



Félix Piédallu

Rapport de Projet de Fin d'Études

Caractérisation de pointes fibrées pour nano-pinces optiques et plasmoniques

FILIÈRE PNS 2015-2016

Au sein de l'équipe Nano-Optique et Forces

Sous la direction de Jochen FICK

Du 22 Février 2016 au 22 Juillet 2016



REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mon maître de stage, Jochen FICK, qui m'a donné l'opportunité d'effectuer mon projet de fin d'études au sein de l'équipe Nano-Optique et Forces à l'Institut Néel. Je remercie également Grenoble INP Phelma pour m'avoir permis d'obtenir, à travers mes études et ce stage, une formation scientifique de qualité. Enfin, je remercie l'ensemble des personnes avec qui j'ai pu, d'un point de vue professionnel et personnel, échanger lors de ce stage : Jean-François MOTTE et Gwénaëlle JULIE, avec qui j'ai pu travailler en salle blanche pour la réalisation des pointes métallisées, ainsi que les membres des équipes NOF et QNES que j'ai eu la chance de côtoyer : Aurélien DREZET, Guillaume BACHELIER, Herman SELLIER, Martin BERTHEL, Nicolas CHAUVET, Guillaume LAURENT, Maëliss ETHIS-DE-CORNY, Aline PHAM, Vincent MORICE et Vincent DELMAS.

Table des matières

| 1 | L'ex | L'expérience | | | |
|---------------------------------------|------|--------------------------|---|----|--|
| 1.1 Chemin optique et injection Laser | | | | | |
| | | 1.1.1 | Mesures dans l'air et dans l'eau | 6 | |
| | 1.2 | Positio | onnement des pointes fibrées | 7 | |
| | | 1.2.1 | Dérive du positionnement | 8 | |
| | 1.3 | Les ap | pareils de mesure et d'observation | 8 | |
| | | 1.3.1 | Microscope optique | 8 | |
| | | 1.3.2 | Mesure d'intensité | 9 | |
| | | 1.3.3 | Spectrométrie | 10 | |
| | 1.4 | L'élab | oration des pointes & des pointes métallisées | 10 | |
| | | 1.4.1 | Fabrication des pointes fibrées | 11 | |
| | | 1.4.2 | Fabrication des pointes métallisées | 11 | |
| | | 1.4.3 | Microscopie électronique à balayage (MEB) | 13 | |
| 2 | Car | actéris | sation des pointes | 14 | |
| | 2.1 | Mesur | e du profil d'émission | 14 | |
| | 2.2 | Variation de la distance | | | |
| | | 2.2.1 | Pointes sans métal | 15 | |
| | | 2.2.2 | Pointes métalliques | 16 | |
| | | 2.2.3 | Pointes de Bessel | 16 | |
| | 2.3 | Influer | nce de la polarisation incidente sur l'émission | 17 | |
| | | 2.3.1 | Pointes sans métal | 18 | |
| | | 2.3.2 | Pointes métallisées | 19 | |
| | | 2.3.3 | Pointes de Bessel | 20 | |
| | 2.4 | Transı | mission en spectre | 21 | |
| | | 2.4.1 | Normalisation | 21 | |
| | | 2.4.2 | Caractérisation en spectre des pointes | 21 | |
| Bi | ilan | | | 23 | |

Annexes 25

Table des figures

| 1 | Schéma de principe du piégeage optique dans le cas de faisceaux focalisé (gauche) et confiné (droite) | 3 |
|------|---|----|
| 1.1 | Schéma du banc optique expérimental | 5 |
| 1.2 | Cuve d'eau positionnée en-dessous des pointes fibrées | 6 |
| 1.3 | Schéma de mesure de la distance par interférence (a), et franges pour différentes distances fibre-miroir (b) | 7 |
| 1.4 | Dérive des moteurs Mechonics avant et après mise à la masse | 8 |
| 1.5 | Schéma de l'éclairage en sombre. Inserts : Images des pointes dans l'eau en champs clair (haut) et sombre (bas) | 9 |
| 1.6 | Spectre d'émission de la lumière blanche | 10 |
| 1.7 | Processus de gravure chimique des pointes fibrées | 11 |
| 1.8 | Dépôt de métal sur les pointes par évaporation thermique | 12 |
| 1.9 | Pointe métallisée avant et après découpe au FIB | 13 |
| 1.10 | Clichés MEB de pointes coupées au FIB | 13 |
| 2.1 | Schéma de scan des profils d'émission | 14 |
| 2.2 | Exemples de profils de transmission caractéristiques pour une bonne (a) et une mauvaise (b) pointes | 15 |
| 2.3 | Profils d'émission dans l'air (a,c) et évolution du waist avec la distance (b) | 15 |
| 2.4 | Émission d'une pointe métallique en fonction de la distance entre les pointes | 16 |
| 2.5 | Variation de l'émission d'une pointe de Bessel en fonction de la distance | 17 |
| 2.6 | Franges de Bessel en fonction de la distance | 17 |
| 2.7 | Rayon des franges de Bessel en fonction de la distance | 18 |
| 2.8 | Intensité calculée avec trois polarisations incidentes caractéristiques $[5]$ | 18 |
| 2.9 | Photo au microscope de deux pointes non métallisées, une en mauvais état (gauche) et en bon état (droite) | 18 |
| 2.10 | Influence de la polarisation sur la transmission de pointes non métallisées . | 19 |
| 2.11 | Pointe allongée (excentricité = $0,98$) | 19 |
| 2.12 | Profils d'émission en fonction de la polarisation incidente | 19 |
| 2.13 | Photo au microscope d'une pointe de Bessel | 20 |
| 2.14 | Profils d'émission en fonction de la polarisation incidente | 20 |
| 2.15 | Courbes de normalisation en intensité et en transmission | 21 |

Introduction

Les pinces optiques

Introduites en 1986 par A. Ashkin[1], les pinces optiques permettent de piéger et de manipuler, sans contact mécanique, des objets nanométriques. Cette particularité non destructive ni invasive les affirme comme un outil privilégié pour la manipulation et l'isolation de molécules et d'espèces biologiques.

Leur fonctionnement repose sur les forces d'interaction entre la matière et le rayonnement optique injecté par la pince. D'une part, la force de gradient attire les particules vers les maxima d'intensité lumineuse, permettant de les piéger au centre d'un faisceau, et proche de la source lumineuse. D'autre part, la force de diffusion pousse les particules dans le sens de propagation du faisceau. La conception d'une pince optique efficace et stable repose alors sur un bon équilibre entre ces deux forces.

Les pinces optiques classiques utilisent alors un faisceau laser gaussien fortement focalisé, afin de maximiser la force de gradient au point focal, et donc l'efficacité du piégeage. Mais depuis les années 2000, les pinces optiques fibrées semble une voie privilégiée pour le piégeage optique [2, 3]. Elles ne nécessitent pas de matériel optique encombrant et peuvent être intégrées et alignées facilement.

De telles pinces optiques utilisent comme source de faisceau des fibres gravées en pointes afin d'obtenir un faisceau collimaté, très concentré, et donc des gradients d'intensité lumineuse élevés.

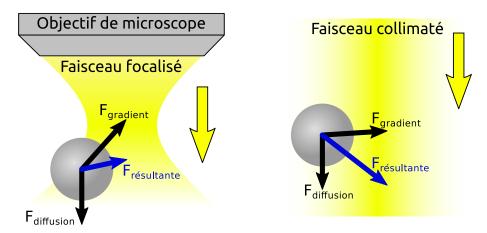


FIGURE 1 – Schéma de principe du piégeage optique dans le cas de faisceaux focalisé (gauche) et confiné (droite)

Contexte du stage

Le dispositif actuel de pince optique fibrée a été développé dans le cadre de la thèse de Jean-Baptiste Decombe[5]. Elle est composée de deux fibres optiques monomodes, gravées à une extrémité en pointe, ce qui permet d'obtenir un faisceau Gaussien de quelques microns de largeur. L'utilisation de deux pointes fibrées permet non seulement d'avoir un confinement transversalement au faisceau grâce à la force de gradient, mais aussi selon la direction du faisceau, lorsque les forces de diffusion des deux pointes se compensent.

Cette pince optique a permis un piégeage efficace de particules diélectriques sphériques, de tailles allant du micron à quelques 60nm de diamètre.

Le but de mon stage est alors de caractériser au mieux les pointes utilisées afin de connaître au mieux leur émission, spatialement et spectralement. Cela permettra notamment de connaître correctement les différents types de pointes et leurs applications possibles.

Dans une première partie, nous allons détailler l'ensemble du dispositif expérimental que j'ai utilisé durant mon stage, et le protocole d'élaboration des pointes fibrées. Ensuite, nous verrons les caractérisations en émission spatiales et spectrales que j'ai effectuées.

Chapitre 1

L'expérience

Dans cette partie, nous allons détailler le dispositif expérimental qui a été mis en place afin de caractériser au mieux les pointes fibrées.

Nous verrons d'abord l'ensemble de ce qui compose l'expérience, comme l'injection du laser, les appareils utilisés pour le positionnement des pointes, ainsi que les instruments de mesures qui ont été utilisés.

Enfin, nous aborderons le processus d'élaboration des pointes fibrées et des pointes métallisées.

1.1 Chemin optique et injection Laser

La figure 1.1 présente le banc optique et l'ensemble de ses éléments.

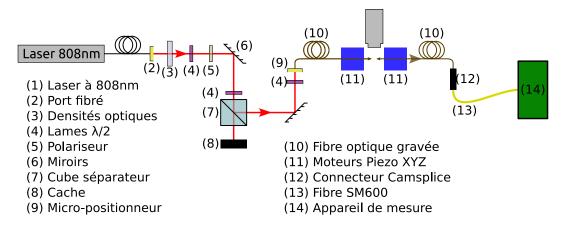


FIGURE 1.1 – Schéma du banc optique expérimental

1) La source de lumière utilisée pour les mesures de transmission est une diode Laser émettant à $\lambda = 808$ nm, ayant une puissance maximale de 250mW ¹. Cette diode est directement fibrée, ce qui permet l'injection d'un mode gaussien circulaire dans les fibres grâce au port fibré auto-aligné (2).

La longueur d'onde a été choisie dans l'optique de l'utilisation des pinces optiques : éloignée des bandes d'absorption de l'eau et des tissus biologiques, ainsi que du visible

^{1.} Lumics LU0808-M250

pour permettre le piégeage et la caractérisation de particules photo-luminescentes. Elle est aussi éloignée de la bande d'absorption de l'or qui est utilisé pour les pointes métallisées, tout en restant guidée par les fibre optiques utilisées pour fabriquer les pointes.

- 3) Les densités optiques permettent d'adapter la puissance transmise à volonté
- 4) et 5) Les lames $\lambda/2$ permettent, avec le polariseur, de fixer et moduler la polarisation injectée dans les fibres.
- 7) Le cube séparateur permet, avec un polariseur, de diviser le faisceau en deux et de régler la puissance des deux faisceaux sortants. Il est essentiellement utile pour injecter le laser dans deux pointes fibrées en même temps.
- 9) Le micro-positionneur manuel 1 permet, grâce à sa précision sub-micrométrique, d'aligner avec précision une fibre optique, pour y injecter le faisceau laser focalisé dans la fibre monomode, dont le mode est d'environ 4μ m.
- 10) Le processus de fabrication des pointes fibrées est détaillé dans la partie 1.4.
- 11) L'utilisation des moteurs piezoélectriques de positionnement des fibres est détaillé dans la partie 1.2.
- 12) et 13) Afin de limiter les manipulations d'alignement, ainsi que pour connecter directement des instruments de mesure fibrés, des connecteurs mécaniques ² sont utilisés pour connecter l'extrémité clivée des pointes optiques à des fibres clivées et connectorisées.

1.1.1 Mesures dans l'air et dans l'eau

Les mesures de transmission entre les pointes peuvent être effectuées dans l'air, mais aussi dans l'eau, afin de se rapprocher des conditions expérimentales de piégeage optique.

Un joint en caoutchouc, fixé sur une lame de verre et coupé en deux pour laisser passer les pointes fibrées, permet de former une cuve que l'on peut remplir de quelques gouttes d'eau. Cette cuve est recouverte d'une lamelle de verre afin de limiter l'évaporation. En effet, l'illumination par la lampe blanche d'observation au microscope est suffisamment focalisée pour chauffer le dispositif. La cuve est aussi mobile, et décorrélée du déplacement des pointes.



FIGURE 1.2 – Cuve d'eau positionnée en-dessous des pointes fibrées

^{1.} Thorlabs, MBT612D/M

^{2.} Corning CamSplice

1.2 Positionnement des pointes fibrées

Le positionnement des pointes est effectué grâce à deux jeux de moteurs piezoélectriques, chacun permettant un déplacement dans les trois directions.

Les moteurs piezoélectriques inertiels ¹ utilisent le mécanisme de "stick-and-slip", en jouant sur des coefficients de frottement statique et dynamique très différents entre plateau mobile et les moteurs piezo.

Un déplacement lent des piézos entraı̂ne alors le plateau ("stick"), mais un déplacement rapide laisse le plateau glisser, sans bouger ("slip")." La tension appliquée sur les éléments piezoélectriques aura alors une forme de dent de scie.

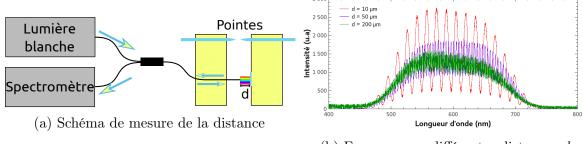
Avoir un plateau désolidarisé des éléments piezoélectriques permet d'avoir une gamme de déplacement très large (quelques cm), mais une précision faible (environ 30nm par pas). Ils permettent donc de positionner grossièrement les fibres l'une en face de l'autre

Les platines piezoélectriques 2 , à l'inverse, ont une résolution sub-nanométrique, un positionnement absolu et un champ de déplacement réduit à 50 μ m. Ils permettent alors d'aligner au mieux les pointes et d'effectuer des balayages afin d'étudier spatialement l'émission des pointes.

Sur chacun des jeux de moteurs piezoélectriques est fixé un support rainuré, sur lequel on peut alors fixer des fibres. Celles-ci sont fixées dans les rainures avec des plaquettes de téflon vissées sur le support. Ainsi, les fibres sont fixées parallèlement et peuvent être positionnées face à face précisément.

On peut rajouter une troisième fibre, clivée, sur un des supports, ainsi qu'un miroir sur l'autre support. La cavité de Fabri-Perrot ainsi créée permet, en injectant de la lumière blanche, de mesurer très précisément la distance relative des deux fibres : Les réfléxions interfèrent, créant ainsi des franges (fig. 1.3b). La transformée de Fourier de ce signal nous donne directement la distance d entre le miroir et la fibre clivée (fig. 1.3a).

Cette mesure permet alors d'asservir la distance relative entre les pointes, avec une précision de la dizaine de nm.



(b) Franges pour différentes distances d

FIGURE 1.3 – Schéma de mesure de la distance par interférence (a), et franges pour différentes distances fibre-miroir (b)

Cette méthode ne nous donnant que la distance relative entre les pointes, la méthode pour obtenir la distance absolue est de rapprocher lentement les pointes jusqu'à ce qu'elles se touchent. Le contact est alors facilement visible par microscope, lorsqu'un déplacement transversal d'une pointe entraîne l'autre pointe. Une approche soigneuse permet de ne pas abîmer les pointes et d'obtenir cette distance absolue avec une précision d'environ 50nm.

^{1.} Mechonics MS30

^{2.} Physik Instrumente PI P620

1.2.1 Dérive du positionnement

Malheureusement, les moteurs piezoélectriques Mechonics ne permettent pas un positionnement absolu, et ne sont pas asservis en position : une dérive peut alors apparaître.

Une faible dérive est sans impact, mais une vitesse de dérive jusqu'à 500 nm/minute a pu être observée pendant mon stage, ce qui empêche toute mesure correcte. En effet, les mesures effectuées consistent généralement en balayages de quelques microns de large, qui durent quelques minutes.

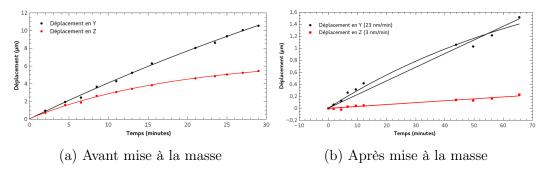


FIGURE 1.4 – Dérive des moteurs Mechonics avant et après mise à la masse

La dérive que nous avons pu mesurer suit une loi exponentielle, ce qui traduit une relâche mécanique des supports ou électrique au niveau du contrôleur des moteurs. Il a alors été décidé de connecter les moteurs piezoélectriques à la masse, ce qui a grandement réduit la dérive, jusqu'à 23nm/minute selon l'axe Y comme on peut le voir sur la figure 1.4b.

Néanmoins le problème de dérive reste : même avec la mise à la masse des moteurs piezoélectriques, une dérive importante est apparue quelques fois encore lors de la suite de mon stage.

1.3 Les appareils de mesure et d'observation

1.3.1 Microscope optique

Le processus d'alignement des pointes optiques nécessite une observation directe des pointes.

Ceci est permis par le microscope qui a été mis en place. Il est constitué d'un objectif de microscope corrigé à l'infini de grossissement x50 et d'ouverture numérique NA=0,55. Cet objectif admet une très longue distance de travail (13mm), ce qui nous permet de manipuler les fibres sans le déplacer, mais cela implique une très faible profondeur de champ de 900nm.

La caméra utilisée pour ce microscope utilise un capteur CMOS (Complementary Metal-Oxyde-Semiconductor), ce qui permet de réduire à volonté la taille de la fenêtre d'acquisition, pour augmenter la fréquence de capture.

Ce microscope permet alors l'obtention d'images de 2048×2048 pixels avec une résolution de 75nm/pixel, une profondeur de 16-bits et une fréquence de capture de 30 images par seconde.

^{1.} Mitutoyo

Observation en champs clair et sombre

Pour être observées au microscope optique, les pointes doivent être éclairées par une lumière blanche 1 .

La microscopie en champ clair, la méthode d'éclairement la plus communément utilisée, consiste à éclairer directement les pointes en permettant aux rayons directs d'être transmis à la caméra.

La microscope en champ sombre (fig. 1.5), à l'inverse, consiste à bloquer la lumière directe, afin de n'acquérir que les rayons diffusés ou déviés par les pointes. Celles-ci apparaîtront alors claires sur fond sombre. Cette méthode donne un contraste très élevé, surtout dans l'eau où on obtient en champ clair un très mauvais contraste du fait des indices très proches entre l'eau et la silice des pointes non métallisées.

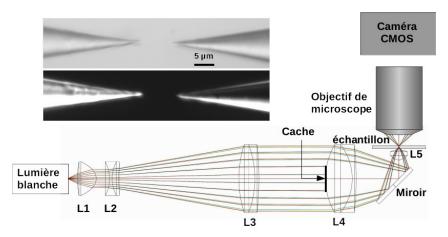


FIGURE 1.5 – Schéma de l'éclairage en sombre.

Inserts: Images des pointes dans l'eau en champs clair (haut) et sombre (bas)

1.3.2 Mesure d'intensité

L'essentiel des mesures effectuées lors de mon stage repose sur des mesures en intensité lumineuse. La plupart des appareils de mesure optique offrent un connecteur standardisé FC (Fiber Channel) afin de connecter une fibre optique.

Ainsi, nous relions les pointes fibrées à une fibre connectorisée grâce à un connecteur mécanique CamSplice comme décrit sur le schéma 1.1, puis à l'appareil de mesure.

Le détecteur à photodiode ² permet d'obtenir un signal de bonne qualité, étant réglable pour adapter l'échelle de mesure aux différentes conditions de mesure. Il est alimenté par deux piles 9V afin de s'affranchir du bruit à 50Hz du réseau secteur.

La diode à avalanche ³ est un détecteur beaucoup plus sensible, mais aussi beaucoup plus sujet à saturer. Son très faible niveau de détection l'indique comme l'appareil de mesure approprié pour de faibles intensités lumineuses. La diode est connectée à un compteur de coups dont la durée d'intégration est réglable en fonction de l'intensité lumineuse reçue par le détecteur.

Ces deux instruments de mesure sont connectés par une carte d'acquisition 4 connectée

- 1. Dicon LED
- 2. New Focus 2001
- 3. TODO référence
- 4. National Instruments DAQ BNC 2110 + TODO

en PCI à un ordinateur, sur lequel un logiciel LabView permet d'acquérir et traiter les données.

1.3.3 Spectrométrie

L'étude en spectre des pointes s'effectue en utilisant comme source lumineuse non plus le laser fibré à 808nm, mais une lampe blanche ¹, sur lequel est monté un connecteur de fibres FC. Le spectre d'émission de cette lampe est tracé sur la figure 1.6.

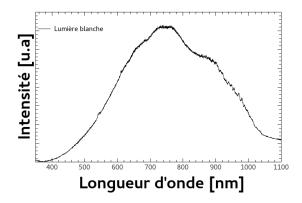


FIGURE 1.6 – Spectre d'émission de la lumière blanche

La mesure est effectuée grâce à un spectromètre ², couplé à une caméra EMCCD ³ très sensible et rapide. Le capteur est refroidi à -70°C afin de diminuer le bruit thermique.

Ce spectromètre permet d'effectuer des mesures entre 0 et 1400nm, avec une précision de $\pm 0, 25nm$. L'appareil permettant d'acquérir des spectre de 220nm de large, il est nécessaire de "recoller" les spectres afin d'obtenir un spectre complet, ce qui a pour risque de faire apparaître des artefacts. Il est alors nécessaire de vérifier tout phénomène qui semble apparaître aux points de recollement.

1.4 L'élaboration des pointes & des pointes métallisées

Les pointes fibrées sont l'élément central de la pince optique fibrée. Il est donc essentiel d'avoir un processus de fabrication permettant une qualité de pointes la meilleure possible, notamment du point de vue forme. De plus, une fabrication reproductible est essentielle, ce qui nécessite un processus correctement contrôlé.

Nous profitons d'un savoir-faire déjà présent à l'Institut Néel grâce à Jean-François Motte, qui l'a développé pour la réalisation de pointes adaptées à la microscopie optique à haute résolution, telle que le SNOM (Microscope optique à balayage en champ proche) et l'iSOM (Microscope optique à balayage interférentiel).

La proximité de la fabrication des pointes nous permet d'adapter le processus en fonction de nos besoins, notamment pour la fabrication de pointes métallisées comme nous allons le voir.

- 1. TODO référence
- 2. Princeton Instruments, Acton SP2150i
- 3. Princeton Instruments, ProEM 16002

1.4.1 Fabrication des pointes fibrées

La fibre optique utilisée pour la fabrication des pointes est une fibre monomode entre 630nm et 800nm à saut d'indice 1 . Le cœur de la fibre est en silice pure, a un indice de 1.46 et un diamètre de $3,5\mu m$. La lumière est guidée dans ce cœur par la gaine optique d'indice de réfraction légèrement plus faible, tandis qu'une gaine plastique mécanique protège la fibre et la rend flexible.

Différents processus existent pour la réalisation de fibres optiques effilées, notamment des processus d'étirage et de polissage mécaniques, mais aussi de gravure chimique.

Cette dernière méthode, qui est maîtrisée à l'Institut Néel, permet d'obtenir des pointes d'angle assez grand et constant; en outre, elle ne modifie pas les caractéristiques du cœur de la fibre, contrairement aux processus d'étirage mécanique. Néanmoins, la forme de la fibre n'est pas toujours conique mais souvent aplatie, ce qui peut parfois poser problème pour la fabrication de pointes métalliques comme nous pourrons le voir.

La fibre optique est immergée dans une solution d'acide fluorhydrique (HF à 40%). Cet acide dissout très facilement la silice, mais n'attaque pas la gaine plastique qui l'entoure. Ainsi, un ménisque concave se forme sur les parois de la gaine. Ce ménisque remonte au fur et à mesure que la pointe devient conique, jusqu'à obtenir une pointe effilée comme on peut le voir sur la figure 1.7.

Ce processus permet d'obtenir une pointe dont l'extrémité se trouve sur l'axe de la fibre et a un diamètre d'environ 60nm; L'angle du cône ainsi formé est constant, d'environ 15°.

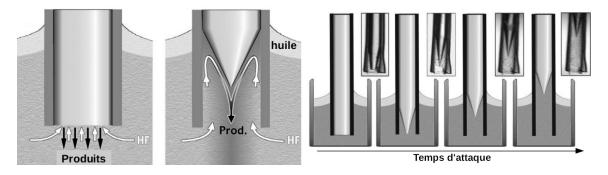


FIGURE 1.7 – Processus de gravure chimique des pointes fibrées

La manipulation d'acide fluorhydrique nécessite de nombreuses précautions, en raison de sa forte toxicité. C'est pourquoi le bain d'acide est recouvert d'une couche d'huile de silicone, afin d'empêcher des vapeurs d'acide fluorhydrique de se former.

1.4.2 Fabrication des pointes métallisées

Les pointes que nous avons ainsi obtenues peuvent être utilisées directement, ou être métallisées afin d'obtenir une pointe d'ouverture très petite. Pour cela nous recouvrons intégralement la pointe de métal, puis nous ouvrons son extrémité grâce à un faisceau d'ions focalisé.

^{1.} Nufern S630-HP

Métallisation des pointes

Les pointes sont métallisées par évaporation thermique. Elles sont d'abord recouvertes d'une fine couche d'accroche de Titane (Ti) de quelques nanomètres, sur lequel on dépose la couche d'or (Au) dont l'épaisseur peut varier entre 40nm et 150nm.

La chambre d'évaporation est placée sous un vide de l'ordre de 10^{-7} mbar; le métal à déposer est chauffé dans un creuset par effet Joule et se recondense sur les pointes placées au-dessus (fig. 1.8).

Afin d'obtenir une couche uniforme de métal, les pointes sont tournées à vitesse constante. L'épaisseur déposée peut être finement contrôlée à l'aide d'une balance à quartz.

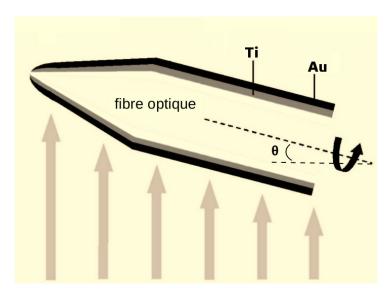


FIGURE 1.8 – Dépôt de métal sur les pointes par évaporation thermique

Il faut néanmoins faire attention à ne pas déposer une épaisseur trop faible d'or. En effet, l'épaisseur de la couche déposée est variable et peut localement s'approcher de l'épaisseur de peau de l'or, qui est d'environ 14nm dans l'infrarouge proche. Au-deçà de 50nm, on peut obtenir une pointe partiellement transparente à la lumière, et donc inutilisable.

Découpe de l'extrémité des pointes

L'extrémité des pointes métallisées est alors complètement recouverte d'or. Nous utilisons alors le FIB (Faisceau d'ions focalisé) afin d'ouvrir cette extrémité (fig. 1.9).

Les pointes sont placées dans un MEB sous ultra-vide, à 90° du faisceau d'ions. L'utilisation en parallèle du MEB et du FIB permet de contrôler en temps réel la découpe de la pointe, on peut donc obtenir une ouverture de la taille précise voulue.

Cette méthode permet d'obtenir une ouverture plane dont la taille peut être contrôlée avec une précision nanométrique.

On peut remarquer sur la figure 1.9 que l'ouverture de la pointe n'est pas circulaire mais très allongée (de grand et petit axes $200 \text{nm} \times 40 \text{nm}$). En effet le processus de gravure chimique n'a pas permis d'obtenir une pointe conique mais plutôt aplatie.

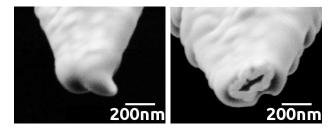


FIGURE 1.9 – Pointe métallisée avant et après découpe au FIB

1.4.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage MEB ¹ permet d'obtenir des clichés de qualité des pointes fabriquées. Il permet notamment de contrôler leur état, de mesurer l'angle de la pointe et, essentiellement, de mesurer la taille de l'ouverture des pointes métallisées.

L'excentricité de l'apex d'une pointe de grand axe a et petit axe b est définie par

$$e = \frac{\sqrt{a^2 - b^2}}{a}$$

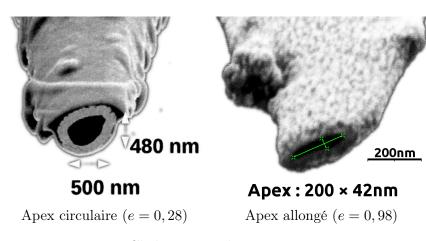


FIGURE 1.10 – Clichés MEB de pointes coupées au FIB

Nous avons donc vu dans cette partie les différents éléments constituant le dispositif expérimental :

Le chemin optique, tout d'abord, qui permet d'injecter dans les pointes fibrées un faisceau gaussien, d'intensité et de polarisation contrôlées,

Le positionnement des pointes qui est effectué par deux jeux de moteurs piezoélectriques qui permettent d'effectuer des scans avec des déplacement nanométriques,

Les pointes fibrées, ainsi que le processus d'élaboration des pointes, nues et métallisées,

Les appareils de mesure, qui permettent d'effectuer des mesure en intensité grâce à la photodiode et à la diode à avalanche très sensible, d'une part, et des mesures de spectroscopie d'autre part.

 $^{1. \} Zeiss \ Ultra+$

Chapitre 2

Caractérisation des pointes

Nous allons détailler dans ce chapitre les différentes méthodes de caractérisation des pointes, afin de mettre en valeur les propriétés des différentes pointes qui ont été étudiées.

Dans un premier temps nous allons observer l'émission des pointes en fonction de la polarisation de la lumière injectée dans la fibre.

Ensuite, nous allons mesurer l'évolution de la transmission des pointes en fonction de la distance entre la pointe émettrice et la pointe de mesure. Ceci nous permettra de comprendre la structure du spot émis, et d'en conclure sur leur utilisabilité dans le cadre des nano-pinces optiques.

Enfin, nous allons étudier le spectre de transmission d'une telle pince, afin de mettre en valeur la transmission des différents éléments de la pince optique.

2.1 Mesure du profil d'émission

La mesure du profil spatial d'émission des pointes est permise, comme nous l'avions vu dans la première partie, par les platines piezoélectriques ¹, grâce à leur déplacement sub-nanométrique et leur positionnement absolu.

On utilise alors une pointe dont l'ouverture numérique est déjà connue, que l'on aligne devant la pointe dont on veut mesurer l'émission, et on la déplace tout en mesurant l'intensité reçue.



FIGURE 2.1 – Schéma de scan des profils d'émission

Il est à noter que le profil en transmission mesuré correspond à la convolution entre la pointe émettrice et la pointe réceptrice. La taille du spot mesurée doit alors être corrigée, et la largeur du faisceau, aussi appelée waist, est donnée par :

$$w = \sqrt{\tilde{w}^2 - w_0^2}$$

où \tilde{w} est le waist mesuré et w_0 l'ouverture optique de la fibre de mesure.

Le waist de deux fibres identique est obtenu à partir de w_{min} , le waist minimal, mesuré avec les pointes au plus proche : $w_0 = w_{min}/\sqrt{2}$.

^{1.} Physik Instrumente PI P620

2.2 Variation de la distance

Une caractéristique importante des pointes est l'évolution du spot d'émission en fonction de la distance. En effet, cela détermine directement les performance du piégeage optique en fonction de la distance entre les pointes qui forment la pince optique.

Pour cela, nous mesurons les profils d'émission des pointes, en éloignant la pointe de mesure de la pointe émettrice. Nous obtenons alors des spots gaussiens, dont la largeur évolue en fonction de la distance.

Dans un premier temps, nous avons caractérisé les pointes dans l'air, puis dans l'eau afin de se rapprocher des conditions expérimentales des pinces optiques.

2.2.1 Pointes sans métal

On peut facilement reconnaître des fibres de bonne et mauvaise qualité : une pointe correcte présente un spot d'émission gaussien, quelle que soit la distance de mesure. La figure 2.2 présente des exemples de scans caractéristiques.

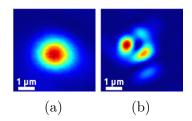


FIGURE 2.2 – Exemples de profils de transmission caractéristiques pour une bonne (a) et une mauvaise (b) pointes

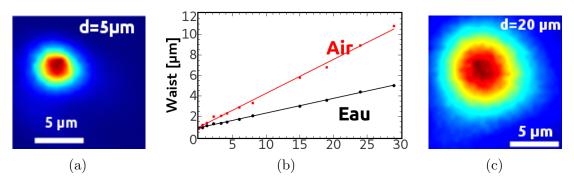


FIGURE 2.3 – Profils d'émission dans l'air (a,c) et évolution du waist avec la distance (b)

La largeur des spots évolue linéairement avec la distance dans l'air et dans l'eau, avec une largeur au contact autour de nm dans les deux milieux. On obtient l'angle d'émission de la pointe à partir de la pente du waist : $\theta_{\text{émission}} = \arctan(\text{pente})$, et l'ouverture numérique de la pointe est définie par :

$$N.A = n\sin(\frac{\theta}{2})$$

où θ est l'angle total du cône d'émission.

Dans l'air, la pente du waist est de 0.33, on trouve un angle d'émission de 18.3°, qui donne une ouverture numérique de 0,16.

Dans l'eau, le saut d'indice entre la fibre (n=1,45) et l'eau (1,33) beaucoup étant moins important qu'avec l'air (n=1), le faisceau diverge beaucoup moins : on obtient un angle d'émission de 7.8° et une ouverture numérique de 0,09.

Enfin, l'amplitude de l'intensité lumineuse transmise évolue selon $\frac{1}{\sqrt{\text{distance}}}$: en effet le flux total transmis entre les deux pointes reste constant tandis que la surface de transmission évolue quadratiquement.

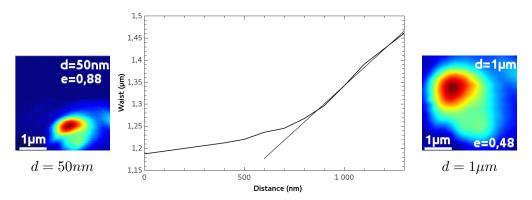
Il est à noter que cette intensité est trois fois plus importante dans l'eau que dans l'air : cela implique un facteur $\sqrt{3}$ en puissance, comme cela avait déjà été constaté [5].

2.2.2 Pointes métalliques

Nous avons alors fait la même étude pour des pointes métalliques. Ici nous avons pris une pointe la plus circulaire possible, pour limiter l'impact de la polarisation incidente sur l'émission que nous verrons dans la partie suivante (2.3).

La figure 2.4 présente les scans effectués dans l'air à très faible distance (d = 50nm) et à distance plus élevée $(d = 1\mu m)$ ainsi que la courbe d'évolution de la largeur du spot.

On remarque tout d'abord que le spot, à faible distance, est de forme elliptique : on retrouve la forme de l'apex de la pointe métallique utilisée. En s'éloignant de la pointe, le spot devient progressivement circulaire.



Évolution du waist avec la distance

FIGURE 2.4 – Émission d'une pointe métallique en fonction de la distance entre les pointes

Enfin, nous avons à faible distance une évolution quadratique, puis une évolution linéaire au-delà de 800nm.

2.2.3 Pointes de Bessel

Enfin, nous avons étudié l'évolution de l'émission d'une pointe de Bessel en fonction de la distance.

Compte tenu de la structure du faisceau de Bessel (ref chapitre 1), nous attendons une divergence très lente du spot avec la distance. C'est pourquoi, contrairement aux pointes métalliques pour lequelles nous n'avons pas dépassé quelques microns de distance de mesure, nous sommes allés jusqu'à $220\mu m$ pour les pointes de Bessel.

On constate en effet sur la figure 2.5 que le spot évolue linéairement très peu sur $200\mu m$. On obtient un angle d'ouverture autour de 0.47° . Cela promet un piégeage très efficace sur

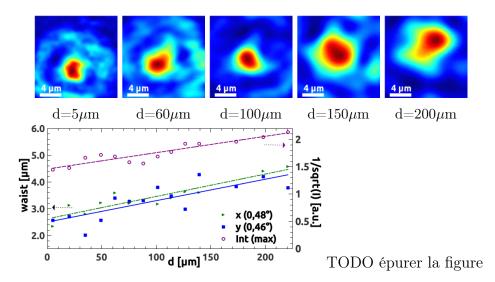


FIGURE 2.5 – Variation de l'émission d'une pointe de Bessel en fonction de la distance

de grandes distances.

Paradoxalement, l'intensité transmise dans le spot n'est pas constante : elle évolue selon $\frac{1}{\sqrt{\text{distance}}}$ comme pour des pointes classiques. TODO explication

En effet, pour obtenir une intensité constante, il faudrait que les plans d'onde formant le faisceau de Bessel soient infinis, ce qui est en pratique impossible.

Franges d'émission des pointes de Bessel

Une autre façon d'étudier est d'observer les franges du faisceau de Bessel. Or l'amplitude de ces franges est extrêmement faible face à celle du spot central. Pour cela, nous imposons alors à notre mesure d'être saturée au niveau du spot, pour observer facilement les franges. La figure 2.6 présente de telles mesures, et nous pouvons voir le déplacement des franges

Un outil numérique nous permet enfin de mesurer le rayon des franges. La figure 2.7 présente l'évolution du rayon d'une des franges observables.

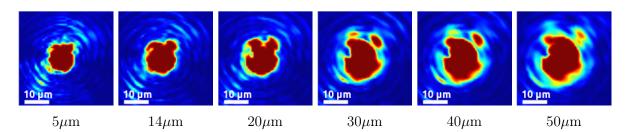


FIGURE 2.6 – Franges de Bessel en fonction de la distance

La frange se déplace alors selon un angle de $8.5\mu m$, ce qui est beaucoup plus grand que l'angle de divergence du spot central.

2.3 Influence de la polarisation incidente sur l'émission

Il avait été vu dans de précédentes études que la transmission des pointes métallisées dépendait fortement de la polarisation de la lumière incidente [5]. Notamment, cette

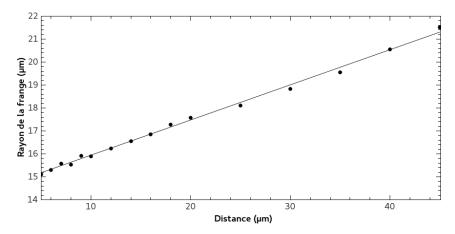


FIGURE 2.7 – Rayon des franges de Bessel en fonction de la distance

dépendance doit se retrouver exclusivement pour des apex elliptiques. Les modélisations qui avaient été effectuées peuvent être retrouvées dans la figure 2.8.

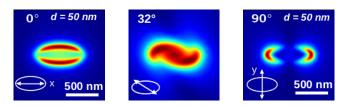


FIGURE 2.8 – Intensité calculée avec trois polarisations incidentes caractéristiques [5]

2.3.1 Pointes sans métal

Nous avons d'abord décidé de vérifier que les pointes non métallisées n'ont pas de dépendance en polarisation.

La figure 2.10 présente les profils d'émission d'une pointe non métallisée à deux polarisations incidentes orthogonales. On constate facilement que la polarisation de la lumière incidente n'a pas d'impact sur l'émission : seule une petite variation d'intensité traduit les irrégularités des pointes utilisées.

Ce résultat nous permet notamment de nous assurer de la validité des prochaines mesures : (TODO trouver une formulation)

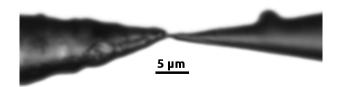


FIGURE 2.9 – Photo au microscope de deux pointes non métallisées, une en mauvais état (gauche) et en bon état (droite)

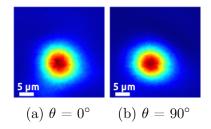
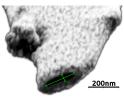


FIGURE 2.10 – Influence de la polarisation sur la transmission de pointes non métallisées

2.3.2 Pointes métallisées

Nous avons donc ensuite observé l'effet de la polarisation de la lumière incidente sur l'émission d'une pointe métallisée. Nous avons utilisé une fibre non métallisée pour mesurer le profil d'émission d'une pointe métallisée, afin de ne mesurer qu'un effet dû à cette pointe métallisée.

La figure 2.12 présente les résultats obtenus avec une pointe très allongée (fig. 2.11), dans l'air, avec une distance entre les pointes de l'ordre du micron.



Apex: 200 × 42nm

FIGURE 2.11 – Pointe allongée (excentricité = 0, 98)

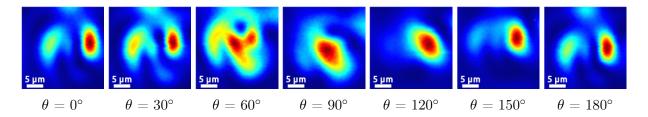


FIGURE 2.12 – Profils d'émission en fonction de la polarisation incidente

On peut tout d'abord noter que les spots semblent beaucoup plus larges ($\sim 4\mu m$) que l'apex de la pointe métallisée, qui est de l'ordre de 200nm. Nous mesurons en effet, comme nous l'avons vu dans la première partie (TODO), la convolution entre la fibre émettrice et réceptrice ; La fibre réceptrice, non métallisée, a une grande ouverture optique, ce qui donne de telles mesures.

Enfin, on remarque bien une dépendance en polarisation telle qu'on l'attendait : pour $\theta = 0^{\circ}$, il apparaît deux spots assez éloignés, la lumière incidente est alors polarisée selon le petit axe de la pointe métallisée ; tandis que pour $\theta = 90^{\circ}$, on ne peut distinguer qu'un seul lobe : on ne distingue pas les deux spots prévus par la simulation.

Ces mesures nous permettent notamment de conclure que le grand axe de notre pointe métallisée est orienté horizontalement selon les profils d'émission.

2.3.3 Pointes de Bessel

Nous avons effectué les mêmes mesures avec une pointe de Bessel. Nous attendons le même résultat que pour les fibres non métallisées : pas, ou très peu, de dépendance en polarisation incidente.

TODO rapide explication théorique ?

Nous avons alors utilisé une fibre non métallisée pour étudier l'émission, dans l'air, d'une pointe de Bessel. On constate bien sur la figure 2.14 que la polarisation n'a pas d'incidence sur l'émission mesurée, cela confirme nos attentes.



FIGURE 2.13 – Photo au microscope d'une pointe de Bessel

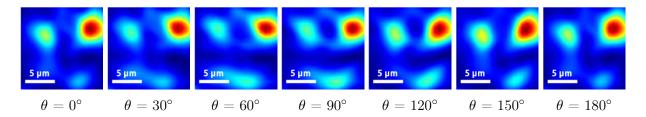


FIGURE 2.14 – Profils d'émission en fonction de la polarisation incidente

2.4 Transmission en spectre

Nous avons jusqu'ici étudié le profil spatial d'émission des pointes, pour les pointes non métallisées, métallisées et les pointes de Bessel.

Un autre axe d'étude du dispositif consiste à mesurer la transmission des pointes. Dans cette partie, nous nous intéresserons donc aux mesures en émission et transmission des différents types de pointes.

2.4.1 Normalisation

Dans un premier temps, il s'agit de "faire le blanc" en éliminant les contributions au spectre de la lumière blanche, des fibres et des connecteurs de fibres CamSplice.

La figure 2.15 présente ces résultats. Les courbes de gauche représentent les intensités mesurées avec la lampe blanche dirigée vers le spectromètre, puis lorsqu'on les connecte avec la fibre SM600, et enfin on connecte la fibre S630-HP entre deux fibres SM600.

Cette dernière configuration est, à l'exception des pointes elles-mêmes, équivalente à la configuration que nous utilisons pour mesurer la transmission des pointes. Elle nous servira donc de normalisation pour nos mesures suivantes.

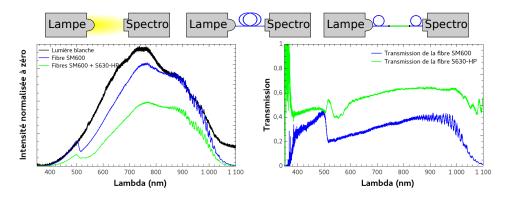


FIGURE 2.15 – Courbes de normalisation en intensité et en transmission

Ces mesures nous permettent aussi de constater qu'entre 600nm et 850nm, la transmission de notre dispositif reste stable.

2.4.2 Caractérisation en spectre des pointes

Nous avons donc effectué des mesures de transmission pour deux fibres non métallisées, puis pour une fibre métallisée émettant vers une fibre non métallisée. Pour chaque fibre, nous avons mesuré la transmission dans l'air et dans l'eau.

Nous nous attendons à

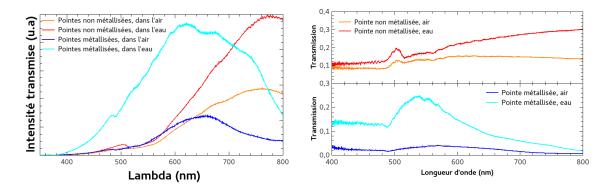


FIGURE 2.16 – Transmission des pointes nues et métallisées, dans l'eau et dans l'air

Bilan

Bibliographie

- [1] A. Ashkin, J. M. Dziedzic, J. E. Bjorkholm, and S. Chu. Observation of a single-beam gradient force optical trap for dielectric particles. Opt. Lett., 1986.
- [2] K. Taguchi, K. Atsuta, T. Nakata, and M. Ikeda. Single laser beam fiber optic trap. Opt. Quantum Electron, 2001.
- [3] R. S. Taylor and C. Hnatovsky. Particle trapping in 3-D using a single fiber probe with an annular light distribution. Opt. Express, 2003.
- [4] Page de l'équipe NOF. http://neel.cnrs.fr/spip.php?rubrique1120.
- [5] Jean-Baptiste Decombe. Développement et application d'une pince optique à fibres nano-structurées. PhD thesis, https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01254352, 2015.

