-field optical microscopy: The nonlinear bending force mechanism*. Appl. Phys. Lett., **68**(3): 307–309 (1996).
- [366] K. Karrai et I. Tiemann. -. Phys. Rev. B (2000).
- [367] T. R. Albrecht, P. Grutter, D. Horne et D. Rugar. *Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*. J. Appl. Phys., **69**: 668 (1991).
- [368] F. J. Giessibl. *High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork*. Appl. Phys. Lett., **73**: 3956 (1998).
- [369] W. A. Atia et C. C. Davis. *A phase-locked shear-force microscope for distance regulation in near-field optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **70**(4): 405–407 (1997).
- [370] R. D. Grober, J. Acimovic, J. Schuck, D. Hessman, P. Kindlemann, J. Hespanha, S. Morse, K. Karrai, I. Tiemann et S. Manus. *Fundamental limits to force detection using quartz tuning forks*. Rev. Sci. Instrum., **71**(7): 2776–2780 (1999).
- [371] A. V. Oppenheim et A. S. Willsky. *Signals and Systems*, chapitre 11 (Prentice Hall, New Jersey, 1983). Problem 9.
- [372] J.-P. Fillard. *Near Field Optics and Nanoscopy* (World Scientific, Singapore, 1996).
- [373] M. A. Paesler et P. J. Moyer. *Near-field Optics: Theory, Instrumentation, and Applications* (Wiley and Sons, Chichester, 1996).
- [374] M. Ohtsu. *Near field Nano/Atom Optics and Technology* (Springer Verlag, Tokyo, Japan, 1998).

- [375] L. Salomon, C. Charbonnier, F. de Fornel, P. M. Adam, P. Guerin et F. Carcenac. *Near-field study of mesoscopic Au periodic samples. Effect of the polarisation and comparison between different imaging modes*. Phys. Rev. B, **6** (2000).
- [376] P. J. Valle, J.-J. Greffet et R. Carminati. *Optical contrast, topographic contrast and artifacts in illumination-mode scanning near-field optical microscopy*. J. Appl. Phys., **86**(1): 648–656 (1997).
- [377] S. Grésillon. *Microscopie optique en champ proche en transmission avec une sonde métallique : exaltation de champ et spectroscopie de nanoparticules*. Thèse de doctorat, Université Paris 6 (1999).
- [378] J. Azoulay, A. Débarre, A. Richard et P. Tchénio. *Optical contrast in apertureless microscopy*. Appl. Opt., **39**(1): 129–134 (2000).
- [379] C. E. Jordan, S. J. Stranick, L. J. Richter et R. R. Cavanagh. *Removing optical artifacts in near-field scanning optical microscopy by using a three-dimensional scanning mode*. J. Appl. Phys., **86**(5): 2785–2789 (1999).
- [380] A. G. Choo, H. E. Jackson, U. Thiel, G. N. D. Brabander et J. T. Boyd. *Near field measurements of optical channel waveguides and directional couplers*. Appl. Phys. Lett., **65**(8): 947–949 (1994).
- [381] R. Cella, B. Mersali, F. Barthe et C. Licoppe. *Etude modale de puits quantiques en champ proche*. Dans XVème J.N.O.G. (1995).
- [382] J. D. Joannopoulos, R. D. Meade et J. N. Winn. *Photonic Crystal* (Princeton University Press, Princeton, the USA, 1995).
- [383] G. H. V. Rhodes, J. M. Pomeroy, T. F. Krauss, M. S. Ünlü et B. B. Goldberg. *Imaging of spatial modes of one dimensional photonic band gap devices using near-field scanning optical microscopy*. Dans Proceeding of ISDRS'97 (Charlottesville, VA, 1997).
- [384] D. Mulin, M. Spajer, D. Courjon, F. Carcenac et Y. Chen. *Near-field probing control of optical propagation in bidimensional guiding mesostructures*. J. Appl. Phys., **87**(1): 534–537 (2000).
- [385] S. Weiss. *Fluorescence spectroscopy of single biomolecules*. Science, **283**: 1676–1683 (1999).
- [386] G. Herzberg. *Molecular Spectra and Molecular Structure I Spectra of diatomic molecules; II Infrared and Raman spectra of polyatomic molecules; III Electronic spectra and electronic structure of polyatomic molecules* (Van Nostrand, New York, the USA, 1950 and 1966).
- [387] F. P. Schäfer, réd. *Principles of dye laser operation* (Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1973).
- [388] W. E. Moerner, réd. *Persistent spectral hole-burning: science and applications* (Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1988).
- [389] W. E. Moerner et M. Orrit. *Illuminating molecules in condensed matter*. Science, **283**: 1670–1676 (1999).
- [390] A. D. Mehta, M. Rief, J. A. Spudich, D. A. Smith et R. M. Simmons. *Single-molecule biomechanics with optical methods*. Science, **283**: 1690–1694 (1999).
- [391] J. K. Gimzewski et C. Joachim. *Nanoscale science of single molecules using local probes*. Science, **283**: 1686–1688 (1999).
- [392] S. Nie et R. N. Zare. *Optical detection of single molecules*. Ann. Rev. Biophys. Biomol. Struct., **26**: 567–596 (1997).
- [393] X. S. Xie et J. K. Trautman. *Optical studies of single molecules at room temperature*. Ann. Rev. Phys. Chem., **49**: 441–480 (1998).
- [394] J. Köhler. *Magnetic resonance of a single molecular spin*. Physics Reports, **310**: 261 (1999).
- [395] T. Basché, W. E. Moerner, M. Orrit et U. P. Wild, réds. *Single-molecule optical detection, imaging and spectroscopy* (VCH, 1997).
- [396] T. Bashé, W. E. Moerner, M. Orrit et H. Talon. *Photon antibunching in the fluorescence of a single dye molecule trapped in a solid*. Phys. Rev. Lett., **69**(10): 1516–1519 (1992).
- [397] S. Brasselet et W. E. Moerner. *Fluorescence behavior of single-molecule pH sensors*. Single Molecules, **1**: 15–21 (2000).
- [398] J. Azoulay, A. Débarre et P. Tchénio. *Field enhancement and apertureless near-field optical spectroscopy of single molecules*. J. Microscopy, **194**: 486–490 (1999).

- [399] A. B. Myers, P. Tchenio, M. Z. Zgierski et W. E. Moerner. *Vibronic spectroscopy of individual molecules in solid*. J. of Phys. Chem., **98**: 10377 (1994).
- [400] C. Obermuller, A. Deisenrieder, C. Abstreiter, K. Karrai, S. Grosse, S. Manus, J. Feldmann, H. Lipsanen, M. Soapanen et J. Ahopelto. *Single-molecule microscopy on model membranes reveals anomalous diffusion*. Biophysical Journal, **73**: 1073–1080 (1997).
- [401] A. G. T. Ruiter, J. A. Veerman, M. F. Garcia-Parajo et N. F. van Hulst. *Single molecule rotational and translational diffusion observed by near-field scanning optical microscopy*. J. Phys. Chem. A, **101**: 7318–7323 (1997).
- [402] T. Ha, A. Y. Ting, J. Liang, A. A. Deniz, P. G. S. D. S. Chemla, et S. Weiss. *Temporal fluctuations of fluorescence resonance energy transfer between two dyes conjugated to a single protein*. Chemical-Physics, **247**: 107–118 (1999).
- [403] W. P. Ambrose, P. M. Goodwin, J. C. Martin et R. A. Keller. *Alterations of single molecule fluorescence lifetimes in near-field optical microscopy*. Science, **265**: 364–367 (1994).
- [404] J. Azoulay, A. Débarre, A. Richard et P. Tchéno. *Quenching and enhancement of single molecule fluorescence under metallic and dielectric tips*. Euro. Phys. Lett. (2000).
- [405] W. E. Moerner, T. Plakhotnik, T. Irrgartinger et U. P. Wild. *Near-field optical spectroscopy of individual molecules in solids*. Phys. Rev. Lett., **73** no **20**: 2764–2767 (1994).
- [406] E. J. Sanchez, L. Novotny et X. Sunney-Xie. *Near-field fluorescence microscopy based on two-photon excitation with metal tips*. Phys. Rev. Lett., **82**: 4014–4017 (1999).
- [407] J. Grausem, B. Humbert, A. Burneau et J. Oswald. *Subwavelength Raman spectroscopy*. Appl. Phys. Lett., **70**(13): 1671 (1997).
- [408] Grausem, B. Humbert, M. Spajer, D. Courjon, A. Burneau et J. Oswald. *Near field Raman spectroscopy*. J. Raman Spectrosc., **30**: 833 (1999).
- [409] A. H. L. Rosa, B. I. Yakobson et H. D. Hallen. *Origins and effects of thermal processes on near field optical probes*. Appl. Phys Lett., **67**(18): 2597 (1995).
- [410] C. L. Jahncke, M. A. Paesler et H. D. Hallen. *Raman imaging with near field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **67**(17): 2483 (1995).
- [411] C. L. Jahncke, H. D. Hallen et M. A. Paesler. *Nano-Raman spectroscopy and imaging with a near field scanning optical microscope*. J. Raman Spectrosc., **27**: 579 (1996).
- [412] Y. Narita, T. Tadokoro, T. Ikeda, T. Saiki, S. Mononobe et M. Ohtsu. *Field Raman spectral measurement of polydiacetylene*. Appl. Spectrosc., **52**(9): 1141 (1998).
- [413] D. Zeisel, V. Deckert, R. Zenobi et T. Vo-Dinh. *Near-field surface enhanced Raman spectroscopy of dye molecules adsorbed on silver island films*. Chem. Phys. Lett., **283**: 381–385 (1998).
- [414] S. Nie et S. R. Emory. *Probing single molecules and single nanoparticles by surface-enhanced Raman scattering*. Science, **275**: 1102 (1997).
- [415] S. R. Emory et S. Nie. *Near field surface-enhanced Raman spectroscopy on single silver nanoparticles*. Anal. Chem., **69**(14): 2631 (1997).
- [416] S. Webster, D. N. Batchelder et D. A. Smith. *Submicron resolution measurement of stress in silicon by near-field Raman spectroscopy*. Appl. Phys. Lett., **72**(12): 1478 (1998).
- [417] I. D. Wolf, J. Jimenez, J. P. Landesman, C. Frigeri, P. Braun, E. D. Silva et E. Calvet. *New developments in optical spectroscopy for the characterization of semiconductor devices*. Program Nostradamus (1998).
- [418] A. M. Taylor et A. M. Glover. *Studies in refractive index I and II*. J. Opt. Soc. Am., **23**: 206 (1933).
- [419] A. M. Taylor et D. A. Dufee. *Studies in refractive index III*. J. Opt. Soc. Am., **23**: 263 (1933).
- [420] A. M. Taylor et A. King. *Studies in refractive index IV*. J. Opt. Soc. Am., **23**: 308 (1933).
- [421] N. J. Harrick. *Internal Reflection Spectroscopy* (Wiley and Sons, 1967).
- [422] A. Hammiche, H. M. Pollock, M. Reading, M. Claybourn, P. H. Turner et K. Jewkes. *Photothermal FTIR spectroscopy: a step towards FTIR microscopy at a resolution better than the diffraction limit*. Appl. Spectrosc., **53**(7): 810 (1999).

- [423] A. Piednoir, C. Licoppe et F. Creuzet. *Imaging and local infrared spectroscopy with a near field optical microscope*. Opt. Commun., **129**: 414 (1996).
- [424] A. Piednoir. *Microscopie et spectroscopie locale dans le domaine infrarouge : étude et mise au point d'un microscope optique en champ proche*. Thèse de doctorat, Université Paris VI (1994).
- [425] D. T. Schaafsma, R. Mossadegh, J. S. Sanghera, I. D. Aggarwal, J. M. Gilligan, N. H. Tolk, M. Luce, R. Generosi, P. Perfetti, A. Cricenti et G. Margaritondo. *Singlemode chalcogenide fiber infrared SNOM probes*. Ultramicroscopy, **77**(1–2): 77–81 (1999).
- [426] R. D. Schaller, C. Roth, D. H. Raulet et R. J. Saykally. *Near-field second harmonic imaging of granular membrane structures in natural killer cells*. J. Phys. Chem. B., **104**: 5217 (2000).
- [427] E. H. C. Parker, réd. *The technology and physics of molecular beam epitaxy* (Plenum Press, New York, the USA, 1985).
- [428] R. Flederling, M. Keim, G. Reuscher, W. Ossau, G. Schmidt, A. Waag et L. W. Malenkamp. *Injection and detection of a spin-polarized current in a light-emitting diode*. Nature, **402**(6763): 787–790 (1999).
- [429] (1998). The National Technology Roadmap for Semiconductor Industry association.
- [430] S. Hosaka, S. Hosoki, T. Hasegawa, H. Koyanagi, T. Shintani et M. Miyamoto. *Fabrication of nanostructures using scanning probe microscopes*. J. Vac. Sci. Technol., **B13**: 2813–2818 (1995).
- [431] P. Vettinger, J. Brugger, M. Despont, U. Drechsler, U. Dürig, W. Häberle, M. Lutwyche, H. Rothuizen, R. Stutz, R. Widmer et G. Binnig. *Ultra-high density, high-data-rate NEMS-based AFM data storage system*. Microelectron. Eng., **46**(1–4): 11–17 (1999).
- [432] S. Y. Chou, P. R. Krauss et P. J. Renstrom. *Imprint of sub-25 nm vias and trenches in polymers*. Appl. Phys. Lett., **76**(21): 3114–3116 (1995).
- [433] Y. Xia et G. M. Whitesides. *Soft lithography*. Angew. Chem. Int. Ed., **37**(5): 551–575 (1998).
- [434] J. L. Wilbur. *Self-assembly and self-assembled monolayers in micro- and nanofabrication*. Dans G. Timp, réd., *Nanotechnology*, pp. 331–369 (Springer-Verlag, New York, the USA, 1999).
- [435] J.-Y. Marzin, J.-M. Gérard, A. Izraël, D. Barrier et G. Bastard. *Photoluminescence of single InAs quantum dots obtained by self-organized growth on GaAs*. Phys. Rev. Lett., **73**(5): 716–719 (1994).
- [436] L. Brus. *Chemical approaches to semiconductor nanocrystals materials*. Dans G. Timp, réd., *Nanotechnology*, pp. 257–284 (Springer-Verlag, New York, the USA, 1999).
- [437] T. J. Deming, V. Conticello et D. Tirrell. *Biocatalytic synthesis of polymers of precisely defined structures*. Dans G. Timp, réd., *Nanotechnology*, pp. 371–402 (Springer-Verlag, New York, the USA, 1999).
- [438] H. W. C. Z. Yao, H. W. C. Postma, L. Balents et C. Dekker. *Carbon nanotube intramolecular junctions*. Nature, **402**(6759): 273–276 (1999).
- [439] J. Chen, M. A. Reed, A. M. Rawlett et J. M. Tour. *Large on-off ratios and negative differential resistance in a molecular electronic device*. Science, **286**(5444): 1550–1552 (1999).
- [440] F. Bassani, G. P. Parravicini et R. A. Ballinger. *Electronic states and optical transitions in solids* (Pergamon Press, Oxford, UK, 1975).
- [441] G. Bastard. *Wave mechanics applied to semiconductor heterostructures* (Edition de Physique, Les Ulis, France, 1987).
- [442] E. Burstein et G. Weisbuch, réds. *Confined electrons and photons*, tome 340 de *NATO ASI Series* (Plenum Press, 1995).
- [443] E. Yablonovitch. *Inhibited spontaneous emission in solid-state physics and electronics*. Phys. Rev. Lett., **58**(20): 2059–2062 (1987).
- [444] K. W. Böer. *Survey of semiconductor physics: electrons and other particles in bulk semiconductors* (Van Nostrand Reinhold, New York, the USA, 1990).
- [445] H. Mathieu. *Physique des semiconducteurs et des composantes électroniques* (Masson, Paris, France, 1987).
- [446] Y. Nagamune, H. Watabe, M. Nishioka et Y. Arakawa. *Observation of a single photoluminescence peak from a single quantum dot*. Appl. Phys. Lett., **67**(22): 3257–3259 (1995).



- [447] L. Landin, M. S. Miller, M.-E. Pistol, C. E. Pryor et L. Samuelson. *Optical studies of individual InAs quantum dots in GaAs: Few-particle effects*. Appl. Phys. Lett., **280**(5361): 262–264 (1998).
- [448] Y. Chen, G. Faini, H. Launois et J. Etrillard. *Fabrication of two-dimensional photonic lattices in GaAs: the regular graphite structures*. Superlattices & Microstruc., **22**(1): 109–113 (1997).
- [449] A. Blanco, E. Chomaski, S. Grabchak, M. Ibisate, S. John, S. W. Leonard, C. Lopez, F. Meseguer, H. Miguez, J. P. Mondia, G. A. Ozin, O. Toader et H. M. V. Driel. *Large-scale synthesis of a silicon photonic crystal with a complete three-dimensional bandgap near 1.5 micrometres*. Nature, **405**: 437–440 (2000).
- [450] B. Koopmans, B. Richards, P. Santos, K. Eberl et M. Cardona. *In-plane optical anisotropy of GaAs/AlAs multiple quantum wells probed by microscopic reflectance difference spectroscopy*. Appl. Phys. Lett., **69**(6): 782–785 (1996).
- [451] H. F. Hess, E. Betzig, T. D. Harris, L. N. Pfeiffer et K. W. West. *Near-field spectroscopy of the quantum constituents of a luminescent system*. Science, **264**: 1740–1745 (1994).
- [452] R. D. Grober, T. D. Harris, J. K. Trautman, E. Betzig, W. Wegscheider, L. Pfeiffer et K. West. *Optical spectroscopy of a GaAs/AlGaAs quantum wire structure using near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **64**(11): 1421–1423 (1994).
- [453] T. D. Harris, D. Gershoni, R. D. Grober, L. Pfeiffer, K. West et N. Chand. *Near-field optical spectroscopy of single quantum wires*. Appl. Phys. Lett., **68**(7): 988–991 (1996).
- [454] H. F. Ghaemi, B. B. Goldberg, C. Cates, P. D. Wang, C. M. S. Torres, M. Fritze et A. Nurmikko. *Spectroscopy of individual quantum structures with low-temperature near field optical microscopy*. Superlatt. & Microstruc., **17**(1): 15–18 (1995).
- [455] Y. Toda, M. Kourogi, M. Ohtsu, Y. Nagamune et Y. Arakawa. *Spatially and spectrally resolved imaging of GaAs quantum-dot structures using near-field optical technique*. Appl. Phys. Lett., **69**(6): 827–830 (1996).
- [456] F. Flack, N. Samarth, V. Nikitin, P. A. Crowell, J. Shi, J. Levy et D. D. Awschalom. *Near-field optical spectroscopy of localized excitons in strained CdSe quantum dots*. Phys. Rev. B, **54**(24): 17312–17315 (1996).
- [457] K. Matsuda, T. Saiki, H. Saito et K. Nishi. *Room-temperature photoluminescence spectroscopy of self-assembled In<sub>0.5</sub>Ga<sub>0.5</sub>As single quantum dots by using highly sensitive near-field scanning optical microscope*. Appl. Phys. Lett., **76**(1): 73–76 (2000).
- [458] G. H. V. Rhodes, J. M. Pomeroy, M. S. Ünlü, B. B. Goldberg, K. J. Knopp et D. H. Christensen. *Pump intensity profiling of vertical-cavity surface-emitting lasers using near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **72**(15): 1811–1813 (1998).
- [459] M. J. Gregor, P. G. Blome, R. G. Ulbrich, P. Grossmann, S. Grosse, J. Feldmann, W. Stolz, E. O. Gobel, D. J. Arent, M. Bode, K. A. Bertness et J. M. Olson. *Near-field optical characterization of the photoluminescence from partially ordered (gain)P*. Appl. Phys. Lett., **67**(24): 3572–3574 (1995).
- [460] J. Liu, N. R. Perkins, M. N. Horton, J. M. Redwing, M. A. Tischler et T. F. Kuech. *A near-field scanning optical microscopy study of the photoluminescence from GaN films*. Appl. Phys. Lett., **69**(32): 3519–3521 (1996).
- [461] P. A. Crowell, D. K. Young, S. Keller, E. L. Hu et D. D. Awschalom. *Near-field scanning optical spectroscopy of an InGaN quantum well*. Appl. Phys. Lett., **72**(8): 927–929 (1998).
- [462] S. K. Buratto, J. W. P. Hsu, E. Betzig, J. K. Trautman, R. B. Bylisma, C. C. Bahr et M. J. Cadillo. *Near-field photoconductivity: Application to carrier transport in InGaAsP quantum well lasers*. Appl. Phys. Lett., **65**(21): 2654–2656 (1994).
- [463] S. K. Buratto, J. W. P. Hsu, J. K. Trautman, E. Betzig, R. B. Bylisma, C. C. Bahr et M. J. Cadillo. *Imaging InGaAsP quantum-well lasers using near-field scanning optical microscopy*. J. Appl. Phys., **76**: 7720 (1994).
- [464] B. B. Goldberg, M. S. Ünlü, W. D. Herzog, H. F. Ghaemi et E. Towe. *Near-field optical studies of semiconductor heterostructures and laser diodes*. IEEE - Quantum Electr., **1**: 1073–1081 (1995).
- [465] M. S. Ünlü, B. B. G. W. D. Herzog, D. Sun et E. Towe. *Near-field optical beam induced current measurement on heterostructures*. Appl. Phys. Lett., **67**(13): 1862–1864 (1995).
- [466] K. Karrai, G. Kolb, G. Abstreiter et A. Schmeller. *Optical near-field induced current microscopy*. Ultramicroscopy, **61**: 299–304 (1995).

- [467] S. Davy, M. Spajer, D. Courjon, C. Coluzza, R. Generosi, A. Cricenti, C. Barchesi, J. Almeida et G. Faini. *Near field imaging of the photocurrent on Au/GaAs interface with various wavelengths*. Dans S. Proc., réd., *Lasers and Optics in Manufacturing*, tome 3098, pp. 520–525 (Europto Symposium, Munich, Allemagne, 1997).
- [468] N. Saito, F. Sato, K. Takizawa, H. Okumura, T. Aida, T. Saiki et M. Ohtsu. *Spatially resolved detection of electroluminescence from lateral p–n junctions on GaAs(111), a patterned substrate using near-field scanning optical microscope*. Jpn. J. Appl. Phys., **36**: L896–L898 (1997).
- [469] W. D. Herzog, M. S. Ünlü, B. B. Goldberg et G. H. Rhodes. *Beam divergence and waist measurements of laser diodes by near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **70**(6): 688–690 (1997).
- [470] D. K. Young, M. P. Mack, A. C. Abare, M. Hansen, L. A. Coldren, S. P. Denbaars, E. L. Hu et D. D. Awschalom. *Near-field scanning optical microscopy of indium gallium nitride multiple-quantum-well laser diodes*. Appl. Phys. Lett., **74**(16): 2349–2351 (1999).
- [471] A. Partovi, D. Peale, M. Wuttig, C. A. Murray, G. Zydzik, L. Hopkins, K. Baldwin, W. S. Hobson, J. Wynn, J. Lopata, L. Dhar, R. Chichester et J. H.-J. Yeh. *High-power laser light source for near-field optics and its applications to high-density optical data storage*. Appl. Phys. Lett., **75**(11): 1515–1517 (1999).
- [472] R. Bachelot, G. Wurtz et P. Royer. *Erratum: An application of the apertureless scanning near-field optical microscopy: imaging a GaAlAs laser diode in operation*. Appl. Phys. Lett., **74**(9): 1347 (1999).
- [473] D. P. Tsai, H. E. Jackson, R. C. Reddick, S. H. Sharp et R. J. Warmack. *Photon scanning tunneling microscope study of optical waveguides*. Appl. Phys. Lett., **56**(16): 1515–1517 (1990).
- [474] R. S. Decca, H. D. Drew et K. L. Empson. *Investigation of the electric-field distribution at the wavelength aperture of a near-field scanning optical microscope*. Appl. Phys. Lett., **70**(15): 1932–1935 (1997).
- [475] D. P. Tsai, C. W. Yang, S.-Z. Lo et H. E. Jackson. *Imaging local index variations in an optical waveguide using a tapping-mode near-field scanning optical microscope*. Appl. Phys. Lett., **75**(8): 1039–1041 (1999).
- [476] A. Imhof, W. L. Vos, R. Sprik et A. Lagendijk. *Large dispersive effects near the band edges of photonic crystals*. Phys. Rev. Lett., **83**(15): 2942–2945 (1999).
- [477] H. Kosaka, T. Kawashima, A. Tomita, T. Sato et S. Kawakami. *Photonic-crystal spot-size converter*. Appl. Phys. Lett., **76**(13): 268–271 (2000).
- [478] M. Tokushima, H. Kosaka, A. Tomita et H. Yamada. *Lightwave propagation through a 120° sharply bent single-line-defect photonic crystal waveguide*. Appl. Phys. Lett., **76**(8): 952–955 (2000).
- [479] E. du Trémolet de Lacheisserie, réd. *Magnétisme; I Fondements, II Matériaux et Applications*. Coll. Grenoble Sciences (Presses Universitaires de Grenoble, 1999).
- [480] A. K. Zvezdin et V. A. Kotov. *Studies in Condensed Matter physics*, chapitre Modern Magneto-optics and Magneto-optical Materials (Institute of Physics Publishing Ltd, 1997).
- [481] C.-Y. You et S.-C. Shin. *Generalized analytic formulae for magneto-optical Kerr effects*. J. Appl. Phys., **84**: 541 (1998).
- [482] D. V. Labeke, A. Vial et D. Barchiesi. *Near-field theoretical study of a magneto-optical grating*. Ultramicroscopy, **61**: 51–55 (1995).
- [483] Y. Souche, M. Schlenker et A. D. Santos. *Non-specular magneto-optical Kerr effect*. J. Magn. Magn. Mater., **140–144**: 2179 (1995).
- [484] D. V. Labeke, A. Vial, V. A. Novosad, Y. Souche, M. Schlenker et A.-D. D. Santos. *Diffraction of light by a corrugated magnetic grating: experimental results and calculation using a perturbation approximation to the Rayleigh method*. Optics Commun., **124**: 519–528 (1996).
- [485] V. Kosobukin. *Theory of the magneto-optic Kerr effect in the near field*. Dans A. M. Paesler et J. P. Moyer, réds., *Near-Field Optics*, tome 2535, p. 9 (Proc. SPIE, 1995).
- [486] T. J. Silva et S. Schultz. *A scanning near-field optical microscope for the imaging of magnetic domains in reflection*. Rev. Sci. Instrum., **67**: 715 (1996).
- [487] P. Bertrand. *Microscopie optique en champ proche. Réponse optique à l'échelle submicronique*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, Paris, France (1999).

- [488] E. Betzig, J. K. Trautman, J. S. Weiner, T. D. Harris et R. Wolfe. *Polarization contrast in near-field scanning optical microscopy*. Appl. Opt., **31**(22): 4563–4568 (1992).
- [489] U. Hartmann. *High resolution magnetic imaging based on scanning probe techniques*. J. Magn. Magn. Mater., **157-158**: 545 (1996).
- [490] G. Eggers, A. Rosenberg, N. Held, A. Münnemann, G. Güntherodt et P. Fumagalli. *Scanning near-field magneto-optic microscopy: quantitative measurements of local Faraday effects*. Surface and Interface analysis, **25**: 483 (1997).
- [491] T. Lacoste, T. Huser et H. Heinzelmann. *Faraday-Rotation imaging by near-field optical microscopy*. Z. Phys. B, **104**: 183 (1997).
- [492] E. Betzig, J. K. Trautman, R. Wolfe, E. M. Gyorgy, P. L. Finn, M. H. Kryder et C. H. Chang. *Near-field magneto-optics and high density data storage*. Appl. Phys. Lett., **61**: 142 (1992).
- [493] C. Durkan, I. V. Shvets et J. C. Lodder. *Observation of magnetic domains using a reflection-mode scanning near-field optical microscope*. Appl. Phys. Lett., **70**(10): 1323–1325 (1997).
- [494] V. Kottler, N. Essaidi, N. Ronarch, C. Chappert et Y. Chen. *Dichroic imaging of magnetic domains with a scanning near-field optical microscope*. J. Magn. Magn. Mater., **165**: 398 (1997).
- [495] M. W. J. Prins, M. C. M. M. van der Wielen, D. L. Abraham, H. van Kempen et H. W. van Kesteren. *Magneto-optical Faraday effect probed in a scanning tunneling microscope*. IEEE Trans. Magn., **30**: 4491 (1994).
- [496] M. W. Prins, Groeneveld, D. L. Abraham et H. Van Kempen. *Near-field magneto-optical imaging in scanning tunneling microscopy*. Appl. Phys. Lett., **66**(9): 1141–1143 (1995).
- [497] R. Bruns et H. Raether. *Plasma resonance radiation from non radiative plasmons*. Zeitschrift für Physik, **237**: 98–106 (1970).
- [498] N. Richard, A. Dereux, T. David, E. Bourillot, J. P. Goudonnet, F. Scheurer, E. Beaurepaire et G. Garreau. *Magneto-optical effects in multilayers illuminated by total internal reflection*. Phys. Rev. B, **59**: 5936–5944 (1999).
- [499] T. J. Silva et A. B. Kos. *Dependence of contrast on probe/sample spacing with the magneto-optic Kerr effect scanning near-field optical microscope*. Dans *Near-Field Optics*, tome 2535, p. 2 (SPIE Proc., 1995).
- [500] B. D. Terris, H. J. Mamin et D. Rugar. *Near-field optical data storage*. Appl. Phys. Lett., **68**(2): 141–143 (1996).
- [501] S. M. Mansfield et G. S. Kino. *Solid immersion microscope*. Appl. Phys. Lett., **57**(24): 2615–2616 (1990).
- [502] A. Chekanov, M. Birukawa, Y. Itoh et T. Suzuki. *A high numerical aperture solid immersion lens magneto-optical recording system*. IEEE Trans. on Magnetics, **35**: 3100 (1999).
- [503] Y. Souche, M. Schlenker, R. Raphel et L. Alvarez-Prado. *Near-field optics and magnetism*. Dans F. P. Missell, éd., *Magnetism, Magnetic Materials and Their Applications; Materials Science Forum*, tome 302–303, pp. 105–114 (Trans. Tech. Publications Ltd., 1999).
- [504] S. Heinze, M. Bode, A. Kubetzka, O. Pietzsch, X. Nie, S. Blügel et R. Wiesendanger. *Real-space imaging or two-dimensional antiferromagnetism on the atomic scale*. Science, **288**: 1805–1808 (2000).
- [505] S. Amelinckx, D. V. Dick, J. V. Landuyt et G. V. Tendeloo, réds. *Handbook of Microscopy*, tome 1. Methods (VCH Science for the future, Weinheim, 1996).
- [506] E. D. Dahlberg et R. Proksch. *Magnetic microscopies: the new additions*. J. Magn. Magn. Mater., **200**: 720 (1999).
- [507] C. Colton, éd. *Procedures in Scanning Probe Microscopies* (Wiley & Sons, New York, the USA, 1998). Ce cours propose une description des méthodes lithographiques STM et AFM.
- [508] S. Allen, éd. *Photopolymerisation and photoimaging science and technology* (Elsevier Applied Science, London, UK, 1989).
- [509] O. J. F. Martin et C. Girard. *Controlling and tuning strong optical field gradients at the local probe microscope tip apex*. Appl. Phys. Lett., **70**: 705–707 (1997).
- [510] A. V. Bragas et O. E. Martinez. *Field-enhanced scanning optical microscope*. Opt. Lett., **25**: 631 (2000).

- [511] E. Durant. *Électrostatique* (Masson & Cie, Paris, France, 1966).
- [512] G. Krausch, S. Wegscheider, A. Kirsch, H. Bielefeldt, J. C. Meiners et J. Mlynek. *Near field microscopy and lithography with uncoated fiber tips: a comparison*. Optics Commun., **119**: 283–288 (1995).
- [513] A. Naber, H. Kock et H. Fuchs. *High-resolution lithography with near-field optical microscopy*. Scanning, **18**: 567–571 (1996).
- [514] J. A. Rogers, A. Dodabalapur, L. Bao et H. E. Katz. *Low-voltage 0.1 mm organic transistors and complementary inverter circuits fabricated with a low-cost form of near-field photolithography*. Appl. Phys. Lett., **75**: 1010–1012 (1999).
- [515] J. Aizenberg. *Imaging profiles of light in the near-field: applications to phase-shift photolithography*. Appl. Optics, **37**: 2145–2152 (1998).
- [516] L. P. Ghislain, V. B. Elings, K. B. Crozier, S. R. Manalis, S. C. Minne, K. Wilder, G. S. Kino et C. F. Quate. *Near-field photolithography with a solid immersion lens*. Appl. Phys. Lett., **74**: 501–503 (1999).
- [517] A. Castiaux, C. Girard, M. Spajer et S. Davy. *Near-field optical effects inside a photosensitive sample coupled with a SNOM tip*. Ultramicroscopy, **71**: 49–58 (1998).
- [518] S. Davy et M. Spajer. *Near field optics: snapshot of the field emitted by a nanosource using photosensitive polymer*. Appl. Phys. Lett., **69**: 3306–3308 (1996).
- [519] S. Bozhevolnyi. *Topographical artifacts and optical resolution in near-field optical microscopy*. J. Opt. Soc. Am. B, **14**(9): 2254–2259 (1997).
- [520] I. I. Smolyaninov, D. L. Mazzoni et C. C. Davis. *Near-field direct-write ultraviolet lithography and shear force microscopic studies of the lithographic process*. Appl. Phys. Lett., **67**: 3859–3861 (1995).
- [521] C. Ecoffet, A. Espanet et D. J. Lougnot. *Photopolymerisation by evanescent wave: A new method to obtain nanoparticles*. Adv. Mater., **10**: 411–415 (1998).
- [522] A. Espanet, C. Ecoffet et D. J. Lougnot. *Photopolymerization by evanescent waves. II. Revealing dramatic inhibiting effects of oxygen at submicrometer scale*. J. Polym. Sci. A: Polym. Chem., **37**(13): 2075–2085 (1999).
- [523] G. Wastiaux. *La microscopie optique moderne* (Lavoisier, Paris, France, 1994).
- [524] Y. Chen, F. Carsenac, C. Ecoffet, D. J. Lougnot et H. Launois. *Mold-assisted near-field optical lithography*. Microelec. Engin., **46**: 69–72 (1999).
- [525] S. Madsen, M. Müllenbom, K. Birkelund et F. Grey. *Optical near-field lithography on hydrogen-passivated silicon surfaces*. Appl. Phys. Lett., **69**: 544–546 (1996).
- [526] M. K. Herndon, R. T. Collins, R. E. Hollingsworth, P. R. Larson et M. B. Johnson. *Near-field scanning optical nanolithography using amorphous silicon photoresists*. Appl. Phys. Lett., **74**: 141–143 (1999).
- [527] R. Huber, M. Koch et J. Feldman. *Laser induced expansion of a scanning tunneling microscope tip measured with an atomic force microscope tip*. Appl. Phys. Lett., **68**: 868–870 (1996).
- [528] K. Lieberman, Y. Shani, I. Melnik, S. Yoffe et Y. Sharon. *Near-field optical photomask repair with a femtosecond laser*. J. Microscopy, **194**: 537–541 (1999).
- [529] G. Kaupp et A. Herrmann. *Positive submicron lithography using uncoated or far-field apertured SNOM tips on organic crystals*. Ultramicroscopy, **71**: 383–388 (1998).
- [530] D. Zeisel, S. Nettesheim, B. Dutoit et R. Zenobi. *Pulsed laser-induced desorption and optical imaging on a nanometer scale with scanning near-field microscopy using chemically etched fiber tips*. Appl. Phys. Lett., **68**(18): 2491–2492 (1996).
- [531] T. Shintani, K. Nakamura, S. Hosaka, A. Hirotsune, M. Terao, R. Imura, K. Fujita, M. Yoshida et S. Kämmer. *Phase change writing in a GeSbTe film with scanning near-field optical microscope*. Ultramicroscopy, **61**: 285–289 (1995).
- [532] S. Hosaka, T. Shintani, M. Miyamoto, A. Kikukawa, A. Hirotsune, M. Terao, M. Yoshida, K. Fujita et S. Kämmer. *Phase change optical recording using a scanning near-field optical microscope*. J. Appl. Phys., **79**(10): 8082–8086 (1996).
- [533] R. Kim, J.-H. Park et W. Jhe. *Near-field optical recording by reflection-mode near-field scanning optical microscope: Submicron-sized marks and their thermodynamic stability*. Jpn. J. Appl. Phys., **39**: 984–985 (2000).

- [534] J. P. Moyer, K. Walzer et M. Hietschold. *Modification of the optical properties of liquid crystals using near-field scanning optical microscopy*. Appl. Phys. Lett., **67**: 2129–2131 (1995).
- [535] S. Jiang, J. Ichihashi, H. Monobe et M. Fujihira. *Highly localized photochemical processes in LB films of photochromic material by using a photon scanning tunneling microscope*. Optics Commun., **106**(4,5,6): 173–177 (1994).
- [536] M. Hamano et M. Irie. *Rewritable near-field optical recording on photochromic thin films*. Jpn. J. Appl. Phys., **35**: 1764–1767 (1996).
- [537] J. Massanell, N. García, A. Correia, A. Zlatkin et M. Sharonov. *Writing on nanolines on a ferroelectric surface with a scanning near-field optical microscope*. Dans M. Nieto-Vesperinas et N. Garcia, réds., *Optics at the nanometer scale*, pp. 181–190 (1996).
- [538] C. Kittel. *Physique de l'état solide* (Bordas, Paris, France, 1983). Chap. 13.