



**HAL**  
open science

# Micro et nano-antennes adaptées à la microscopie champ proche et à l'imagerie haute résolution

A. Fahys

► **To cite this version:**

A. Fahys. Micro et nano-antennes adaptées à la microscopie champ proche et à l'imagerie haute résolution. Physique Atomique [physics.atom-ph]. Université de Franche-Comté, 2007. Français. NNT: . tel-00260097

**HAL Id: tel-00260097**

**<https://theses.hal.science/tel-00260097>**

Submitted on 3 Mar 2008

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

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

# THÈSE

Présentée à Besançon

Pour obtenir le

**GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ  
DE FRANCHE COMTÉ**  
Spécialité Sciences Pour l'Ingénieur

**Micro et nano-antennes adaptées à  
la microscopie champ proche et à  
l'imagerie haute résolution**

Par

**Audrey FAHYS**

Soutenue le 7 décembre 2007 devant la commission d'examen :

<b>Rapporteurs</b>	Samuel GRÉSILLON Maître de Conférence, HDR, Université Pierre et Marie Curie (Paris VI) Serge HUANT Directeur de Recherche CNRS, Université Joseph Fourier (Grenoble I)
<b>Examineurs</b>	Frédérique de FORNEL Directeur de Recherche CNRS, Université de Bourgogne (Dijon) Hervé MAILLOTTE Directeur de Recherche CNRS, Université de Franche Comté (Besançon) Daniel COURJON Directeur de Recherche CNRS, Université de Franche Comté (Besançon)





*Tout le monde ici savait que c'était impossible  
Il est venu un imbécile qui ne le savait pas et il l'a fait.  
Marcel Pagnol*

## Remerciements

Ce travail de recherche a été mené au sein du département d'Optique P.-M. Duffieux de l'institut FEMTO-ST (UMR 6174 CNRS) et de l'Université de Franche-Comté.

Je tiens tout d'abord à remercier chacun des membres du jury qui ont gentiment accepté d'estimer mes travaux. Je remercie plus particulièrement Serge Huant et Samuel Grésillon d'avoir rapporté mes travaux ainsi que Frédérique de Fornel. Je veux également ne pas oublier Hervé Maillotte qui m'a permis de mener à bien ces travaux au sein de son département.

Je n'oublie pas Daniel Courjon et je le remercie pour l'autonomie et la confiance qu'il m'a montré au cours de ces années.

La recherche et en particulier la thèse est pour moi quelque chose qui ne peut voir le jour que parce qu'il est le fruit d'un travail de toute une équipe, je tiens donc à exprimer ma gratitude envers toutes ces personnes qui m'ont accompagnées dans ce projet. Merci Denis, Jacques, Roland, Jean-Yves, vos petites mains et grandes idées sont essentielles... Merci Claudine pour tous tes conseils éclairés... Merci Brahim pour ces longues discussions et merci Maria pour tes encouragements... Merci Eric pour ton encadrement doctoral d'un autre genre pour atteindre d'autres sommets... Merci Valérie pour les coups de pouce administratifs précieux.

Et puis il y a ceux qui comptent tout autant parce qu'ils ont partagés pendant un temps le même labo, les mêmes couloirs, les mêmes bureaux : Yannick, Jean-Charles, Armand, Mica, Kiki, Ludo, Matth', Julien, Davy, Thierry, Emile, Miguel, Rémy, Virginie, Fred, Saïd...

Et pour égayer le chemin parfois tortueux je ne pourrais omettre les mémorables soirées partagées avec vous les filles : Nad', Gé, Soph', Sèv', Anne, Nadège M, et celles partagées avec la bande de potes : Thib', Ben, Sandrine & Zou, Ju & Arno, Laurence & Fab', Gaëlle & Cyril, Valérie & Matthieu, Mathilde & Gilles, Véro, Andrei, Julien, Paul, Yannick ... merci à tous pour tout ces merveilleux moments, qu'ils soient encore nombreux dans l'avenir...

Ceux sans qui je ne serais pas où j'en suis : Adeline qui m'a aidé à grandir, à me connaître, celle qui a partagé beaucoup depuis longtemps et pour longtemps encore. ToF pour les longues discussions tantôt professionnelles, tantôt personnelles... le partage pour garder courage et envie...

A ma famille aussi, parce que sans eux je ne serais certainement pas ce que je suis. Merci Doudou, le chemin est parfois semé d'embûches, mais il est toujours intéressant de le parcourir. Merci Mam', je suis fière de te ressembler, la persévérance et l'entêtement ont souvent du bon ! Merci Papounet, parce que sans toi rien n'aurait été possible... En conclusion : les chiens font pas des chats!!!

Enfin, je garde le meilleur pour celui qui supporte jours après jours mes humeurs, mon caractère, mes peines et mes joies. Qui m'a porté et me porte à bout de bras tous les jours. Celui qui n'aurait pas été si il n'y avait pas eu de thèse, mais aussi celui sans qui cette thèse n'aurait pas pu exister. A mon Ange, ma "Bonne Nouvelle" Alexis.



*I'm the antenna  
Catching vibration  
You're the transmitter  
Give information !*

*Wir richten Antennen ins Firmament  
(We are aiming antenna to the sky)  
Empfangen die Töne die Niemand kennt  
(Receiving tones no one knows)*

*I'm the transmitter  
I give information  
You're the antenna  
Catching vibration*

*Es Strahlen die Sender Bild, Ton und Wort  
(The transmitters send image, sound and speech)  
Elektromagnetisch an jeden Ort  
(Electromagnetically to every town)*

*I'm the antenna  
Catching vibration  
You're the transmitter  
Give information !*

*Radio Sender und Horer sind wir  
(We're radio transmitters and receivers)  
Spielen im Aether das Wellenklavier  
(Playing the waves-keyboard in the Ether)*

*I'm the antenna catching vibration  
You're the transmitter give information !  
I'm the transmitter I give information  
You're the antenna catching vibration*

Antenna by Kraftwerk



## Table des matières

Remerciements	3
Principales Notations	9
Introduction	11
<b>partie 1. Microscopie Optique en Champ Proche, Antennes / Ondes Électromagnétiques et Supraconductivité : Positionnement du Travail</b>	<b>13</b>
Chapitre 1. Microscopie optique en champ proche	15
1. La microscopie classique et la limite de résolution optique	15
2. Les microscopies optiques en champ proche	19
3. Les faisceaux lumineux	25
4. Les sondes	33
5. Conclusion	36
Chapitre 2. Antennes et ondes électromagnétiques : liaisons avec l'optique	39
1. Les antennes et les ondes électromagnétiques	39
2. Domaine des ondes radio et des micro-ondes	41
3. Domaine des ondes TéraHertz et Infra-Rouge	44
4. Domaine des ondes optiques visibles	46
5. Conclusion	48
<b>partie 2. Conception et Réalisation d'une Nano-Antenne à l'Extrémité d'une Sonde</b>	<b>49</b>
Chapitre 3. Fabrication d'une nano-antenne à l'extrémité d'une sonde	51
1. Les méthodes de fabrication des sondes	51
2. La pointe axicon	55
3. La nano-antenne annulaire	62
4. Conclusion	71
<b>partie 3. Dispositif de Caractérisation et Traitement Expérimental</b>	<b>73</b>
Chapitre 4. Éléments essentiels du montage de caractérisation	75
1. L'éclairage	75

2. La tête de microscope	81
3. Le montage dans sa globalité	85
4. Conclusion	87
Chapitre 5. Caractérisation et utilisation d'un nouveau type de sonde	89
1. La caractérisation des antennes	89
2. L'utilisation en champ proche optique des sondes à nano-antennes	104
3. Conclusion	107
Conclusion Générale et Perspectives	113
Annexe A. Les métamatériaux	115
Annexe B. Notions de supraconductivité	117
1. Théorie BCS	118
2. Les SQUIDs	120
Bibliographie	127
Annexe. Bibliographie	127
Annexe. Lexique / Liste des Acronymes	139
Table des figures	141
Liste des tableaux	145
Annexe. Index	147

## Principales Notations

- $\vec{A}$  : potentiel vecteur  
 $\alpha$  : demi-angle d'ouverture  
 $c$  : célérité  
 $D$  : diamètre  
 $d$  : distance  
 $\delta$  : différence de phase  
 $\Delta x$  : largeur  
 $\Delta p_x$  : projection sur l'axe x du moment d'un photon  
 $\vec{E}$  : vecteur champ électrique  
 $E$  : scalaire du champ électrique  
 $e$  : charge élémentaire  
 $\vec{e}_r, \vec{e}_\theta$  : coordonnées polaires  
 $F$  : facteur d'atténuation  
 $F(r)$  : fonction radiale  
 $F_0$  : quantum de flux  
 $\phi$  : flux  
 $\phi_0$  : quantum de flux  
 $\vec{H}$  : vecteur champ magnétique  
 $H$  : scalaire du champ magnétique  
 $h$  : hauteur  
 $h$  : constante de planck  
 $\hbar$  :  $h/2\pi$   
 $I$  : intensité  
 $I_c$  : courant critique  
 $i, r, t$  : incident, réfléchi, transmis  
 $\overleftrightarrow{I}$  : tenseur unité  
 $J$  : courant  
 $J_0$  : fonction de Bessel de première espèce d'ordre 0  
 $J_n$  : fonction de Bessel de première espèce d'ordre n  
 $\vec{k}$  : vecteur d'onde  
 $\lambda$  : longueur d'onde  
 $\lambda_p$  : longueur de pénétration du champ magnétique

$\delta\lambda$  : écart spectral

$n$  : indice optique du milieu

$\vec{P}$  : vecteur polarisation

$\psi_n$  : Amplitude pour trouver l'électron dans l'espace  $n$ , fonction d'onde

$q$  : unité quantique

$q_{inc}$  : projection du vecteur d'onde du champ incident

$\rho_n$  : densité d'électrons

$t$  : temps

$T_C$  : température critique

$\theta_n$  : phase du côté  $n$

$U_n$  : Energie d'une particule dans l'état  $n$

$V$  : potentiel

$v$  : tension d'accélération

$\omega$  : pulsation

$z_p$  : profondeur de pénétration

## Introduction

La fin du  $XX^{\text{ème}}$  et le début du  $XXI^{\text{ème}}$  siècle ont été et sont fortement marqués par l'avènement des nanotechnologies et par la volonté de conquête de l'infiniment petit. Afin de pouvoir atteindre cette échelle, il est indispensable de disposer des technologies permettant l'observation structurale à de si petites dimensions. Observer le monde d'en dessous : qui n'en a jamais rêvé ? Pour enfin découvrir ce que notre oeil d'être humain ne peut pas voir directement.

L'homme, pour s'affranchir de la limite de résolution de l'oeil, a inventé le microscope, succession de lentilles et de miroirs pour grossir les détails d'un objet de petites dimensions. Mais, malheureusement, il a dû se résoudre à ne pouvoir aller aussi loin qu'il le souhaitait dans son exploration, avec la rencontre de la limite de résolution des microscopes optiques liée à la longueur d'onde des systèmes d'éclairage employés. Pendant de nombreuses années, on a donc cherché à s'affranchir de cette limite, jusqu'à la découverte, dans les années 1980 d'un nouveau type de microscopies, celles dites à champ proche. Mais sait-on réellement où tout cela peut nous conduire, sommes-nous et serons-nous capables d'observer des choses de plus en plus petites ? Existe-t-il une limite inférieure au nanomonde comme il se pose la question d'une limite supérieure à l'Univers ? Plus petit que minuscule, plus grand qu'immense ?...

La mise au point et l'utilisation de microscopes à sondes locales permettent, par conséquent, de dépasser les limites que l'on pensait infranchissables. Il apparaît que le choix de l'émetteur et / ou du collecteur est primordial en microscopie en champ proche. La présence de sondes aux extrémités de tailles micro et nanométriques ont en effet permis de dépasser les limites de résolution. Seules les dimensions de la sonde utilisée limitent le confinement des champs disponibles, la longueur d'onde n'étant plus le facteur limitant. Néanmoins l'évolution des microscopies à sondes locales, se voit elle aussi freinée par un certain nombre de défis à relever, que ce soit du point de vue de la barrière des performances technologiques, principalement en ce qui concerne la fabrication des sondes, ou du point de vue de l'un des problèmes majeurs de la microscopie optique champ proche quant à l'interprétation des "images" obtenues dont l'analyse en est souvent un point discutable.

Ces défis ont largement motivé cette étude, nous avons en conséquence cherché une solution qui, bien que restant dans le domaine des longueurs d'onde du visible, puisse intéresser l'ensemble des microscopies à champ proche. Le but est de concevoir et de réaliser des nano-détecteurs aux propriétés physiques parfaitement déterminées afin de permettre

une description beaucoup plus précise des champs localisés à la surface d'un échantillon, dans la perspective de trouver un contraste novateur. Le nano-détecteur ainsi conçu aura la capacité de fournir une cartographie du champ lumineux confiné à l'échelle de la dizaine de nanomètre, permettant de discerner les informations différentes et complémentaires portées par les composantes des champs électriques et magnétiques. Ce nouveau type de sonde autorisera alors une inspection électromagnétique précise des nouvelles structures de la nanophotonique. Le nano-détecteur choisi et qui sera présenté dans cette thèse est une nano-antenne qui a pour but de détecter et de discriminer les composantes électromagnétiques du champ émis par un échantillon. Ces nano-antennes présenteront une forme simple parfaitement déterminée : un anneau aux dimensions nanométriques.

Le plan de ce manuscrit s'articule autour de trois parties principales.

La première partie est consacrée, à travers un premier chapitre, à un rappel sur les limites de résolution en microscopie conventionnelle, ainsi que sur les moyens mis en oeuvre pour les contourner en microscopie champ proche, et principalement dans le domaine de l'optique. Un second chapitre introduit la notion d'antenne en champ proche optique en comparaison avec d'autres domaines de longueurs d'onde, où des techniques de microscopie champ proche mettent en application des systèmes munis d'antennes.

La seconde partie de cette thèse concerne, dans un troisième chapitre, l'ensemble de la réflexion qui a abouti à la réalisation d'une nano-antenne annulaire à l'extrémité d'une fibre optique. Nous définissons et concevons alors les différentes étapes nécessaires à la réalisation d'une telle structure.

Dans la troisième et dernière partie est développée la validation du concept de nano-antennes ; cette partie est découpée en deux chapitres. Dans le quatrième chapitre sont présentés et analysés les éléments du montage de caractérisation mis en place : le système d'éclairage employé et le fonctionnement de la tête du microscope, support de la sonde / nano-antenne. Enfin, les résultats expérimentaux de caractérisation et d'utilisation de pointes munies de nano-antennes sont présentés dans le cinquième et dernier chapitre. Nous mettons en avant les capacités d'une nano-antenne annulaire parfaitement adaptée à la sélection des différentes composantes du champ électromagnétique émis au voisinage proche d'un objet.

## Première partie

# Microscopie Optique en Champ Proche, Antennes / Ondes Électromagnétiques et Supraconductivité : Positionnement du Travail



## CHAPITRE 1

### Microscopie optique en champ proche

Ce premier chapitre est dédié à la présentation de la microscopie en champ proche et plus particulièrement de celle adaptée au domaine de l'optique. Pour cela nous parlerons de l'évolution de la microscopie depuis le début des années 1980 jusqu'à nos jours qui ont vu l'avènement des microscopes en champ proche capables de dépasser les critères de résolution définis par le passé.

#### 1. La microscopie classique et la limite de résolution optique

Le tout premier microscope aurait vu le jour à la fin du  $XVI^{me}$  siècle avec Acharias Janssen. Lorsque l'on parle de microscope optique conventionnel, c'est de lui dont on parle. Le modèle final aura été inventé par Antoine van Leeuwenhock en 1664 et finalement amélioré par Christian Huygens.

Il consiste en un assemblage précis de lentilles et de miroirs permettant d'observer un objet et ses détails, comme il nous serait impossible de le faire à l'oeil nu.

Le microscope utilise le rayonnement réfléchi, réfracté ou diffracté par l'objet étudié. Ce sont la longueur d'onde et le phénomène de diffraction du rayonnement qui sont responsables de la limitation des microscopes optiques en terme de résolution (de la taille minimum d'un objet que l'on peut observer avec celui-ci).

La résolution des microscopes a été abordée de deux façons différentes par Ernst Abbe (fig. 1) et Lord Rayleigh (fig. 2), c'est ce que nous allons exposer dans les deux paragraphes qui suivent.



FIG. 1. Ernst Abbe.

**1.1. Limite de résolution d'Abbe.** Ernst Abbe (1840-1905) formula la théorie de formation des images microscopiques en 1872, en s'interrogeant sur les limites du

microscope, en particulier en terme de résolution. A partir de ses travaux sur l'élimination des aberrations sphériques et la coma des lentilles, il pu ainsi perfectionner le microscope.

De par son caractère ondulatoire, la lumière impose une limite à la taille des détails d'un objet pouvant être observés. En 1893, Abbe a ainsi montré que le plus petit détail pouvant être résolu correspondait à la moitié de la longueur d'onde utilisée pour l'observer. On peut donc dire dans ce cas que le pouvoir de résolution ultime correspond à la moitié de la longueur d'onde. Dans ces termes, la microscopie optique (par exemple,  $\lambda = 600 \text{ nm}$ ) a une résolution ultime d'environ 300 nm et la microscopie électronique (par exemple,  $\lambda = 0,005 \text{ nm}$ ) a une résolution ultime d'environ 0,0025 nm (pour une tension d'accélération de 60 kV).

**1.2. Critère de Rayleigh.** Lord Rayleigh, ou encore John William Strutt (1842-



FIG. 2. Lord Rayleigh.

1919), fournit en 1896 [128] un critère de résolution simple. Celui-ci nous dit :

Tous les microscopes optiques sont soumis à une limite en résolution, propre à tout instrument optique et énoncée sous la forme d'un critère de séparation, dit critère de Rayleigh. C'est la capacité du microscope à produire une image séparée de deux points rapprochés. En théorie, une lentille idéale produit une image où chaque point de l'objet est représenté par un point dans l'image. En réalité, chaque point de l'image est représenté par un disque de diffraction (Disque d'Airy) dans le plan de l'image (figure 3). Ce disque est dû au phénomène de diffraction induit par le diaphragme de la lentille et son diamètre dépend de l'angle d'ouverture défini par le diaphragme.

Le pouvoir de séparation d'un instrument optique est limité par la figure de diffraction de chaque point, ainsi les images de deux points sont séparées si le centre de la figure de diffraction de l'un se trouve sur le premier anneau sombre de l'autre, ce qui correspond, de façon générale, à un écart inférieur à un quart de la longueur d'onde (fig. 4).

Le diamètre  $D$  du disque de Airy correspond à :

$$D = \frac{1,22\lambda}{n \sin \alpha} = \frac{1,22\lambda}{ON}$$

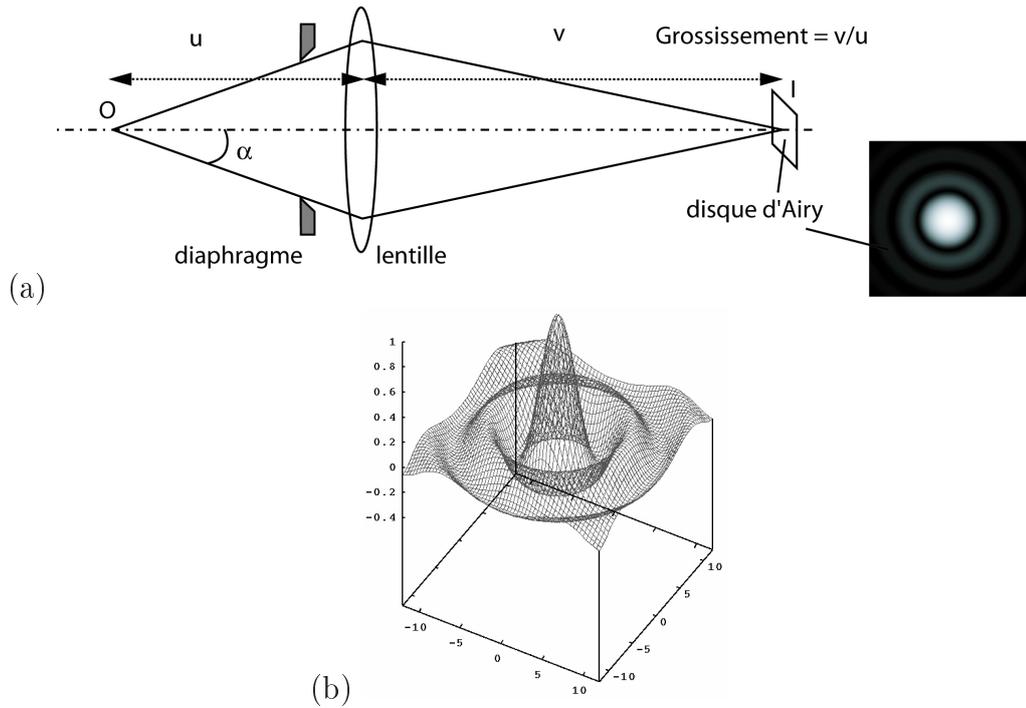


FIG. 3. (a) Schéma de formation d'une tache d'Airy.  
(b) Représentation d'une tache d'Airy en 3D.

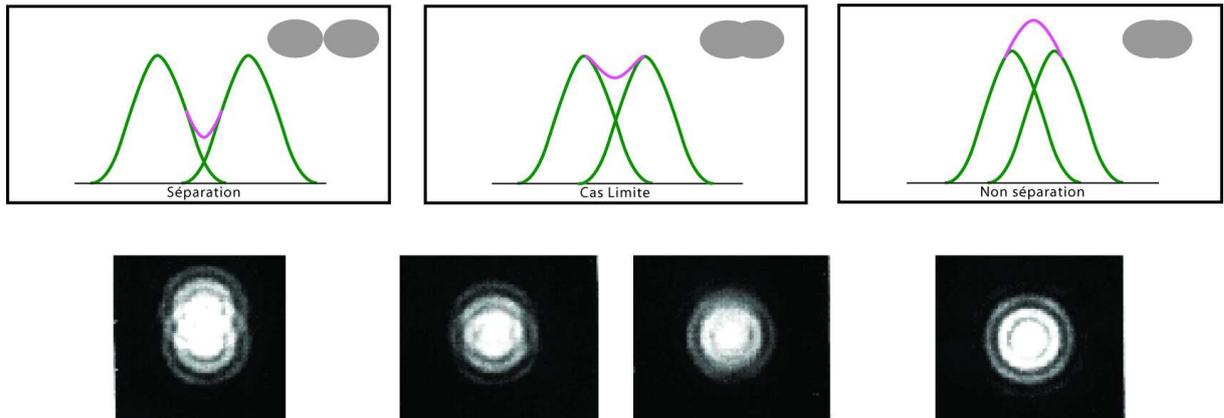


FIG. 4. Le critère de Rayleigh.

$\lambda$  est la longueur d'onde,  $n$  l'indice de réfraction,  $\alpha$  le demi-angle d'ouverture,  $ON$  l'ouverture numérique du microscope et la valeur 1,22 est une constante qui dépend de la cohérence de la source lumineuse et du contraste.

La plus petite distance,  $d$ , pour que deux disques d'Airy apparaissent partiellement séparés doit être au moins égale à la moitié du diamètre du disque,  $D$ . Alors  $d$  représente la distance minimale entre deux points discernables dans l'espace image (résolution) et correspond à :

$$d = \frac{1,22\lambda}{2n \sin(\alpha)}$$

En microscopie optique classique (exemple :  $n \sim 1,5$ ,  $\sin \alpha \sim 0,87$  et  $\lambda \sim 600 \text{ nm}$ ), si l'on ne prend pas en compte les imperfections du système optique, la plus petite distance  $d$  a une valeur de :

$$d = \frac{0,61\lambda}{n \sin(\alpha)} \sim 0,28 \mu m$$

Comme en pratique l'ouverture numérique ne peut pas être augmentée au-delà de 1,5 et que la plus petite longueur d'onde visible est proche de  $\lambda \sim 400 \text{ nm}$  (violet), la résolution des microscopes optiques ne peut pas descendre en dessous de  $d \sim 0,19 \mu m$ .

En revanche, en microscopie électronique (exemple :  $n \sim 1$  (vide),  $\sin \alpha \sim 0,01$  et  $\lambda \sim 0,005 \text{ nm}$  pour une tension d'accélération  $v = 60 \text{ kV}$ ), la résolution devrait être de l'ordre de :

$$d = \frac{0,61\lambda}{n \sin(\alpha)} \sim 0,3 \text{ nm}$$

Ce qui en théorie devrait permettre de recueillir des informations structurales à l'échelle atomique, mais dans ce cas ce sont d'autres facteurs qui limitent la résolution. En effet, la longueur d'onde  $\lambda$  du faisceau d'électrons dépend de la tension d'accélération  $v$ .

L'imagerie optique classique trouve donc une limite dans la possibilité de séparer les images de deux objets éloignés d'une distance inférieure à la demi-longueur d'onde du rayonnement utilisé. Pour cette raison, les microscopistes ont longtemps pensé qu'il ne serait jamais possible de descendre en dessous de la limite imposée par le critère de Rayleigh; la nanoscopie et l'observation d'objets de dimension sub-longueur d'onde semblaient alors irréalisables ou du moins limitées par les phénomènes précédemment cités.

On constate pourtant que le critère de Rayleigh est une forme du principe d'indétermination de Heisenberg. Celui-ci permet de préciser qu'elle est la limite absolue de la résolution optique que nous pouvons obtenir :

$$\Delta x \Delta p_x \simeq h$$

$\Delta x$  : largeur de fente,  $\Delta p_x$  : projection sur l'axe des  $x$  du moment d'un photon

En fait, les relations d'incertitudes ne limitent en rien la résolution théorique d'un instrument; elles nous indiquent seulement quelle précision nous pouvons espérer sur la position d'un objet pour une valeur donnée du vecteur d'onde. Il n'est pas possible d'obtenir une précision infinie sur la position d'un photon si son orientation est déterminée. Mais si on peut s'affranchir de la connaissance de l'orientation du rayon lumineux, on peut alors obtenir une précision sur sa position, ce qui nous procure la résolution optique. On voit donc où se situe le paradoxe d'une super-résolution : les ondes progressives vérifient toujours la relation d'indétermination; elles ne peuvent donc conduire qu'à une résolution vérifiant le critère de Rayleigh. Rien n'interdit pourtant de dépasser ce critère.

**1.3. Limites théoriques et pratiques.** Les critères théoriques expriment quantitativement le fait qu'un faisceau lumineux diffracté ne transporte jamais d'information sub-longueur d'onde. La propagation possède un rôle de filtre passe-bas au niveau spatial.

En pratique il existe des limites autres que les limites théoriques données auparavant, liées aux défauts des lentilles utilisées. Les limites théoriques sont de ce fait très rarement atteintes en microscopie optique classique.

Une solution est l'utilisation de la microscopie confocale ; on peut espérer par ce biais atteindre un gain de 30 % par rapport à la microscopie classique et alors espérer une résolution latérale de 200 nm dans le cas des meilleurs objectifs à immersion.

Une autre solution est ensuite apparue dans les années 1980 avec l'utilisation des microscopies en champ proche. Nous allons maintenant nous intéresser à ce type de microscopies, en privilégiant plus particulièrement la microscopie optique en champ proche.

## 2. Les microscopies optiques en champ proche

Le principe de la microscopie optique en champ proche repose sur la détection des ondes évanescentes localisées au voisinage de l'objet à étudier et porteuses d'informations sur les détails sub-longueur d'onde de ce dernier. Expérimentalement, deux obstacles technologiques doivent être franchis pour concrétiser ce principe : il faut dans un premier temps concevoir une sonde dont les dimensions caractéristiques sont petites devant la longueur d'onde et dans un deuxième temps être capable de l'approcher et la maintenir en champ proche de l'échantillon, c'est-à-dire à une distance surface-sonde petite devant la longueur d'onde. L'intérêt suscité par les potentialités d'une telle microscopie a engendré un accroissement considérable du nombre de configurations expérimentales permettant de sonder un échantillon à une échelle largement sub-micronique. Néanmoins il faut garder à l'esprit que chaque microscope optique de champ proche doit être adapté à l'usage que l'on veut en faire. Dans le cas général, la sonde vient perturber les ondes évanescentes confinées au voisinage de l'objet étudié et les convertir en ondes progressives qui sont ensuite détectées en champ lointain à l'aide d'un photodétecteur.

### 2.1. Origines et types de microscopies .

Un brin d'histoire

. En 1928, E.H. Synge (scientifique irlandais), décrit une expérience [144] qui permettrait de faire l'analyse microscopique des propriétés d'un échantillon biologique en atteignant, selon lui, une résolution de l'ordre de  $0,01 \mu m$ , soit 10 nm (cf. paragraphe 4). On voit de ce fait apparaître les premières idées sur les techniques de microscopies à sonde locale, encore appelées microscopies en champ proche. En 1928, les moyens techniques n'étaient pas suffisamment développés pour réaliser une telle expérience. De même en 1956, O'Keefe a lui aussi pensé, mais non réalisé, une expérience du même type, car celle-ci n'était toujours pas potentiellement réalisable à l'époque.

La première mise en oeuvre pratique de la microscopie en champ proche a été développée pour des applications dans le domaine des radio-fréquences. En 1959, Z. Frait [55] et en 1962, R.F. Soohoo [137] développent indépendamment un système utilisant une cavité à micro-onde, munie d'un petit trou, sensible aux changements locaux des propriétés électromagnétiques d'un échantillon sondé. La première publication qui semble présenter une résolution sub-longueur d'onde est celle de E.A. Ash et G. Nicholls, qui en 1972 démontrent la possibilité d'imager un réseau de pas  $\lambda/60$ , leur expérience est alors menée dans le domaine des micro-ondes ( $\lambda = 3\text{cm}$ ) [7].

En 1982, l'invention du premier microscope à effet tunnel (**STM** : Scanning Tunneling Microscope [19]) permet de s'affranchir du problème de positionnement sub-longueur d'onde avec l'utilisation de céramiques piézoélectriques qui permettent de positionner et de déplacer des objets de façon très précise sur des distances de l'ordre de la dizaine de nanomètres.

C'est en 1984 que l'équipe de D.W. Pohl propose la première version du microscope optique en champ proche : le "stéthoscope optique" [124], on atteint alors une résolution de l'ordre de  $\lambda/20$ . Par la suite les principales recherches vont concerner la fabrication de la sonde nécessaire à de tels microscopes.

- En 1986, Betzig et al., proposent l'utilisation d'une micropipette de biologie étirée à chaud et métallisée comme nanosource. E. Betzig introduit alors l'acronyme **NSOM** [15, 74] (Near-field Scanning Optical Microscopy) ou **SNOM** (Scanning Near-field Optical Microscope), ce microscope fonctionne en mode illumination (nous verrons les différents type de configuration dans le paragraphe suivant). Parallèlement D.W. Pohl propose l'acronyme **NFOS** [38] (Near-Field Optical Scanning Microscopy).

- En 1987 on voit apparaître le premier microscope qui utilise une nanosonde [16], à base de fibre optique, pour collecter le champ proche. L'échantillon est éclairé en champ lointain, et les ondes évanescentes relatives aux détails sub-longueur d'onde sont transformées en ondes progressives par la nanosonde et récoltées par cette dernière. Un photodétecteur est alors placé à l'extrémité de la fibre pour récolter la lumière guidée en son sein. Le SNOM fonctionne ici en mode collection, ce n'est rien d'autre qu'un SNOM en illumination dont on a inversé le sens de propagation de la lumière. Betzig met expérimentalement en évidence l'influence des deux paramètres déterminant la résolution d'une expérience optique de champ proche : le rôle de la dimension de la nano-ouverture et le rôle de la distance sonde-échantillon.

- En 1988 est réalisé le premier microscope optique travaillant en réflexion par U. Fischer et D.W. Pohl [53].

- En 1989, trois équipes vont créer un équivalent optique du microscope à effet tunnel (STM), c'est le **STOM** (Scanning Tunneling Optical Microscope) par D. Courjon et al. [32], le **PSTM** (Photon Scanning Tunneling Microscope) par F. de Fornel et al. [54] et R.C. Reddick et al. [129].

- En 1991 viendra ensuite le **EFOM** (Evanescent Field Optical Microscope) par N.F. Van Hulst et al. [150]. Ce type de microscope fonctionne en transmission, comme le premier SNOM, et la nanosonde sert de collecteur.

- Enfin en 1994, un autre type de microscope optique à champ proche voit le jour ; son principe repose sur l'utilisation d'une sonde de taille nanométrique, sans ouverture, qui vient perturber le champ proche au voisinage de l'objet éclairé en champ lointain, le **SIAM** [165, 166] (Scanning Interferometric Apertureless Microscope), également appelé **PSNOM** (Perturbation Scanning Near-field Optical Microscope) [9], ou **ASNOM** (Apertureless SNOM).

La configuration principalement utilisée au cours de cette thèse est la configuration SNOM. Nous allons maintenant présenter les différentes configurations des microscopes optiques en champ proche afin de mieux comprendre l'intérêt de chacune et de préciser le choix d'une configuration en particulier : le SNOM en mode collection.

**2.2. Les microscopes optiques en champ proche .** Il existe deux grands types de SNOM, suivant qu'ils utilisent des sondes avec ou sans ouverture : nous allons présenter ici les différents modes de fonctionnement de ces SNOM, en s'intéressant tout particulièrement à l'éclairage de l'échantillon et à la récupération de l'information.

SNOM à sonde à ouverture

. Les microscopes optiques champ proche à sonde à ouverture utilisent pour la majorité d'entre eux une sonde issue d'une fibre optique qui est amincie en son extrémité, et est métallisée ou non.

Une métallisation de la pointe permet d'obtenir une ouverture circulaire dans le métal devant posséder un diamètre le plus petit possible.

Les différents modes de fonctionnement d'un microscope optique en champ proche à sonde à ouverture sont répertoriés sur la figure 5 , dans l'ordre où ils sont énumérés dans le texte.

Suivant le caractère opaque, semi-transparent ou transparent, l'échantillon étudié est réfléchissant ou transparent à la lumière utilisée pour l'éclairer. C'est ce caractère qui va alors décider du mode d'éclairage à employer pour la caractérisation, à savoir en réflexion ou en transmission.

Dans le cas d'une utilisation en mode illumination par la pointe, c'est l'extrémité de la pointe qui joue le rôle de nanosource ou de nano-émetteur. L'échantillon est éclairé au moyen des ondes évanescentes dues à la diffraction de la lumière au niveau de la nano-ouverture en extrémité de pointe. Dans ce cas de configuration on utilise principalement des sondes métallisées munies d'une ouverture de taille nanométrique. Les ondes évanescentes diffractées par les détails sub-longueur d'onde de la surface de l'échantillon ainsi éclairé, sont alors transformées en ondes radiatives qu'il est possible de collecter en champ lointain au moyen d'un objectif et d'un photodétecteur. Suivant que l'échantillon

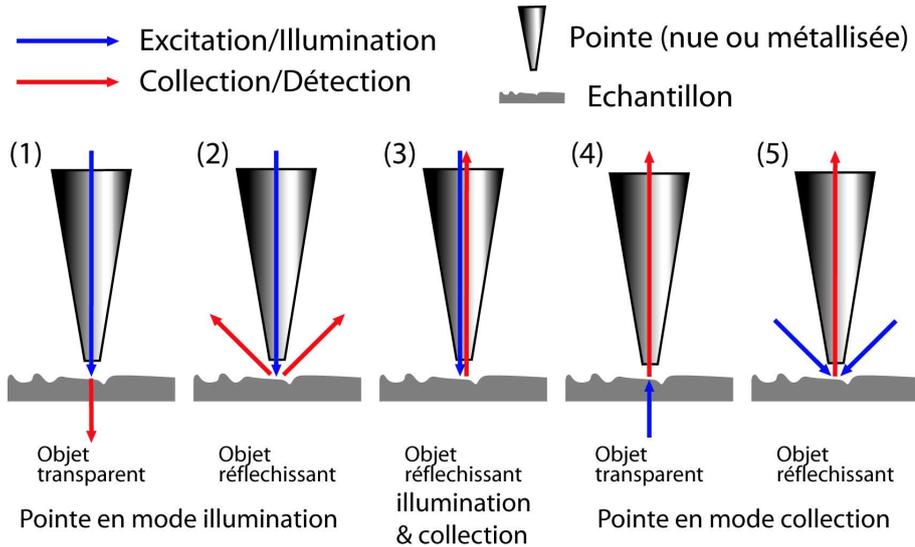


FIG. 5. Les différents modes d'éclairage et de détection d'un SNOM à sonde à ouverture.

est transparent ou réfléchissant, la collection se fait respectivement sous l'objet (1) ou au-dessus de l'objet (2).

Dans le cas d'une utilisation en mode collection, l'échantillon est éclairé en champ lointain en transmission (3) (objet transparent) ou en réflexion (4) (objet réfléchissant) et ainsi l'information provenant du champ évanescent confiné en surface va être convertie en modes guidés à l'intérieur de la sonde, jusqu'à un photodétecteur, la sonde jouant le rôle d'un nanocollecteur. Lorsque l'on utilise une fibre optique amincie métallisée, on s'affranchit du champ rayonné par les centres diffuseurs qui sont situés sur l'échantillon en dehors de la zone sous l'apex. L'absence de métallisation induit quand à elle une sensibilité accrue à ces centres diffuseurs mais engendre une amélioration de la résolution.

Il existe également un mode de fonctionnement (5) à mi-chemin entre les deux présentés précédemment et qui consiste à utiliser simultanément la pointe en émission et en collection, ce mode nécessite alors la caractérisation d'un échantillon opaque.

Dans le cadre de cette thèse, le mode de collection par la pointe a été privilégié. On utilisera au cours des différentes expériences une configuration STOM [32].

#### SNOM à sonde sans ouverture (ASNOM)

. L'idée d'utiliser une sonde diffusante, soit une sonde sans ouverture, afin de réaliser des images en microscopie optique champ proche, est née à la fin des années 80 avec C. Boccara [20] et H.K. Wickramasinge [162]; la démonstration expérimentale se fera quelques années plus tard par les deux mêmes groupes [165, 9, 10].

La sonde métallique effilée est maintenue à la surface de l'échantillon et éclairée par un faisceau focalisé (voir figure 6). La pointe vibre parallèlement à la surface avec une faible amplitude, de sorte qu'une partie du rayonnement dispersé est modulée à la fréquence de vibration. Autrement dit la sonde perturbatrice ou sonde diffractante (parfois

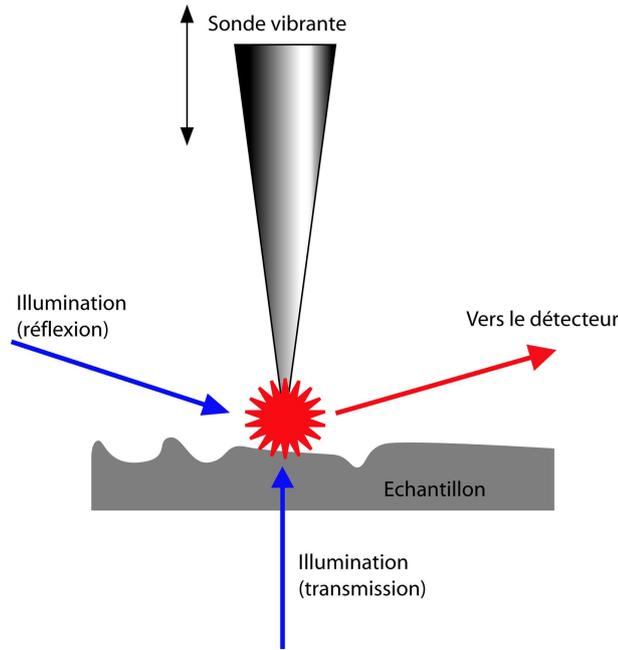


FIG. 6. SNOM à sonde sans ouverture.

appelée nano-antenne) vient perturber, par sa présence "vibrante", le champ au dessus de l'échantillon. Cette partie du rayonnement est amplifiée par détection synchrone fournissant ainsi des informations sur la zone de l'échantillon directement sous la pointe. Dans le cas où la pointe est en champ proche de l'échantillon, elle permet de convertir les ondes évanescentes proches de la surface en ondes propagatives, que l'on peut alors détecter en champ lointain. La résolution spatiale que l'on peut atteindre grâce à cette technique dépend de la taille de la pointe ainsi que de la distance pointe - échantillon, elle peut alors être largement inférieure à la longueur d'onde du faisceau lumineux utilisé. Dans le cas d'une utilisation dans le visible [101] ou dans l'infra-rouge [92] ( $\lambda=10,6 \mu\text{m}$ ), on peut atteindre une résolution d'environ  $\frac{\lambda}{100}$  et dans le cas d'une utilisation dans le domaine des micro-onde [94] on peut espérer une résolution d'environ  $\frac{\lambda}{10^6}$ . Ces pointes nécessitent toutefois l'utilisation d'un système d'illumination (en transmission ou en réflexion, suivant le type d'échantillon à caractériser) et d'un système de collection annexes.

Les pointes sans ouvertures destinées à ce type de microscopie sont le plus souvent obtenues par attaque chimique d'un fil métallique, ce qui leur confère un rayon de courbure très faible comparé aux pointes à ouverture (typiquement de l'ordre de 30 à 40 nm). On peut également être amené à utiliser directement des pointes **AFM** (Microscope à Force Atomique) ou STM.

**2.3. Théorie des ondes évanescentes et du champ proche.** Pour bien comprendre ce que l'on étudie au moyen d'un microscope optique en champ proche, en ce qui concerne l'intensité lumineuse que l'on détecte, il est important de s'intéresser au champ évanescent qui apparaît à proximité d'un échantillon en cours d'éclairage.

La réflexion totale d'un faisceau lumineux sur un dioptre plan (Ox,Oy) crée un champ évanescent qui induit une onde appelée onde de Fresnel, qui peut être frustrée par un second dioptre s'approchant du premier. D'un point de vue ondulatoire, ce champ évanescent est caractérisé par un vecteur d'onde ayant sa composante normale imaginaire pure. Les deux composantes tangentielles (Ox,Oy) peuvent être alors réelles et supérieures à  $\omega/c = 2\pi/\lambda$  (en module) et conduire ainsi à une résolution supérieure à la limite de Rayleigh. Ce champ a la particularité de décroître exponentiellement suivant la direction transversale (Oz) au dioptre, selon le facteur d'atténuation F défini par :

$$(1) \quad F(q_{inc}) = \exp\left[-\frac{2\pi}{\lambda}(\sqrt{(n \sin i)^2 - 1})z\right]$$

$q_{inc}$  est la projection du vecteur d'onde du champ incident selon Oz et z est la distance au dioptre.

La profondeur de pénétration  $z_p$  est définie comme étant la distance pour laquelle l'atténuation de l'onde évanescente est égale à  $1/e$  :

$$(2) \quad z_p = \frac{\lambda}{2\pi\sqrt{(n \sin i)^2 - 1}}$$

Ce terme correspond à l'onde évanescente de Fresnel et donne le fond continu à altitude constante au-dessus du dioptre plan.

Nous pouvons définir le champ proche optique en s'intéressant au champ émis par un dipôle oscillant pouvant être décrit [31] par :

$$E = \frac{k^2}{4\pi\epsilon_0} \frac{\exp(ikr)}{r} \left[ \overleftrightarrow{I} - u_r u_r + \left( \frac{i}{kr} - \frac{1}{k^2 r^2} \right) \left( \overleftrightarrow{I} - 3u_r u_r \right) \right] p$$

$\overleftrightarrow{I}$  est le tenseur unité caractérisant le fait que le champ rayonné n'est pas parallèle au dipôle au point M où est calculé le champ. On peut alors définir la limite du champ proche comme la distance à laquelle les termes en  $\frac{1}{r^2}$  et en  $\frac{1}{r^3}$  ne sont plus négligeables, et pour laquelle on trouve :

$$z_p < \frac{\lambda}{2\pi}$$

Lorsque l'on utilise une longueur d'onde dans le visible, comprise entre 400 et 800 nm, la profondeur de pénétration du champ est elle comprise entre 65 et 125 nm respectivement. On comprend pourquoi le principe de la microscopie en champ proche fut démontré en premier lieu dans le domaine des micro-ondes par E.A. Ash et G. Nicholls en 1972 [7]. Cela explique également pourquoi nous travaillerons en maintenant l'extrémité de la pointe à une distance d'une vingtaine de nanomètres lorsque nous voudrions réaliser une image champ proche.

Lorsque l'on fait de l'imagerie optique en champ proche, la qualité des images dépend des paramètres optiques du faisceau incident qui éclaire l'objet, ainsi que du système de

détection et de collection de l'information lumineuse. En nous penchant sur les caractéristiques des faisceaux lumineux employés pour l'éclairage d'échantillons, nous allons aborder plus précisément la question des paramètres optiques des faisceaux.

### 3. Les faisceaux lumineux

Lorsqu'on utilise un faisceau lumineux pour éclairer un objet, celui-ci est totalement défini par sa direction de propagation, son intensité, sa polarisation et son degré de cohérence. Dans cette partie nous allons tout d'abord nous attacher à regarder la cohérence, et par voie de conséquence l'incohérence d'un faisceau, d'une part du point de vue temporel, en nous intéressant au continuum de lumière, et d'autre part du point de vue spatial. Ensuite nous nous intéresserons aux différents états de polarisation que peut prendre un faisceau avec un intérêt tout particulier pour les polarisations radiales.

**3.1. Incohérence temporelle et continuum.** Il est intéressant, à ce point, de regarder comment il est possible de générer un faisceau polychromatique. Son spectre peut être discret, c'est-à-dire constitué de pics fins distribués sur une certaine gamme de fréquences, mais il peut également être continu, dans ce cas on obtient un spectre plat sur une plage de longueurs d'ondes donnée.

L'utilisation d'une lumière blanche en microscopie optique champ proche, en configuration STOM / PSTM, est apparue avec G. Chabrier et al. [28], cette technique qui utilise une source halogène, présente l'inconvénient d'être omnidirectionnelle ce qui mène à des pertes au cours de la propagation de la source jusqu'à l'objet étudié et ne constitue pas une source de puissance suffisante. Afin de remédier à ce problème, C. Vannier et al. [153, 152] ont introduit l'utilisation d'un continuum généré par cascade Raman, destiné à éclairer de façon incohérente un échantillon.

Un spectre continu sur une bande spectrale large, obtenu dans un milieu non-linéaire par la propagation de pulses très intenses, constitue un supercontinuum. Cet effet ne résulte pas d'un phénomène spécifique mais d'une combinaison de différents phénomènes non-linéaires qui sont à même de générer un élargissement spectral des pulses initiaux. On doit à F. Shimizu [134], l'identification des origines des élargissements spectraux avec l'observation de la propagation d'un faisceau laser pulsé dans du  $CS_2$  (disulfure de carbone). Parmi les processus capables de générer des nouvelles fréquences par interaction lumière-matière, on peut citer : la génération de second harmonique (SHG), le mélange à quatre ondes (FWM), la Diffusion Raman Stimulée (DRS), l'auto-modulation de phase (SPM), la modulation de phase croisée (XPM), les effets solitons, etc, ...

En 1970, R.R. Alfano et S.L. Shapiro [4] observent un élargissement du spectre dix fois plus important que tout ce qui a été observé auparavant, c'est le premier supercontinuum. Des études sur la génération de supercontinuum ont été menées par la suite dans différents milieux (liquides et massifs), mais ce sont les supercontinuum générés par l'interaction

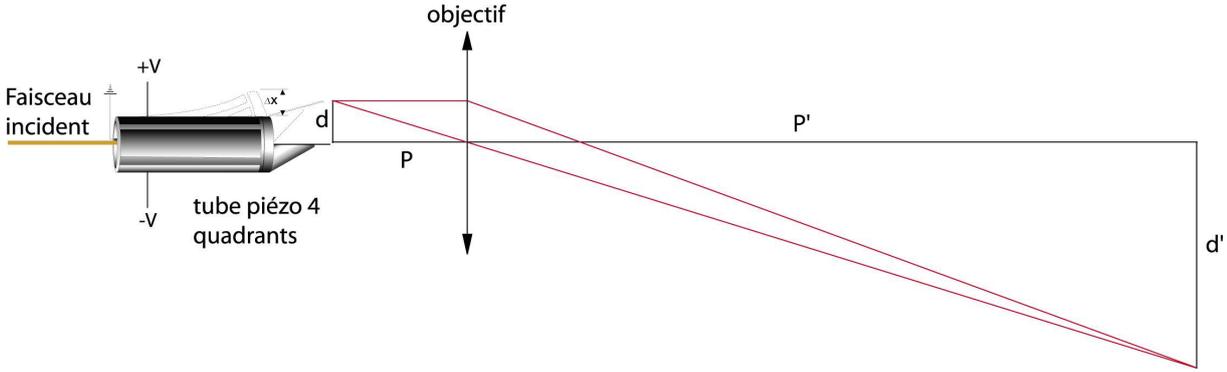


FIG. 7. Déformation d'un faisceau pour obtenir une incohérence spatiale.

entre des pulses pompes et des fibres optiques qui nous intéressent plus particulièrement ici. Les premières expériences de génération de supercontinuum dans les fibres optiques utilisent des fibres standards en silice dans lesquelles sont injectés des pulses de hautes puissances dans le visible [80, 111, 13, 99]. La technique développée par A. Mussot et al. [113] a permis d'améliorer la qualité du continuum, en formant un Super Continuum, et l'on peut désormais obtenir un spectre étendu et continu sur plus de 1000 nm.

A l'heure actuelle nous pouvons générer des faisceaux polychromatiques, par couplage entre un faisceau laser pulsé et une fibre optique. Les avantages et les inconvénients apportés par chacun dans le cadre de cette thèse seront discutés dans le paragraphe 1.1.

**3.2. Incohérence spatiale.** Si l'incohérence temporelle d'un faisceau lumineux permet d'obtenir des informations à différentes longueurs d'onde, l'incohérence spatiale permet pour sa part de s'affranchir des phénomènes d'interférences liés à la cohérence des sources intenses utilisées. Nous présentons une méthode permettant de faire disparaître au maximum les franges d'interférences des images. Pour cela, nous avons mis au point un système qui nous permet d'introduire une certaine incohérence spatiale, en plus de l'incohérence temporelle, en sortie de fibre du système d'éclairage (fig. 7).

Nous utilisons un tube piézoélectrique (**PZT**) à quatre quadrants qui permet de défléchir le faisceau lumineux incident. Des tensions sinusoïdales différentes sont appliquées sur les quatre quadrants suivant une fréquence donnée. Ainsi le faisceau lumineux effectue un mouvement aléatoire, autour d'une position centrale, pour éclairer un objet. Par cette méthode, nous créons une incohérence spatiale au niveau de l'objet éclairé et cela permet d'éliminer les franges d'interférences. Pour une déflexion donnée  $d$  du PZT, si on place un écran à la distance  $P'$  d'un objectif, lui même placé à la distance  $P$  de l'extrémité de la pointe clivée, on obtient alors une déflexion du faisceau égale à  $d'$ , sur l'écran. On a l'égalité :  $P/P'=d/d'$ .

Afin de mettre en évidence un tel phénomène, nous avons étudié une lamelle de microscope en verre, pour analyser qualitativement l'influence d'un faisceau cohérent ou incohérent sur une image SNOM. Dans le cas présenté ici, le tube en PZT est alimenté

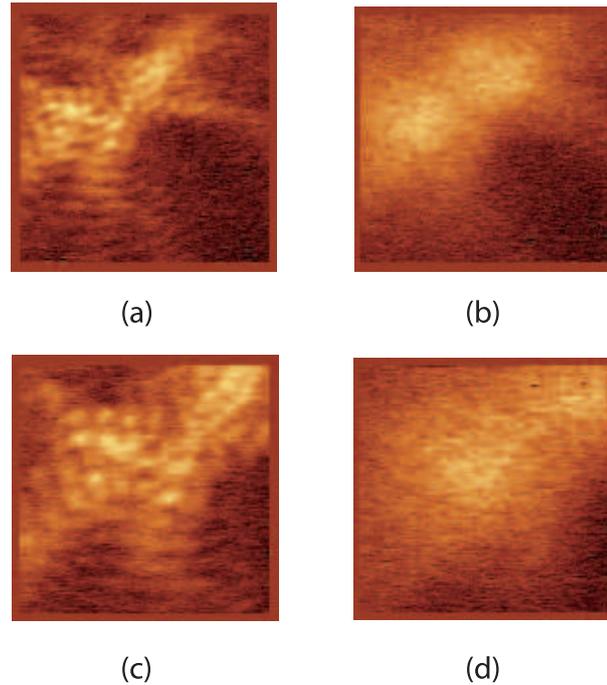


FIG. 8. Influence de l'incohérence spatiale.  
 Les images (a) et (b) sont de taille  $12 \mu\text{m} \times 12 \mu\text{m}$ .  
 Les images (c) et (d) sont des zooms de taille  $8 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m}$ .

à l'aide d'une tension de 150 V à la fréquence de 600 Hz. L'objet étudié est une simple plaque de verre. Les images (a) et (c) de la figure 8 présentent des franges d'interférences, nettement mises en évidence. On peut déduire que ces franges sont dues à la nature propre du faisceau lumineux qui illumine l'objet, celui-ci n'étant qu'une simple lamelle de verre. Sur les images (b) et (d), alors que le faisceau est défléchi suivant un mouvement pseudo-aléatoire autour de sa position d'origine, on constate que l'image optique ne laisse plus apparaître de franges d'interférences mais laisse place à un signal lumineux beaucoup plus lisse. Ce système permet donc d'introduire une certaine incohérence spatiale dans le but de s'affranchir des franges d'interférences induites par un système d'éclairage cohérent. On note de plus que l'incohérence spatiale dépend dans ce cas du caractère pseudo-aléatoire du mouvement du faisceau d'éclairage.

**3.3. Polarisation.** La lumière, comme toute onde électromagnétique qui se propage, est constituée d'un champ électrique  $\vec{E}$  et d'un champ magnétique  $\vec{H}$ , qui sont tous deux perpendiculaires entre eux et perpendiculaires à la direction de propagation  $z$ .

Par convention on ne s'intéressera qu'aux vecteurs du champ électrique  $\vec{E}$ , le champ  $\vec{H}$  pouvant se déduire immédiatement du champ  $\vec{E}$ .

Il existe différentes polarisations des faisceaux :

- Les plus connues et les plus communément utilisées : linéaire et circulaire.

- Il existe également des polarisations plus complexes : la polarisation radiale, la polarisation ortho-radiale ou encore la polarisation hybride.

Nous sommes actuellement capable de générer ces différents types de polarisation en utilisant un montage optique adéquat.

L'obtention d'une image d'un échantillon et de l'homogénéité du champ détecté en champ proche dans cette image dépendra de l'état de polarisation du faisceau incident.

#### Polarisation linéaire

. Une onde polarisée linéairement est une onde dont le champ électrique  $\vec{E}$  garde une orientation constante de vecteur unitaire  $\vec{u}$  au cours de sa propagation du fait que ses composantes  $E_x$  et  $E_y$  sont en phase. L'extrémité du vecteur  $\vec{E}$  décrit alors un segment dans le plan perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde. La direction de ce segment, donc de la polarisation, ne varie pas. La polarisation linéaire est par conséquent rectiligne ; pour cela on parle également de polarisation rectiligne.

#### Polarisation circulaire

. Une onde polarisée circulairement voit ses deux composantes perpendiculaires ( $E_x$  et  $E_y$ ) avoir des amplitudes égales mais une différence de phase de 90 degrés. Dans ce cas, la pointe du vecteur  $\vec{E}$  décrit un cercle dans le plan perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde. La polarisation circulaire se distingue en 2 cas, le faisceau peut-être dextrogyre (circulaire droit) ou lévogyre (circulaire gauche) suivant la valeur de la relation de phase entre les deux composantes  $E_x$  et  $E_y$  ( $\pm \frac{\pi}{2}$ ).

#### Polarisations radiales

. Les polarisations radiales sont les polarisations qui nous intéressent tout particulièrement dans ce manuscrit, elles se différencient en trois types : radiale fondamentale, ortho-radiale et hybride.

Soit un faisceau se propageant suivant la direction (Oz) dans le repère (O,x,y,z), figure 9 (a). Ce faisceau traverse un plan transverse ( $\pi$ ), défini par le repère (O,x,y). La zone d'intersection entre le faisceau et le plan transverse est représentée sur la figure 9 (b1) dans le cas d'un faisceau polarisé radialement et sur la figure 9 (b3) pour un faisceau polarisé ortho-radialement. On associe au plan transverse un système de coordonnées polaires défini par ( $\vec{e}_r$  et  $\vec{e}_\theta$ ), le plan transverse est également le plan de focalisation dans notre cas.

Dans le cas d'un faisceau polarisé radialement, son amplitude dans le plan transverse est orientée suivant la direction radiale portée par le vecteur  $\vec{e}_r$ . Pour un faisceau polarisé ortho-radialement elle sera orientée suivant la direction ortho-radiale portée par le vecteur  $\vec{e}_\theta$ . De plus, les faisceaux à polarisations radiales présentent une symétrie de champ électrique maximale.

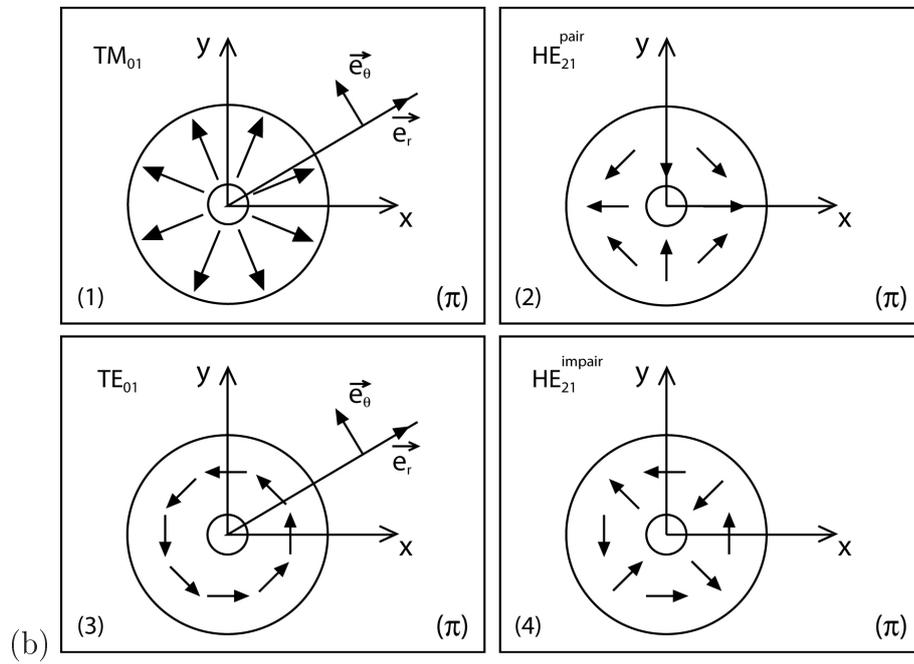
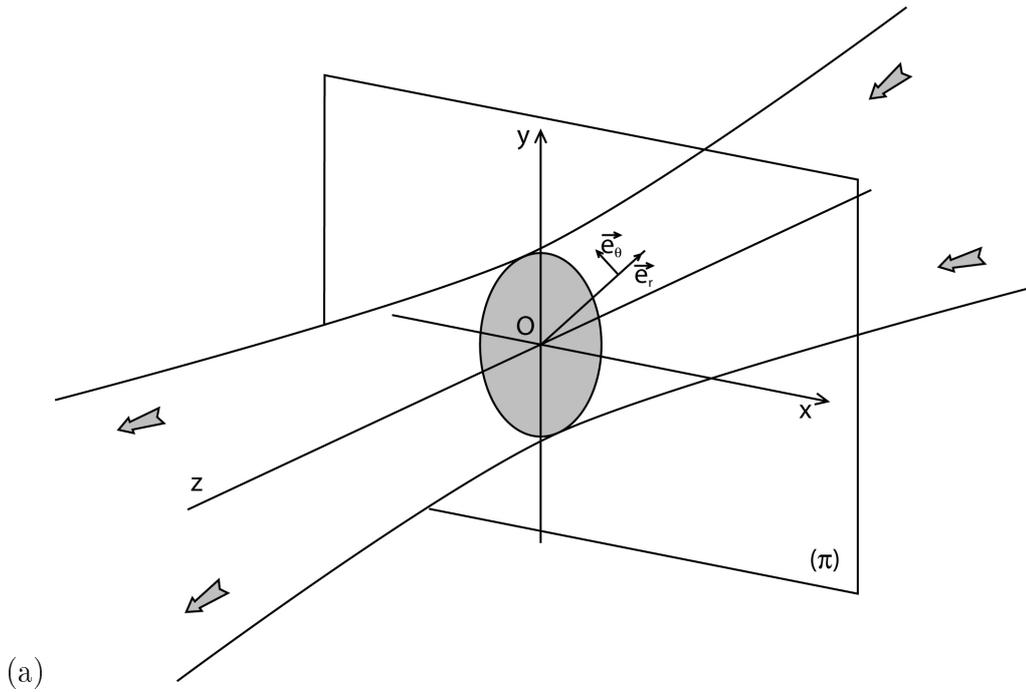


FIG. 9. Représentation schématique dans le plan transverse du champ électrique de faisceaux polarisés, d'après [68] :

- (b1) polarisation radiale,
- (b3) polarisation ortho-radiale,
- (b2) et (b4) polarisations hybrides paire et impaire.

Les champs électriques transverses des 4 modes sont donnés par les expressions suivantes [135] :

$$\begin{aligned}\vec{E}_{TE} &= F(r) \left\{ \sin(\phi) \hat{x} - \cos(\phi) \hat{y} \right\} \\ \vec{E}_{TM} &= F(r) \left\{ \cos(\phi) \hat{x} + \sin(\phi) \hat{y} \right\} \\ \vec{E}_{HE^{pair}} &= F(r) \left\{ \cos(\phi) \hat{x} - \sin(\phi) \hat{y} \right\} \\ \vec{E}_{HE^{impair}} &= F(r) \left\{ \sin(\phi) \hat{x} + \cos(\phi) \hat{y} \right\}\end{aligned}$$

où  $F(r)$  est la fonction radiale.

Les faisceaux polarisés radialement présentent une symétrie axiale et possèdent donc une distribution d'intensité à section transverse annulaire (annulation du champ au centre du faisceau). La géométrie de polarisation radiale peut correspondre à trois modes de vibrations différents : le mode  $TM_{01}$  qui correspond à la polarisation radiale fondamentale, le mode  $TE_{01}$  qui correspond à la polarisation ortho-radiale (également dite azimutale) et le mode  $HE_{01}$  qui correspond à la polarisation hybride. Ces différents modes de vibration sont représentés sur la figure 9 (b).

On a constaté que les faisceaux à polarisations radiales, lorsqu'ils sont focalisés, possèdent des propriétés nouvelles et spécifiques. On peut dans un premier temps, grâce à eux, générer des champs focalisés à forte composante longitudinale, utiles pour la détection optique de molécules uniques [116] ou le piégeage de molécules (optical trapping) [168], et pour la génération par une pointe virtuelle d'un confinement de petite dimension [68]. Dans un deuxième temps, ils présentent une polarisation TM invariante par rotation autour de l'axe du système de focalisation. Ceci est un fait intéressant pour la génération de plasmons de surface à symétrie de révolution. On a également constaté que la pénétration dans les matériaux des champs à polarisation radiale était optimale. Ces faisceaux permettent donc de réaliser des mesures de haute précision et de faire de la micro-ellipsométrie [167] ou de la spectroscopie optique.

Il s'agit maintenant de générer des faisceaux présentant une polarisation à symétrie axiale, pour cela, différents systèmes expérimentaux ont été mis en place depuis une trentaine d'années. On peut citer les dispositifs utilisant un interféromètre à Mach-Zender simple [145] ou double [146] afin de convertir un faisceau laser polarisé linéairement en un faisceau polarisé radialement ; les dispositifs à analyseur radial composés de lentilles biréfringentes [167] ; les dispositifs utilisant un ou deux hologrammes générés par ordinateur [30] ou encore les réseaux sub-longueur d'onde générés par ordinateur [21] ; les dispositifs à polariseurs à cristaux liquides [139] ; les dispositifs basés sur la sélection modale dans une cavité laser [112] ou l'addition de deux modes polarisés orthogonalement ( $TEM_{01}$ ) dans une cavité laser [117] ou encore les lasers à semi-conducteurs [47].

La technique qui a été choisie pour les réalisations expérimentales de cette thèse a été proposée par T. Grosjean [71, 68, 72]. Cette technique est simple, stable et présente un faible coût, permettant de réaliser tous les types de polarisation radiales (radiale fondamentale, ortho-radiale et hybride).

Pour terminer sur les faisceaux lumineux, nous allons maintenant nous pencher sur les caractéristiques des faisceaux de Bessel (qui nous permettront, dans la suite, de caractériser de façon fiable les nano-antennes).

### 3.4. Faisceaux de Bessel.

#### Définition

. Un faisceau de Bessel est un faisceau non diffractant, c'est-à-dire qu'il peut se propager sans divergence du champ sur une certaine distance. Pour un faisceau idéal, cette distance serait infinie, en réalité elle dépend du dispositif expérimental utilisé.

J. Durnin réalise la première expérience qui permet de créer un faisceau non diffractant [41]; suivra la mise en place de nombreux dispositifs expérimentaux afin de générer des faisceaux de Bessel. En 1992, A.J. Cox et al. [33] produisent un faisceau non-diffractant en utilisant un interféromètre de Fabry-Pérot, pour ce faire ils se sont basés sur les considérations de G. Indebetouw [81]. On peut également utiliser un processus holographique [154, 160] pour produire des faisceaux de Bessel dont on peut alors choisir l'ordre, ou encore utiliser une cavité laser [82].

Il existe également une autre méthode, qui nous intéresse plus particulièrement dans le cadre de cette thèse et qui consiste en l'utilisation d'un composant nommé axicon pour créer des faisceaux non diffractant [6, 52, 104, 103, 136, 147]. Les explications sur la pièce nommée axicon seront données dans le paragraphe 2.1.1.

Les faisceaux de Bessel connaissent un grand champ d'applications possibles. comme l'imagerie [5, 152], la manipulation de particules de taille micrométrique [160] ou la lithographie optique [46].

Soit l'équation d'onde dans l'espace libre :

$$(3) \quad \left( \nabla^2 - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \right) E(\vec{r}, t) = 0$$

On pose :

$$k_{\perp}^2 + k_{\parallel}^2 = \frac{\omega^2}{c^2}$$

Le champ non-diffractant à symétrie axiale est le champ dont l'amplitude est proportionnelle à :

$$(4) \quad E(\vec{r}, t) = A \cdot J_0(k_{\perp} \rho) e^{i(k_{\parallel} z - \omega t)}$$

avec  $\rho^2 = x^2 + y^2$ .

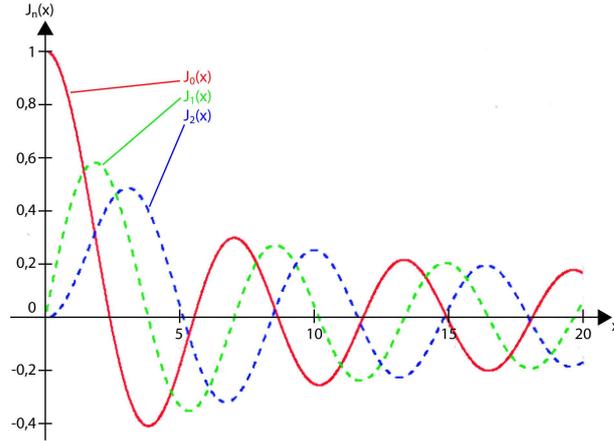


FIG. 10. Représentation des trois premières fonctions de Bessel  $J_n(x)$ ,  $n = 0$  à 2.

En 1987, J. Durnin [40] montre que le champ décrit par l'équation (4) est une solution exacte de l'équation d'onde (3).

$J_0$  est la fonction de Bessel de première espèce d'ordre 0 qui peut être définie suivant une série de puissance infinie :

$$(5) \quad J_0(x) = 1 - \frac{x^2}{2^2} + \frac{x^4}{2^2 \cdot 4^2} - \frac{x^6}{2^2 \cdot 4^2 \cdot 6^2} + \dots$$

On peut également écrire  $J_0$  sous forme intégrale entre les bornes  $\theta = 0$  et  $\theta = 2\pi$  :

$$(6) \quad J_0(x) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} e^{ix \sin \theta} d\theta$$

$J_0$  est également la fonction la plus connue des fonctions de Bessel  $J_n$  définies par :

$$(7) \quad J_n(x) = \frac{x^n}{2^n n!} \left( 1 - \frac{x^2}{2 \cdot (2n+2)} + \frac{x^4}{2 \cdot 4 \cdot (2n+2) \cdot (2n+4)} - \dots \right) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} e^{i(x \sin \theta - n\theta)} d\theta$$

Les faisceaux de Bessel polarisés

. Si on utilise un faisceau incident polarisé radialement pour créer un faisceau de Bessel, les distributions de champ s'expriment alors ainsi :

$$E_x(\rho, \xi) \propto -i \cos \theta \cos \xi J_1(\alpha\rho)$$

$$E_y(\rho, \xi) \propto -i \cos \theta \sin \xi J_1(\alpha\rho)$$

$$E_z(\rho, \xi) \propto \sin \theta J_0(\alpha\rho)$$

$$\alpha^2 = u^2 + v^2 = (k \sin \theta)^2$$

Si on définit l'intensité comme  $I = I_r + I_z$ , où  $I_r = |E_x|^2 + |E_y|^2$  et  $I_z = |E_z|^2$  :

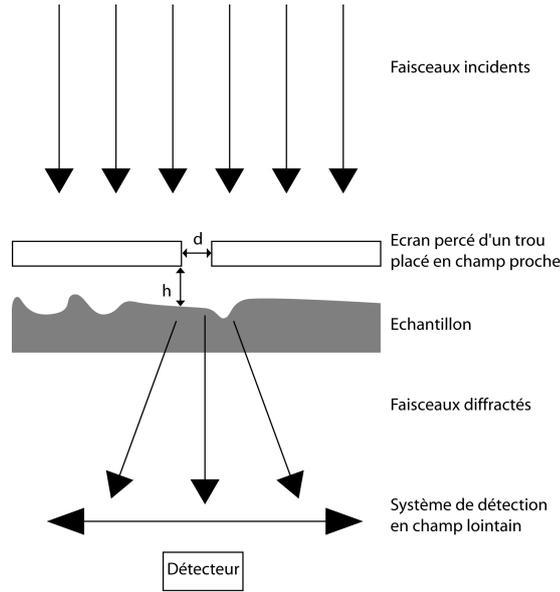


FIG. 11. Idée originale de E.H. Synge.

$$I_r = |E_x|^2 + |E_y|^2 \propto (-i \cos \theta \cos \xi J_1(\alpha\rho))^2 + (-i \cos \theta \sin \xi J_1(\alpha\rho))^2$$

$$I_r \propto J_1^2(\alpha\rho) \cos^2 \theta (\cos^2 \xi + \sin^2 \xi)$$

$$I_z = |E_z|^2 \propto J_0^2(\alpha\rho) \sin^2 \theta$$

on s'aperçoit alors que la composante transverse de l'intensité  $I_r$  est proportionnelle à  $J_1^2$  et que la composante longitudinale  $I_z$  est proportionnelle à  $J_0^2$  lorsque l'on utilise une polarisation radiale.

Après avoir regardé plus précisément les caractéristiques de l'éclairage, nous allons maintenant nous intéresser aux différents types de sondes qu'il est possible de rencontrer en microscopie en champ proche.

#### 4. Les sondes

Les sondes utilisées en microscopie champ proche ont grandement évolué depuis l'idée émise par E.H. Synge en 1928 [144] qui proposait d'utiliser un écran métallique opaque troué comme nanosonde optique (figure 11). Dans le montage proposé, l'idée fondamentale est que  $d$  et  $h$  soient petits devant la longueur d'onde.

En microscopie champ proche, les propriétés de la sonde sont critiques pour les performances de l'instrument. En STM par exemple, on utilise différents types de pointes suivant la nature de l'échantillon étudié ainsi que de l'information que l'on va rechercher.

La sonde d'un microscope optique champ proche a deux utilités : la première nous permet d'accéder à la topographie de l'objet que nous sommes en train d'étudier, pour

cela l'extrémité de la pointe doit posséder un diamètre le plus petit possible afin de pouvoir augmenter la résolution spatiale de l'image ; la seconde nous permet d'accéder aux propriétés optiques de l'objet en étudiant l'information émise par celui-ci lorsqu'il est éclairé ou qu'il émet son propre champ lumineux. Ainsi la forme, la structuration, le matériau constitutif de la sonde, sont autant de paramètres qui entrent en compte dans la résolution de l'image obtenue en microscopie optique champ proche.

Les premières pointes ont été utilisées par D.W. Pohl et al. [124] dans leur mise en oeuvre expérimentale de la microscopie en champ proche. Ces pointes étaient réalisées à partir d'un cristal de quartz attaqué chimiquement afin d'obtenir à l'extrémité du cristal une forme pointue. La pointe était ensuite métallisée avec une couche d'aluminium (500 à 1000 nm) sur laquelle une ouverture était créée par une érosion mécanique.

De nombreux type de pointes à ouvertures vont ensuite apparaître avec l'explosion de l'optique guidée et le développement de l'utilisation courante des fibres optiques en silice. Deux techniques principales vont se développer dans les années 90 afin d'obtenir des pointes fibrées, la première technique consiste en l'amincissement de fibres optiques monomodes sous échauffement laser [17, 18, 62, 148], la seconde technique fait intervenir un usinage chimique de la gaine de silice des fibres optiques [119, 77]. Ces deux techniques seront plus amplement décrites dans le chapitre 3.

Les études se sont ensuite portées sur l'optimisation de la taille de l'ouverture de ces pointes. On peut citer quelques techniques différentes qui ont été développées à cet effet, comme l'attaque chimique sous gaine présentée dans les articles de R. Stockle et al. [140] et P. Lambelet et al. [97], l'étirage séquentiel [91], ou encore l'usinage par faisceaux d'ions focalisés (**FIB** : Focused Ion Beam) [158] et enfin plus récemment le greffage de nano-émetteurs à l'extrémité des pointes [107].

Les différentes recherches ont permis d'obtenir des sondes dont les ouvertures sont de plus en plus petites (pouvant aller jusqu'à une dizaine de nanomètres) mais les tailles typiques des ouvertures des pointes utilisées couramment se situent entre 50 et 100 nm.

Les paramètres importants des sondes sont : les matériaux utilisés pour la création de la sonde, la forme géométrique de la pointe et de la zone située à l'extrémité de celle-ci, le guidage de la lumière de l'émetteur au récepteur.

**4.1. Matériaux constitutifs des sondes.** Comme nous avons pu le voir dans le paragraphe 2.1, il existe différents types de microscopes optiques en champ proche et suivant qu'ils fonctionnent avec ou sans ouverture, ils ne nécessitent pas le même type de sonde.

Lorsqu'il s'agit d'un microscope fonctionnant avec une sonde à ouverture, celle-ci est le plus souvent fabriquée à partir d'une fibre optique en silice. Elle présente une extrémité relativement fine grâce à un amincissement, mécanique ou chimique, et elle peut être nue ou métallisée. Grâce à la technique de métallisation par évaporation il est possible

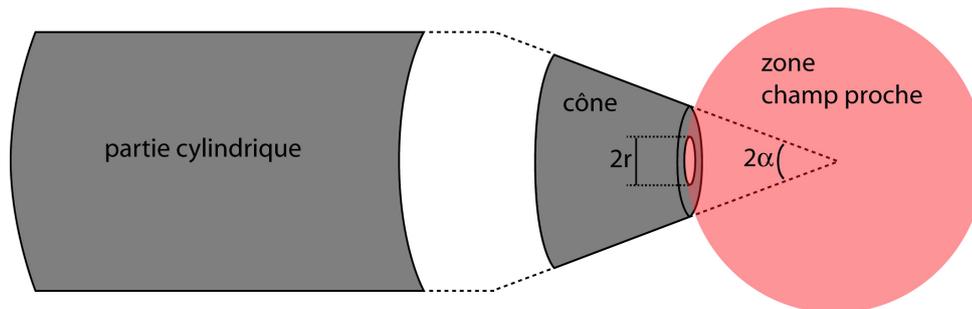


FIG. 12. Aspect géométrique d'une pointe SNOM (d'après [36]).

de métalliser entièrement ou partiellement la pointe en utilisant la méthode dite d'ombrage (la pointe forme alors un angle précis avec le faisceau pulvérisé). Les techniques de préparation des pointes seront plus amplement détaillées dans le chapitre 3. Il existe dans la littérature des sondes à ouverture qui présentent des caractéristiques plus "exotiques", qu'elles soient fabriquées à partir d'une fibre optique et d'une microfabrication à son extrémité [63, 86] ou encore à partir d'un levier AFM ayant lui-même subi une microfabrication [45].

Lorsque l'on utilise un microscope à sonde sans ouverture, la pointe peut être réalisée par électrochimie (sondes en tungstène ou en métal noble), ou encore, plus directement, on peut utiliser des pointes commerciales dédiées habituellement aux techniques de microscopies AFM ou STM. Dans certaines configurations, une sonde est intégrée à l'extrémité d'un levier d'AFM, par exemple, certaines pointes sont fabriquées à partir de nanotubes de carbone, rapportés à l'extrémité d'un levier ou d'une pointe étirée de fibre optique [73].

**4.2. Formes géométriques et zone d'ouverture des pointes.** Une fibre optique utilisée comme sonde d'un microscope optique en champ proche (figure 12) possède une forme cylindrique, forme originelle de la fibre optique, dont l'extrémité est modifiée sous la forme d'un cône par une des différentes techniques qui seront présentées dans le paragraphe 1. L'angle du cône peut varier suivant la technique utilisée, il sera très petit dans le cas d'une fibre effilée par chauffage / étirage, plus ouvert si la fibre est attaquée chimiquement et cet angle pourra être parfaitement contrôlé avec une technique de polissage.

Suivant que la pointe est métallisée ou non, elle possède un certain diamètre d'ouverture à son extrémité qui va intervenir sur la transmission de l'information lumineuse [93, 131, 36, 37], le signal optique étant fortement diminué lorsque la taille de l'apex est inférieure à 30 nm [164]. Il est toujours important de considérer simultanément la taille de l'ouverture et la forme du cône afin d'avoir une pointe de bonne qualité. Une étude théorique de L. Novotny [114, 115] montre que si l'on désire optimiser la transmission de la pointe ainsi que la taille du spot, celle-ci doit posséder un demi-angle  $\alpha$  de son cône d'ouverture compris entre  $30^\circ$  et  $50^\circ$ .

La qualité de la surface de la pointe est également un paramètre pour optimiser la qualité des images obtenues. Plus la surface du cône de la pointe sera exempte d'imperfections, meilleure sera la qualité de l'image optique obtenue mais également meilleure sera la qualité de l'image topographique.

Il est donc très important de trouver un bon compromis entre la résolution spatiale recherchée qui dépend de la taille de l'extrémité de la pointe ainsi que de la qualité de surface et le niveau du signal qui augmente avec l'angle du cône et le diamètre d'ouverture. C'est dans cet objectif que les pointes supports des nano-antennes annulaires prendront en leur extrémité la forme d'un axicon.

**4.3. Guidage de la lumière.** Si nous nous intéressons plus particulièrement au cas d'un microscope utilisant une sonde à ouverture, il est alors nécessaire d'étudier le "transport" de la lumière au travers d'une fibre optique. Suivant la configuration du microscope choisie, la lumière est collectée (mode collection) ou émise (mode illumination) par la fibre optique.

Dans le cas où la fibre illumine l'échantillon en champ proche, la lumière est acheminée d'une source lumineuse vers l'objet au moyen de la fibre elle-même. On dispose en conséquence du choix de la source utilisée, lasers, source blanche, infrarouges, etc..., suivant les ressources du laboratoire.

Dans le cas où la fibre sert de collecteur de l'information lumineuse en champ proche issue de l'échantillon, la lumière captée à l'extrémité de la fibre est transmise au photomultiplicateur (PM) après guidage en son sein.

La fibre optique présente l'avantage de pouvoir guider la lumière entre ses deux extrémités. Les longueurs de fibre utilisées, entre l'émetteur et le récepteur sont bien souvent de l'ordre du mètre, ce qui n'induit pas de perte lumineuse sur cette distance. En fonction de l'application recherchée, on peut utiliser différents types de fibres, comme les fibres à maintien de polarisation, monomodes, bimodes ou encore photoniques.

## 5. Conclusion

L'enjeu de ce premier chapitre était de présenter concrètement au lecteur la genèse des microscopies en champ proche et tout particulièrement de celle liée à l'optique. Nous avons ainsi pu voir que la qualité des informations fournies par un microscope optique en champ proche dépend principalement de deux paramètres que sont le système d'éclairage et la sonde. Les propriétés optiques du faisceau lumineux, en terme de cohérence, de polarisation ou de nature géométrique, influencent directement la qualité et l'interprétation des résultats obtenus avec un microscope optique champ proche. La sonde du microscope possède quant à elle des propriétés qui lui sont intrinsèques suivant le matériau qui la constitue, sa forme et ses capacités de transmission. Ces paramètres, pour la plupart liés à la fabrication de la sonde, modifient les informations d'une image à une autre pour un

objet donné en faisant ressortir des détails suivant la sonde employée. On perçoit donc l'importance des propriétés spécifiques de l'éclairage ainsi que le rôle primordial que joue le nanocollecteur, c'est-à-dire la sonde, en interaction avec le champ électromagnétique.



## CHAPITRE 2

### Antennes et ondes électromagnétiques : liaisons avec l'optique

Seront abordées dans ce chapitre les antennes dans différents domaines de fréquences ainsi que les microscopies en champ proche qui leurs sont associées. Pour cela, nous aborderons dans un premier temps le domaine des micro-ondes, qui apparaît comme le domaine précurseur des antennes, puis nous nous intéresserons au domaine des TéraHertz, pour terminer par le domaine de l'optique dont les longueurs d'ondes sont celles utilisées au cours des travaux expérimentaux de ce manuscrit.

#### 1. Les antennes et les ondes électromagnétiques

**1.1. Spectre électromagnétique et définition d'une antenne.** James Clerk Maxwell (1831-1879) démontra, après unification de théories antérieures (électrostatique, électrocinétique et magnétostatique), que les champs électriques et magnétiques forment une unicité. Les équations de Maxwell, publiées sous leur forme définitive en 1873 dans "A Treatise on Electricity and Magnetism" [102], décrivent alors le comportement des champs électriques et magnétiques et le rapport entre les deux, à savoir l'électromagnétisme et les ondes qui lui sont associées. C'est en 1889 que Heinrich Rudolf Hertz (1857-1894), démontre l'existence des ondes électromagnétiques en utilisant des antennes doublets, en réception et en émission.

##### **Mais qu'est-ce donc qu'une antenne ?**

Une antenne est un système permettant de rayonner (émetteur) et de capter (récepteur) les ondes électromagnétiques. Elle va se définir suivant ses propres critères particuliers qui sont, la bande de fréquences d'utilisation, la polarisation, la directivité et le diagramme de rayonnement, la forme et les dimensions, le mode d'alimentation... Notons dès à présent que les deux types d'antennes qui sont à la base de toutes conceptions d'antennes, sont l'antenne dipolaire électrique et l'antenne dipolaire magnétique. L'antenne dipolaire électrique est composée d'un simple fil rectiligne de longueur  $l$ , alimenté par un courant. Cette antenne est très largement utilisée, tant en réception qu'en émission. L'antenne dipolaire magnétique quant à elle se distingue par sa forme circulaire qui n'est autre qu'une spire de courant, de rayon  $r_0$ .

Les antennes représentent depuis la naissance de l'électromagnétisme un des enjeux majeur dans l'art de détecter les champs électromagnétiques. Elles existent de nos jours sous des types variés et sont omniprésentes au sein des objets de notre vie quotidienne, que ce soit en matière de radio-diffusion, de télévision ou encore de télécommunications,

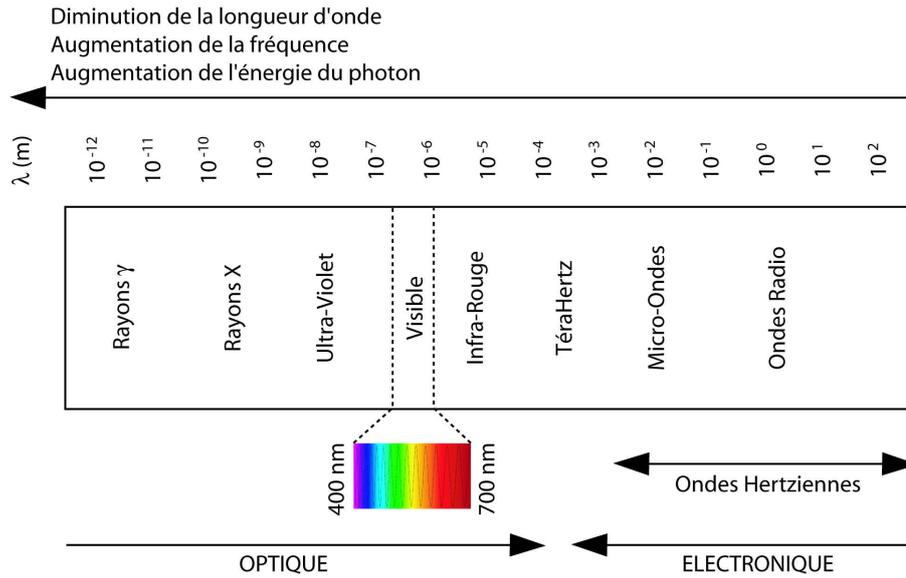


FIG. 1. Spectre électromagnétique.

etc ... Elles sont donc d'une importance technologique majeure. En effet dans un monde où la communication et les systèmes qui lui sont associés sont au centre des activités, il est nécessaire de pouvoir les optimiser. Pour cela il est important de pouvoir adapter une antenne à une application que l'on désire mettre en place et à fortiori à un domaine de longueur d'onde. Pour illustrer plus clairement les propos qui vont suivre, on peut pour commencer se pencher sur le spectre électromagnétique dans son ensemble (figure 1) et sur les différentes zones qui le composent.

Le spectre peut être vu comme la réunion de deux grands groupes : l'**optique** et l'**électronique**.

L'électronique regroupe les ondes dont la longueur d'onde est comprise entre  $10^{-4}$  m et  $10^2$  m, en intégrant les micro-ondes et les ondes radio. La partie optique du spectre regroupe les ondes entre  $10^{-12}$  m et  $10^{-4}$  m, avec l'Ultra-Violet, le Visible et le proche Infra-Rouge. Le spectre du visible représente une petite gamme de longueur d'onde entre 400 et 800 nm, dans le groupe de l'optique. A l'intersection de ces deux grands groupes se trouvent les TéraHertz et les Infra-Rouges lointains qui constituent un "groupe" particulier.

Nous verrons dans la suite qu'à chacun de ces domaines de longueur d'onde on peut associer des antennes. En effet, si les antennes ont été largement étudiées dans les domaines de l'électronique comme nous le détaillerons dans le paragraphe 2 pour les ondes de radio-diffusion et pour les micro-ondes, elles sont en émergence en ce qui concerne le domaine des ondes TéraHertz et Infra-rouge, paragraphe 3, et restent très peu étudiées à l'heure actuelle dans le domaine de l'optique, paragraphe 4.

Nous remarquerons de plus qu'à chacun de ces domaines présentés, il est possible d'associer un type de microscopie en champ proche.

## 2. Domaine des ondes radio et des micro-ondes

Les antennes sont largement étudiées dans le domaine de l'électronique, regroupant les ondes radio et les micro-ondes. Elles présentent un grand champ d'exploitation aussi bien pour la télévision que pour la radio, les radars ou les systèmes de communication, tel que les téléphones portables, la miniaturisation des antennes ayant rendu possible une telle avancée technologique.

Dans le domaine des micro-ondes, les ondes électromagnétiques utilisées se situent à des fréquences appartenant aux mégaHertz. Les structures couramment utilisées pour former des antennes ont des dimensions dont l'ordre de grandeur est le millimètre. Ces structures sont aisées à réaliser, puisqu'elles ne présentent pas de fortes contraintes technologiques. La seule réelle contrainte étant le raccordement de l'antenne avec des électrodes afin d'appliquer une différence de potentiel entre deux points de l'antenne.

Afin de mieux identifier les phénomènes qui apparaissent à ces longueurs d'onde au niveau des composants et afin de dépasser les limitations de mesures électrodynamiques classiques, un système d'inspection en champ proche a été développé. Cette nouvelle famille de microscopes en champ proche (**SNMM** : Scanning Near-field Microwave Microscopy) a permis de mesurer localement et quantitativement les propriétés électriques et magnétiques d'un objet, comme la conductivité ou encore l'impédance, en utilisant les micro-ondes en illumination et en détection. Lorsque l'on utilise une sonde à ouverture, il est nécessaire que celle-ci possède un diamètre supérieure à  $\frac{\lambda}{20}$  afin d'avoir un minimum de pertes. Ce type de pointe est donc approprié à la microscopie optique mais une utilisation dans le régime micro-onde impliquerait une limite de résolution de l'ordre du millimètre, toute en perdant une puissance considérable. Il apparaît alors que l'élément majeur d'un tel dispositif est l'antenne qui doit par ses caractéristiques être sensible au champ proche. Suivant sa forme, ses dimensions et son orientation dans l'espace, elle va permettre la détection du champ électrique ou du champ magnétique de l'objet étudié. Si la sonde se présente sous la forme d'un dipôle électrique, issu d'un câble coaxial dénudé, comme représenté sur la figure 2 (a), elle va permettre d'assurer la détection du champ électrique. Si maintenant la sonde est formée d'une ou plusieurs spires, figure 2 (b), telle l'antenne dipolaire magnétique, elle permettra la détection du champ magnétique au-dessus de la structure.

On note qu'il existe à l'heure actuelle de nombreux exemples de sondes / antennes adaptées à la microscopie micro-onde en champ proche. Elles sont de deux types, soit à large bande auquel cas elles consistent le plus souvent en un système de guidage (type guide d'ondes), soit résonantes auquel cas elles ne fonctionnent que sur une certaine gamme de fréquence mais sont plus sensibles que les premières.

C.A. Bryan et al. [26] sont les premiers à employer un guide d'onde effilé sans fréquence de coupure qui n'est autre qu'une pointe coaxiale. Y. Gao et I. Wolff utilisent un

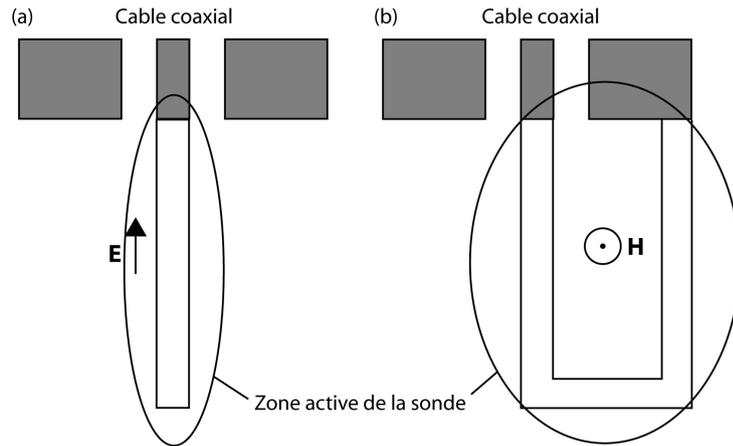


FIG. 2. (a) Antenne dipolaire électrique.  
(b) Antenne dipolaire magnétique.

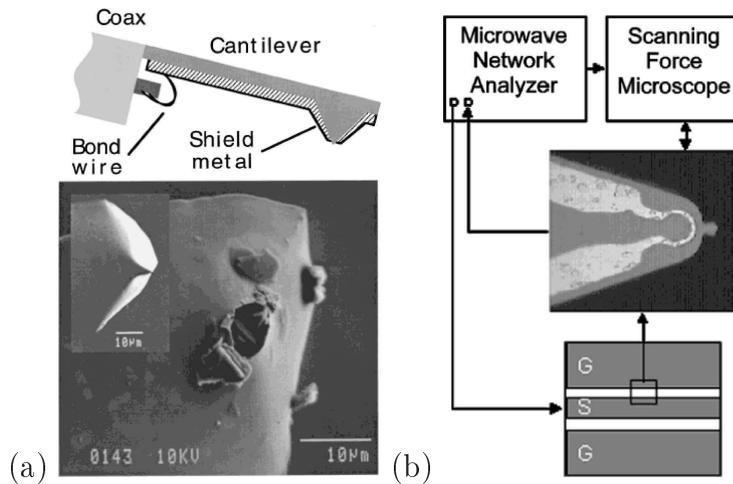


FIG. 3. Exemples de structures déposées en extrémité de levier SFM :  
(a) structure coaxiale [149],  
(b) antenne boucle [2].

guide d'onde coaxial muni d'une antenne dipolaire à l'extrémité afin de mesurer le champ électrique en trois dimensions [61]. Une technique développée par D.W. van der Weide [149] consiste à employer une structure coaxiale sur un levier SFM (Scanning Force Microscopy). Pour cela le levier est recouvert d'une résine photorésistive et métallisé d'une couche d'or dans laquelle une ouverture est créée afin d'obtenir une structure coaxiale en extrémité comme exposé sur la figure 3 (a).

Toutes ces techniques précédemment citées bien que dédiées à la microscopie magnétique se bornent à mesurer les composantes du champ électrique. En effet, il existe peu d'instruments capables d'imager le champ magnétique dans le domaine des micro-ondes. V. Agrawal et al. [2] ont dans cet objectif proposé d'utiliser une antenne boucle de  $6 \mu\text{m}$  de diamètre fixée sur un levier SFM comme présentée sur la figure 3 (b) de même que Y. Gao et I. Wolff utilisent une sonde magnétique miniature qui prend la forme d'une boucle

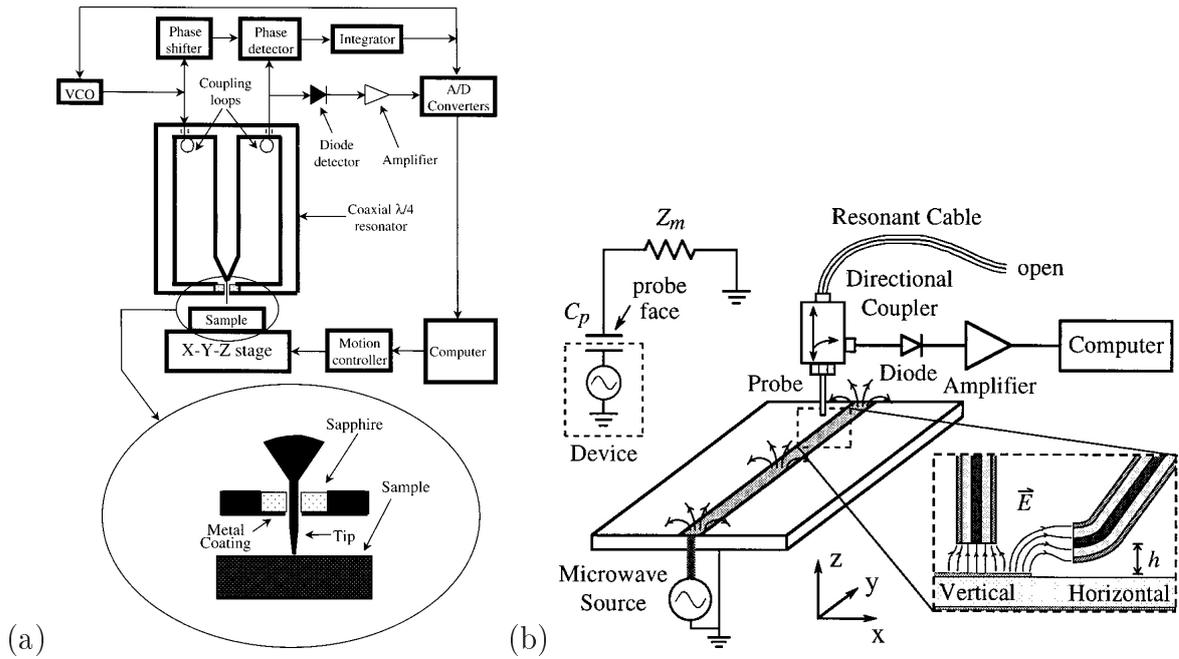


FIG. 4. Exemples de sondes adaptées à la microscopie micro-onde en champ proche :

- (a) cavité résonante coaxiale [59],
- (b) cavité résonante coaxiale ouverte [42].

de fil de  $700 \mu\text{m}$  de diamètre [60]. Les perturbations de l'échantillon imagé font varier la fréquence de résonance, ce décalage de fréquence est alors contrôlé et imagé. Dans ce cas il est donc possible d'observer un contraste entre un matériau ferromagnétique et un matériau paramagnétique. De leur côté, S.S. Osofsky et S.E. Schwartz imaginent eux aussi une sonde de champ magnétique mais cette fois sous la forme d'une double boucle [118]. Une technique récente utilisée pour réaliser des mesures du champ magnétique est basée sur les SQUIDS, elle sera développée dans le paragraphe 2.3.

Il existe également de nombreux exemples de sondes résonantes, parmi lesquelles on peut citer celles de C. Gao et al. [59] dont la résolution spatiale atteint  $100 \text{ nm}$ . La sonde est composée d'une pointe fine entourée de saphir formant ainsi un coaxe d'ouverture très petite comme montrée sur la figure 4(a). S.K. Dutta et al. [42] quant à eux, utilisent une pointe coaxiale pour imager les champs électriques micro-onde sur une ligne de transmission ouverte (figure 4(b)).

A travers ces exemples, nous avons pu voir un certain nombre de configurations d'antennes utilisées dans le domaine des micro-ondes. Ce domaine et les antennes qui lui sont associées sont la source d'inspiration pour tous les autres domaines de longueurs d'onde où les antennes ont été étudiées par la suite.

### 3. Domaine des ondes TéraHertz et Infra-Rouge

Comme nous l'avons vu précédemment à partir du spectre électromagnétique, le domaine de fréquence des ondes TéraHertz et infra-rouge se situe à la limite du domaine de l'optique et du domaine des micro-ondes. En ce qui concerne le domaine des TéraHertz (THz) on parle également de façon équivalente du domaine infra-rouge lointain. Comme on peut le constater sur la figure 1, les "TéraHertz" se trouvent à l'interface, appelée quelquefois "gap THz", entre deux domaines de recherche distincts que sont l'électronique avec les ondes hertziennes et l'optique avec les ondes du visible et du proche Infra-Rouge (IR). Les ondes TéraHertz ont des fréquences comprises entre 300 Ghz et 10 THz (ce qui correspond à des longueurs d'onde comprises entre 3 mm et 30  $\mu\text{m}$ ). On peut alors comprendre que ce croisement des chemins puisse se répercuter sur les techniques de génération et de détection des ondes de cette interface.

La première exploration quantitative dans le domaine "TéraHertz" a été réalisée par H. Rubens [130] en 1894 avec une étude du rayonnement du corps noir. Actuellement en qualité de génération d'impulsions THz, la majorité des sources impulsives reposent sur l'excitation de différents matériaux par des impulsions ultra-courtes. La rectification optique [14], ou encore redressement, et la photo-induction [8], sont les deux approches les plus performantes pour générer des impulsions THz à large bande spectrale.

En terme de détection d'ondes THz, il faut tenir compte de l'énergie du photon qui est très faible pour permettre un effet photo-électrique direct ; il est donc quasi nécessaire dans ce domaine d'utiliser des détecteurs thermiques, bien qu'il soit possible de détecter efficacement et sensiblement les photons THz à l'aide d'une technique basée sur l'effet photo-électrique. Contrairement au domaine des ondes optiques il est possible de mesurer le champ électrique THz. Dans le visible les détecteurs photoniques ne sont pas sensibles aux variations temporelles du champ électromagnétique, alors qu'il est possible de mesurer le champ électrique THz en fonction du temps au moyen d'une technique d'échantillonnage électro-optique [163] ou d'échantillonnage photoconductif [50].

Il existe deux grands domaines d'application des ondes THz : la spectroscopie et l'imagerie (microscopie). L'imagerie THz permet d'accéder à un contraste tout à fait novateur, dans la mesure où l'interaction entre la lumière et la matière repose sur une inspection des niveaux d'énergies vibrationnels et rotationnels de la matière, qui seront différents en fonction de la fréquence de l'onde utilisée. Les premiers travaux en imagerie ont été menés par M.C. Nuss [78, 109]. Cette réalisation utilisait des antennes photoconductrices comme générateur et détecteur d'impulsions THz.

Les années 2000 voient l'apparition de l'imagerie champ proche dans le domaine THz [79, 29, 108, 51]. Les pointes utilisées majoritairement en microscopie champ proche dans les domaines IR et THz sont des pointes "apertureless", selon le principe illustré sur la figure 5 (cf. K. Wang et al. [161]). La pointe métallique déforme localement les lignes de

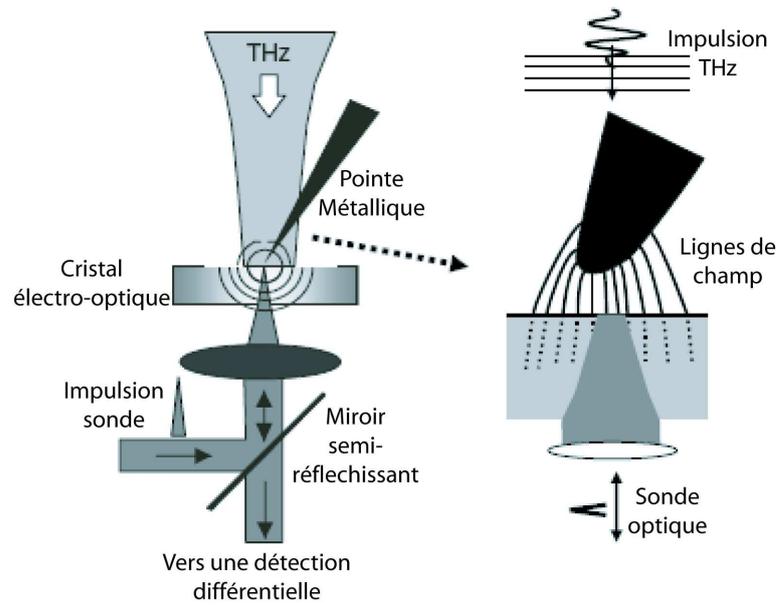


FIG. 5. Principe d'un microscope THz en champ proche à sonde métallique [161].

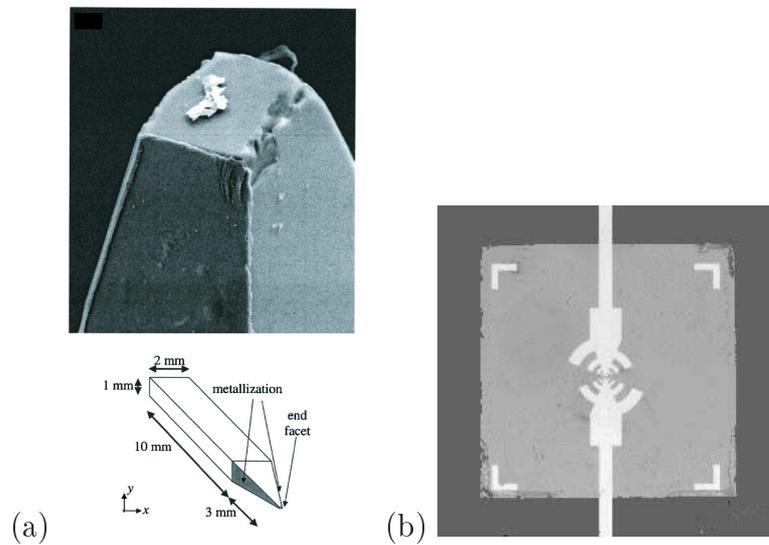


FIG. 6. Antennes pour la microscopie TéraHertz :  
 (a) pointe pyramidale [90],  
 (b) AMCB sur une membrane de  $Si_3N_4$  d'épaisseur 500 nm et  $2 \mu m$  de côtés [64].

champ électrique au voisinage d'un cristal électro-optique de sorte qu'elles puissent ainsi être détectées par une impulsion sonde qui entre dans le cristal et qui se réfléchit sur sa surface supérieure.

Il existe quelques exemples d'antennes spécialement conçues pour le domaine THz présentés sur la figure 6.

Pour N. Klein et al. [90] la sonde est une pointe de forme pyramidale obtenue par polissage et qui se termine par un méplat d'un micron de coté. Les deux faces opposées

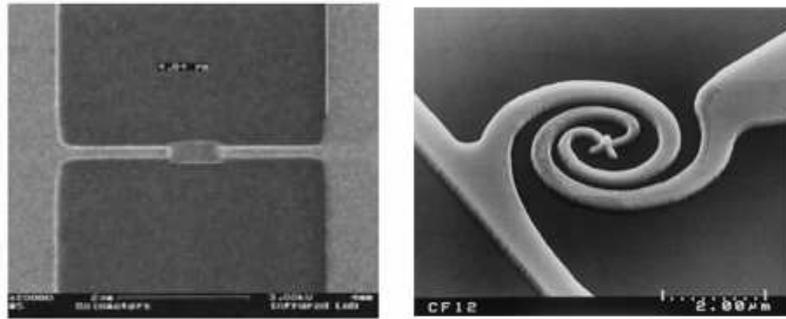


FIG. 7. Exemples d'antennes optiques. À gauche une antenne dipôle [3], à droite une antenne en spirale asymétrique [57].

de la pyramide sont recouvertes d'une couche d'un métal fortement conducteur (10 nm de titane, 1  $\mu\text{m}$  d'argent et 50 nm d'or) à l'aide d'un MEB, figure 6 (a). Gianni et al. présentent un processus permettant d'obtenir une antenne (AMCB) formée de microbolomètres couplés, en bismuth, comme sur la figure 6 (b).

#### 4. Domaine des ondes optiques visibles

Lorsque l'on étudie le spectre du visible, ce que l'on appelle couramment l'optique, on travaille avec des longueurs d'onde comprises entre 400 et 800 nm et qui vont du violet au rouge en terme de couleur. Le spectre peut aussi être étendu entre 800 et 1500 nm et gagne alors le proche infra-rouge, ce domaine de longueurs d'onde est alors fréquemment utilisé pour la caractérisation de structures complexes telles que les cristaux photoniques.

A ce jour, les antennes, au sens où on l'entend dans ce manuscrit, ont été très peu étudiées dans un domaine comme celui de l'optique du visible. Il apparaît en effet, que si l'on veut utiliser ces dispositifs en microscopie optique champ proche, on se trouve alors confronté à deux difficultés principales, dues au changement d'échelle, qui sont : la taille nanométrique des structures et l'évolution des propriétés des métaux qui ne peuvent plus être envisagés comme parfaits. Les ondes optiques imposent donc un certain nombre de contraintes technologiques pour ces antennes, tant au niveau de la fabrication qu'au niveau de l'utilisation.

Cette dernière décennie a néanmoins vu l'émergence de nouvelles techniques de fabrication (voir chapitre 3) qui ont permis la réalisation de diverses nanostructures adaptées des antennes existantes dans les domaines des micro-ondes et des radio-fréquences (figure 7). De plus un phénomène appelé "résonance plasmon", consistant en l'interaction d'une onde optique et d'un métal, a vu son exploitation possible en optique champ proche [1, 11]. Ainsi des nanoparticules métalliques peuvent générer, sous certaines conditions de formes et de dimensions, des modes de plasmons de surface et peuvent présenter localement une forte exaltation du champ magnétique, sous certaines conditions de polarisation [96, 110].

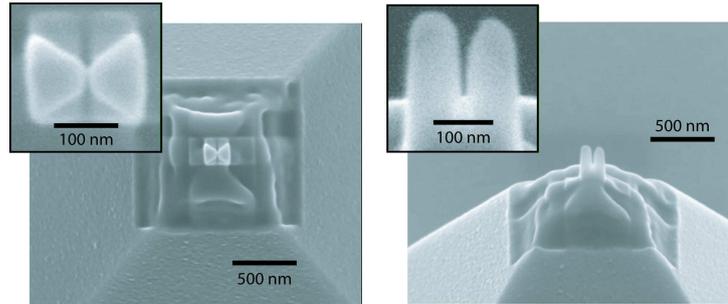


FIG. 8. Antenne optique papillon à l'extrémité de la pointe d'un levier AFM en vues de face et de profil [49].

Des antennes adaptées aux ondes optiques ont ainsi pu être conçues. La méthode proposée par O. Sqalli et al. [138] consiste à greffer une sphère d'or à l'extrémité d'une pointe diélectrique, il apparaît alors une exaltation du champ électrique à une longueur d'onde donnée, celle-ci étant définie par les dimensions de la nanoparticule. Une autre méthode, empruntée au domaine des micro-ondes, consiste à usiner une structure de type "antenne papillon". La technique revient à disposer face à face deux triangles isocèles métalliques, la distance les séparant devant être très faible au regard de la longueur d'onde. On crée alors un dipôle électrique orienté suivant l'axe médian. L'article de J.N. Farahani et al. [49] définit l'interaction dans le domaine du visible entre un quantum dot et une antenne papillon. Dans ce cas il a été montré que l'on était capable d'observer le rayonnement efficace d'un unique quantum dot grâce à une nanostructure métallique de taille et de forme convenablement choisies. L'antenne a été usinée par FIB à l'extrémité d'un levier AFM, afin d'en faciliter l'utilisation. Ici la structure a été réalisée en aluminium et l'épaisseur de la couche de métal est de 40 nm. La longueur totale de l'antenne est de 140 nm, l'angle au sommet est de  $40^\circ$  et l'espace entre les deux structures triangulaires est d'environ 50 nm avec un rayon de courbure de 30 nm.

De leur côté D.P. Fromm et al. [56] ont étudié le comportement spectral d'antennes papillons planaires en or en modifiant l'espace entre les deux triangles ainsi qu'en modifiant la polarisation du faisceau incident.

Actuellement peu d'articles font état de la détection du champ magnétique. Cependant, en utilisant une sonde métallisée à ouverture et des conditions particulières d'éclairage, E. Devaux et al. ont pu détecter localement le champ magnétique optique dans la zone champ proche d'échantillons diélectriques [34].

Une antenne optique est par conséquent la combinaison d'une structure métallique qui capte le champ électromagnétique et d'un élément qui convertit l'énergie captée en un signal exploitable, ce que l'on peut donc définir comme un détecteur de lumière. Les dimensions de la structure ainsi que sa forme et le métal employé sont liés à la longueur d'onde employée et vont donc fortement influencer les propriétés de l'antenne dans le domaine des ondes du visible. Autrement dit, la taille de la structure métallique est une

fraction de la longueur d'onde et les caractéristiques typiques de l'antenne sont proportionnelles à la longueur d'onde. Une antenne de structure filaire favorisera la détection du champ électrique, tandis qu'une antenne de structure annulaire favorisera la détection du champ magnétique. La capacité pour une antenne donnée de détecter, par exemple, les composantes électriques ou magnétiques du champ au dessus d'un échantillon, dépendra donc de ses caractéristiques constitutionnelles, de forme, de dimensions et du métal utilisé.

## 5. Conclusion

Dans ce deuxième chapitre nous avons abordé dans une première section le coeur de notre sujet que sont les antennes. Afin de mieux comprendre en quoi et de quelle façon une antenne peut être utile en optique et en microscopie optique champ proche, nous avons présenté les différents types d'antennes existantes à ce jour ainsi que les différents domaines de longueurs d'onde qui leurs sont associés. Pour cela nous sommes partis de la définition générale d'une antenne, pour arriver à parler ensuite de leurs utilisation en microscopie champ proche pour chacun des domaines cités (ondes radio, micro-ondes, infra-rouges et téraHertz).

La première partie de cette thèse se termine ici. Nous avons abordé les définitions et les notions nécessaires à la compréhension des différents phénomènes qui seront abordés dans la seconde partie qui porte sur la fabrication d'une nano-antenne et dans la troisième partie portant sur la caractérisation d'une nano-antenne.

Deuxième partie

Conception et Réalisation d'une Nano-Antenne  
à l'Extrémité d'une Sonde



## CHAPITRE 3

### Fabrication d'une nano-antenne à l'extrémité d'une sonde

Nous avons pu constater que l'intérêt porté au SNOM et plus généralement à la nano-optique s'était accru ces dernières années. Cet engouement s'est vu néanmoins quelque peu freiné par l'apparition de divers problèmes concernant la fabrication et l'optimisation des sondes, nécessaires à une utilisation en routine de la microscopie optique champ proche. En effet, la confection et la manipulation de ces sondes spécifiques ne sont pas triviales.

Nous présentons dans ce chapitre la méthode retenue pour réaliser une antenne à l'extrémité d'une fibre optique. Cette méthode met en jeu plusieurs techniques définissant un processus en quatre étapes.

La première étape consiste en une préparation de la fibre optique "brute" par un chauffage / étirage, qui lui donne ainsi une forme de pointe effilée.

La seconde étape est l'obtention, par polissage, d'un axicon à l'extrémité de la pointe étirée préalablement.

La troisième étape voit l'ensemble pointe-axicon recouvert d'une fine couche de métal, d'une centaine de nanomètres ; c'est l'étape de métallisation.

Et enfin, la quatrième et dernière étape utilise la technique de gravure par faisceaux d'ions focalisés (FIB), afin d'obtenir une nano-antenne métallique à l'extrémité de l'ensemble pointe-axicon, sur le sommet de l'axicon.

#### 1. Les méthodes de fabrication des sondes

**1.1. Chauffage et étirage du collecteur : préparation d'une fibre effilée.** La méthode la plus usitée pour la création d'une pointe destinée à la microscopie optique champ proche est celle du chauffage et de l'étirage d'une fibre optique.

En effet le principal type de nanocollecteur / nano-émetteur utilisé en microscopie optique en champ proche est réalisé à partir d'une fibre optique monomode ou multimode dont l'extrémité est usinée de telle sorte que l'apex soit de quelques dizaines de nanomètres, voire moins. La réalisation la plus courante, simple et rapide, est la sonde diélectrique diffusante en fibre optique nue effilée. Les fibres qui seront utilisées dans le cadre de notre étude, sont des fibres monomodes à 630 nm, en silice.

Les pointes effilées sont fabriquées par étirage à chaud à l'aide d'une étireuse commerciale (Sutter P-2000) conçue initialement pour l'étirage de pipettes en verre, et qui a été adaptée à l'étirage des fibres optiques en faisant des modifications de pilotage (fig. 1). Le procédé consiste à chauffer localement au moyen d'un laser à CO<sub>2</sub> la fibre tendue

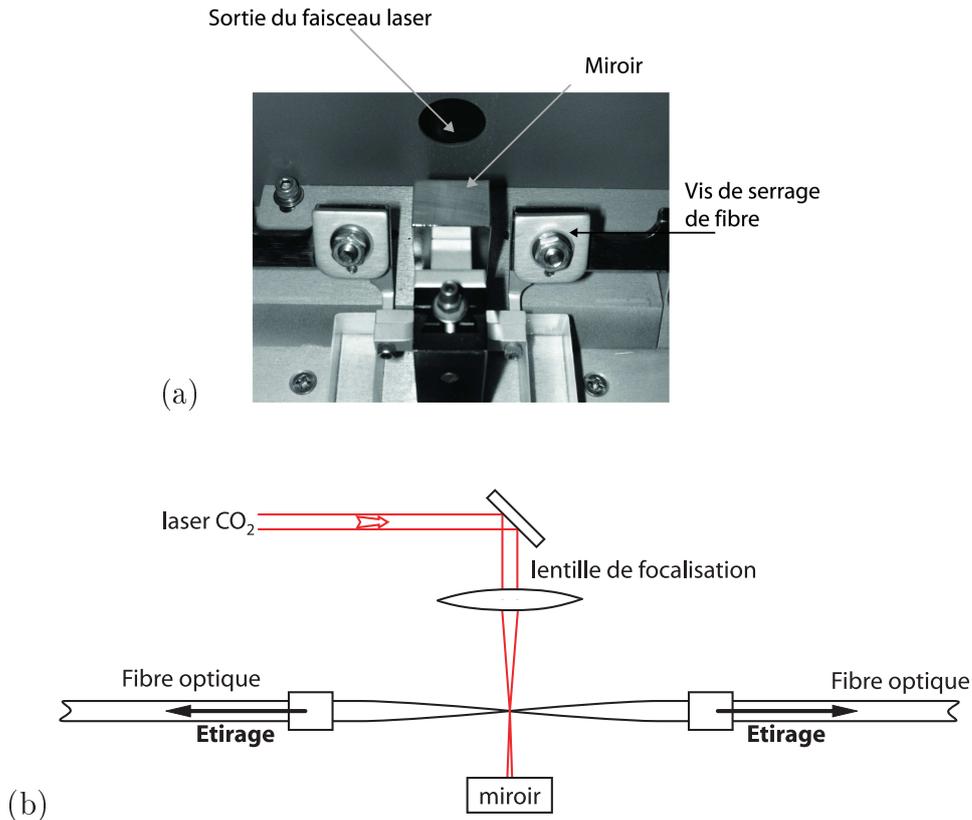


FIG. 1. (a) L'étireuse et (b) son principe de fonctionnement.

entre deux masses. La viscosité du verre diminuant avec la température, la fibre s'amincit, sous l'action des masses placées à chaque extrémité, au niveau de la focalisation du faisceau laser, jusqu'à la rupture de la fibre. Nous obtenons ainsi deux pointes identiques en extrémité de chaque partie de fibre. La durée et donc la température de la fibre au point de chauffe, la force de traction et son déclenchement par rapport à la température sont autant de paramètres qui vont façonner, après refroidissement, la forme finale de la pointe. Les formes les plus courantes vont du cône régulier d'angle relativement faible, à un double ou triple changement de pente présentant un angle assez ouvert à l'extrémité de la pointe. Une pointe type obtenue par étirage d'une fibre unimodale à 630 nm, de 4  $\mu\text{m}$  de coeur, a une forme conique avec un diamètre d'apex inférieur à 100 nm [12].

En microscopie à ouverture, les caractéristiques de la pointe vont directement influencer sur les performances du microscope ; la pointe (fig. 2) ne doit pas avoir une forme trop allongée, auquel cas, on risque d'avoir une trop grande perte d'intensité au niveau de la détection.

Nous avons choisi cette méthode de préparation des fibres optiques, afin d'obtenir des pointes effilées. En effet il s'avère que c'est pour nous la technique la plus simple à mettre en oeuvre. L'inconvénient majeur de cette technique est que l'on ne peut obtenir qu'une seule pointe à chaque étirage. La reproductibilité des pointes dépend donc du programme utilisé et du temps de préchauffe du laser.



FIG. 2. Image au Microscope Reichert-Jung d'une fibre effilée.

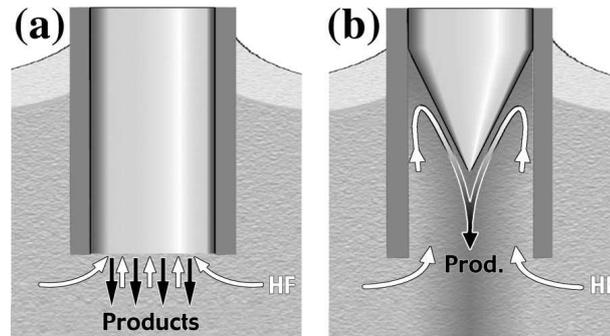


FIG. 3. Principe du tube etching [140] :  
 (a) attaque initiale,  
 (b) processus d'attaque de l'acide à l'intérieur de la gaine.

Toutefois, les pointes que nous utiliserons devant être ensuite polies, la nature reproductible de l'extrémité a une importance toute relative car on se base ici en priorité sur la forme effilée de la pointe.

**1.2. Usinage chimique et électrochimique des sondes : autres techniques classiques.** La technique chimique utilise l'usinage de la silice constitutive des fibres optiques par l'acide fluorhydrique (HF), qui reste le seul acide capable d'attaquer le verre (celui-ci est particulièrement dangereux pour la santé et demande à être manipulé avec beaucoup de précautions). La technique consiste à faire tremper l'extrémité de la fibre optique dans une solution de HF concentrée et de laisser agir pendant un temps donné suivant la forme souhaitée et la qualité de la fibre utilisée.

Une méthode récente de formation de pointes proposée par R. Stöckle et al. [140] permet d'augmenter les angles au sommet et ainsi la transmission de ces pointes : il s'agit du "tube etching" (attaque du cœur de la fibre), figure 3. Cette méthode présente la particularité de s'affranchir d'ôter la gaine polymère de protection de la fibre avant l'usinage chimique. Ainsi l'attaque a lieu à l'intérieur de la gaine formant un "mini-réacteur" chimique. On peut alors ajuster le rayon de courbure de l'extrémité et l'angle du cône de la pointe en jouant sur la durée et la température de réaction, ainsi que la concentration de la solution et le type de fibre. Les rayons de courbure de l'extrémité de ces pointes peuvent atteindre 50 nm. Si on compare deux pointes, l'une issue d'un usinage chimique

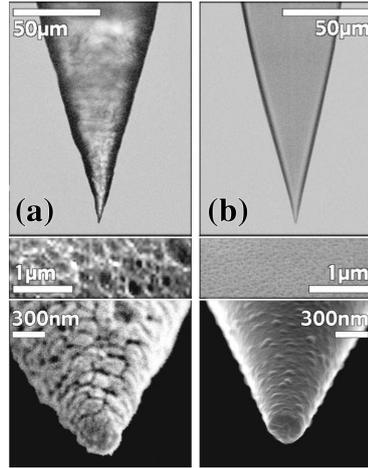


FIG. 4. Comparaison entre (a) un usinage chimique classique et (b) la méthode de "tube etching" [140].

classique et l'autre d'un usinage chimique avec tube etching, figure 4, on constate que la qualité de surface est meilleure dans le deuxième cas (b), l'attaque chimique se faisant de façon plus homogène. La qualité restera cependant toujours inférieure à celle d'une fibre simplement étirée qui ne subit pas de transformation chimique de sa structure.

En ce qui concerne les pointes qui sont utilisées en microscopie apertureless, elles sont le plus souvent fabriquées à partir de fils métalliques usinés au cours d'un processus électrochimique. Les métaux les plus couramment choisis sont le Tungstène, l'Or ou l'Argent. Les effets de tensions de surface appliqués sur un fil métallique permettent d'obtenir des pointes très effilées (voir un processus de fabrication sur la figure 5 [89]). Ces pointes présentent un faible rayon de courbure de leur extrémité, entre 10 et 50 nm, ainsi qu'une bonne reproductibilité de fabrication, en particulier pour les pointes en tungstène. Les pointes en tungstène possèdent une grande robustesse, comparée à celle en or, et ne s'oxydent pas, contrairement aux pointes en argent (les pointes en or et argent servent majoritairement en STM [98, 35]). Un exemple de ces pointes est donné sur la figure 6 issu de la publication de R. Zhang et D.G. Ivey [169] (les deux zones d'étranglement sont dues à une modification des tensions de surface en cours de fabrication).

**1.3. Techniques singulières.** Il existe dans la littérature des processus de fabrications diverses pour obtenir des pointes adaptées à la microscopie optique champ proche dans le cadre d'applications particulières. Ces techniques demandent pour la plupart une longue préparation et un processus de fabrication en plusieurs étapes. Parmi elles on peut citer les pointes imaginées par G. Genolet et al. [63] ou encore par B.J. Kim et al. [86] qui se composent d'une fibre optique surmonté d'un "chapeau" de plastique moulé présentant en extrémité une pointe tétraédrique à ouverture (figure 7). Ce nouveau type de pointe combine les avantages des fibres optiques et des extrémités micro-usinées. Elles nécessitent tout de même un grand nombre d'étapes dans la fabrication ; tout d'abord le

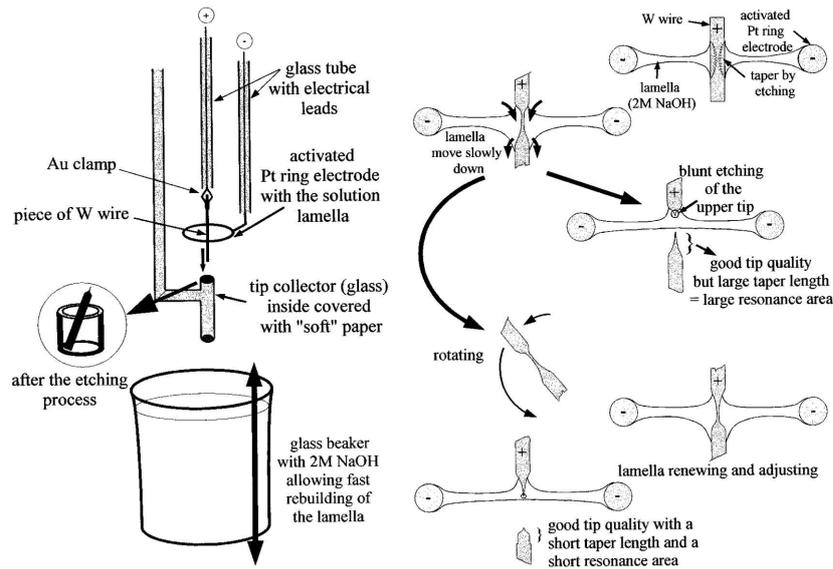


FIG. 5. Préparation d'une pointe en tungstène suivant un processus électrochimique [89].

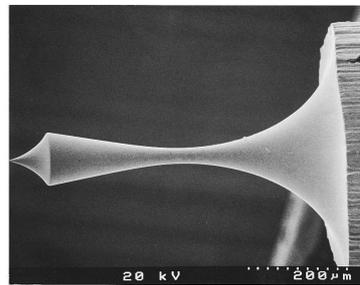


FIG. 6. Image MEB d'une pointe tungstène montrant deux zones d'étranglement [169].

micro-usinage d'une extrémité, avec une ouverture au sommet d'une surface métallisée, sur un tube photoplastique. Puis le montage de ce système sur une fibre optique. L'ouverture alors obtenue à l'extrémité de la pointe peut atteindre des dimensions de 50 nm par 130 nm.

Une autre technique de fabrication, développée par N. Essaidi et al.[48], propose de combiner les usinages par chauffage / étirage puis par attaque chimique sur une fibre optique. Ceci permet alors d'obtenir des extrémités de pointes les plus petites possibles, de l'ordre de 10 nm, mais présentant également un angle de leur cône variant entre 15° et 80°, afin d'obtenir une efficacité de transmission plus importante.

## 2. La pointe axicon

La majorité des sondes utilisées en microscopies optiques champ proche présentent un cône plus ou moins effilé à leur extrémité. Néanmoins, à ce jour, le cas particulier des pointes dont le cône possède un fort angle d'ouverture a très peu été étudié. Ces cônes

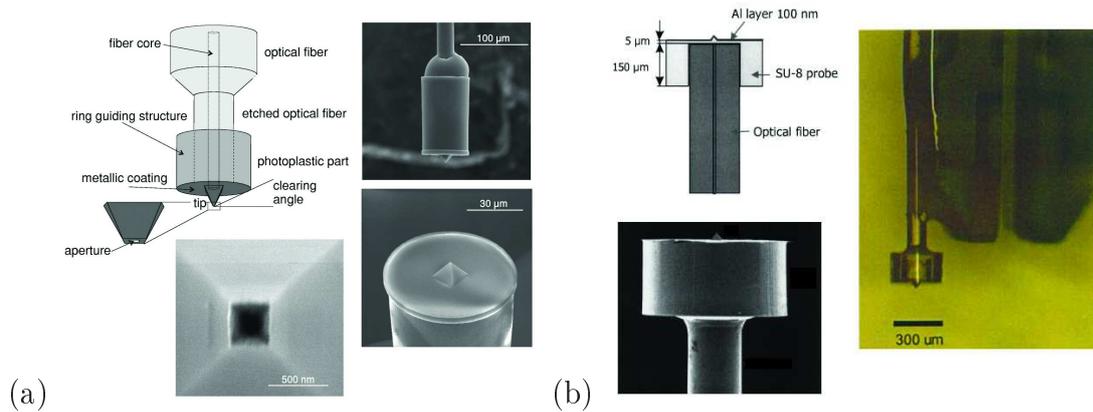


FIG. 7. Sondes hybrides pour SNOM :

- (a) G. Genolet et al. [63],  
 (b) B.J. Kim et al. [86].

s'apparentent, par leur forme, à une pièce ayant fait l'objet d'un grand nombre d'études en optique classique est qui est nommé axicon.

### 2.1. Passage d'une pièce massive à un élément de taille micrométrique.

2.1.1. *Axicon massif*. L'axicon est un élément optique communément utilisé pour générer des faisceaux de Bessel. Il a été cité pour la première fois en 1954 par J.H. McLeod [105], qui introduit ce terme afin de nommer les éléments optiques qui peuvent imager un point source sur une ligne focale [106].

Cet élément optique est une pièce conique de révolution dont l'angle au sommet est compris entre  $90^\circ$  et  $180^\circ$ . Les axicons massifs sont fabriqués à partir d'un matériau transparent de type verre BK7 ou silice fondue. Afin d'obtenir une telle pièce, les surfaces planes et coniques sont polies, le contour est sablé et des chanfreins sont réalisés sur les arêtes vives (exemples d'axicons présentés sur la figure 8 (a) et (b)). L'axicon est donc un cône caractérisé par son angle au sommet  $\alpha$  et son indice de réfraction  $n$ . Du point de vue de son comportement optique, l'axicon introduit un déphasage linéaire en fonction de la position radiale. En réfraction, il est assimilable à une lentille d'angle au sommet  $\alpha$ , qui dévierait les rayons parallèles à l'axe optique d'un angle  $\beta$ . On obtient alors une ligne focale au lieu du point que l'on aurait obtenu avec une lentille conventionnelle et on peut observer un anneau en champ lointain. Utilisé en transmission ou en réflexion il impose au faisceau une variation de phase linéaire avec le rayon. Cette variation spécifique de la phase cause une inclinaison constante de la direction de propagation par rapport à l'axe optique des parties de même phase du faisceau incident. Il permet de générer des faisceaux de Bessel, au point de recouvrement des faisceaux et ceci sur une certaine distance fixée par l'angle d'ouverture du cône.

Si on utilisait, de façon idéale, une onde plane uniforme de dimensions transverses infinies, incidente sur un axicon, on obtiendrait un faisceau de Bessel dont la forme serait

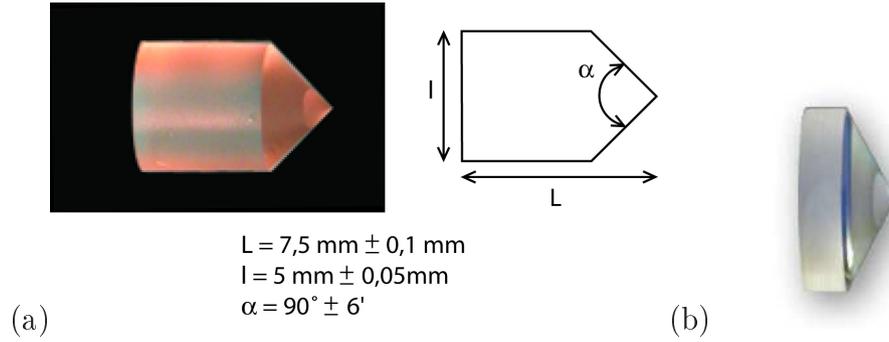


FIG. 8. Axicons massifs en verre BK7 utilisés pour générer des faisceaux de Bessel :  
 (a) fournit par l'entreprise Edmund Industrial Optics ([www.edmundoptics.com](http://www.edmundoptics.com)),  
 (b) proposé par la société Doric Lenses ([www.doriclenses.com](http://www.doriclenses.com)).

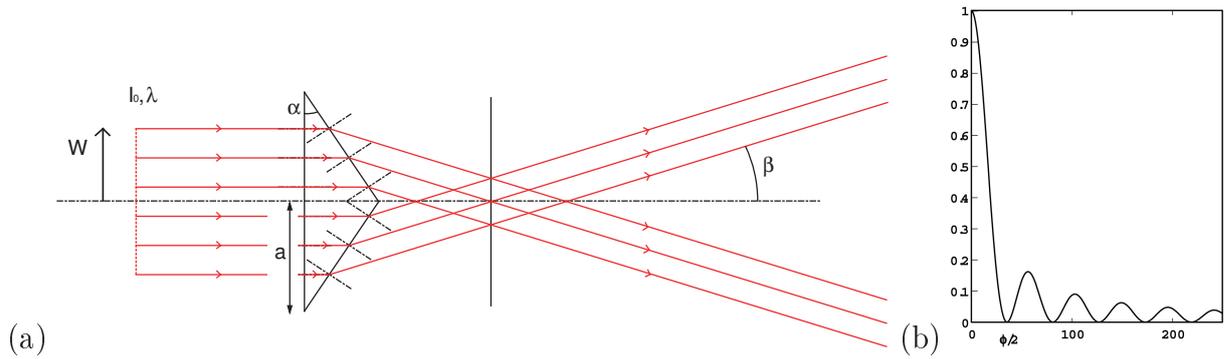


FIG. 9. (a) Recouvrement des faisceaux à la sortie d'un axicon.  
 (b) Coupe d'un faisceau de Bessel.

conservée sur une distance longitudinale infinie [40]. Dans la pratique on peut utiliser un faisceau gaussien et un axicon de dimensions finies, le faisceau obtenu est alors un faisceau de Bessel dont la forme est conservée sur une certaine distance après l'axicon, cette distance est liée à l'angle  $\alpha$  et au diamètre ( $2a$ ) de l'axicon (voir la figure 9 (a)).

Les caractéristiques du champ de phase après l'axicon, calculées à partir de l'intégrale de Fresnel-Kirchoff en coordonnées cylindriques, sont les suivantes :

$$\tilde{f}_{trans}(r, z) = \int_0^a \tilde{f}_{inc}(\rho, z) \tilde{t}(\rho) \tilde{K}(\rho, r) \rho d\rho$$

où  $\tilde{t}(\rho) = \exp[jk\beta\rho]$  (transmission de l'axicon)

$$\text{et } \tilde{K}(\rho, r)k = j\frac{k}{z} \exp\left[-j\frac{k}{2z}(\rho^2 + r^2)\right] J_0\left(\frac{kr\rho}{z}\right) \text{ avec } k = \frac{2\pi}{\lambda}$$

Une solution analytique peut-être donnée, si on considère  $x$  très grand :

$$I = \int_a^b \exp[jxp(t)] q(t) dt \cong I|_{t=b} - I|_{t=a} + \sum I|_{t=t_{oi}}$$

où  $t_{oi}$  est tel que  $p'(t_{oi}) = 0$  et  $a$  est le rayon d'ouverture de l'axicon

$$I|_{t=a \text{ ou } b} = \mp \frac{q(a \text{ ou } b)}{jxp'(a \text{ ou } b)} \exp[jxp(a \text{ ou } b)]$$

$$\text{et } I|_{t=t_o} = q(0) \exp[jxp(t_o)] \exp\left[j\frac{\pi}{4}\right] \sqrt{\frac{\lambda}{p''(t_o)}}$$

Si on focalise un faisceau gaussien de taille  $w$  et d'intensité  $I_0$  à l'aide d'un axicon sous l'angle  $\beta$ , alors à la position  $z = \frac{w}{2\beta}$  :

$$\frac{I_{max}}{I_0} = \pi k \beta w e^{-\frac{1}{2}}$$

Radialement le champ est un faisceau de Bessel, comme représenté sur la coupe de la figure 9 (b). Le rayon du lobe central est invariant selon la distance  $z$  après l'axicon, il dépend uniquement de l'angle au sommet  $\alpha$  et sa valeur est :

$$\frac{\phi}{2} = \frac{2,405}{k\beta} = \frac{2,405\lambda}{2\pi\beta} \text{ avec } \beta = \arcsin(n \sin \alpha) - \alpha$$

2.1.2. *Polissage* . Afin de polir l'extrémité d'une fibre optique, nous utilisons une polisseuse commerciale BV-10 Microelectrode Beveler de chez Sutter Instrument. Cette machine est utilisée dans un usage courant à la fabrication de micropipettes afin que celles-ci possèdent des surfaces non abrasives [23]. L'idée d'utiliser une technique de polissage pour améliorer la qualité des pointes fabriquées par usinage chimique est apparue en 2000 [75].

La polisseuse que nous utilisons est constituée d'un plateau tournant, dont la vitesse de rotation est d'environ 60 tours par minute, sur lequel est déposé un disque de polissage dont la taille des grains est à définir suivant la qualité optimale souhaitée du polissage. Le plateau de polissage choisi ici est un abrasif diamant-fin (104D) qui possède des grains dont le diamètre est compris entre 2 et 20  $\mu\text{m}$ . A noté qu'il existe des disques abrasifs dont la taille des grains est beaucoup plus faible, de l'ordre de 50 nm, permettant de prévoir l'obtention d'un poli optique de qualité cosmétique élevée. Nous souhaitons au final obtenir un cône en extrémité de la fibre optique, pour cela il est donc nécessaire de polir uniformément toute la surface de la fibre. Le système de maintien de la fibre est agrémenté dans ce but d'un moteur dont on peut contrôler la vitesse de rotation et qui permet ainsi de faire tourner celle-ci sur elle-même, c'est-à-dire autour de son axe propre de rotation (figure 10). La qualité du rendu du polissage dépendra de la taille des grains,

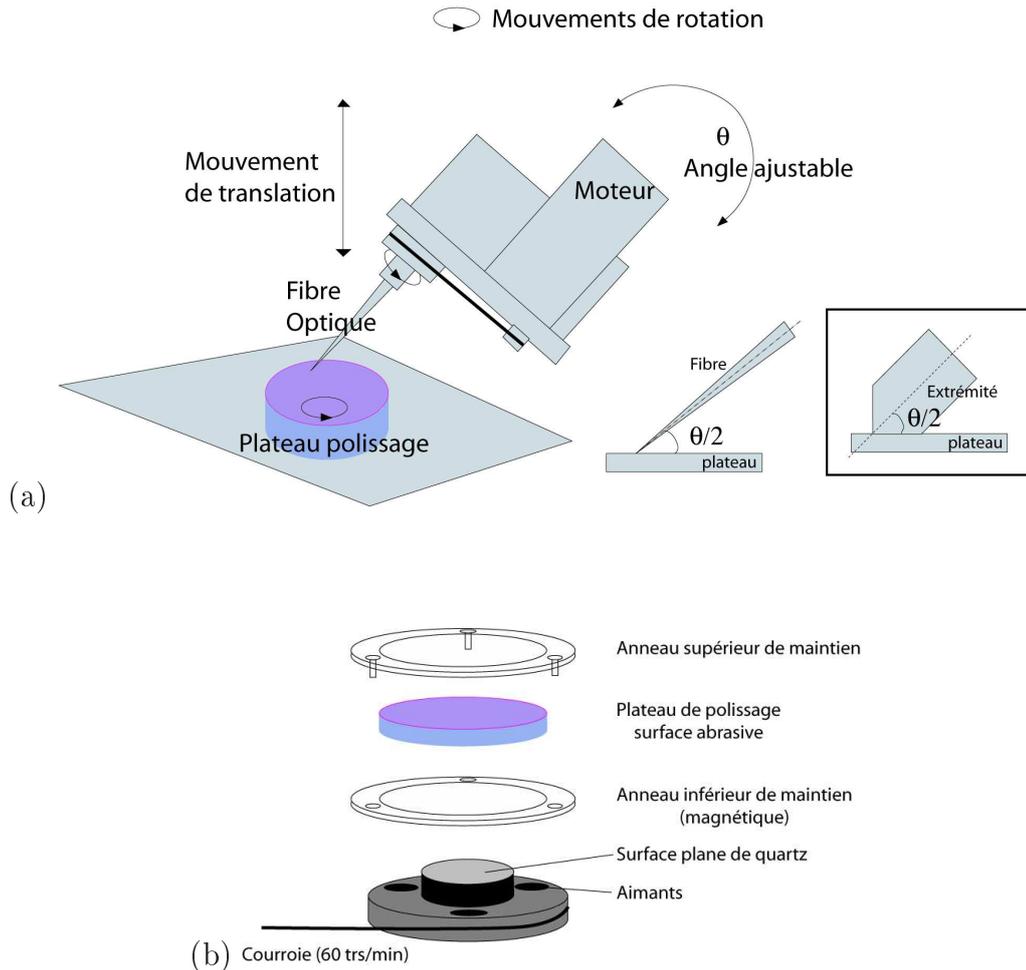


FIG. 10. (a) Schéma de la méthode de polissage de la fibre.  
Figure encadrée : zoom sur la zone de contact entre la fibre et le plateau de la polisseuse.  
(b) Disque de polissage et mise en rotation.

mais aussi du temps de polissage et de la vitesse de rotation de la pointe par rapport à celle du plateau.

Suivant l'angle donné à la fibre par rapport au plateau au cours du polissage, nous pouvons contrôler l'angle du cône obtenu en bout de fibre. Suivant la hauteur de la fibre par rapport au plateau, nous pouvons également contrôler le diamètre de coeur de la fibre en son extrémité, dans le cas où nous partons d'une fibre préalablement effilée. Cette technique semble particulièrement utile si nous considérons, comme nous avons pu le constater précédemment (chapitre 1), qu'une fibre obtenue par chauffage-étirage présente en son extrémité un coeur et une gaine fusionnés. Si l'on impose un polissage à l'extrémité de la fibre, on va dans ce cas éliminer la zone fusionnée et définir le diamètre du coeur à l'extrémité comme nous le souhaitons, cette caractéristique sera alors fixée par le temps de polissage et la hauteur donnée à la fibre au cours du polissage.

2.1.3. *Axicon de taille micrométrique.* Il est possible suivant la technique de polissage décrite dans le paragraphe précédemment, de fabriquer un cône de taille micrométrique

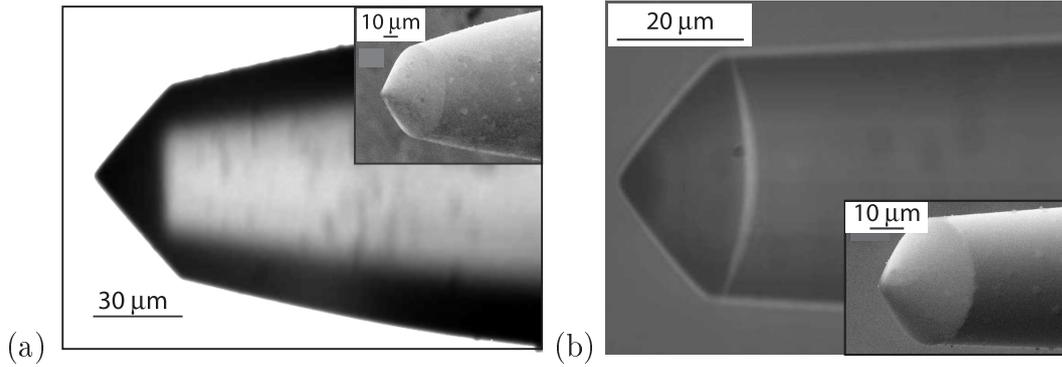


FIG. 11. Axicons usinés à l'extrémité d'une fibre optique.

à l'extrémité d'une fibre optique. Sur la figure 11 nous présentons deux exemples de ces cônes obtenus suivant cette méthode. Ils présentent tous les deux un angle au sommet d'environ  $100^\circ$ . La fibre optique sur laquelle ils ont été usinés est une fibre monomode à 630 nm qui présente un diamètre de coeur initial de  $5 \mu\text{m}$  et un diamètre de gaine de  $125 \mu\text{m}$ . Cette fibre a été préalablement étirée avant le polissage, ce qui nous autorise à obtenir au final un premier cône (figure 11(a)) dont le diamètre de coeur en extrémité est d'environ  $2,6 \mu\text{m}$  et un second cône (figure 11(b)) dont le diamètre de coeur est d'environ  $1,5 \mu\text{m}$  (en estimant qu'à la distance où les axicons ont été polis sur la fibre, le rapport entre le coeur et la gaine est conservé). Le cône ainsi obtenu en extrémité de fibre optique sera nommé micro-axicon suivant qu'il possédera certaines propriétés optiques définies dans le paragraphe à suivre.

**2.2. Création d'un faisceau de Bessel à partir d'un micro-axicon fibré.** Il convient maintenant de vérifier que la structuration de l'extrémité de la fibre sous la forme d'un micro-axicon est adaptée optiquement. Pour cela, on injecte un faisceau polychromatique non polarisé au sein de la fibre optique usinée. L'image 12 (a) est obtenue au moyen d'un objectif de microscope  $\times 60$  couplé à une caméra CCD. L'objectif utilisé possède une longue distance de travail, ce qui nous permet d'imager le faisceau en sortie de fibre sans risque d'endommagement pour celle-ci. L'image 12 (b) est une image directe de la sortie de fibre par la caméra CCD. Ces deux images montrent des distributions d'intensité lumineuse en sortie de pointes très proches de celles obtenues pour un faisceau de Bessel, créé par un axicon. Le haut degré de symétrie rotationnelle du faisceau en sortie de fibre indique que l'extrémité du micro-axicon est correctement centrée sur l'axe du coeur de la fibre, figure 13.

Ces résultats sont la preuve que les micro-axicons fibrés de la figure 11 sont opérationnels et permettent la génération de faisceaux de Bessel.

D'autres techniques de fabrication, faisant appel à un usinage FIB [27] ou un usinage chimique [43, 44], ont été mises en place afin d'obtenir des axicons à l'extrémité d'une

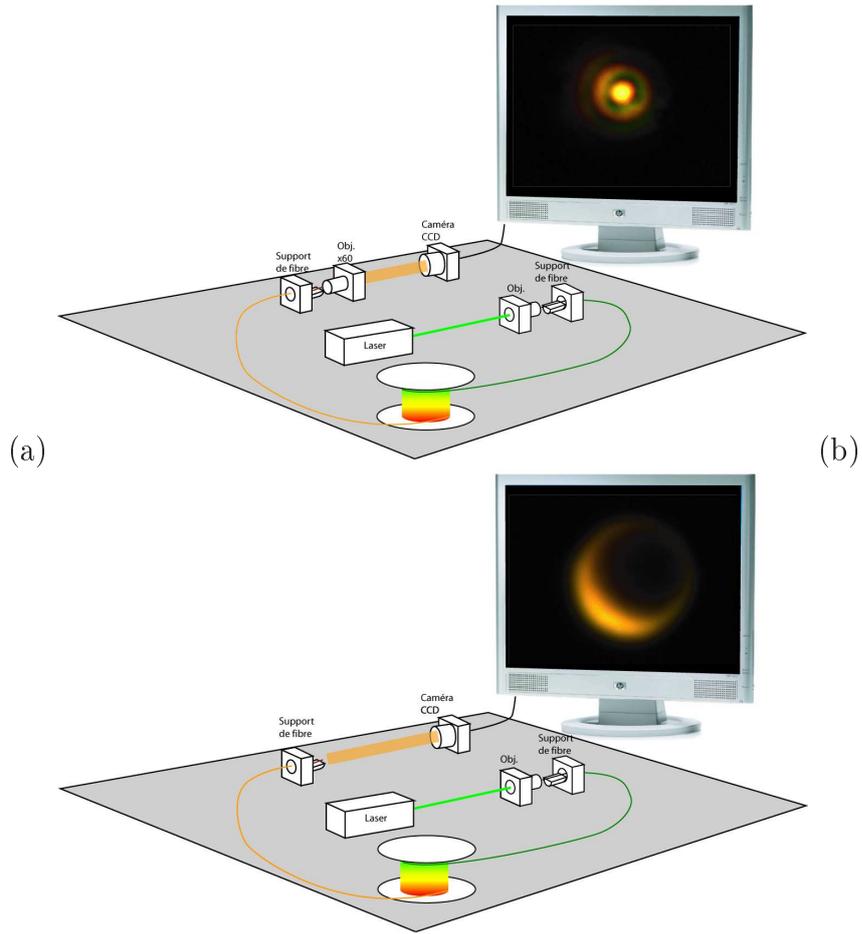


FIG. 12. Images obtenues en sortie de l'axicon :  
 (a) dans la zone de formation du faisceau de Bessel,  
 (b) dans la zone de champ lointain.

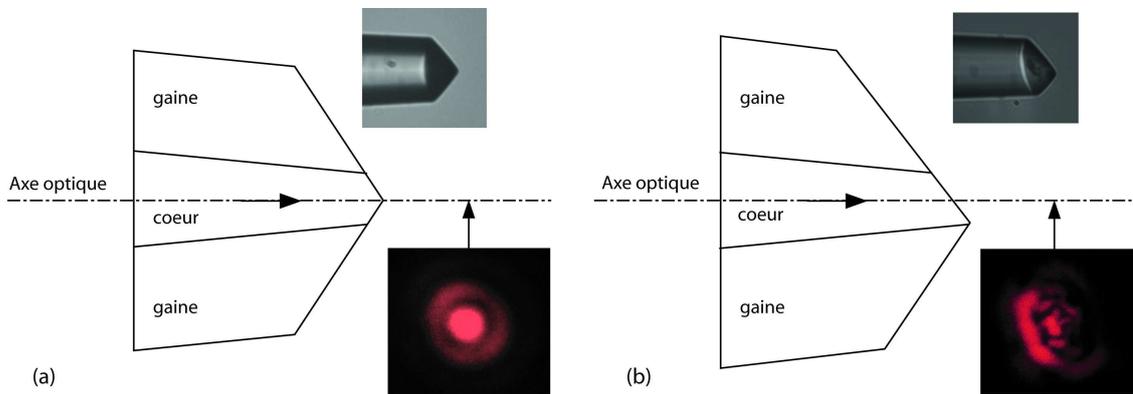


FIG. 13. Le micro-axicon fibré est-il opérationnel ?  
 (a) Centrage correct : micro-axicon opérationnel.  
 (b) Centrage incorrect : micro-axicon non opérationnel.

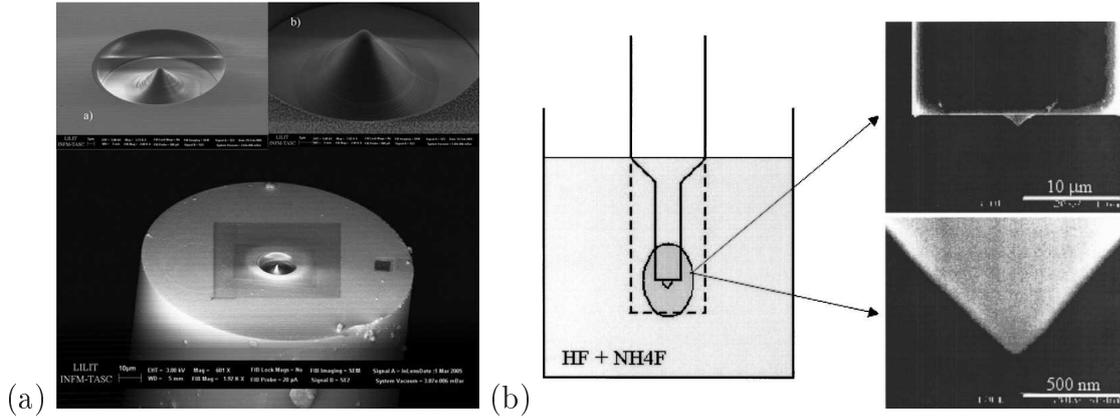


FIG. 14. Exemples d'axicons usinés à l'extrémité de fibres optiques :  
 (a) obtenu par usinage FIB [27],  
 (b) obtenu par usinage chimique [43, 44].

fibre (figure 14). Ce type d'usinage nécessite néanmoins l'emploi d'une fibre clivée qui ne sera alors pas d'une utilisation aisée au cours d'un asservissement.

### 3. La nano-antenne annulaire

Ainsi que nous l'avons exprimé dans le chapitre 2, les antennes sous forme de boucles privilégient la détection de la composante magnétique d'un champ électromagnétique. En optique, les antennes annulaires devraient donc présenter un comportement tout à fait similaire. Il semble intéressant d'étudier la réalisation d'une antenne de ce type à l'extrémité d'une pointe de fibre optique préalablement préparée sous forme de micro-axicon. Nous allons présenter maintenant la mise en place d'une technologie pour la fabrication de nano-antennes annulaires.

Il existe différentes techniques de fabrication permettant d'obtenir un anneau (une antenne) possédant des dimensions micrométriques, voir nanométriques sur un substrat donné. Nous nous sommes penchés dans cette partie de chapitre sur les techniques de fabrication de nano-antenne avec un intérêt plus particulier pour la lithographie électronique et l'usinage à l'aide de faisceaux d'ions focalisés (FIB) qui ont été les techniques mises en oeuvre au cours de cette thèse.

Pour des raisons de comparaison avec des simulations réalisées au laboratoire, ainsi qu'une compatibilité avec les longueurs d'ondes du spectre du visible, nous souhaitons réaliser une structure annulaire aux dimensions suivantes : diamètre externe =  $1 \mu\text{m}$ , diamètre interne =  $400 \text{ nm}$ , épaisseur de métal =  $110 \text{ nm}$ .

**3.1. Lithographie par faisceaux d'électrons.** Afin d'obtenir des anneaux d'or d'une taille prédéfinie sur une lame de verre, nous procédons suivant le processus schématisé sur la figure 15 et décrit ci-après.

Dans un premier temps une plaque de verre dopée ITO (Indium Tin Oxide, conducteur électronique) est recouverte d'une couche mince de PMMA qui a été préalablement dissous dans l'anisole pour être déposé par spin-coating sur la plaque. Le choix judicieux de l'accélération, de la vitesse et du temps de rotation du support de la plaque de verre permet d'obtenir une couche uniforme d'environ 150 nm d'épaisseur. Afin d'éliminer le solvant on effectue ensuite un recuit à 180°C pendant une heure. La couche de résine PMMA est alors solide et prête à être métallisée par pulvérisation d'une couche de chrome d'environ 20 nm qui favorisera la mise au point du faisceau d'électrons sur la résine en évacuant les charges de l'échantillon. On peut désormais insoler les motifs choisis à l'aide du faisceau d'électrons d'un Microscope Electronique à Balayage (**MEB**) de marque Leica S440 d'Orsay Physics. Celui-ci insole la couche de résine suivant un motif annulaire, à travers la couche de chrome. Après insolation la couche de chrome est éliminée par attaque chimique et la résine est développée dans un bain de Méthyle IsoButyle Cétone (MIBK) et d'Isopropanol en rapport 3 :1 à température ambiante afin de conserver uniquement les zones de résine non insolées. On dépose alors une couche d'or par pulvérisation magnétique (Alcatel) dont l'épaisseur fixera l'épaisseur de l'anneau final. Cette étape de métallisation sera décrite plus en aval (voir paragraphe 3.3.1). Enfin, afin de ne conserver que le motif annulaire d'or, nous plongeons l'échantillon dans l'acétone qui va dissoudre complètement la résine non insolée en entraînant l'excédent de métal. Une étude AFM d'un anneau ainsi obtenu est présentée sur la figure 16, elle permet de déterminer les différents diamètres ainsi que l'épaisseur de la structure. Les dimensions de l'anneau présenté sont de : 1,3  $\mu\text{m}$  pour le diamètre externe, 600 nm pour le diamètre interne et 100 nm pour l'épaisseur d'or. On peut noter à partir de la coupe que les flans de la structure ne sont pas parfaitement droits, les diamètres varient de quelques nanomètres entre la surface de verre et le dessus de l'anneau. Des résultats plus récents, issus de la thèse de M.A. Suarez [143], montrent des structures annulaires aux dimensions souhaitées. Par une technique dite à quatre passages, la structure présente des irrégularités de bords moins importantes, les bords apparaissent lissés. Le diamètre externe le plus petit que l'on peut espérer obtenir avec cette méthode est d'environ 700 nm.

La publication de M. Brands et al. fait état de l'utilisation de la lithographie e-beam pour obtenir des anneaux en résine. Cette technique permet d'obtenir dans ce cas des anneaux de plus petits diamètres [22].

L.J. Heydermann et al. [76] ont quant à eux utilisé une technique similaire afin de fabriquer des nano-anneaux en Permalloy (alliage magnétique de fer et de nickel, découvert en 1914 par G. Elmen des laboratoires Bell) qui présentent à leur tour des diamètres de dimensions faibles.

La lithographie par faisceaux d'électrons permet donc de fabriquer des structures annulaires avec une bonne résolution, mais il apparaît également que cette technique est difficilement applicable pour l'obtention d'une antenne à l'extrémité d'une pointe de fibre

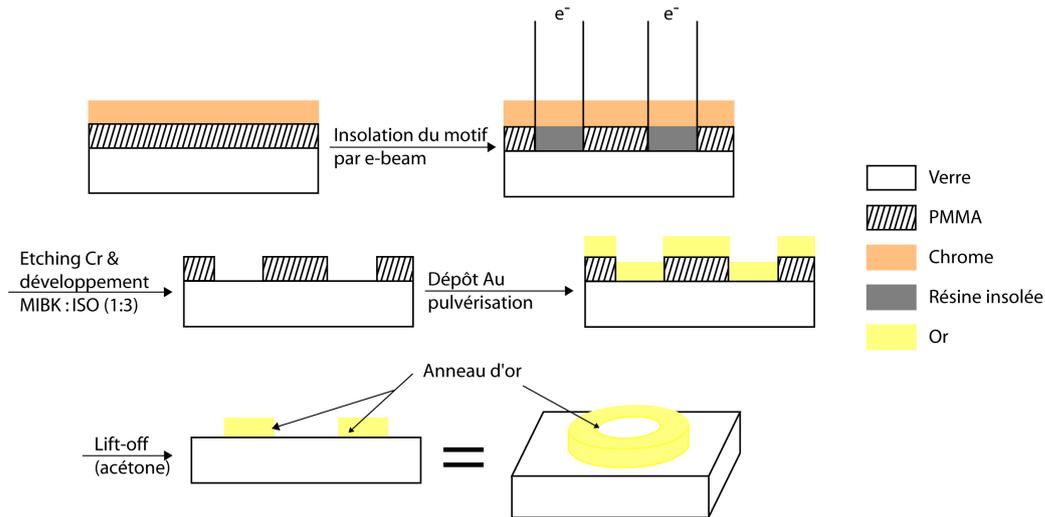


FIG. 15. Processus de fabrication (lithographie e-beam).

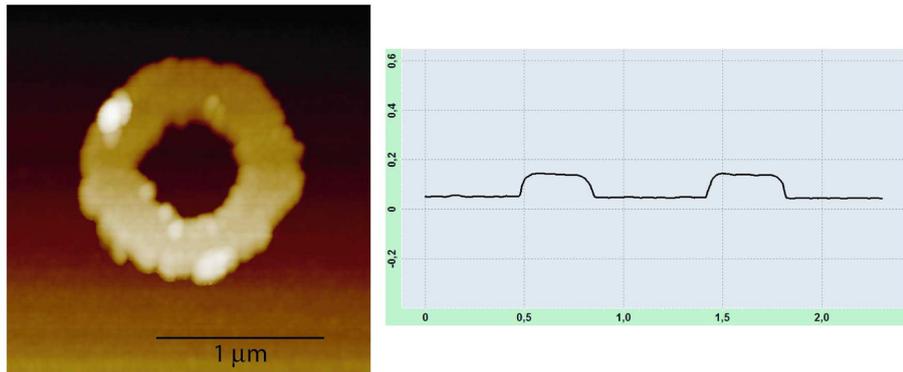
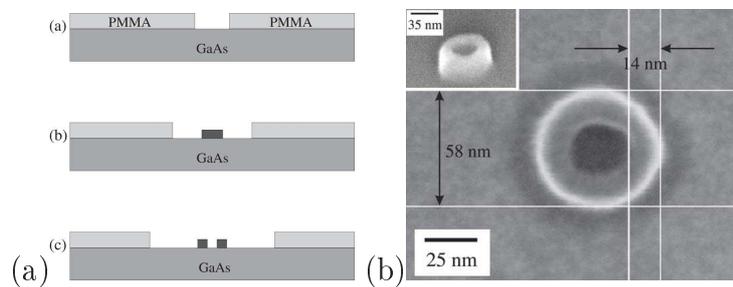


FIG. 16. Image AFM et coupe d'un anneau obtenu par lithographie e-beam.

FIG. 17. Anneaux de résine fabriqués par lithographie e-beam [22].  
(a) Processus de fabrication et (b) image MEB.

optique. En effet le centrage de l'antenne sur la fibre optique nécessite une visualisation préalable de la zone qui implique une insolation partielle de la résine déposée sur la pointe, ne permettant plus ensuite d'y réaliser une structure suivant le processus décrit en amont.

**3.2. Usinage par faisceaux d'ions focalisés (FIB).** La lithographie par faisceau d'ions focalisés, également appelée usinage FIB (Focused Ion Beam) est caractérisée par

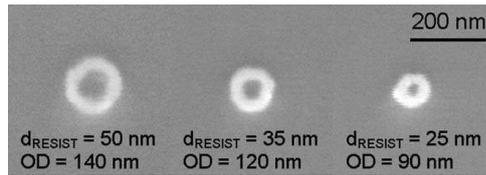


FIG. 18. Anneaux en Permalloy (épaisseur 10 nm) fabriqués par lithographie e-beam [76]. Les diamètres externes (OD), dépendant de l'épaisseur de résine PMMA avant l'insolation ( $d_{resist}$ ), sont donnés pour chaque figure.

l'utilisation d'un faisceau d'ion gallium ( $Ga^+$ ) qui permet d'arracher les atomes de la surface bombardée afin d'obtenir les motifs désirés directement gravés sur la surface. C'est une technique particulièrement puissante car elle permet l'écriture directe de motifs sur de nombreux substrats, ne nécessitant aucun masque ni aucune résine, ce qui lui confère une très bonne résolution ainsi qu'un large champ d'applications. Là où certaines techniques ont vu leur limite par la nécessité d'utilisation de substrats planaires, ou par leur caractère complexe (difficulté de mise en oeuvre car nécessitant de nombreuses étapes dans le processus), la technique FIB présente de nombreux avantages. Ainsi si elle permet l'utilisation de substrats non-conventionnels pouvant être non planaires, elle permet par conséquent d'envisager l'écriture directe sur fibre de silice [132, 27]. De plus, suivant la procédure d'utilisation du FIB [58, 65], on peut attaquer une couche métallique sur un substrat ou encore déposer du métal sur un substrat (FIBID) [126, 127]. Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes cependant limités à l'attaque de couches métalliques.

Dans le but de fabriquer des nanostructures, nous utilisons une station double faisceau (de chez Orsay Physics) qui comprend au sein d'une même chambre, une colonne FIB et une colonne MEB. La colonne MEB permet dans un premier temps de repérer les sites à graver, la colonne FIB lors de cette étape n'étant pas active. A son tour la colonne MEB n'est plus active et on peut alors usiner les motifs désirés sur le substrat à l'aide du faisceau d'ions. Nous avons ainsi la liberté de graver, de vérifier, d'imager et d'optimiser les paramètres en temps réel, en alternant tour à tour les deux colonnes. Sur l'image 19(a) nous donnons les étapes nécessaires à l'usinage d'un anneau sur une plaque de verre recouverte d'une couche d'or. La couche de métal, déposée auparavant par évaporation, a une épaisseur d'une centaine de nanomètre, épaisseur qui sera au final celle de l'antenne. Le faisceau d'ions permet l'usinage direct de la structure annulaire, pour cela on élimine le métal afin de ne conserver que la structure métallique désirée. L'image MEB de la figure 19(b) nous montre un anneau dont le diamètre externe vaut  $1 \mu m$  et le diamètre interne 400 nm. Afin de graver un anneau sur un substrat, il semble donc que la technique d'usinage par FIB soit la plus favorable, en particulier si le substrat n'est pas planaire et a fortiori si il s'agit de l'extrémité d'une fibre optique. Dans ce cas l'utilisation d'une station FIB double colonne offre l'avantage de pouvoir obtenir une image MEB de l'extrémité de

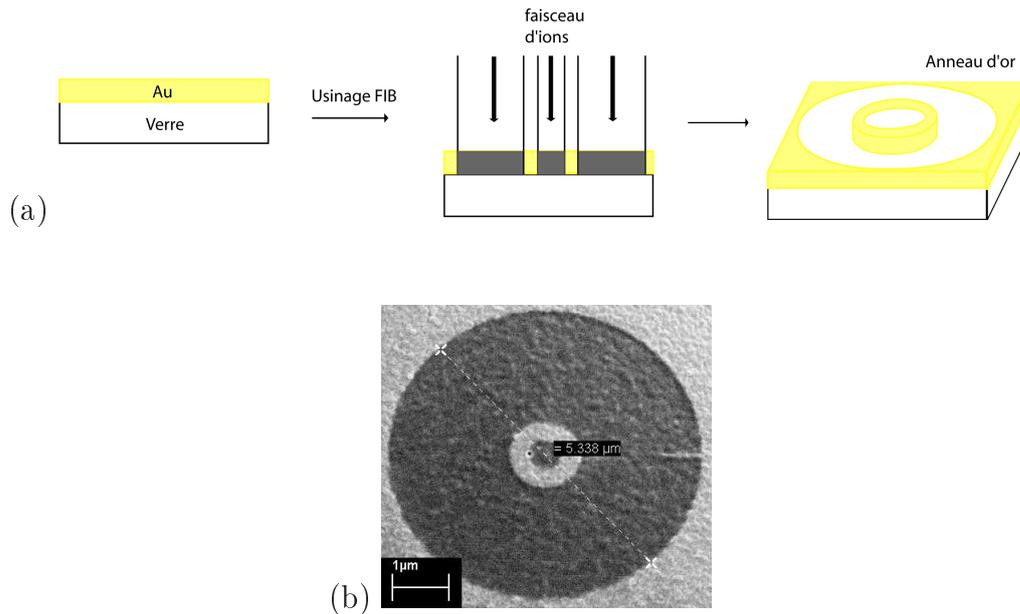


FIG. 19. (a) Processus de fabrication par FIB.  
 (b) Image MEB d'un anneau usiné au FIB [143].

la pointe sans risque d'endommager le dépôt métallique et ainsi de placer idéalement la pointe sous la colonne FIB.

Cette technique d'usinage est donc celle qui a été retenue pour la fabrication d'une nano-antenne à l'extrémité d'une pointe en fibre optique polie, les résultats obtenus sont présentés dans le paragraphe 3.3.2.

### 3.3. Fabrication d'une nano-antenne annulaire à l'extrémité d'une pointe.

Nous avons abordés deux techniques permettant la réalisation de nano-antennes annulaires sur des substrats planaires. Nous allons désormais présenter la réalisation d'une nano-antenne en or de dimensions idoines à l'extrémité d'un micro-axicon fibré. La technique consiste en une métallisation de la fibre optique afin de recouvrir l'apex de la pointe (taper et micro-axicon) d'une fine couche d'or, puis cette couche sera partiellement usinée afin de dégager la structure escomptée.

3.3.1. *Métallisation*. On souhaite recouvrir d'une fine couche d'or les pointes usinées par polissage. La couche d'or doit avoir une épaisseur d'environ 115 nm. Pour cela on utilise une machine à évaporation, EVA 450, de chez Alliance Concept, disponible à la centrale MIMENTO du laboratoire FEMTO-ST. Nous avons vu un peu plus tôt dans le manuscrit, lors de la fabrication par lithographie e-beam d'anneaux sur une plaque de verre, que nous avons utilisé une technique de pulvérisation magnétique (Alcatel) afin de venir déposer une fine couche de métal sur notre substrat. Cette technique présente une directivité du dépôt moins grande que celle proposée par la technique d'évaporation. Par conséquent on obtient une meilleure efficacité ainsi qu'un contrôle de la vitesse des dépôts

avec la machine d'évaporation, par ce fait les couches minces déposées par évaporation posséderont un meilleur état de surface que celui obtenu par pulvérisation.

Les fibres optiques que l'on désire métalliser sont maintenues sur un support spécialement conçu à cet effet. Ce support, équipé d'un moteur est placé dans l'enceinte du bâti d'évaporation, en formant un angle de  $60^\circ$  avec le flux de matière métallique évaporée. Le support et le moteur confèrent aux fibres un mouvement de rotation sur elles-mêmes au cours de la métallisation, assurant ainsi une homogénéité de la couche métallique sur toute la surface d'une fibre. On place une cible constituée du métal dont on veut recouvrir la pointe, et on vient pulvériser le métal sur la fibre tout en la faisant tourner. L'ensemble de ce processus est schématisé sur la figure 20.

Dans le cadre de cette étude nous avons choisi d'utiliser de l'or comme métal constituant notre antenne. Afin que l'or puisse se fixer sur la fibre optique (en silice), il est nécessaire de mettre au préalable une sous-couche, appelée couche d'accroche, en titane de quelques angströms d'épaisseur. Le support de fibre permet de métalliser une série de 8 pointes de façon simultanée. En conséquence, toutes ces pointes seront recouvertes de la même épaisseur de métal.

Dans la suite de la thèse, les pointes utilisées pour les différentes expériences proviennent de la même série de métallisation, ce qui induit une couche de métal identique pour chacune, tant au niveau de la qualité du métal que de l'épaisseur de celui-ci.

### 3.3.2. Gravure ionique d'une nano-antenne à l'extrémité d'une fibre .

Antenne annulaire à l'extrémité de la pointe axicon

. Afin d'obtenir une nanostructure à l'extrémité d'une fibre optique étirée, polie puis métallisée, l'élément désiré est usiné à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé (FIB). En l'occurrence, la nanostructure que nous souhaitons obtenir est une nano-antenne annulaire centrée sur l'axe du coeur de la fibre et dont le diamètre extérieur est fixé à  $1 \mu\text{m}$ , le diamètre intérieur à  $400 \text{ nm}$ , et enfin l'épaisseur de l'anneau, correspondant à l'épaisseur de la couche d'or, est fixée à  $115 \text{ nm}$ .

Afin d'obtenir la nano-antenne aux dimensions souhaitées nous procédons de la façon suivante :

- Dans un premier temps, par un usinage "grossier", on élimine le métal déposé à l'extrémité de la pointe sur un zone d'environ  $5$  à  $10 \mu\text{m}$  de diamètre, tout en préservant la zone circulaire centrale sur environ  $2 \mu\text{m}$  de diamètre. Nous avons ainsi dégagé une zone relativement large afin que le métal recouvrant la fibre ne vienne pas perturber les informations optiques qui pourront émaner de l'antenne.

- Une seconde étape consiste à usiner finement la nano-antenne annulaire. Pour cela la couche de métal est éliminé au centre et autour de la nano-antenne, les dimensions respectives de cet usinage vont par conséquent définir la forme de la structure métallique finale, soit une nano-antenne annulaire d'un micron de diamètre externe et de  $400 \text{ nm}$  de diamètre interne. L'épaisseur de la couche de métal constituant la nano-antenne n'évolue

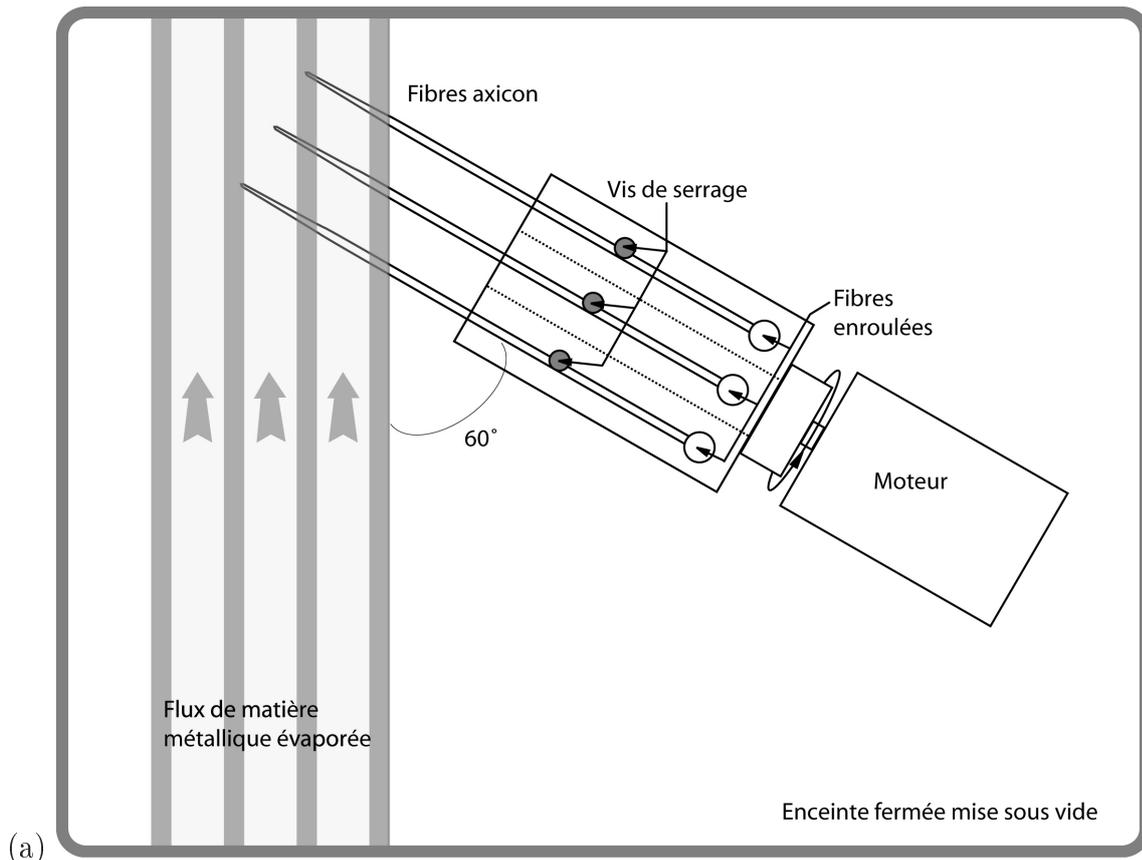


FIG. 20. Procédé de métallisation des pointes :

(a) schéma du procédé,

(b) photographie du support de fibres et du moteur permettant la rotation.

pas au cours de l'usinage, ainsi l'anneau possède au final une épaisseur d'or de 115 nm, correspondant à l'épaisseur fixée lors de l'étape de métallisation de la fibre.

La figure 22 rapporte les images MEB de différentes nano-antennes ainsi obtenues. Le processus de fabrication de la nano-antenne annulaire est identique pour chacune des fibres présentées ici. Les dimensions finales de la structure sont respectées dans les trois cas, soit 1  $\mu\text{m}$  de diamètre externe, 400 nm de diamètre interne et environ 115 nm d'épaisseur. Le diamètre de la zone dégagée autour de la nano-antenne varie en fonction de la fibre,

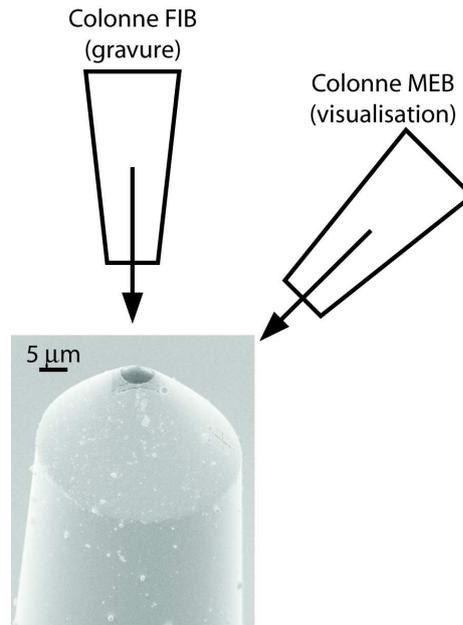


FIG. 21. Procédé de gravure ionique et d'imagerie des pointes.

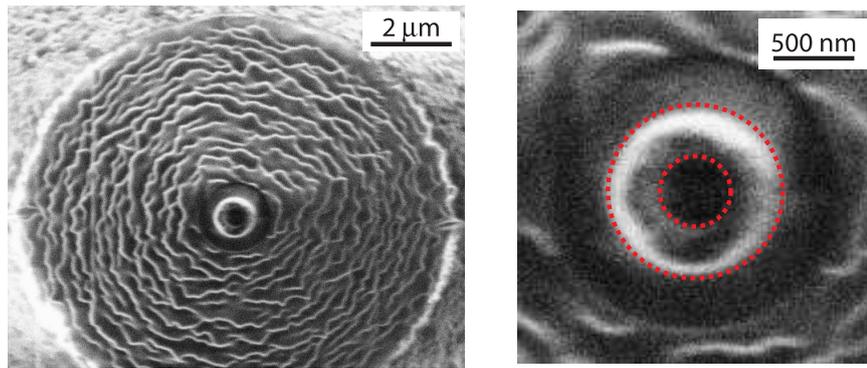
pour la première fibre il vaut environ  $10 \mu\text{m}$ , pour la seconde  $6,5 \mu\text{m}$  et pour la troisième il vaut  $5,5 \mu\text{m}$ . On remarque que la zone ainsi dégagée présente un aspect granuleux. Ce phénomène est probablement dû directement à l'usinage, en effet les faisceaux d'ions après avoir traversé la fine couche d'or attaquent ensuite en surface la couche de silice de la fibre. On remarque également que la zone au contact de l'antenne est plus profondément creusée dans la silice. La nano-antenne est repérée par un contour rouge sur les images de face des pointes. La zone sombre sur les images de profil des fibres 2 et 3 correspond au métal constituant la nano-antenne.

L'utilisation d'un micro-axicon comme support de la nano-antenne n'est pas sans importance, en effet, en microscopie électronique à balayage on peut aisément délimiter la zone où se situe l'extrémité (le sommet) de celui-ci. Le sommet étant localisé, on positionne alors aisément le faisceau d'ions afin d'usiner la nano-antenne, tout en respectant un centrage optimal. Nous avons vu au paragraphe 2.2 que le micro-axicon est parfaitement centré sur l'axe du coeur de la fibre. Si maintenant la nano-antenne est centrée sur le micro-axicon, celle-ci est par conséquent correctement centrée sur le coeur de la fibre. De plus la fibre, après étirage et polissage, possède un diamètre de coeur compris entre  $1$  et  $2 \mu\text{m}$ , ce qui représente une taille parfaitement adaptée aux dimensions de notre nano-antenne.

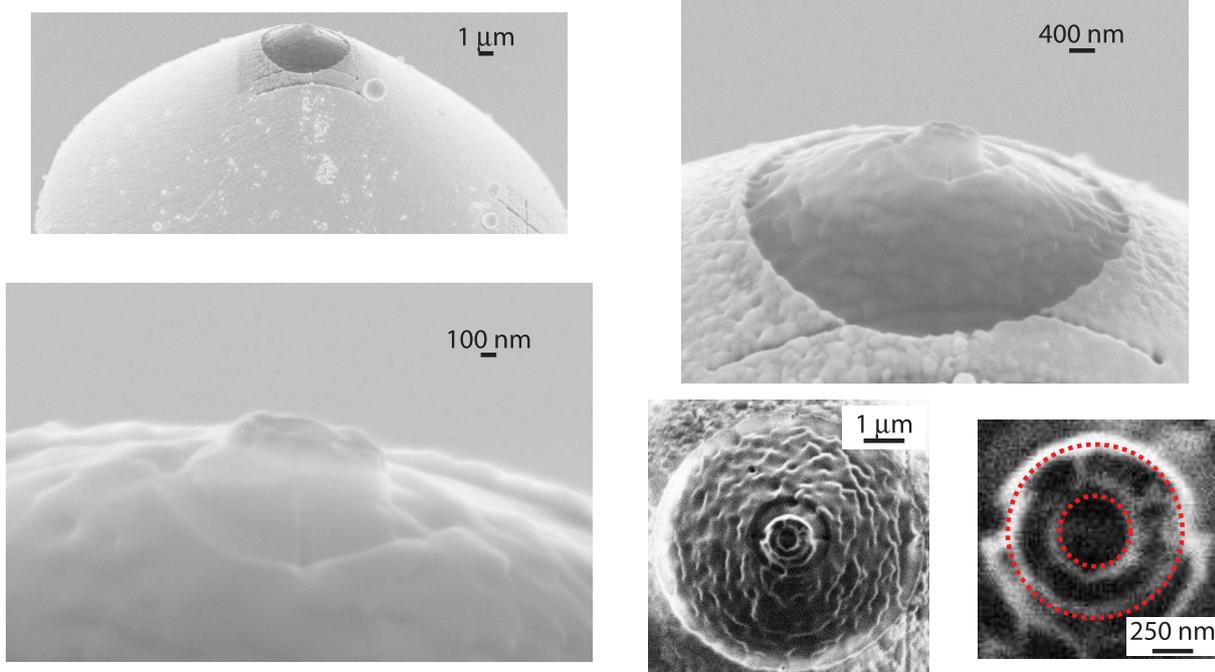
Les nano-antennes ainsi fabriquées ont été caractérisées du point de vue de leur comportement optique, et utilisées pour l'imagerie de structures données. Les résultats obtenus seront développés et commentés au chapitre 5.

SQUID à l'extrémité d'une pointe

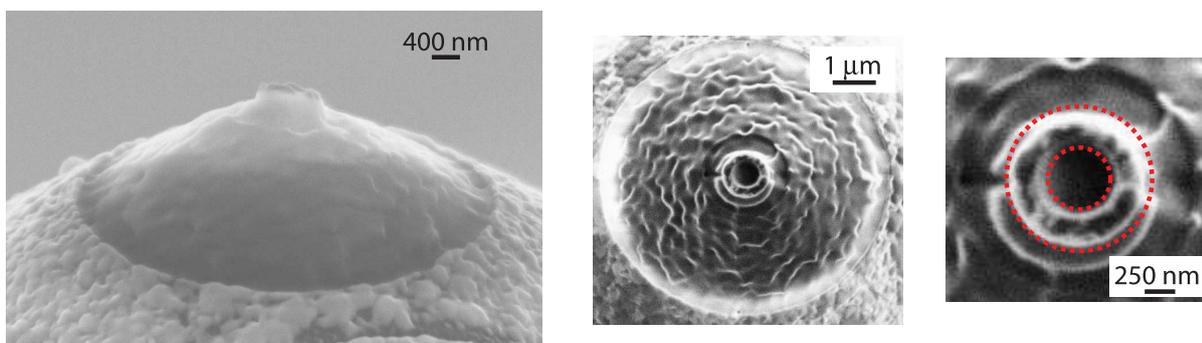
. Nous savons désormais que l'usinage au moyen de faisceau d'ions focalisés représente



FIBRE 1



FIBRE 2



FIBRE 3

FIG. 22. Exemples de nano-antennes annulaires à l'extrémité de micro-axicons fibrés.

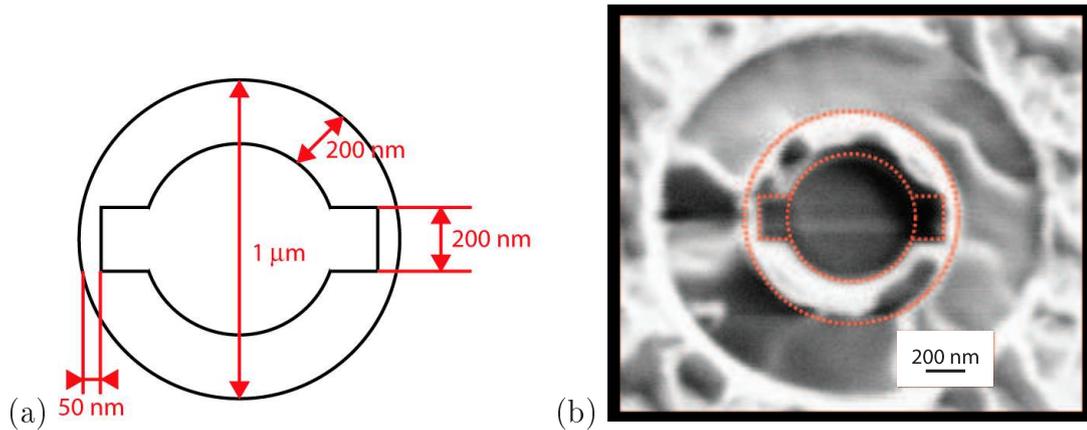


FIG. 23. (a) Schéma du SQUID et dimensions caractéristiques.  
 (b) Essai de gravure au FIB d'un SQUID.

une technique efficace pour la réalisation de structures de tailles micro et nanométriques. En s'inspirant de la forme des SQUIDs utilisés en supra-conductivité, nous avons réalisé une structure analogue à un "SQUID optique", à l'extrémité d'une pointe de fibre optique. Comme pour les nano-antennes annulaires, nous utilisons une fibre recouverte de 115 nm d'or. Les dimensions souhaitées pour la structure sont données sur la figure 23(a). Elle prend la forme d'un anneau semblable aux nano-antennes annulaires, auquel on aura ajouté deux encoches rectangulaires de 150 nm par 200 nm. Les résultats de fabrication, ainsi que la comparaison avec le SQUID escompté initialement, sont donnés par la figure 23(b). Les dimensions expérimentales sont légèrement différentes de celles données en théorie, cela est dû en partie à la qualité de surface du dépôt d'or. En effet celui-ci induit des modifications géométriques qui ne seront certainement pas sans conséquence sur le fonctionnement d'une telle structure. Ces tests nous ont permis de juger de la faisabilité de cette structure, et en particulier, de ce que l'on peut assimiler ici à des jonctions Josephson, c'est à dire la zone quasi-rectangulaire de 50 nm par 200 nm. En améliorant la qualité de surface du dépôt métallique, nous sommes à même de réaliser des structures équivalentes aux SQUIDs à l'extrémité de nos pointes axicon.

A noté que le SQUID qui a été réalisé ici possède une forme circulaire, en effet la gravure d'une telle structure au moyen d'un FIB ne présente pas de difficulté spécifique de fabrication. Ces résultats préliminaires confirment que moyennant des procédés et des techniques en micro et nanofabrication conventionnels, il est possible de réaliser des structures complexes pouvant aisément conduire à la mise en oeuvre de SQUIDs optiques.

#### 4. Conclusion

Ce troisième chapitre a traité des différentes techniques de fabrication inhérentes à l'obtention de pointes optimales pour la microscopie optique champ proche. La finalité de

conception et de fabrication est une sonde en fibre optique équipée d'une nano-antenne annulaire en son extrémité.

Dans un premier temps, nous avons exposé les différentes techniques couramment employées pour la fabrication des pointes (sondes) à partir de fibres optiques, que sont la méthode par chauffage / étirage et l'usinage chimique. Dans un second temps nous avons détaillé le façonnage d'un axicon à l'extrémité d'une fibre optique. La technique consiste à polir l'extrémité d'une fibre éfilée et à créer de ce fait un micro-axicon fibré. Nous avons exposé, dans un troisième temps, différentes méthodes utilisées pour la fabrication de structures annulaires sur diverses surfaces. Enfin nous avons explicité l'usinage par gravure ionique d'un anneau de dimensions idoines à l'extrémité d'une fibre micro-axicon.

La troisième partie que allons maintenant aborder présente, au travers d'un quatrième chapitre, les éléments principaux du dispositif de caractérisation utilisé, en particulier l'éclairage employé et la tête optique du microscope SNOM. Le cinquième chapitre sera quant à lui consacré à la caractérisation et à l'utilisation concrète du nouveau type de sonde que sont les pointes micro-axicon dotées d'une nano-antenne annulaire.

Troisième partie

Dispositif de Caractérisation et Traitement  
Expérimental



## CHAPITRE 4

### Éléments essentiels du montage de caractérisation

Les microscopes optiques en champ proche sont constitués de deux grandes parties :

- Une partie optique qui permet de générer les faisceaux d'éclairage des échantillons.
- Une partie électro-mécanique qui permet de détecter l'information optique à l'aide d'une sonde.

Dans ce chapitre nous allons donc nous attacher dans un premier temps à décrire le système d'éclairage utilisé. Il s'agit de créer des faisceaux de Bessel polarisés monochromatiques et polychromatiques. Nous allons tout d'abord décrire la création d'un faisceau polychromatique à spectre large appelé continuum de lumière, puis nous verrons comment on peut moduler à notre convenance la polarisation d'un faisceau lumineux et enfin nous montrerons comment on génère des faisceaux de Bessel de polarisation donnée sur un spectre large.

Dans un deuxième temps nous décrirons les éléments principaux de la tête du microscope utilisé.

#### 1. L'éclairage

Les antennes annulaires sont par construction des dispositifs résonants dont les caractéristiques vont variées d'une longueur d'onde à une autre. Afin d'analyser le comportement de ces antennes en fonction de la longueur d'onde, nous avons opté pour l'utilisation d'un spectre large intense. La solution qui a alors été retenue est la mise en oeuvre d'un supercontinuum de lumière.

##### 1.1. Continuum de lumière.

1.1.1. *Génération du continuum.* Un continuum de lumière est une source à mi-chemin entre les lampes à incandescence, fournissant une lumière blanche incohérente, et les lasers, sources monochromatiques cohérentes. Il possède les avantages d'une source à spectre large avec une forte luminance, une grande directivité et une cohérence spatiale mais il possède également les qualités des sources impulsionnelles.

L'injection d'un faisceau issu d'une source de puissance (laser) dans une fibre normalement dispersive permet d'exciter en cascade des modes Raman Stokes. On obtient alors en sortie de fibre une source spectrale étendue composée des ondes Stokes générées par DRS (Diffusion Raman Stimulée). Le nombre de modes ainsi créés varie avec la puissance de pompe injectée et la longueur d'interaction avec le milieu moléculaire (longueur de la fibre).

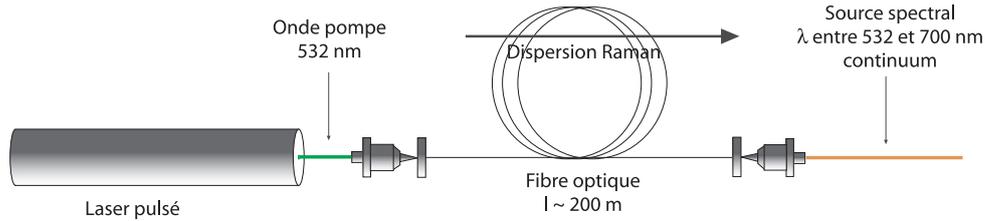


FIG. 1. Génération de DRS.

Dans cette étude la source est un nanolaser vert, Nd :YAG, de chez Nanolase, doublé en fréquence, ce qui permet d'obtenir l'émission d'une longueur d'onde de 532 nm (correspondant à la pompe). Le Nd :YAG (Nd :Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>) est un cristal utilisé comme milieu amplificateur pour les lasers utilisant des milieux solides. Ces lasers sont pompés optiquement au moyen d'une diode laser. Ils constituent un des types les plus communs des lasers. Pour de nombreuses applications, ces lasers sont doublés en fréquence (ou triplés) en utilisant un matériau non-linéaire (comme le triborate de lithium, LiBO<sub>3</sub>) afin d'obtenir une longueur d'onde de 532 nm (ou dans l'UV). Ce laser pulsé a une puissance moyenne de 20 mW et le taux de répétition est compris entre 5 et 9 kHz. La largeur des impulsions étant inférieure à 900 ps, on obtient une énergie par impulsion supérieure à 3  $\mu$ J. Le faisceau issu du laser est injecté dans une fibre optique d'une longueur d'environ 200 m. Ce procédé d'injection (fig. 1) permet d'obtenir une incohérence temporelle en sortie de fibre et un spectre dont la largeur spectrale est comprise entre 532 nm et 700 nm, qui est représenté sur la figure 3. La répartition des ordres dans le spectre dépend entre autre du temps de réponse de la silice (de l'ordre de 50 à 100 fs) et de la dispersion de la fibre utilisée.

1.1.2. *Caractérisation du continuum.* Afin de caractériser le faisceau obtenu, nous utilisons un spectromètre dans le visible (USB2000 de chez Ocean Optics). Nous désirons dans la suite de ce travail être susceptible de sélectionner différentes longueurs d'onde, il est donc nécessaire de pouvoir ne conserver que certaines parties du spectre ; pour cela nous disposons d'un filtre interférentiel qui est placé sur le trajet du faisceau, comme cela est expliqué sur la figure 2.

Nous sélectionnons un certain nombre de raies entre 532 et 700 nm. Les spectres ainsi obtenus nous permettent de déterminer, pour chacune des longueurs d'onde choisie, l'écart spectral existant (figure 3). L'écart spectral  $\delta\lambda$  est la largeur à mi-hauteur du spectre à une longueur d'onde donnée. Pour les raies comprises entre 532 et 603 nm, l'écart spectral est faible ( $\delta\lambda \leq 5$  nm), en effet le spectre est discret sur cette gamme de longueurs d'onde, il est constitué de pics fins. Pour les longueurs d'onde supérieures à 610 nm, nous observons une continuité dans le spectre, l'écart spectral autour de la longueur d'onde choisie augmente tout en restant acceptable ( $14 \text{ nm} \leq \delta\lambda \leq 17 \text{ nm}$ ) et dépend du filtre interférentiel utilisé.

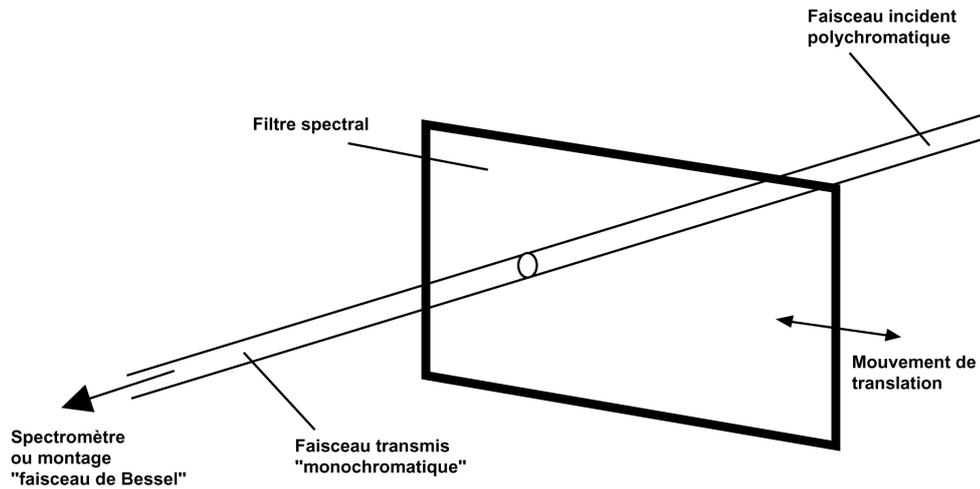


FIG. 2. Sélection de la longueur d'onde.

De cette façon nous pouvons sélectionner une dizaine de longueurs d'ondes du spectre du visible ce qui nous autorisera par la suite une analyse spectrale, comprise entre 532 et 670 nm, des nano-antennes.

Si la disponibilité d'une source large et intense de lumière blanche est importante pour analyser le comportement spectral des nano-antennes, l'état de polarisation et plus particulièrement la capacité de disposer de faisceaux à polarisations radiales est tout aussi cruciale. En effet, le comportement des antennes dépend également de la polarisation du faisceau incident. Par conséquent, dans la suite, nous nous intéressons à la manière de générer des faisceaux polarisés.

**1.2. Polarisation du faisceau incident.** La capacité de disposer de polarisations radiales diverses (radiale fondamentale, ortho-radiale ou hybride) présente donc un intérêt tout particulier dans la possibilité de caractérisation des antennes.

Le principe utilisé pour créer un faisceau lumineux possédant une polarisation donnée, est basé sur la sélection modale dans une fibre optique. Le diamètre de coupure d'un mode dans une fibre peut-être vu comme étant le diamètre de la fibre en-dessous duquel le mode donné ne peut plus se propager. Le mode fondamental est le mode  $HE_{11}$ . Les trois modes qui suivent sont des modes annulaires ; ce sont eux qui nous intéressent plus particulièrement. Il y a le mode  $TM_{01}$  qui montre un état de polarisation radiale, le mode  $TE_{01}$  qui montre un état de polarisation ortho-radiale et le mode "double"  $HE_{21}$  ( $HE_{21}^{pair}$  et  $HE_{21}^{impair}$ ) qui montre un état de polarisation hybride. Ces différents états de polarisation sont résumés sur la figure 4. Pour des raisons de confidentialité nous ne présenteront pas la technique utilisée pour obtenir expérimentalement de telles polarisations, dans la suite nous représenterons cette partie par une boîte noire permettant le contrôle de la polarisation.

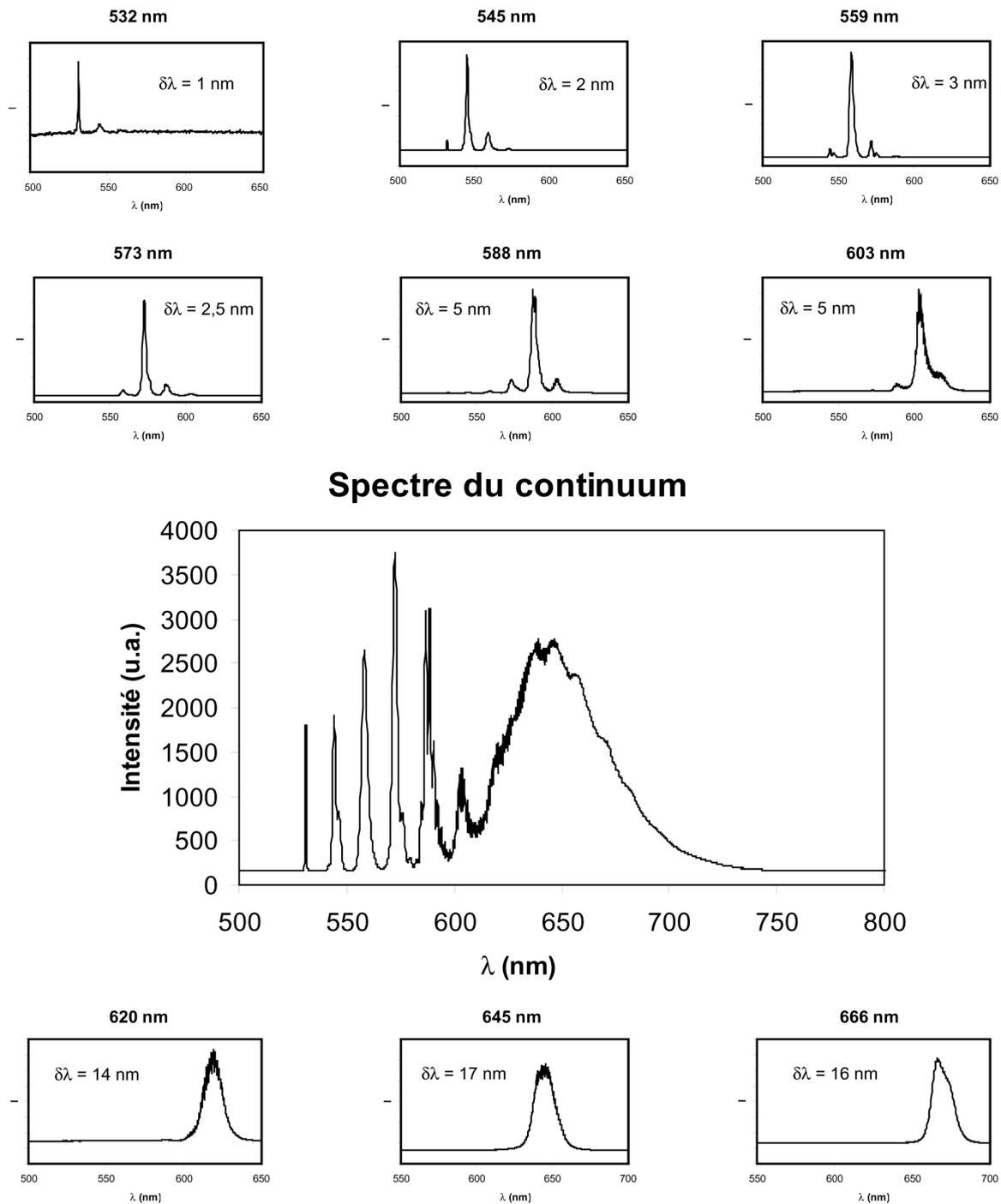


FIG. 3. Spectres relevés.

Les images (1) de la figure 5 montrent un faisceau annulaire polarisé radialement pour trois longueurs d'onde différentes ((a) 550 nm, (b) 600 nm et (c) 650 nm). Les images 5 (a2, b2, c2) représentent les profils d'un tel faisceau (le trait plein représente la direction verticale et le trait en pointillé l'horizontale). Les images 5 (a3, b3, c3) sont obtenues lorsque le faisceau incident polarisé radialement traverse un polariseur dont l'axe est

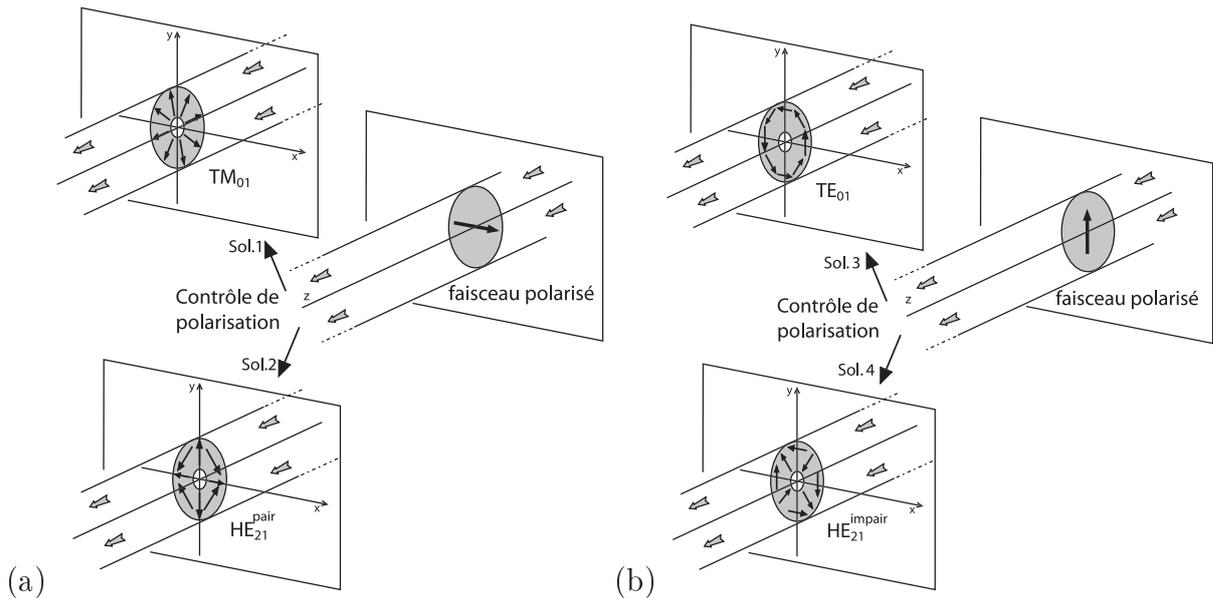


FIG. 4. Génération de faisceaux polarisés (4 solutions proposées).  
 (a) Génération des polarisations radiale (sol.1) et hybride "paire" (sol.2).  
 (b) Génération des polarisations ortho-radiale (sol.3) et hybride "impaire" (sol.4).

représenté par une flèche blanche sur chacune des figures. Nous sommes donc en mesure de générer des faisceaux annulaires polarisés radialement à différentes longueurs d'onde.

Dans le paragraphe suivant nous nous intéressons à l'élaboration de faisceaux de Bessel qui vont combiner à la fois une polarisation de type radiale et un caractère polychromatique.

**1.3. Création d'un faisceau de Bessel polarisé .** Afin de générer, à présent, un faisceau de Bessel possédant une polarisation particulière, toujours dans le but de caractériser les nano-antennes, on utilise un faisceau polarisé comme expliqué dans le paragraphe précédent. Dans notre étude ce sont les polarisations radiale et ortho-radiale qui vont nous intéresser tout particulièrement. Le faisceau polarisé est focalisé sur un objectif (x 4) placé devant un axicon ( $L = 7,5$  mm,  $l = 5$  mm,  $\alpha = 90^\circ$ , figure 8 (a)). Le faisceau de Bessel polarisé radialement ou ortho-radialement est ainsi créé à la sortie de l'axicon, comme représenté sur la figure 6.

Les distributions des champs électriques et magnétiques du faisceau ( $\vec{E}$  et  $\vec{H}$ ) peuvent être séparées en composantes longitudinales  $E_L$  et  $H_L$ , parallèles à l'axe passant par l'axicon et la pointe, et en composantes transverses  $E_T$  et  $H_T$ , perpendiculaires à cet axe.

La figure 7 décrit les différentes distributions lumineuses possibles d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ou ortho-radialement.

- En polarisation radiale, série  $\alpha$  de la figure 7, le champ électrique radial et le champ magnétique ortho-radial vibrent, la composante magnétique longitudinale est nulle ( $H_L = 0$ ). Les images 7 ( $\alpha_2$ ) et 7 ( $\alpha_3$ ) représentant respectivement  $|E_L|^2$  et  $|E_L|^2 + |E_T|^2$  présentent

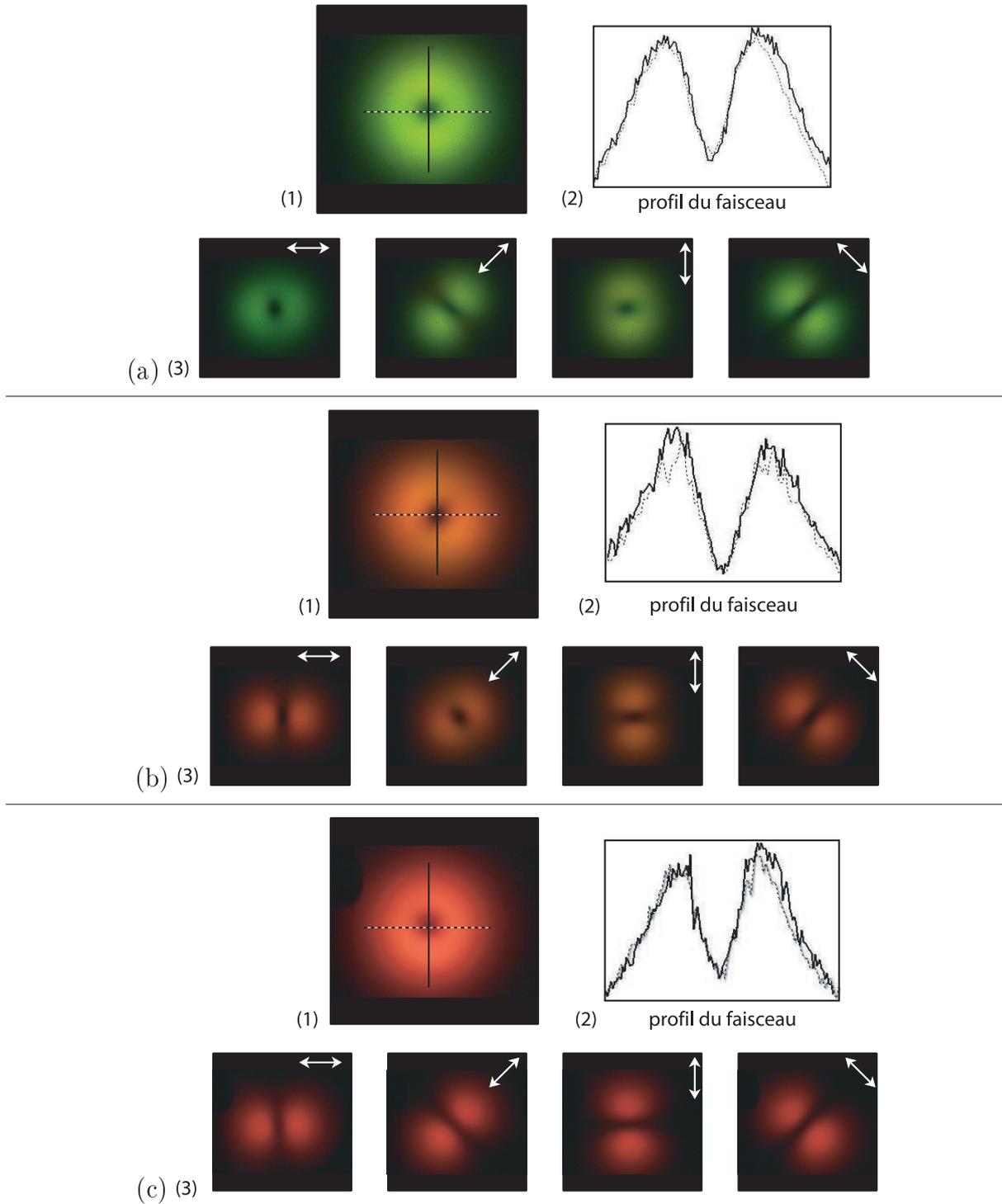


FIG. 5. Faisceau polarisé radialement pour différentes longueurs d'onde :  
 (a)  $\lambda = 550$  nm, (b)  $\lambda = 600$  nm et (c)  $\lambda = 650$  nm.

toutes deux un spot central lumineux, tandis que l'image 7 ( $\alpha_1$ ) représentant à la fois  $|E_T|^2$  et  $|H_T|^2$  (car identiques) présente un centre sombre.

- En polarisation ortho-radiale, série  $\beta$  de la figure 7, le champ magnétique radial et le champ électrique ortho-radial vibrent, la composante électrique longitudinale est nulle

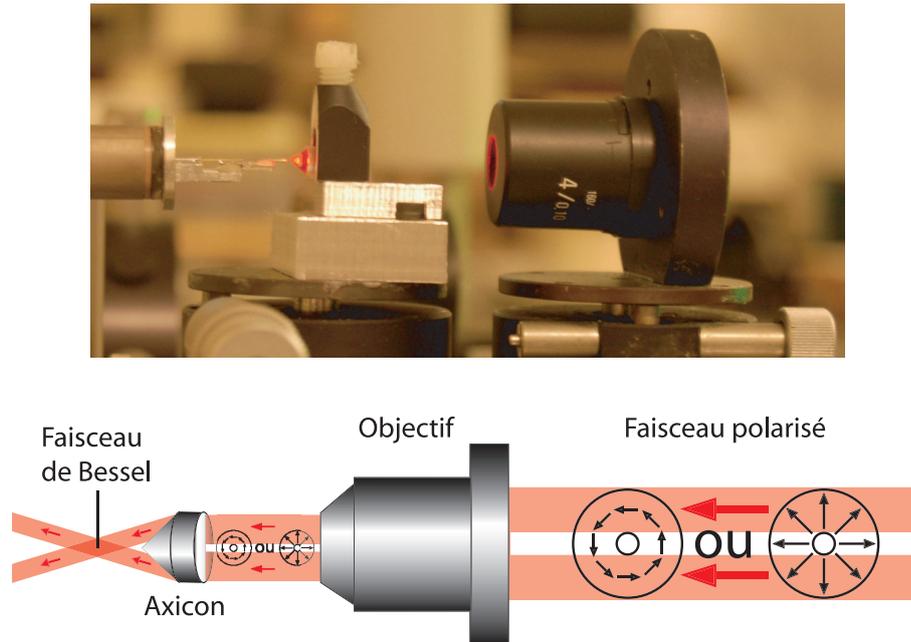


FIG. 6. Création d'un faisceau de Bessel polarisé.

( $E_L = 0$ ). Les images 7 ( $\beta_2$ ) et 7 ( $\beta_3$ ) représentant respectivement  $|H_L|^2$  et  $|H_L|^2 + |H_T|^2$  présentent toutes deux un spot central lumineux, tandis que l'image 7 ( $\beta_1$ ) représentant à la fois  $|E_T|^2$  et  $|H_T|^2$  (car identiques) présente un centre sombre.

Dans le chapitre suivant, nous montrerons en quoi les faisceaux de Bessel polarisés polychromatiques constituent de puissants outils de caractérisation des sondes et plus particulièrement des nano-antennes, de par leurs propriétés spécifiques. Avant cela, nous présentons dans le paragraphe qui suit, les caractéristiques spécifiques de la tête du microscope utilisé.

## 2. La tête de microscope

La résolution d'un microscope optique en champ proche, dépend principalement des caractéristiques de la sonde, mais également du positionnement de celle-ci par rapport à un échantillon. Il est par conséquent crucial de pouvoir approcher la sonde à une distance précise de l'échantillon et de pouvoir conserver cette distance lors d'un déplacement latéral.

Nous présentons dans ce paragraphe les éléments essentiels pour réaliser un asservissement au moyen d'un microscope optique champ proche.

**2.1. Tête optique du microscope et asservissement.** La distance qui sépare la sonde de la surface de l'échantillon influence directement la résolution d'un microscope optique champ proche. Si on veut détecter les informations qui émanent des structures sub-longueurs d'onde d'un échantillon, au moyen d'une sonde, il est nécessaire de pouvoir placer l'extrémité de la sonde au voisinage proche de l'objet. Pour cela, il faut être en mesure de fixer et de contrôler la distance qui sépare la sonde de l'échantillon.

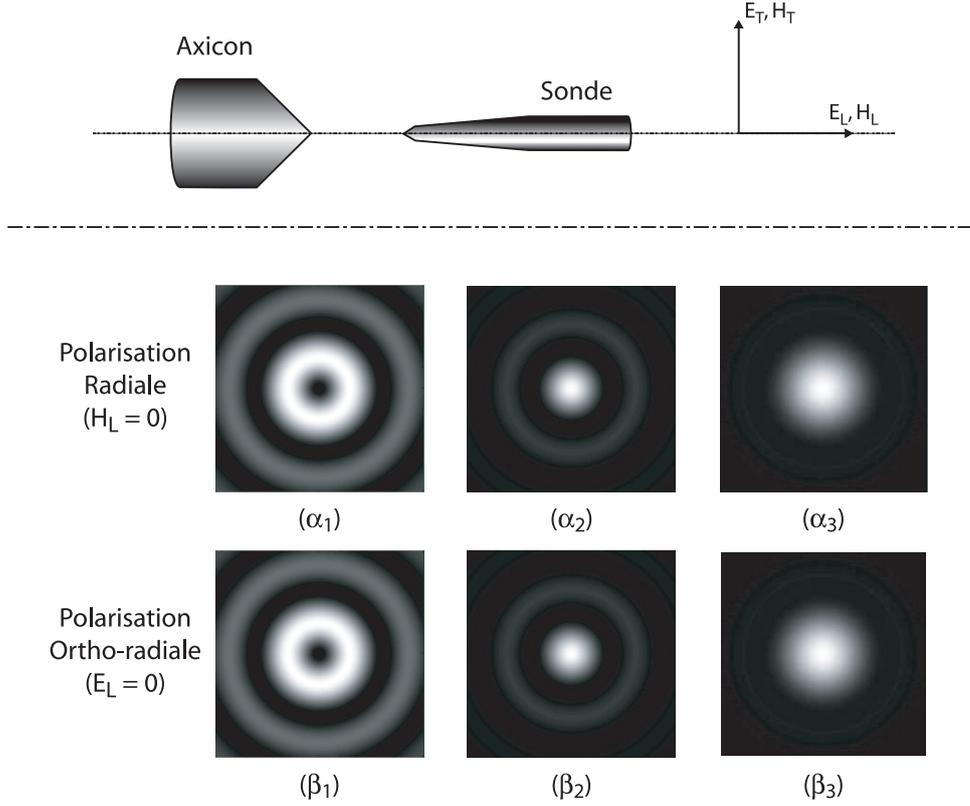


FIG. 7. Modules carrés des composantes transverses et longitudinales des champs électrique et magnétique d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ( $\alpha$ ) et ortho-radialement ( $\beta$ ), taille des images ( $3\lambda \times 3\lambda$ ).

$$\begin{aligned}
 & (\alpha_1 \text{ et } \beta_1) |E_T|^2 \text{ et } |H_T|^2 \text{ (identiques).} \\
 & (\alpha_2) |E_L|^2 \text{ et } (\alpha_3) |E_L|^2 + |E_T|^2 \text{ en polarisation radiale.} \\
 & (\beta_2) |H_L|^2 \text{ et } (\beta_3) |H_L|^2 + |H_T|^2 \text{ en polarisation ortho-radiale.}
 \end{aligned}$$

Le système que nous utilisons pour réguler cette distance se situe en grande partie au niveau de la tête autonome du microscope (fig. 8), excepté l'électronique de contrôle, qui n'est pas représentée ici. Ce système permet de détecter les forces de cisaillement entre la pointe et l'échantillon et permet de mesurer ce signal par voie électronique. Pour ce faire, un diapason (son fonctionnement est donné dans le paragraphe suivant) excite la fibre au voisinage de sa fréquence de résonance, on détecte alors une amplitude de vibration qui est dirigée vers une boucle d'asservissement. Si la distance qui sépare la pointe de l'échantillon est supérieure à 100 nm, la fibre peut vibrer librement et l'amplitude des oscillations est maximale, de valeur  $A_{max}$ . Lorsque l'on rapproche la pointe de la surface, des forces d'interaction apparaissent entre les deux, l'amplitude des oscillations va alors diminuer jusqu'à une valeur minimum,  $A_{min}$ , correspondant au contact. On décide donc de fixer une consigne en amplitude,  $A_c$ , dont la valeur est comprise entre  $A_{min}$  et  $A_{max}$ , qui correspond à une distance donnée, séparant la pointe et l'échantillon. La pointe est alors au voisinage proche (entre 0 et 100 nm) de l'objet à observer.

L'asservissement va ensuite consister à maintenir constante cette amplitude  $A_c$  à l'aide d'une boucle de contre-réaction, qui alimente, en tension, un tube en céramique PZT (ces céramiques ont été élaborées dès 1954), dont l'électrode externe est divisée en quatre secteurs indépendants du point de vue électronique.

Si on applique des tensions égales et de même signe aux quatre électrodes externes, cela entraîne l'allongement du tube. Cette dilatation dépend du coefficient de charge  $d_{31}$  du matériau choisi et est liée à la longueur  $L$  du tube, à son épaisseur  $t$  et à la différence de potentiel  $\Delta V$  appliquée (voir Physic Instrument Katalog) :

$$(8) \quad \Delta L = \frac{d_{31}L\Delta V}{t}$$

Si on applique des tensions égales et de signes opposés sur les quadrants opposés du tube, cela conduit à un phénomène de torsion de l'élément piezo-électrique. Le déplacement en  $x$  ou  $y$  de l'extrémité du tube par rapport à son axe au repos dépend de la constante de contrainte transverse  $d_{31}$  (voir Physic Instrument Katalog) :

$$(9) \quad \Delta x = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L\Delta V}{\pi d_m t}$$

où  $d_m$  est le diamètre moyen du tube.

Par cette méthode de contrôle des modes de déformation, on assure le déplacement à distance constante, dans les trois directions de l'espace, de la pointe au-dessus de l'objet au cours du balayage.

Nous avons pu faire le constat que nous sommes limités en largeur de balayage, en effet il devient difficile de balayer une surface plus grande qu'un carré de  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  sans introduire des artefacts dus aux tubes piézoélectriques.

**2.2. Diapason.** C'est par l'intermédiaire du diapason que l'on détecte les forces de cisaillement qui apparaissent entre la sonde et l'échantillon observé. En effet, le diapason est un capteur de force qui, de par ses caractéristiques vibratoires, permet de positionner et de maintenir une sonde à très petite distance d'une surface. Il est de ce fait de plus en plus couramment utilisé dans les techniques de microscopies en champ proche et présente une utilisation simple.

La méthode proposée et développée par K. Karrai et al. [84, 85] consiste à utiliser un diapason d'horloger (fig. 9). C'est un résonateur obtenu à parti d'un cristal de quartz, celui-ci étant couramment utilisé dans les montres à quartz, il possède une grande stabilité ainsi qu'un fort taux de reproductibilité et un encombrement très réduit. La découpe suivant les axes cristallographiques du cristal piezo-électrique est complexe. Ce sont les contacts lithographiés sur les branches du diapason qui permettent de l'exciter électriquement. Sur la figure 9, sont représentés les différents modes de vibration possible du diapason, nous

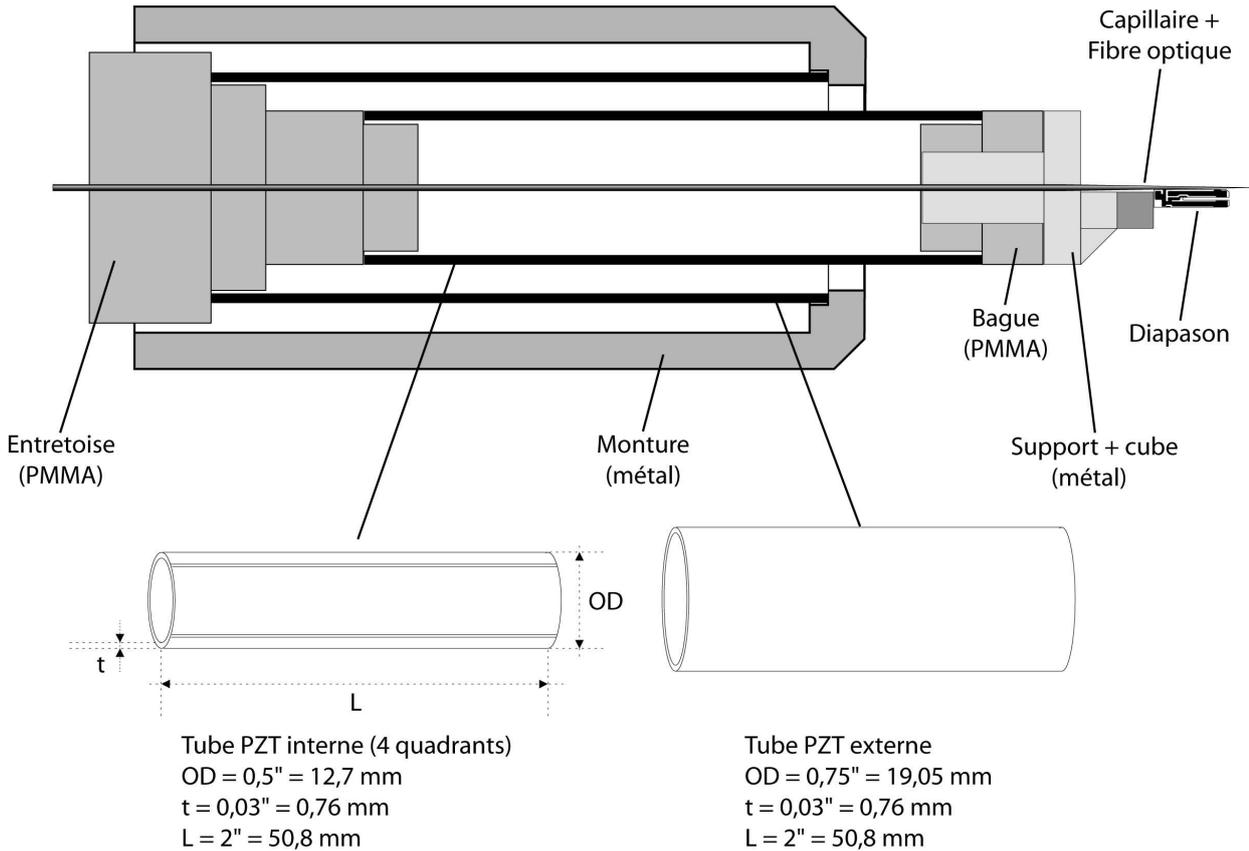


FIG. 8. La tête autonome du microscope.

cherchons pour notre part à exciter les modes de flexion suivant  $z$  ; ainsi une fibre collée sur un des deux bras du diapason se verra transmettre cette vibration.

La fréquence de résonance d'un tel diapason est théoriquement de 32 768 Hz ( $= 2^{15}$ ) dans le vide avec un facteur de qualité de l'ordre de  $10^5$ . Dans notre étude, lorsque le diapason est intégré à la tête optique du microscope, il résonne à une fréquence moyenne de  $32176 \pm 174$  Hz.

Élément clef d'un microscope en champ proche, il joue le rôle de la poutre d'un AFM en mode dynamique et permet ainsi de contrôler la distance entre l'extrémité de la sonde liée physiquement par collage à l'un de ses bras et la surface de l'échantillon ; par conséquent il a un rôle essentiel dans l'optimisation de la résolution spatiale, topographique et optique, du microscope. A l'approche de l'échantillon, pour une distance devenant inférieure à une centaine de nanomètres, la pointe interagit avec le potentiel surfacique de celui-ci, avec l'apparition de différentes forces d'interactions [66] et induit une modification de la fréquence de résonance du diapason et du facteur de qualité. Ce sont les variations de cette fréquence et du facteur de qualité, respectivement dues au gradient de force et à la fonction de dissipation [39], qui vont nous permettre de contrôler la distance pointe-échantillon.

La méthode d'asservissement consiste à exciter le diapason avec une certaine amplitude, lorsque la pointe s'approche de l'échantillon et que la distance les séparant devient

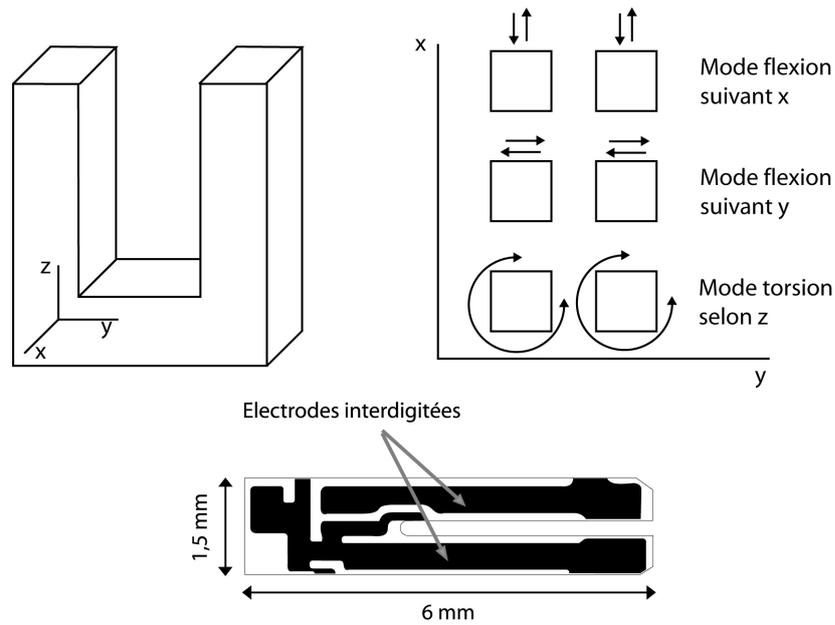


FIG. 9. Caractéristiques d'un diapason d'horloger.

inférieure à une vingtaine de nanomètres, correspondant à une valeur donnée de l'amplitude du signal qui est une valeur consigne, l'approche s'arrête et une boucle de rétroaction permet de maintenir la pointe à cette distance qui restera alors constante au cours du balayage.

### 3. Le montage dans sa globalité

Le montage est présenté dans sa globalité sur la figure 10. La caractérisation des nano-antennes nécessite l'association d'un système d'éclairage adapté et d'un microscope optique en champ proche. L'éclairage consiste, comme nous avons pu l'aborder précédemment, en la création de faisceaux de Bessel polychromatiques dont on peut aisément choisir la polarisation (radiale ou ortho-radiale). La sonde du microscope, quant à elle, peut-être agrémentée d'une antenne comme présenté au paragraphe 3.3.2. Le système est utilisé en mode collection.

Dans un premier temps, nous créons, comme cela est expliqué dans le paragraphe 1.1, un continuum dont le spectre s'étend entre 532 nm et 700 nm. Ensuite, nous ajustons le système de contrôle de polarisation en sortie de fibre du continuum, afin de générer un faisceau polarisé radialement à une longueur d'onde donnée. La sélection de la longueur d'onde se faisant à l'aide d'un filtre interférentiel entre ces deux premières étapes. Le faisceau polarisé est alors amené par une succession de miroirs jusqu'au système de création des faisceaux de Bessel, constitué d'un objectif et d'un axicon, comme cela a été notifié dans le paragraphe 1.3. Afin d'obtenir une image du faisceau, nous utilisons le système de microscopie optique en champ proche, présenté au paragraphe précédent, agrémenté d'une sonde. La sonde est approchée manuellement, de telle façon qu'elle soit plongée dans le

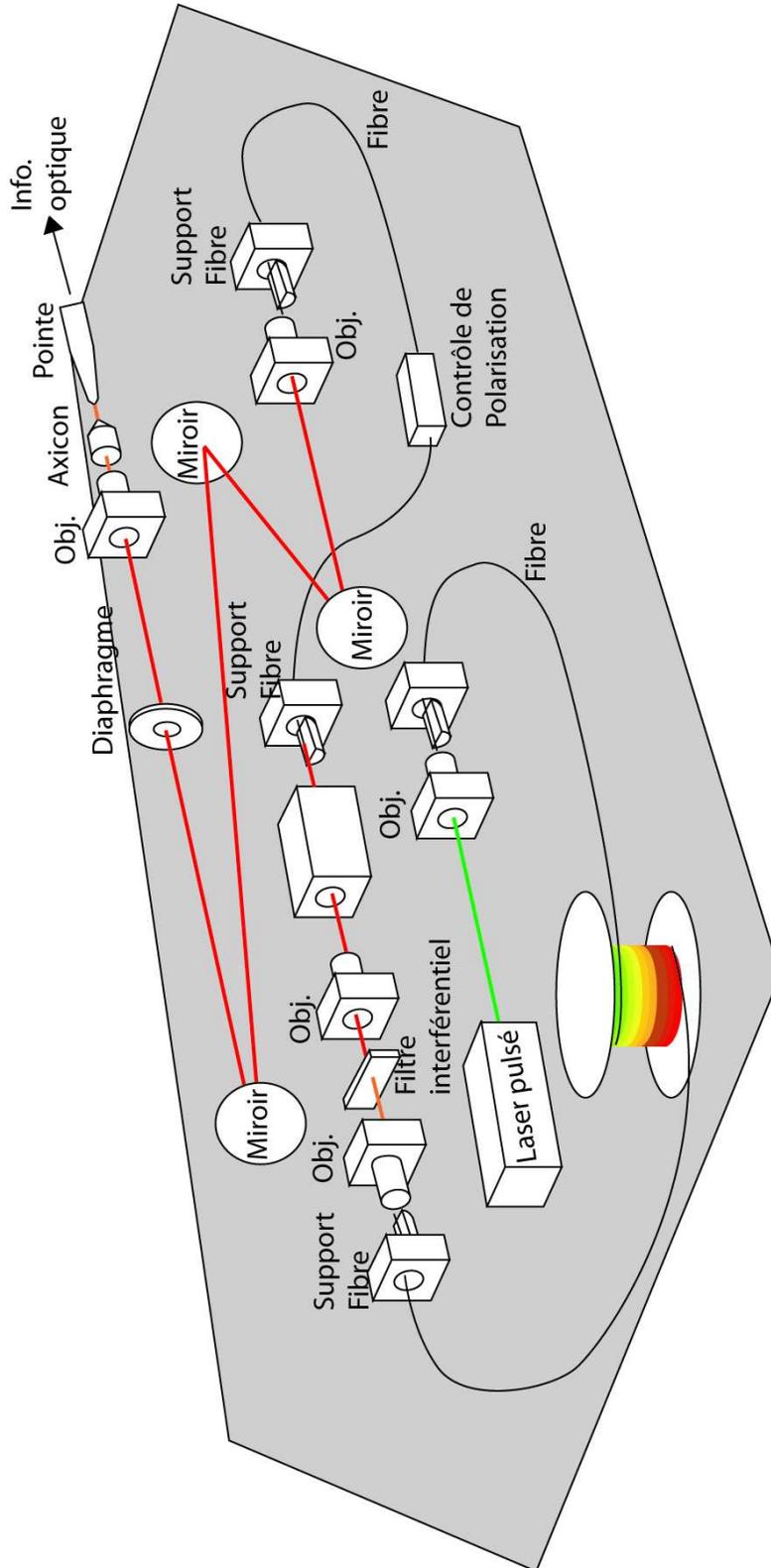


FIG. 10. Le montage dans sa globalité.

champ lumineux créé par le faisceau de Bessel. Cette étape ne nécessite pas un contrôle de la distance entre la pointe et l'objet, puisque celui-ci n'est pas matériel et qu'il présente, de plus, l'avantage d'être non diffractif sur une distance pouvant atteindre 1 mm. La tête du microscope, sur laquelle a été placée la sonde, permet un balayage latéral de l'extrémité de la fibre afin d'imager au mieux le faisceau de Bessel. La fibre optique transmet alors le signal collecté à un détecteur en champ lointain, un photomultiplicateur. On utilise une détection synchrone, qui permet d'extraire la contribution due à l'éclairage isotrope mis en oeuvre, en accordant le signal issu de la sonde, avec la fréquence de rafraîchissement du nanolaser pompe. On peut ainsi obtenir une image d'un faisceau de Bessel polarisé au moyen de toute sonde. Dans le chapitre suivant nous utiliserons ce montage afin de caractériser des antennes usinées à l'extrémité de fibres optiques.

#### 4. Conclusion

Dans ce quatrième chapitre, nous avons exposé les éléments essentiels du dispositif de caractérisation que constitue un STOM.

Plus explicitement nous nous sommes penchés sur l'éclairage d'un tel système et en particulier sur la création d'un faisceau de Bessel polychromatique de polarisation opportune. Ensuite nous avons décrit les éléments caractéristiques de la tête de microscope STOM utilisé dans le cadre de nos expérimentations afin de mieux identifier la formation des images.

Pour terminer ce chapitre nous avons détaillé le montage qui nous servira dans le chapitre suivant pour la caractérisation de nos nano-antennes annulaires.



## Caractérisation et utilisation d'un nouveau type de sonde

Dans le chapitre qui précède, nous avons présenté le montage de caractérisation des nano-antennes dans son ensemble. Ainsi que nous l'avons exprimé, les deux parties essentielles de ce montage sont le système d'éclairage, avec les faisceaux de Bessel et la tête du microscope, avec sa sonde active.

Dans ce chapitre, nous déterminerons le comportement d'une nano-antenne annulaire à l'extrémité d'une pointe, dont les spécificités sont données dans le chapitre 3. Pour cela, dans un premier temps nous considérerons le comportement d'une nano-antenne en champ lointain et dans un second temps nous étudierons son comportement en champ proche, au moyen de faisceaux de Bessel polarisés. Puis pour finaliser cette étude, nous utiliserons ce nouveau type de pointe pour réaliser une analyse optique champ proche de deux structures typiques de la nanophotonique.

### 1. La caractérisation des antennes

**1.1. Comportement en champ lointain d'une nano-antenne.** Dans un premier temps afin d'observer le comportement d'une nano-antenne en champ lointain, nous utilisons la fibre 1, présentée sur la figure 22, en mode émission. Pour cela, nous injectons un faisceau polychromatique à spectre large au sein de la fibre support de la nano-antenne, comme schématisé sur la figure 1.

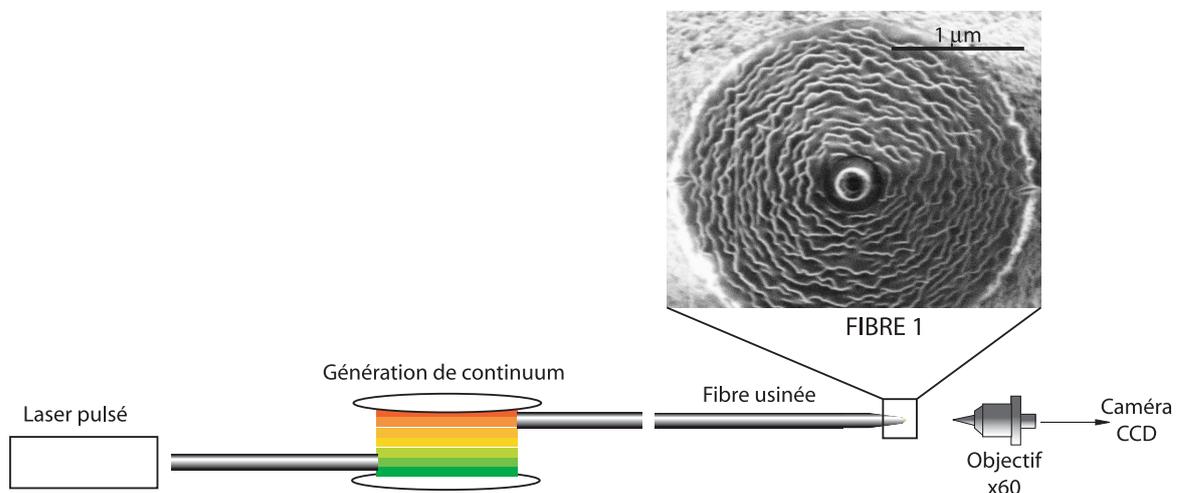


FIG. 1. Montage de caractérisation en champ lointain en mode émission.

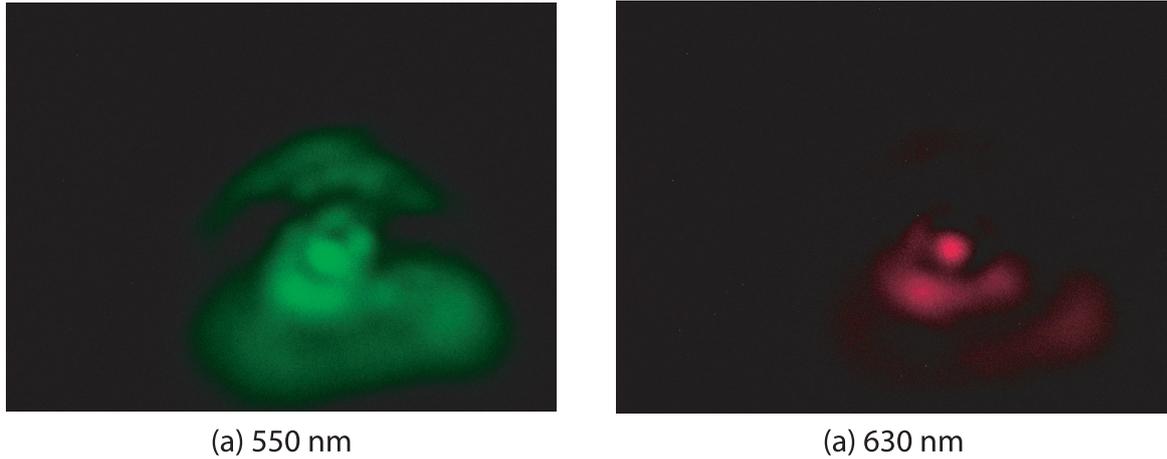


FIG. 2. Figures de diffraction à deux longueurs d'onde spécifiques.

La figure de diffraction, obtenue à l'aide d'un objectif  $\times 60$  couplé à une caméra CCD, est donnée sur la figure 2. Celle-ci apparaît différente suivant la longueur d'onde injectée. A 550 nm, la figure 2 (a) de diffraction présente un centre sombre entouré d'anneaux fortement lumineux. Tandis qu'à 630 nm, figure 2 (b), elle présente un centre très lumineux, les anneaux qui l'entourent perdant rapidement en luminosité. La présence de l'antenne annulaire semble favoriser la concentration de la lumière issue de la fibre dans une zone précise pour une longueur d'onde de 630 nm. Ceci nous laisse penser que l'on a un confinement du champ au centre de la nano-antenne pour les longueurs d'onde situées autour de 630 nm.

Au vu de ces observations réalisées en champ lointain, nous nous intéressons maintenant à l'étude d'une sonde munie d'une nano-antenne en microscopie optique en champ proche.

## 1.2. Comportement en champ proche d'une nano-antenne.

1.2.1. *Considérations théoriques*. Aucun modèle précis n'a actuellement été trouvé pour décrire l'interaction entre la lumière et une nanostructure annulaire située à l'extrémité d'une fibre optique. Cependant une étude spectrale du comportement d'une nano-antenne annulaire déposée sur une surface plane de verre dopé ITO (dont l'indice de réfraction varie légèrement de celui de la silice) a été réalisée dans un article de M. Suarez et al. récemment publié [142].

L'étude consiste en une analyse numérique par **FDTD** (Finite Difference Time Domain) réalisée en appliquant la méthode des différences finies dans le domaine temporel. La structure de cette étude est un anneau d'or dont le rayon externe vaut 500 nm, le rayon interne vaut 200 nm et l'épaisseur de métal est de 100 nm. Le comportement spectral de la nano-antenne est donné pour les deux polarisations qui nous intéressent plus particulièrement ici. Les résultats obtenus en polarisation radiale et en polarisation ortho-radiale sont représentés respectivement sur les figures 3 (b,c) et sur les figures 3 (d,e). Les différents

calculs sont réalisés en 3 points différents d'un plan d'analyse localisé à 7 nm au-dessus de l'antenne. Ils sont nommés A, B et C et représentent respectivement le centre, le bord interne et le bord externe de l'anneau. Les courbes illustrent le comportement du module carré des champs électrique (figures 3 (b,d)) et magnétique (figures 3 (c,e)) en fonction de la longueur d'onde. A partir de ces courbes, l'étude spectrale de la structure met en évidence un phénomène de résonance pour deux longueurs d'ondes voisines en polarisation radiale et en polarisation ortho-radiale. Ces pics de résonance sont centrés sur une longueur d'onde  $\lambda_{res} = 540$  nm en polarisation radiale et sur  $\lambda_{res} = 514$  nm en polarisation ortho-radiale. Pour une polarisation donnée, la fréquence de résonance est la même qu'il s'agisse du champ électrique ou du champ magnétique. En polarisation radiale, on observe une forte résonance du champ électrique localisée au centre de l'antenne (en A) caractéristique d'un confinement du champ électrique en ce point. En polarisation ortho-radiale, on observe une résonance du champ magnétique localisée en A, caractéristique cette fois-ci d'un fort confinement du champ magnétique au centre de la nano-antenne. De plus, une analyse du champ vectoriel émis par une nano-structure annulaire montre que la composante longitudinale du champ électrique est favorisée en polarisation radiale tandis que la composante longitudinale du champ magnétique est exaltée préférentiellement en polarisation ortho-radiale.

Afin de discuter les origines de ce phénomène nous nous référons à un article de U. Schröter et A. Dereux [133] présentant une étude des modes plasmons portés par un nanocylindre infiniment long. On peut justement assimiler ce type de nanocylindre à une nano-antenne annulaire bidimensionnelle. On peut alors en déduire que le pic de résonance qui apparaît à  $\lambda_{res} = 540$  nm en polarisation radiale, à la fois pour le champ électrique et le champ magnétique, figure 3 (b,c), peut être attribué à l'excitation d'un mode plasmon associé à un fort moment dipolaire électrique longitudinal. L'étude permet de surcroît de préciser qu'aucun mode plasmon ne peut être excité par la structure sous une polarisation ortho-radiale. Or, théoriquement, on observe un pic de résonance à  $\lambda_{res} = 514$  nm en polarisation ortho-radiale (figure 3 (d,e)). On note de plus que cette résonance est majoritairement observable sur la composante du champ magnétique localisé au centre de la nano-antenne. Elle laisse donc suggérer un effet de boucle de courant "optique" généré par la forme annulaire de la nano-antenne, par analogie avec une boucle formée d'un fil en métal parfait. On peut en conséquence voir cette résonance en polarisation ortho-radiale comme un phénomène d'**inductance optique** de la nano-antenne annulaire associée à un fort moment dipolaire magnétique longitudinal. Ce parallèle évoqué entre un mode plasmon et une inductance optique suivant la polarisation employée est résumé dans le tableau 1.

Cette étude théorique a été réalisée en mode émission, en effet, la nano-antenne agit sur un champ lumineux incident et on discute de l'influence qu'elle peut avoir sur ce champ en observant le champ lumineux qu'elle émet à son tour. Par principe de réciprocité, on

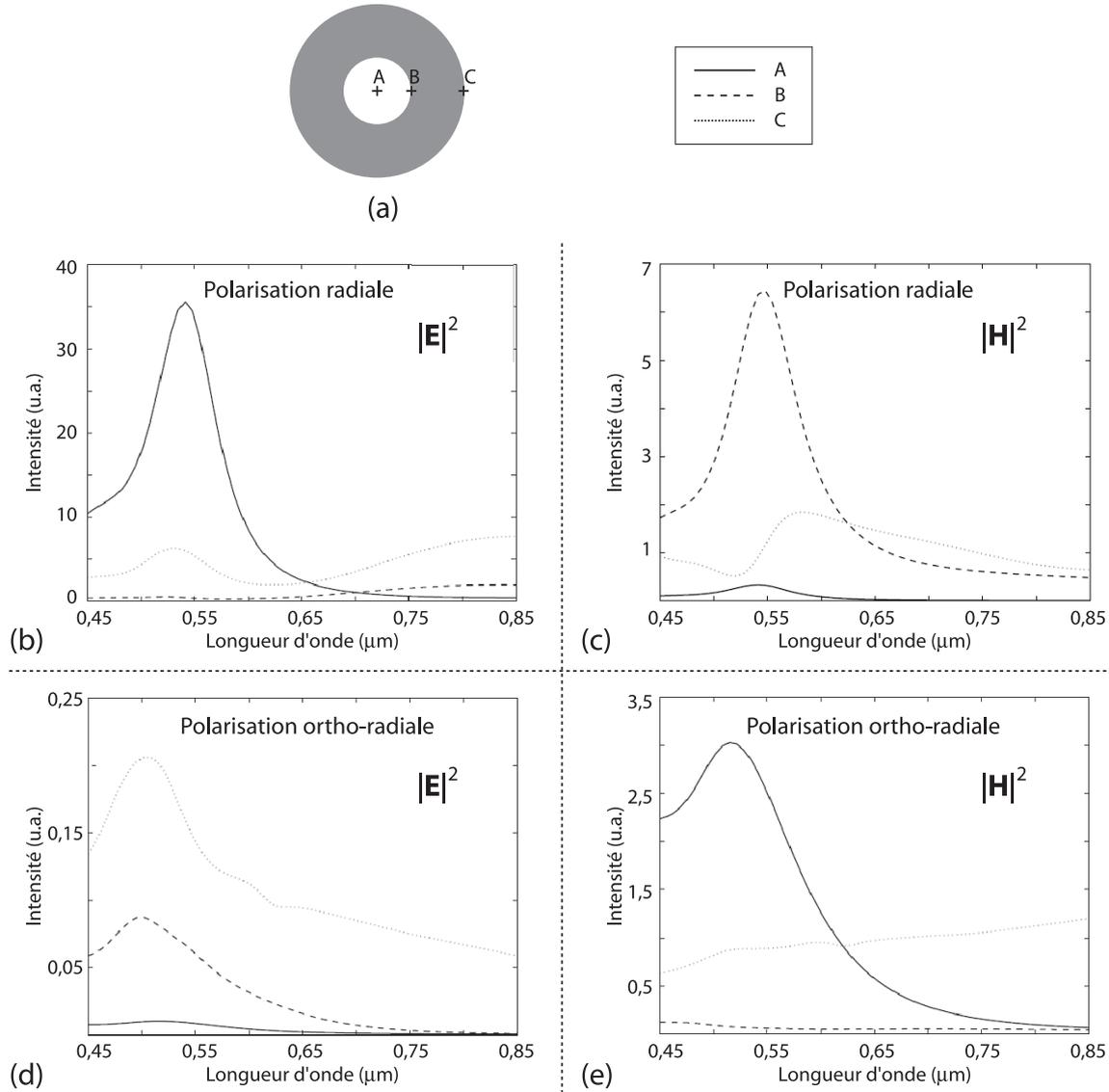
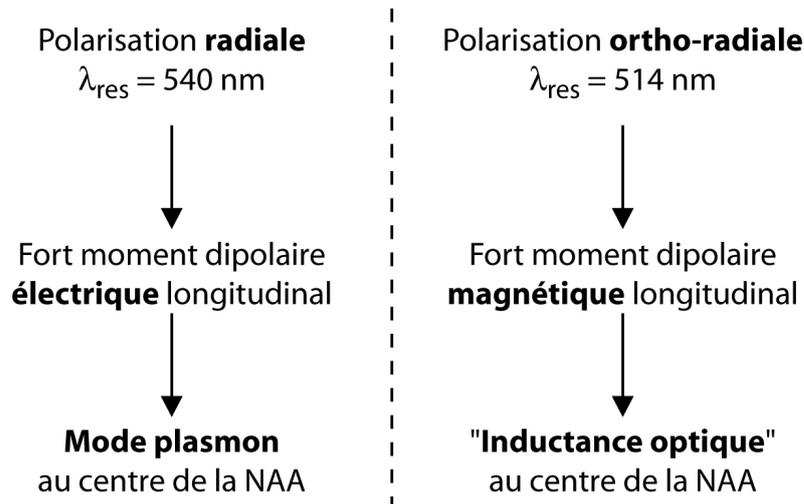


FIG. 3. Analyse spectrale en différents points de la nano-antenne (d'après [142]) :  
 (a) schéma de la nano-antenne annulaire, localisation des points d'analyse A, B et C ;  
 - En polarisation radiale étude du module carré (b) du champ électrique et (c) du champ magnétique.  
 - En polarisation ortho-radiale étude du module carré (d) du champ électrique et (e) du champ magnétique.

considère que ce qui est valable en mode émission (simulations FDTD) le sera également en mode collection. En conséquence, si on étudie le comportement d'une nano-antenne déposée à l'extrémité d'une fibre optique, dont les dimensions sont similaires à celles de la nano-structure proposée lors de l'étude théorique, on peut alors attendre d'une nano-antenne annulaire qu'elle ait la capacité de collecter sélectivement l'une ou l'autre des composantes longitudinales du champ électrique ou du champ magnétique suivant la polarisation. Dans l'affirmative, les propriétés de filtrages seront associées aux résonances



TAB. 1. Parallèle entre mode plasmon et "inductance optique".

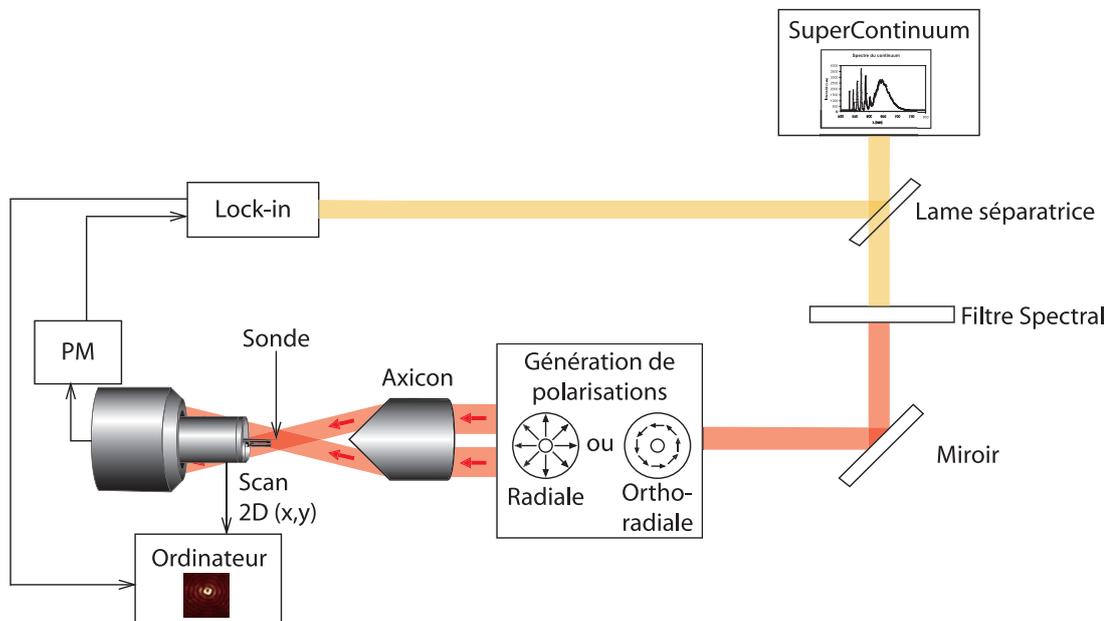


FIG. 4. Montage schématique du dispositif de caractérisation d'une sonde (diélectrique classique ou munie d'une nano-antenne annulaire).

de la nano-antenne suivant la polarisation et seront caractéristiques d'un mode plasmon pour une polarisation radiale ou d'une inductance optique pour une polarisation ortho-radiale.

### 1.2.2. Caractérisation de la réponse optique d'une nano-antenne.

#### Montage

. Le montage expérimental utilisé pour caractériser optiquement une sonde (en particulier une sonde munie d'une nano-antenne annulaire gravée à l'extrémité d'une pointe axicon) est représenté schématiquement sur la figure 4. Un faisceau annulaire polychromatique polarisé radialement ou ortho-radialement est converti en faisceau de Bessel propagatif,

comme expliqué dans le paragraphe 1, pour être utilisé comme un objet test afin de caractériser la réponse optique vectorielle des sondes considérées en tant que nano-collecteurs. Les faisceaux de Bessel ainsi obtenus présentent des états de polarisations (radiale ou ortho-radiale), dont la symétrie se rapproche fortement de celle des nano-antennes annulaires et sont de ce fait présents pour être des objets tests efficaces pour caractériser la réponse optique vectorielle de nos sondes, de la même façon qu'ils le sont pour des systèmes tels que les sondes diélectriques ou les résines photosensibles [69]. La sonde, dont on souhaite caractériser le comportement, est placée à l'extrémité de la tête du microscope de sorte qu'elle est en mesure d'explorer par balayage le faisceau de Bessel en vue d'en restituer une image. La propagation du faisceau généré étant non-diffractive sur une distance de quelques microns, le système de microscopie à balayage employé ne nécessite aucun contrôle de distance entre la pointe et l'axicon massif, une approche manuelle à l'aide d'une platine de translation reste suffisante.

Selon la polarisation du faisceau de Bessel, radiale ou ortho-radiale, et selon la longueur d'onde, nous allons mettre en évidence les propriétés spécifiques de filtrage de polarisation des nano-antennes annulaires.

Image d'un faisceau de Bessel par une sonde

. En théorie nous avons vu qu'une nano-antenne annulaire a la capacité de collecter sélectivement l'une ou l'autre des composantes longitudinales du champ électrique ou du champ magnétique suivant la polarisation employée. Pour mettre en évidence expérimentalement ce phénomène nous allons utiliser un objet aux propriétés spécifiques. Dans le chapitre précédent, au paragraphe 1.3, nous avons évoqué le fait que les faisceaux de Bessel polarisés polychromatiques constituent des objets optimaux pour caractériser des sondes en donnant accès à une possible cartographie du champ électromagnétique. Sur la figure 5 nous rappelons les distributions lumineuses d'un tel faisceau suivant les différentes composantes des champs.

De ces distributions on peut en déduire que :

- Si l'image du faisceau de Bessel présente un centre sombre, cela implique que la sonde employée pour l'obtenir collecte principalement le champ électrique ou magnétique transverse ou encore une combinaison des deux ( $|E_T|^2$  et / ou  $|H_T|^2$ ) et ceci quelque soit la polarisation utilisée.

- Si maintenant le faisceau de Bessel est polarisé radialement et si l'image présente un centre lumineux, alors la sonde collecte soit le champ électrique longitudinal ( $|E_L|^2$ ) soit le champ électrique global ( $|E_L|^2 + |E_T|^2$ ).

- Enfin si le faisceau de Bessel est polarisé ortho-radialement et si l'image présente un centre lumineux, dans ce cas la sonde collecte soit le champ magnétique longitudinal ( $|H_L|^2$ ) soit le champ magnétique global ( $|H_L|^2 + |H_T|^2$ ).

Pour déterminer si la sonde collecte le champ global ou la composante longitudinale du champ, on se référera au diamètre du spot lumineux, en comparant l'image expérimentale

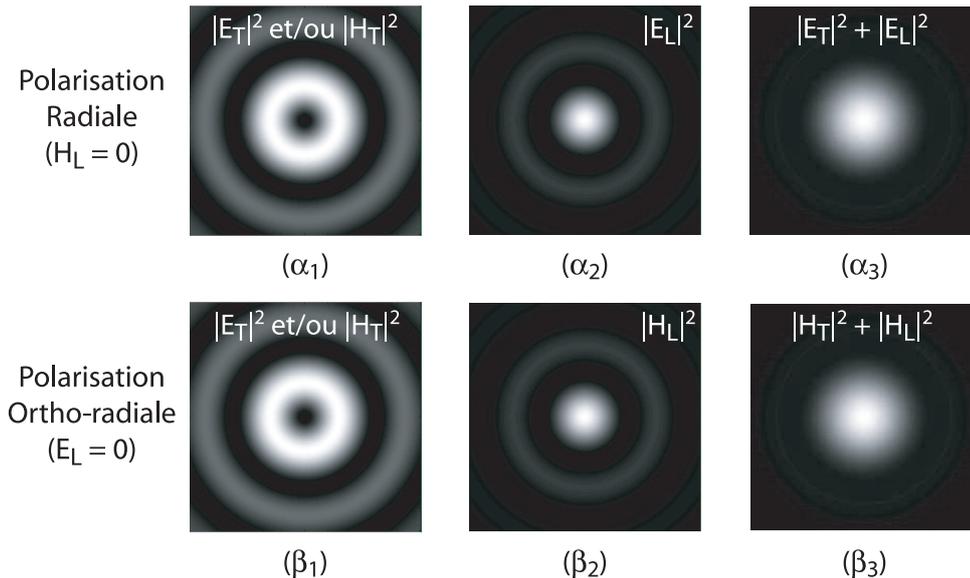


FIG. 5. Modules carrés des composantes transverses et longitudinales des champs électrique et magnétique d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ( $\alpha$ ) et ortho-radialement ( $\beta$ ), taille d'image ( $3\lambda \times 3\lambda$ ).

à l'image théorique. On peut noter, à partir des images théoriques de la figure 5 ( $\alpha_2, \beta_2$ ), que pour le champ électrique (ou magnétique) longitudinal théorique, le diamètre du spot lumineux varie de 330 nm pour une longueur d'onde de 550 nm à 355 nm pour une longueur d'onde de 600 nm, soit une différence de diamètre de 25 nm. En ce qui concerne le champ global théorique 5 ( $\alpha_3, \beta_3$ ), le diamètre du spot lumineux varie de 500 nm pour une longueur d'onde de 550 nm à 540 nm pour une longueur d'onde de 600 nm, soit une différence de 40 nm.

Toutes ces considérations faites sur les faisceaux de Bessel polarisés radialement ou ortho-radialement prouvent qu'ils représentent justement de puissants outils permettant la caractérisation des sondes et plus particulièrement des nano-antennes.

#### Sonde diélectrique classique

. La première étude porte sur l'acquisition à différentes longueurs d'onde de l'image d'un faisceau de Bessel polarisé, au moyen de la configuration SNOM présentée sur la figure 4, lorsque la sonde utilisée est une pointe diélectrique effilée nue issue d'une fibre optique monomode à 630 nm. La figure 6 (a) montre l'image d'un tel faisceau polarisé radialement à la longueur d'onde de 632 nm.

Un résultat similaire est observé quelque soit la longueur d'onde et de façon indifférenciée pour une polarisation radiale ou ortho-radiale, lorsqu'il s'agit d'obtenir une image d'un faisceau de Bessel au moyen d'une sonde diélectrique classique. Du fait que les images présentent un centre sombre, à toute longueur d'onde, et quelque soit la polarisation, les sondes de ce type collectent sélectivement les composantes transverses du champ électromagnétique [70].

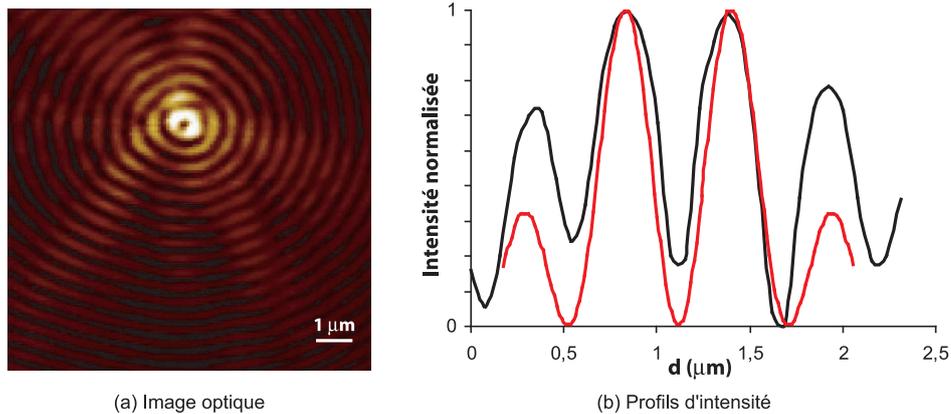


FIG. 6. Image ( $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ) d'un faisceau de Bessel à 632 nm en polarisation radiale obtenue au moyen d'une sonde diélectrique.

#### Sonde munie d'une nano-antenne

. Une seconde étude consiste à comparer les images obtenues au moyen de deux sondes, munies chacune d'une nano-antenne annulaire à leur extrémité, pour réaliser l'acquisition à différentes longueurs d'onde de l'image d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ou ortho-radialement. L'étude porte sur une largeur spectrale allant de 545 nm jusqu'à 666 nm et est reportée intégralement sur la figure 7.

L'analyse en longueur d'onde montre que les images obtenues du faisceau de Bessel, et ceci quelque soit sa polarisation, sont fortement liées à la longueur d'onde du faisceau. En effet suivant la longueur d'onde utilisée, l'image peut présenter un centre sombre ou un centre lumineux. De plus pour une même pointe, les images obtenues pour les deux polarisations radiale ou ortho-radiale, à une longueur d'onde donnée, sont similaires. Autrement dit, si l'image présente un centre lumineux (respectivement sombre) en polarisation radiale, elle présente également un centre lumineux (respectivement sombre) en polarisation ortho-radiale. Nous nous intéressons maintenant plus particulièrement aux images présentant un centre lumineux, images encadrées en rouge sur la figure 7, obtenues pour une longueur d'onde de 603 nm en ce qui concerne la pointe nommée "2" et pour une longueur d'onde de 509 nm en ce qui concerne la pointe nommée "3".

Une analyse fine des images enregistrées à ces deux longueurs d'ondes particulières est résumée sur la figure 8. Les images enregistrées expérimentalement pour les pointes 2 et 3, aux longueurs d'onde respectives de 603 nm et 559 nm, présentent des spots centraux lumineux dont les diamètres valent environ 330 nm. En conséquence, nous allons comparer les résultats expérimentaux aux résultats théoriques obtenus pour les composantes longitudinales des champs électrique et magnétique.

On donne tout d'abord une image de la distribution théorique du module carré du champ électrique longitudinal (respectivement du champ magnétique longitudinal) d'un faisceau de Bessel polarisé radialement (respectivement polarisé ortho-radialement) à 600 nm (figure 8 (a)). L'allure de cette distribution varie très peu sur la gamme de longueur

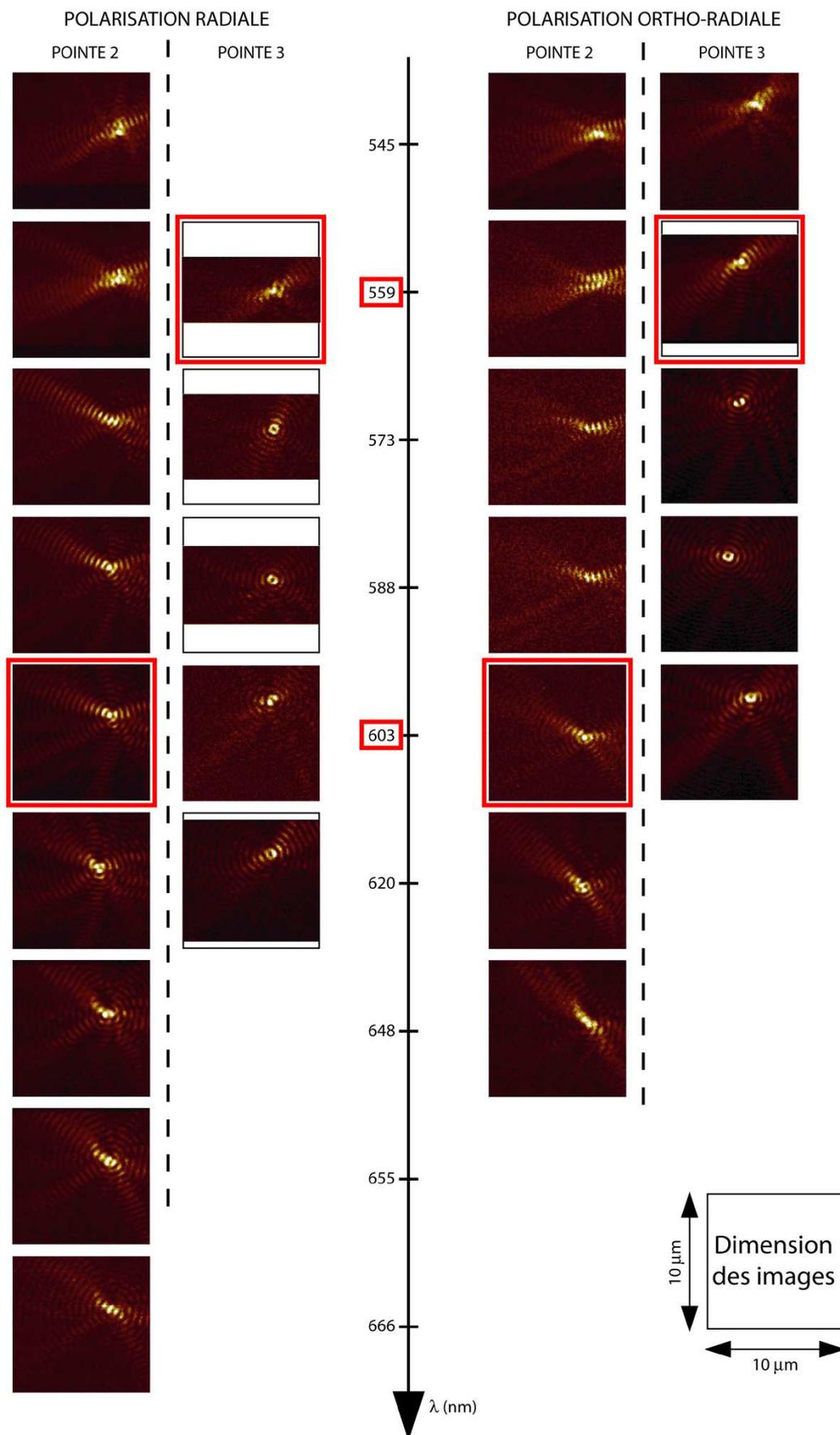


FIG. 7. Étude spectrale d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ou ortho-radialement. Comparaison des résultats pour deux nano-antennes annulaires.

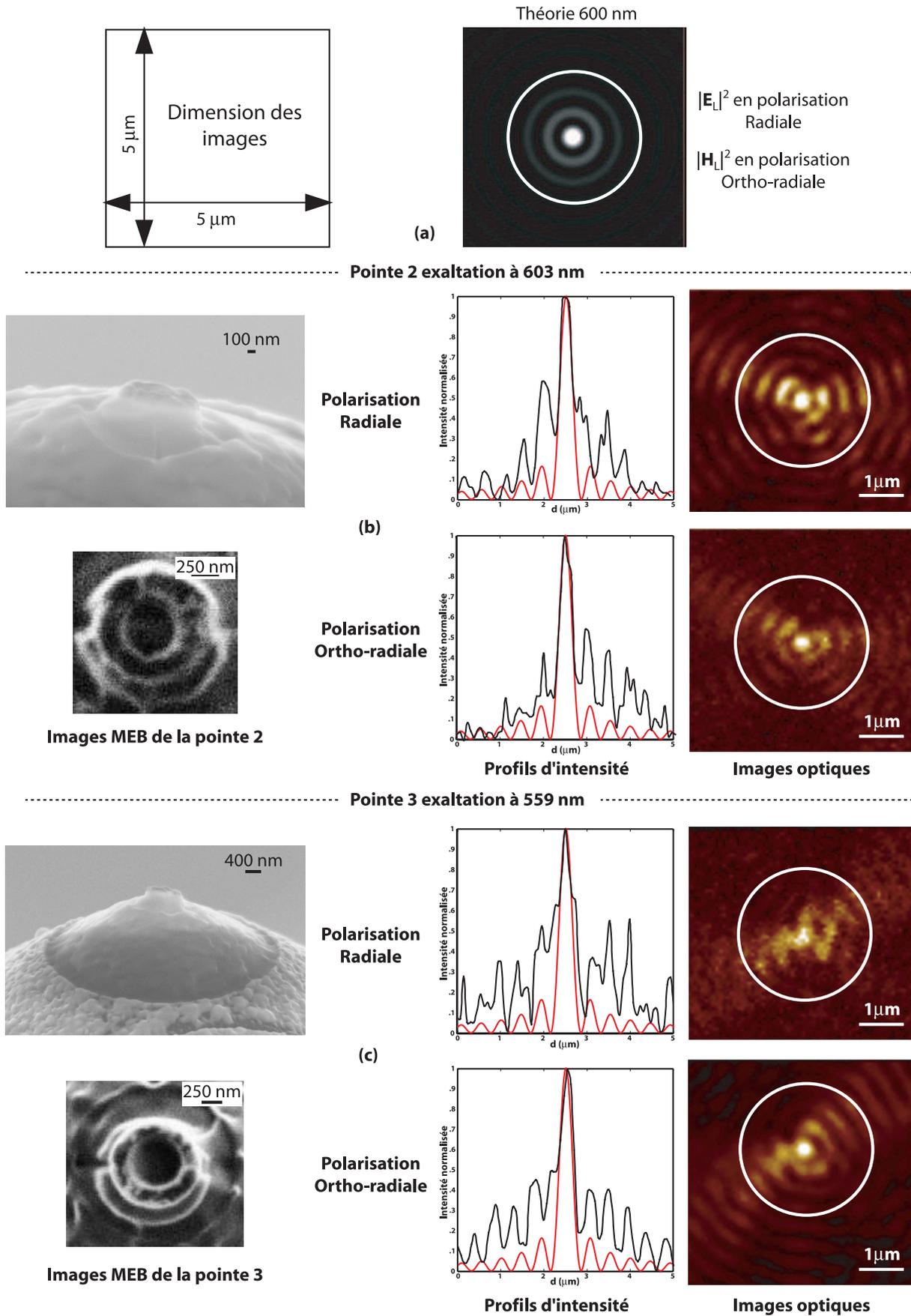


FIG. 8. Analyse fine du comportement à 603 nm (pointe 2) et à 559 nm (pointe 3).

d'onde utilisée lors de cette étude. Cette image nous fournit en conséquence la dimension théorique du diamètre du centre lumineux d'un tel faisceau. En ce qui concerne les résultats obtenus pour la pointe 2 (figure 8 (b)), on observe un spot central lumineux sur l'image du faisceau de Bessel à 603 nm et ceci en polarisation radiale comme en polarisation ortho-radiale. Un cercle blanc a été apposé aux images optiques afin de surligner une frange latérale correctement définie pour localiser ensuite le centre du faisceau. Si on compare le profil d'intensité d'une image optique expérimentale (courbe noire) avec celui de l'image théorique du champ longitudinal (courbe rouge), on observe une grande similitude des profils en polarisation radiale et en polarisation ortho-radiale. La pointe 3 donne des résultats similaires pour une longueur d'onde de 559 nm (figure 8 (c)). Les profils d'intensité des images théoriques (courbes rouges) et expérimentales (courbes noires) à 559 nm présentent eux aussi une grande similitude pour les deux polarisations. Nous pouvons donc en conclure que la pointe 2 est capable de collecter sélectivement la composante longitudinale du champ électrique en polarisation radiale et la composante longitudinale du champ magnétique en polarisation ortho-radiale, à la condition de travailler avec une longueur d'onde proche de 603 nm. De la même façon, la pointe 3 peut collecter sélectivement l'une ou l'autre des composantes longitudinales du champ électromagnétique, mais à la condition cette fois-ci de travailler à une longueur d'onde adjacente à 559 nm. Nous notons également, en particulier en ce qui concerne la pointe 3, que pour les longueurs d'onde supérieures à 559 nm (entre 573 nm et 620 nm), la pointe semble majoritairement collecter la composante transverse du champ électrique et / ou magnétique puisque les images présentent chacune un centre sombre. La figure 9 montre clairement l'accord entre le profil d'intensité théorique (courbe rouge) et le profil d'intensité de l'image optique expérimentale (courbe noire), aussi bien en polarisation radiale qu'en polarisation ortho-radiale, pour une longueur d'onde de 588 nm.

Les résultats expérimentaux obtenus pour les deux antennes, sont consignés dans le tableau récapitulatif 2.

Expérimentalement, on a donc observé qu'une nano-antenne annulaire en or aux dimensions judicieusement choisies est apte à collecter la composante longitudinale du champ électrique ou la composante longitudinale du champ magnétique, sous certaines conditions de polarisation et de longueurs d'onde du spectre visible. Les propriétés de collection d'une sonde munie d'une nano-antenne comparées à celles d'une sonde diélectrique, permettant uniquement de collecter les composantes transverses du champ électromagnétique, montre la fonction et l'efficacité d'une telle structure annulaire métallique.

Une nano-antenne annulaire présente donc un fort confinement au centre de sa structure pour deux polarisations distinctes. Un faisceau lumineux polarisé radialement dont la longueur d'onde correspond à la fréquence de résonance (exemples donnés ici : 603 nm ou 559 nm) de l'antenne va favoriser la détection sélective de la composante longitudinale du champ électrique, on est en présence d'un effet de résonance plasmon. Un faisceau polarisé

Pointe 2

Polarisation <b>radiale</b>		Polarisation <b>ortho-radiale</b>	
$\lambda = 603$ nm	$\lambda = 655$ nm	$\lambda = 603$ nm	/
Spot central <b>lumineux</b>	Spot central <b>sombre</b>	Spot central <b>lumineux</b>	
Sélection de $ E_{\perp} ^2$	Sélection de $ E_{\parallel} ^2$ et/ou $ H_{\parallel} ^2$	Sélection de $ H_{\perp} ^2$	
<b>Résonance plasmon</b>		<b>Inductance optique</b>	

Pointe 3

Polarisation <b>radiale</b>		Polarisation <b>ortho-radiale</b>	
$\lambda = 559$ nm	$\lambda = 588$ nm	$\lambda = 559$ nm	$\lambda = 588$ nm
Spot central <b>lumineux</b>	Spot central <b>sombre</b>	Spot central <b>lumineux</b>	Spot central <b>sombre</b>
Sélection de $ E_{\perp} ^2$	Sélection de $ E_{\parallel} ^2$ et/ou $ H_{\parallel} ^2$	Sélection de $ H_{\perp} ^2$	Sélection de $ E_{\parallel} ^2$ et/ou $ H_{\parallel} ^2$
<b>Résonance plasmon</b>		<b>Inductance optique</b>	

TAB. 2. Tableau récapitulatif.

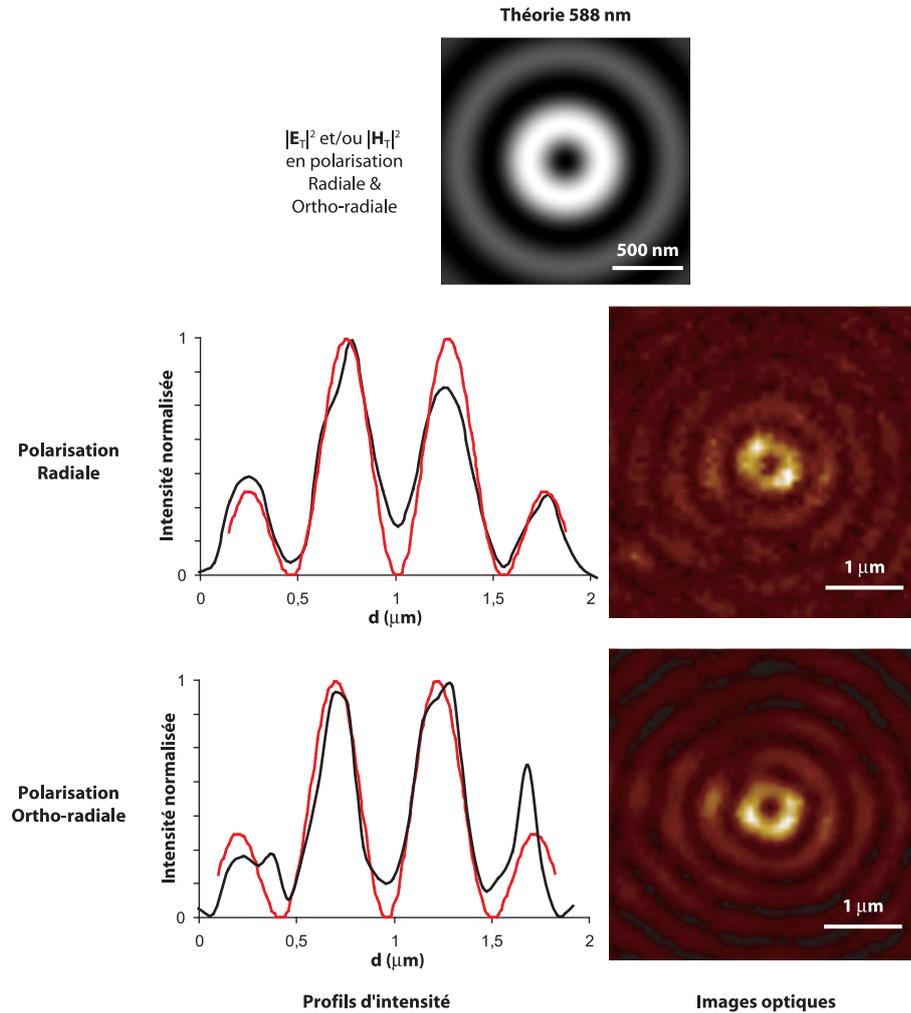


FIG. 9. Analyse à 588 nm pour la pointe 3.

ortho-radialement dont la longueur d'onde correspond à la fréquence de résonance de la nano-antenne, va quant à lui favoriser la détection sélective de la composante longitudinale du champ magnétique, on est alors en présence d'un effet d'inductance optique.

Ces résultats expérimentaux présentent un accord satisfaisant avec la théorie. On note cependant des différences, en particulier en ce qui concerne les longueurs d'onde de résonance. En effet, il existe un décalage vers les longueurs d'onde supérieures des pics de résonance (phénomène de confinement lumineux) pour les deux sondes testées, en polarisation radiale comme en polarisation ortho-radiale. De plus, le phénomène de confinement est observé pour la même longueur d'onde quelque soit la polarisation. Pour la pointe 2 (respectivement la pointe 3), on observe un décalage par rapport à la théorie d'environ 60 nm (respectivement 45 nm) pour un faisceau polarisé radialement et d'environ 90 nm (respectivement 75 nm) pour un faisceau polarisé ortho-radialement.

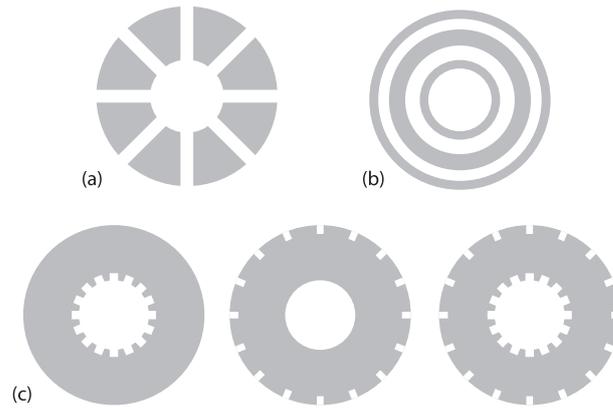


FIG. 10. Exemples de segmentations d'un anneau.

Une analyse spectrale du comportement de nano-antennes annulaires segmentées a été réalisée par M. Suarez [143]. L'anneau peut être segmenté de diverses manières, quelques-unes de ces façons sont répertoriées sur la figure 10. La segmentation peut être radiale (figure 10 (a)), azimuthale (figure 10 (b)) ou localisées sur les parois de l'anneau (figure 10 (c)). Du point de vue théorique, la présence de segmentations sur les contours de l'anneau implique un décalage du pic de résonance dans le rouge ( $20 \text{ nm} \leq \delta\lambda \leq 40 \text{ nm}$ ), que ce soit en polarisation radiale ou ortho-radiale. Les nano-antennes fabriquées à l'extrémité de nos pointes présentent des microfragmentations, dues à la qualité du dépôt de métal ainsi qu'à l'usinage par faisceaux d'ions. Ces fragmentations sont réparties de façon purement aléatoire sur la surface de la nano-antenne métallique. Ceci expliquerait en partie le décalage en longueurs d'onde observé entre les courbes théoriques et les résultats expérimentaux.

### 1.3. Capacité de préservation des nano-antennes au cours de l'utilisation.

Afin de connaître l'état d'une nano-antenne après usage, il est important de pouvoir comparer sa géométrie avant et après utilisation. Pour cela nous avons observé les sondes utilisées au MEB.

1.3.1. *Dégradation de l'antenne "numéro 1" avec le temps.* Une étude du comportement d'une nano-antenne au cours d'une utilisation répétée a été réalisée avec la nano-antenne de la pointe 1. La sonde munie de la nano-antenne permet d'imager un faisceau de Bessel polarisé radialement à la longueur d'onde de 632 nm, la source de lumière utilisée ici étant un laser He-Ne. On considère l'évolution de la qualité des images ainsi obtenues sur une période de 3 jours d'utilisation. Cette évolution est rapportée sur la figure 11.

On note une dégradation de la qualité des images en cours d'utilisation. La netteté des images se dégrade rapidement après réalisation d'une quarantaine d'images. Une image MEB de l'extrémité de la sonde, réalisée avant et après utilisation permet de comparer l'état final à l'état initial de la nano-antenne. Ces images sont données sur la figure 12.

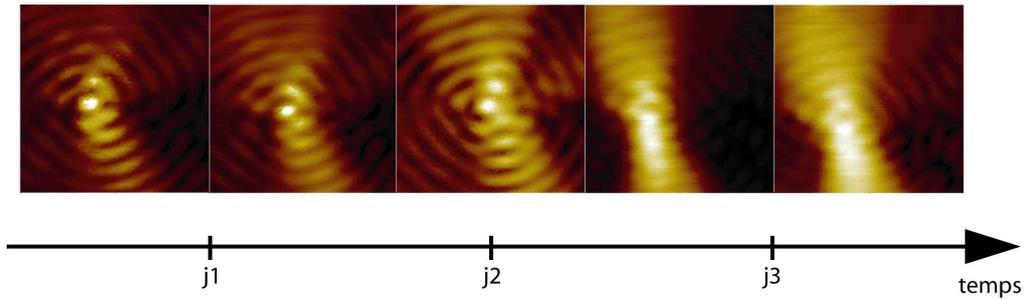


FIG. 11. Évolution sur 3 jours de l'image ( $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ) d'un faisceau de Bessel suivant la qualité de la pointe 1.

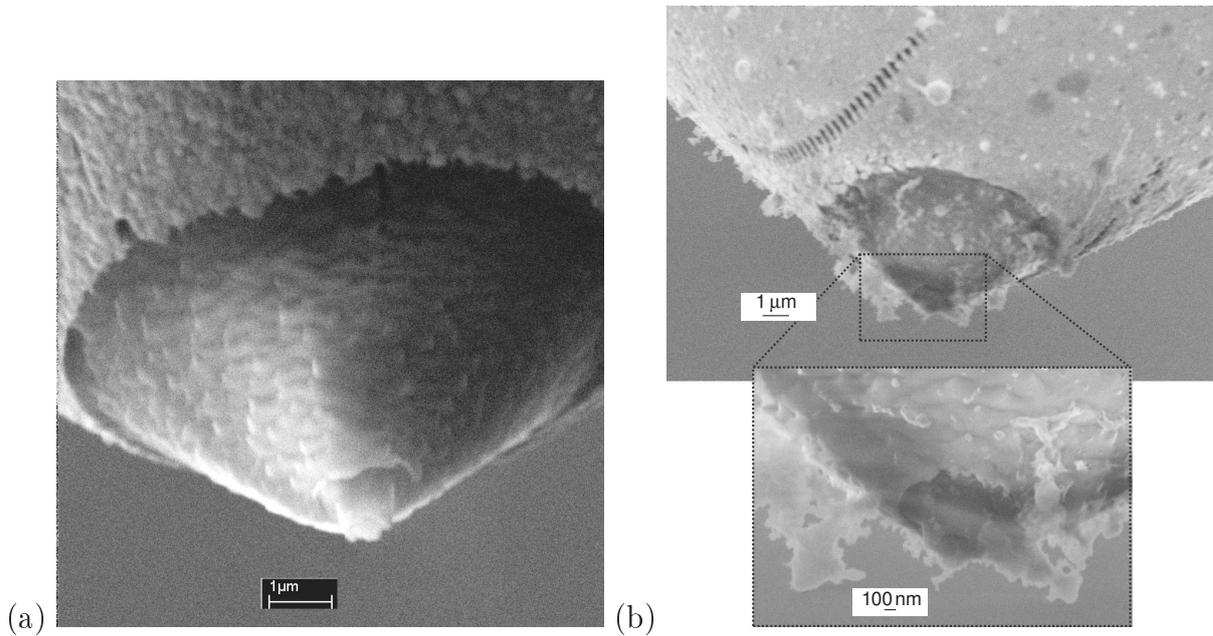


FIG. 12. Détérioration d'une nano-antenne (pointe 1) :  
 (a) avant utilisation (jour 1) ;  
 (b) après utilisation (jour 3).

On remarque une dégradation de la couche métallique constituant la nano-antenne, qui semble avoir "explosé". Une utilisation répétée de la sonde a donc entraîné la destruction de la couche métallique. La sonde n'ayant pas subi de contact mécanique, on peut en déduire que le faisceau utilisé a entraîné une destruction de la fine couche métallique uniquement par l'intermédiaire de sa puissance lumineuse (cf. article de Stockle et al. [141]). De ces constatations on en tire qu'il convient par la suite de réduire la puissance des faisceaux lumineux afin de préserver les antennes d'une destruction précoce.

1.3.2. *Conservation de l'intégrité d'une antenne.* Les faisceaux de Bessel polychromatiques présentent une puissance lumineuse faible qui diminue encore lorsque l'on ajoute le filtre interférentiel pour ne conserver qu'une longueur d'onde. Nous avons souhaité connaître l'état final de la nano-antenne numéro 2. Les images MEB de cette pointe avant et après utilisation sont données sur la figure 13.

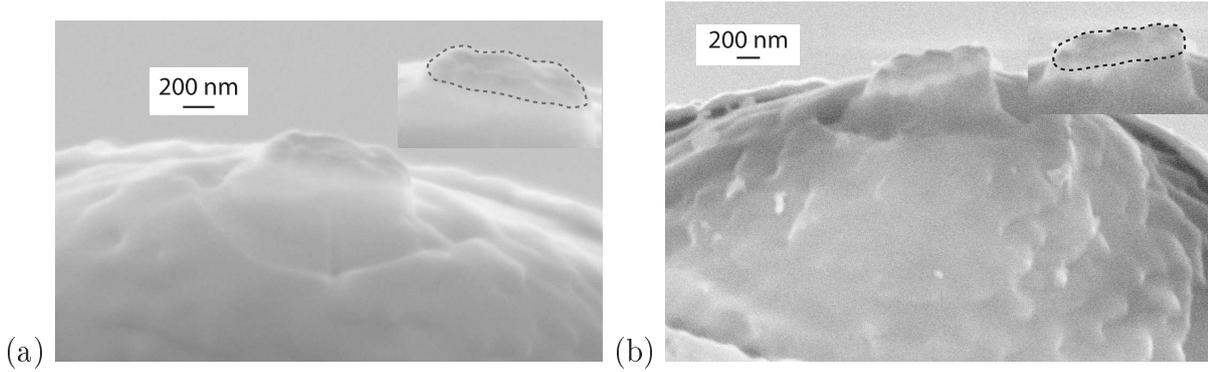


FIG. 13. Préservation de la nano-antenne :

(a) Nano-antenne annulaire (fibre 2) avant utilisation.

(b) Nano-antenne annulaire (fibre 2) après utilisation.

La nano-antenne a conservé sa place à l'extrémité de la pointe ainsi que sa forme en intégralité.

## 2. L'utilisation en champ proche optique des sondes à nano-antennes

Après avoir validé le comportement sélectif d'une sonde munie d'une nano-antenne annulaire au moyen des faisceaux de Bessel polarisés, nous proposons d'utiliser ce type de sonde pour faire la caractérisation en champ proche optique d'échantillons. Nous avons réalisé l'étude de deux types d'échantillons présentant des nano-structures spécifiques. Ces structures possèdent toutes deux des formes similaires à la nano-antenne usinée sur la pointe axicon. Le premier objet est constitué d'un ensemble d'ouvertures annulaires sub-longueur d'onde percées dans un film de métal, appelées coaxes. Dans ce cas chacune des structures peut être vue comme le complémentaire de notre nano-antenne. Le second objet est constitué d'une matrice d'anneaux métalliques de différents diamètres déposés sur une plaque de verre, les structures sont de formes identiques à la nano-antenne.

Afin d'observer les deux structures, nous utilisons un microscope optique en champ proche. La sonde, utilisée en mode collection, est une pointe micro-axicon munie d'une nano-antenne annulaire identique à celle présentée dans le chapitre 3.

**2.1. Montage .** La configuration proposée pour réaliser la caractérisation en microscopie optique champ proche d'échantillons au moyen d'une sonde munie d'une nano-antenne annulaire est schématisée sur la figure 14.

L'échantillon que l'on souhaite caractériser est placé sur un support de telle façon que la structure soit éclairée en transmission (de la face inférieure vers la face supérieure) par un faisceau polychromatique. Le faisceau présente une polarisation quelconque, non contrôlée, sur un spectre large compris entre 532 nm (longueur d'onde de la source laser) et 650 nm. La sonde placée sur la tête d'un microscope optique en champ proche permet

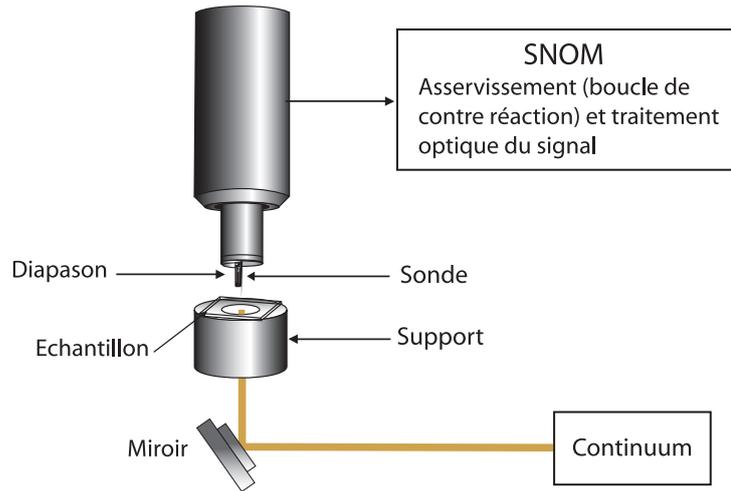


FIG. 14. Schéma du montage de caractérisation des échantillons.

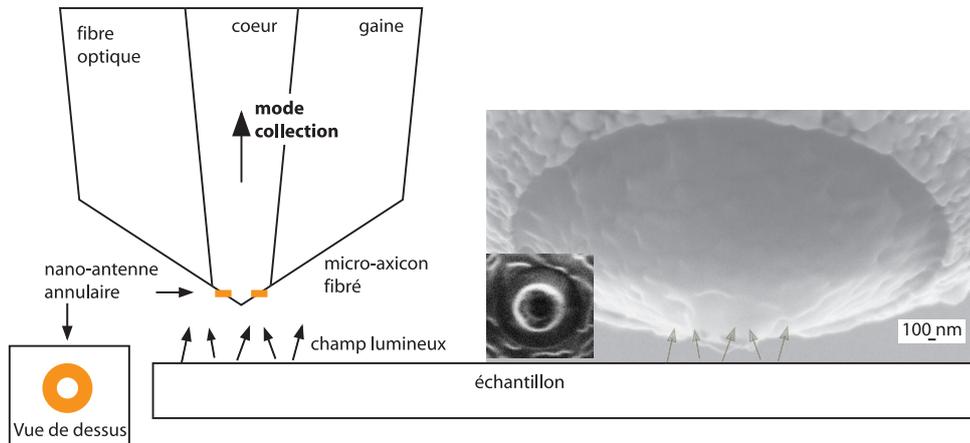


FIG. 15. Principe de la sonde collectrice munie d'une nano-antenne annulaire (SNOM).

de collecter l'information lumineuse au-dessus de la surface supérieure de l'échantillon (figure 15).

Le but de la nano-antenne est de faire la connection entre le champ lumineux émis par l'échantillon et la fibre optique, afin que le signal détecté soit transmis jusqu'au photomultiplicateur. Nous enregistrons simultanément deux images corrélées en position, l'une traduit la topographie de la surface de l'échantillon étudié, l'autre donne accès à la réponse optique en champ proche de cette même surface.

**2.2. Structures coaxiales.** Une étude récente de Y. Poujet et al. [125] montre la caractérisation en microscopie optique champ proche d'une matrice de structures coaxiales au moyen d'une sonde diélectrique classique. Les résultats expérimentaux et théoriques mettent en exergue l'excitation d'un mode à l'intérieur de la cavité coaxiale et manifestent le rapport entre la géométrie annulaire de la cavité et une distribution lumineuse à

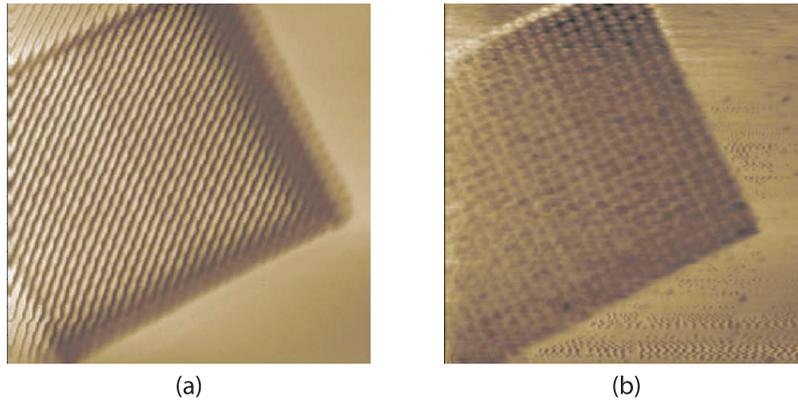


FIG. 16. Images ( $13 \mu\text{m} \times 13 \mu\text{m}$ ) optique (a) et topographique (b) d'une matrice de coaxes obtenues avec une pointe diélectrique étirée [125].

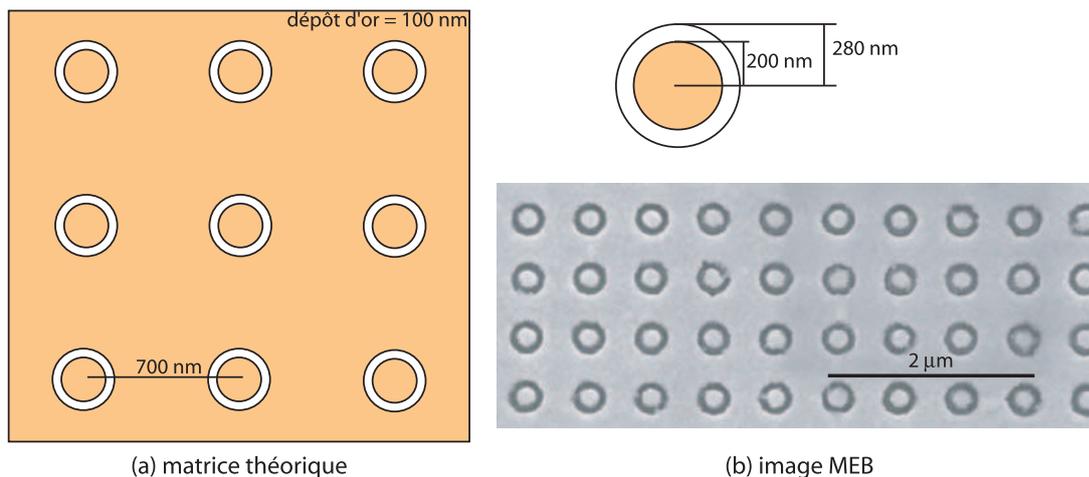


FIG. 17. (a) Représentation schématique de la matrice de coaxes et dimensions caractéristiques.

(b) Image MEB d'une structure 2D de coaxes fabriqués par lithographie e-beam [125].

deux lobes. L'utilisation d'une sonde diélectrique permet en effet d'observer, après utilisation d'un filtrage des images suivant une transformation de fourier (FFT), une structure périodique en "grain de café" (figure 16 (a)).

Les deux lobes sont localisés sur les bords de la cavité coaxiale et selon la théorie, ils sont l'image de la distribution électromagnétique du champ, laquelle correspond au module carré des composantes tangentielles du champ électrique. Les sondes diélectriques donnent toutefois accès uniquement aux composantes tangentielles du champ électromagnétique [151, 70]. Nous avons donc réalisé une expérience similaire, mais la sonde est cette fois-ci munie d'une nano-antenne annulaire.

La matrice de coaxes étudiée ici a été réalisée dans une couche d'or d'une épaisseur d'environ 100 nm, le diamètre externe de l'anneau est de 280 nm et son diamètre interne est de 200 nm. La structure est représentée schématiquement sur la figure 17.

L'expérience est menée suivant la configuration proposée au paragraphe 2.1. Cette configuration fait jouer le même rôle à la nano-antenne que lors de l'observation des faisceaux de Bessel présentée auparavant, c'est-à-dire qu'elle collecte directement la lumière émise par la structure. Les images de la structure coaxiale ainsi obtenues sont présentées sur la figure 18.

Les images optiques 18 (a) et (c) montrent une distribution de spots lumineux régulièrement répartis. Le rapprochement entre les images optiques et les images topographiques, acquises simultanément, exhibe un confinement lumineux au centre de chaque structure coaxiale, ainsi que les coupes de la figure 18 (e) le révèlent. A ce jour, en l'absence d'étude théorique nous ne pouvons établir la nature exacte de la composante détectée au moyen de la sonde. Néanmoins au vu des résultats précédents, la composante transverse du champ présentant une répartition d'énergie sous la forme de deux lobes confinés sur les bords du coaxial, on peut supposer que l'on observe autre chose que la composante transverse seule au moyen d'une sonde agrémentée d'une nano-antenne.

**2.3. Matrice d'anneaux.** Dans cette seconde étude nous remplaçons l'échantillon support de la structure coaxiale par une lame de verre sur laquelle une matrice d'anneaux a été réalisée. La sonde ainsi que la nature du faisceau lumineux sont conservés entre les deux expériences. La matrice d'anneaux est représentée schématiquement sur la figure 19 (a). Une étude en microscopie à force atomique d'une structure similaire à celle étudiée est donnée sur la figure 19 (b).

La sonde nous permet d'accéder aux images présentées sur les figures 20 et 21.

Les images optiques montrent un confinement du champ au centre des différents anneaux. On note également l'apparition de franges d'interférences autour des anneaux. Elles sont le résultat d'interactions lumineuses induites par l'ensemble de la matrice d'anneaux. Toutefois elles présentent un axe privilégié synonyme d'une légère inclinaison entre le faisceau lumineux incident et l'échantillon. L'étude des différentes coupes réalisées sur les images topographiques et optiques (figures 20 (c) et 21 (c)) permet d'affirmer que le champ lumineux est confiné au centre de chacun des anneaux. De plus ce confinement lumineux apparaît d'autant plus net que les anneaux sont grands et que leurs dimensions se rapprochent de celles de la nano-antenne annulaire usinée à l'extrémité de la sonde. L'intensité lumineuse détectée au centre d'un anneau est alors deux fois plus importante que l'intensité détectée au dessus de la plaque de verre. On peut donc penser à un réel effet de couplage entre les deux structures annulaires dont les dimensions sont voisines.

### 3. Conclusion

Ce cinquième et dernier chapitre conclut ce manuscrit en exposant les différents résultats de caractérisation de nos nano-antennes. D'une part nous avons étudié le comportement en champ proche de ces nano-antennes soumises à des faisceaux de Bessel, aux

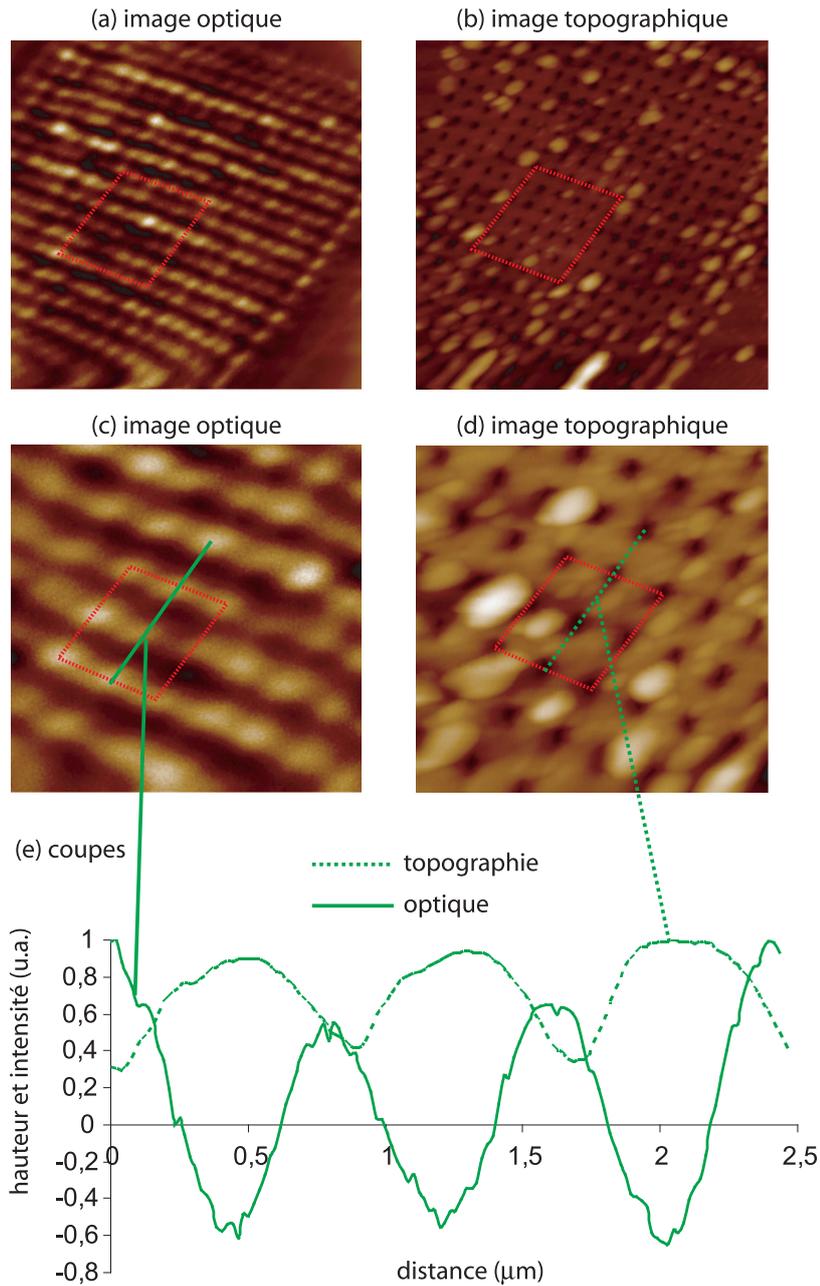


FIG. 18. Images SNOM de la matrice de structures coaxiales :  
 (a) et (b) respectivement images optique et topographique ( $13 \mu\text{m} \times 13 \mu\text{m}$ ).  
 (c) et (d) zooms optique et topographique ( $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ).  
 (e) coupes de l'image (c) en trait plein et de l'image (d) en pointillés.

propriétés spécifiques tant au niveau de la distribution d'intensité que de la polarisation et de la longueur d'onde. Cette étude a permis de montrer qu'une nano-antenne, aux dimensions judicieusement choisies, est capable de collecter sélectivement la composante longitudinale du champ électrique en polarisation radiale et la composante du champ magnétique en polarisation ortho-radiale. D'autre part nous avons utilisé, avec succès, ces

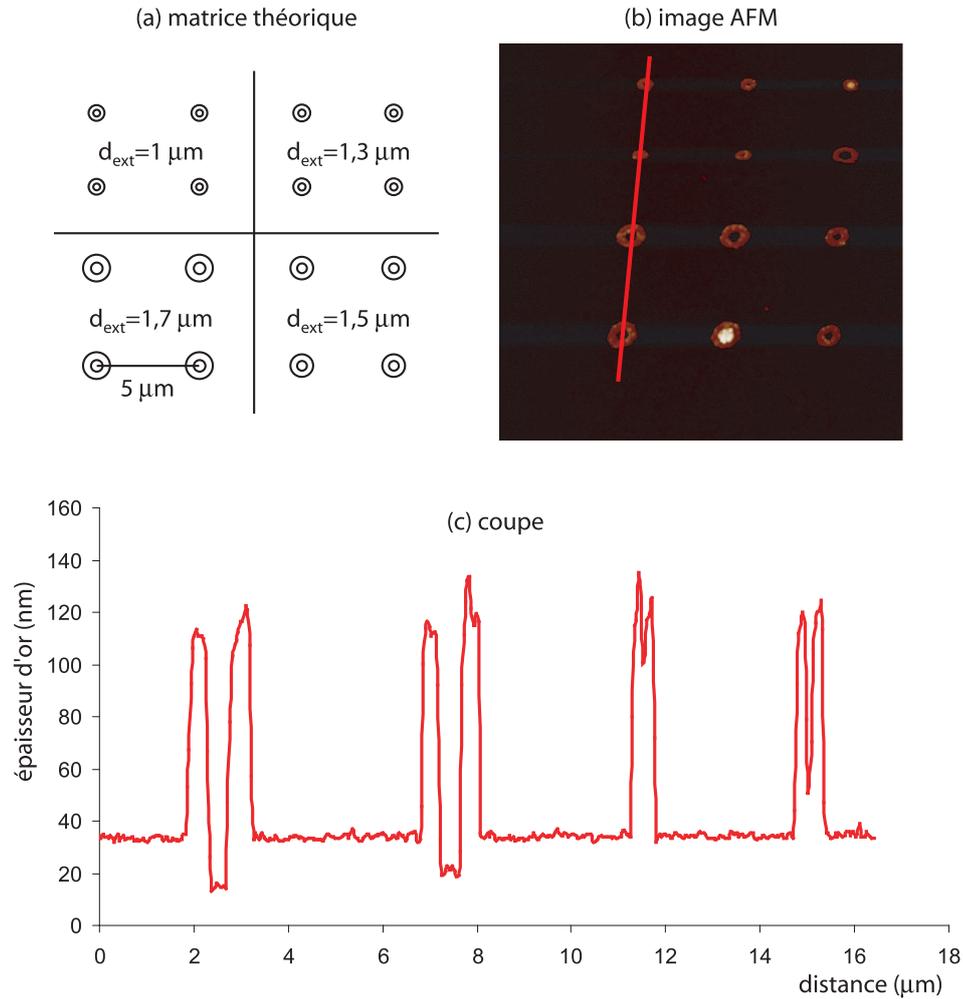


FIG. 19. (a) Représentation schématique de la matrice et dimensions des anneaux.  
 (b) image AFM ( $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ ).  
 (c) coupe topographique.

nouvelles pointes dotées de nano-antennes dans un montage de caractérisation en microscopie optique champ proche en mode collection pour l'imagerie à haute résolution de deux structures photoniques. De plus une comparaison de l'état des nano-antennes, avant et après utilisation, a mis en exergue la qualité et la solidité de ce nouveau type de sonde.

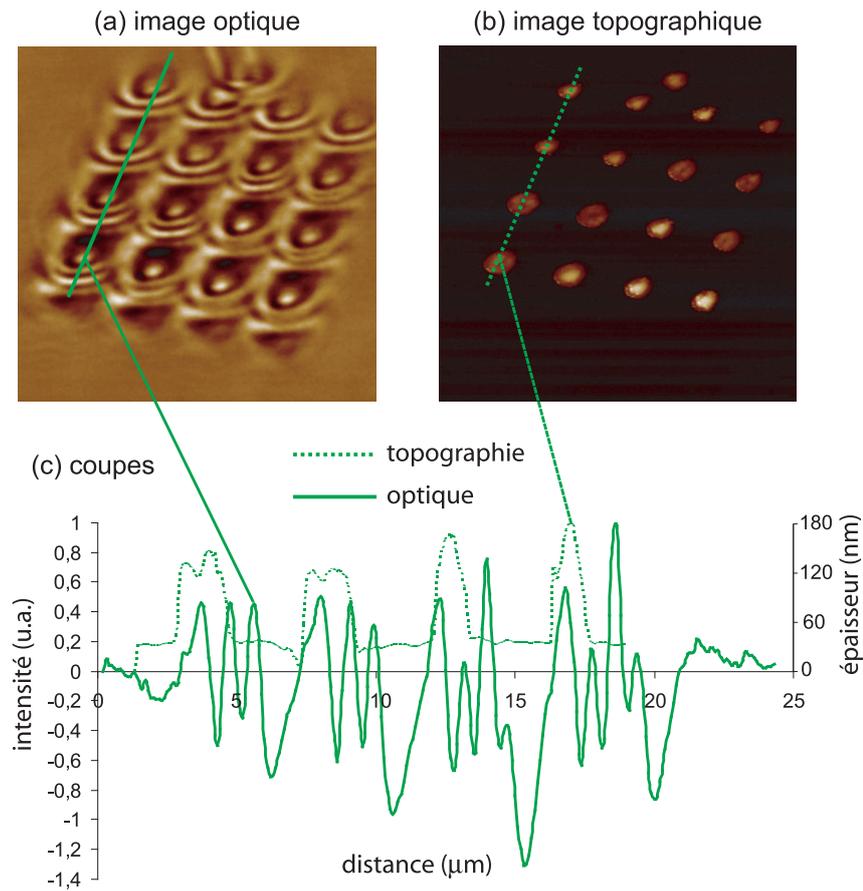


FIG. 20. (a,b) Images SNOM ( $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ ) de la matrice d'anneaux.  
 (c) Coupes de l'image optique (a) en trait plein et de l'image topographique (b) en pointillés.

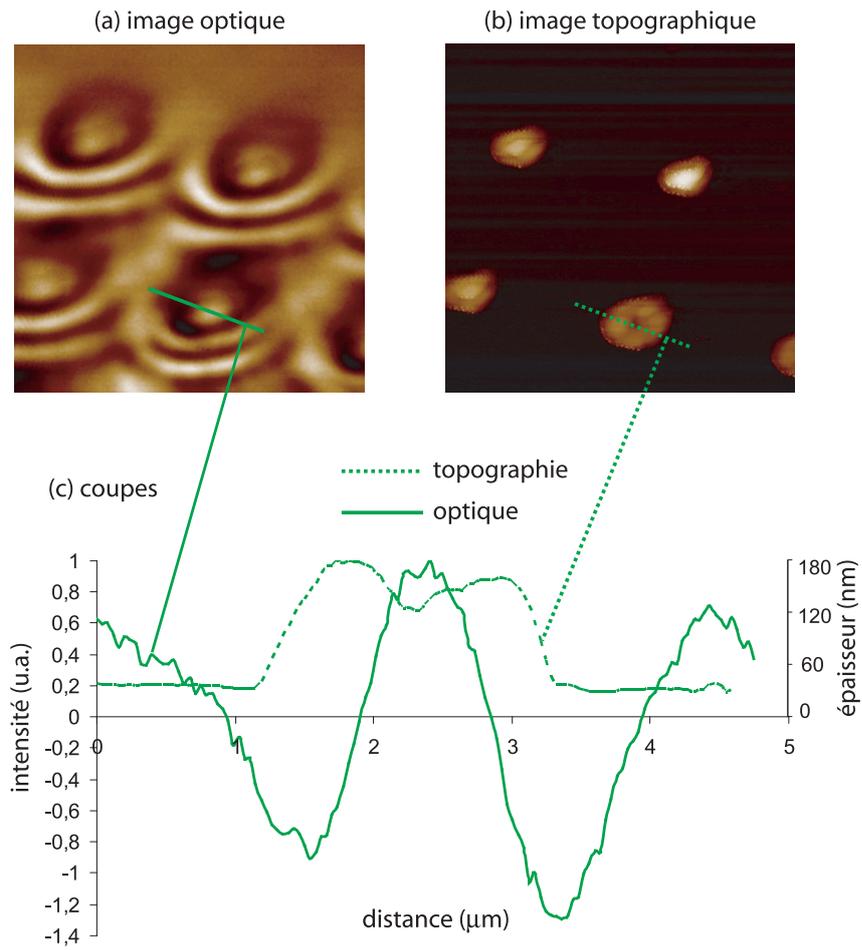


FIG. 21. (a,b) Images SNOM ( $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ) de la matrice d'anneaux.  
 (c) Coupes de l'image optique (a) en trait plein et de l'image topographique (b) en pointillés.



## Conclusion Générale et Perspectives

Lors de cette étude, nous avons conçu, réalisé, caractérisé et testé un nouveau type de sonde appliqué à la microscopie optique champ proche (SNOM). L'originalité des sondes mises au point réside dans le fait qu'elles sont équipées d'une antenne. Cette antenne de forme élémentaire et singulière, inspirée des structures conventionnelles utilisées dans le domaine des micro-ondes, est un anneau qui possède des dimensions nanométriques.

Les nano-antennes peuvent être considérées comme une nouvelle génération de nano-collecteurs et / ou de nano-émetteurs de la microscopie en champ proche, permettant, par leurs caractéristiques, une sélection efficace de la polarisation. La capacité de filtrage d'une nano-antenne dépendant de la forme géométrique de sa structure, ainsi que de ses dimensions, il a été nécessaire d'être dans la capacité de fabriquer une telle structure. Le protocole de fabrication met en oeuvre une combinaison de techniques de réalisation afin d'aboutir à la mise en forme d'une nano-antenne annulaire métallique de taille idoine usinée sur l'apex d'une fibre optique micro-axicon. Pour cela, on amincit la pointe d'une fibre optique par une méthode de chauffage / étirage. Puis on polit l'extrémité de cette fibre afin d'obtenir un micro-axicon en bout de pointe. Enfin, après métallisation de la fibre, on usine une structure à l'extrémité de la pointe micro-axicon. Il ressort que l'utilisation d'un usinage par faisceaux d'ions focalisés (FIB) est adapté à la réalisation d'anneaux sur tout type de surface. Cette surface pouvant être l'extrémité d'une sonde micro-axicon.

L'étude expérimentale (en adéquation avec la théorie) a permis de mettre en évidence la capacité d'une nano-antenne à collecter sélectivement la composante longitudinale électrique en polarisation radiale et la composante longitudinale magnétique en polarisation ortho-radiale. Ces propriétés particulières de collection (ou d'émission, selon le principe de réciprocité) sont en concordance avec les propriétés de résonance d'une nano-antenne. Nous avons montré que l'amélioration du champ longitudinal en polarisation ortho-radiale n'est pas due à l'excitation d'un mode plasmon, contrairement à la polarisation radiale, mais serait due à une forte inductance optique de la nano-antenne sur une certaine gamme de longueur d'onde. Ces collecteurs en champ proche d'un nouveau type donnent donc accès à des perspectives nouvelles comme l'analyse de la matière du point de vue de ses propriétés magnétiques et / ou électriques.

Les résultats expérimentaux figurent, à notre connaissance, parmi les premiers résultats concernant la mise en évidence de la composante longitudinale du champ magnétique

aux fréquences optiques.

Les résultats encourageants obtenus dans le cadre de ce travail, nous poussent naturellement à approfondir l'analyse et à élargir le champ des applications potentielles.

Parmi les perspectives découlant de ce travail, on peut citer en premier lieu les applications mettant en oeuvre des métamatériaux, qui font l'objet d'une étude succincte en Annexe A. Ceux-ci peuvent être envisagés comme un prolongement des études sur les antennes en interaction avec les champs électromagnétiques. Ils présentent à l'heure actuelle des critères de fabrication très proches de ceux que nous utilisons et de propriétés très intéressantes, si par la suite, nous sommes dans la mesure de réaliser des réseaux d'antennes avec de tels matériaux. Le comportement d'une matrice d'anneaux, observés dans le dernier chapitre, nous laisse penser que des effets similaires à ceux des métamatériaux pourraient apparaître au niveau de ces structures à la condition qu'elles soient réalisées à base de métaux spécifiques. Une structure multi-anneaux à l'extrémité d'une sonde pourrait également être envisagée afin de privilégier une fois encore et de façon plus franche la détection des composantes magnétiques du champ au-dessus d'un échantillon.

Un second champ d'application est abordé en Annexe B : l'utilisation de SQUIDS dans le domaine de l'optique. Nous nous sommes penchés sur un effet particulier de la supraconductivité qu'est l'effet Josephson et sur la microscopie à micro-SQUID qui en découle. Cette microscopie présentant une très bonne résolution magnétique constitue à ce jour une des rares techniques permettant une investigation en champ proche du comportement magnétique d'un échantillon. Elle nécessite toutefois de travailler à très basse température et avec des matériaux supra-conducteurs. Nous avons montré la faculté de fabriquer, suivant notre méthode de préparation, des sondes munies de structures aux caractéristiques de formes analogues aux SQUIDS. Il serait intéressant de tester ces structures dans le cadre d'une microscopie optique champ proche à basse température [25]. Une étude réalisée récemment montre des effets Aharonov-Bohm "optiques" au sein de structures annulaires de tailles nanométriques en matériaux semiconducteurs appelées "quantum ring" [100, 67].

L'utilisation d'un procédé mettant en jeu des SQUIDS optiques en microscopie optique champ proche permettrait-il alors de sonder des champs magnétiques très faibles au voisinage proche d'échantillons spécifiques ?

## ANNEXE A

### Les métamatériaux

On ne peut pas parler de fabrication d'antennes sans évoquer l'existence des métamatériaux, en effet leurs formes ainsi que leurs dimensions sont techniquement très proches des réalisations que nous envisageons.

Les métamatériaux sont des matériaux composites présentant des propriétés électromagnétiques que les matériaux naturels ne présentent pas. Ils peuvent être constitués à partir de métal ou de diélectrique et présentent le plus souvent une structure périodique. Pour la majorité, ils possèdent un  $\varepsilon$  et un  $\mu$  négatifs, ce qui leur confère, par combinaison des deux milieux, un indice de réfraction négatif. Les métamatériaux, appelés également matériaux "main gauche" ou matériaux à "indice de réfraction négatif" ont été théorisés par V. Veselago [159] en 1968. Ce n'est qu'à l'approche du XXI<sup>ème</sup> siècle, que J.B. Pendry [123, 120, 121] en propose une réalisation expérimentale avec des structures métalliques périodiques appelées split-ring. Les propriétés d'ultra-réfraction ayant été mises en évidence pour la première fois dans des structures à tiges métalliques [122].

En plus de présenter un indice de réfraction négatif, les métamatériaux présentent de nombreuses propriétés modifiées par rapport aux matériaux naturels :

- (k,E,H) est indirect ;
- La vitesse de phase  $v$  et la vitesse de groupe sont opposées ;
- La réfraction est négative ;
- L'effet Doppler est inversé, ainsi que l'effet Tcherenkov ;
- Les modes guidés sont rétro-propagatifs et les modes de fuites propagatifs ;
- La longueur d'onde dans un métamatériau est proportionnelle à la fréquence (un matériau classique présente une longueur d'onde inversement proportionnelle à la fréquence) ;
- Les ondes évanescentes peuvent être amplifiées, à l'inverse d'un matériau classique où elles sont atténuées de façon exponentielle avec la distance ;
- Enfin ils peuvent présenter des ondes de surface (plasmons) dans les deux cas de polarisation et ceux-ci peuvent être propagatifs ou rétro-propagatifs.

A ce point, il est intéressant de noter qu'un matériau possèdera le comportement d'un métamatériau si sa structure est composée d'éléments résonants structurés. Ces éléments peuvent être de différents types comme des dipôles électriques ou des Split-Ring Resonator (SRR) adaptés au champ magnétique (figure 1). C'est la structuration périodique de ces éléments qui en font alors un métamatériau. Sur la figure 2 on peut observer la différence entre un matériau conventionnel et un matériau "main gauche".

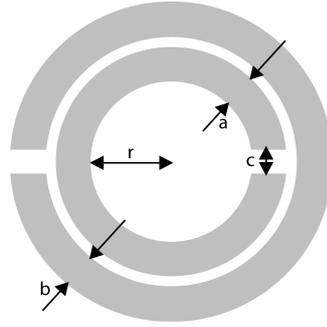


FIG. 1. Élément résonant magnétique SRR (a, b, c et r sont les dimensions caractéristiques).

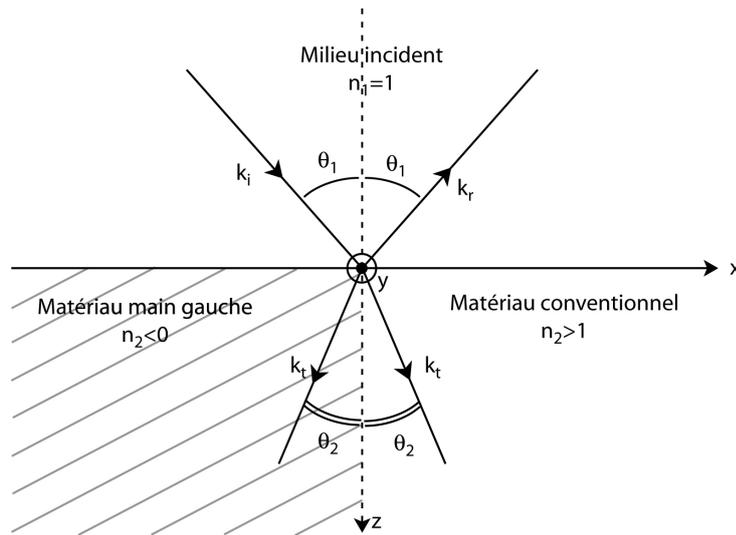


FIG. 2. Schéma de réflexion / transmission d'une onde plane, comparaison entre un métamatériau (gauche) et un matériau conventionnel (droite).

Les métamatériaux et plus particulièrement les "split-ring" possèdent donc des caractéristiques dimensionnelles ainsi que des propriétés particulièrement intéressantes dans le cadre de cette étude, en particulier dans le domaine magnétique. Par conséquent, ils présentent des perspectives d'applications pour les réseaux de nano-antennes.

## ANNEXE B

### Notions de supraconductivité

Si on ne peut pas parler d'antenne annulaire sans évoquer l'existence des métamatériaux et des "split-ring", il en est de même pour la supraconductivité et la détection des champs magnétiques très faibles au moyen de SQUIDS. Nous évoquerons dans le paragraphe 2 l'utilité des SQUIDS dans la détection des champs faibles et nous nous intéresserons à un nouveau type de microscopie utilisant ces structures, qui devrait dans l'avenir pouvoir s'adapter à nos études. Mais avant cela, afin de mieux comprendre ces phénomènes, nous allons aborder brièvement les principaux phénomènes de la supraconductivité.

En 1911, le physicien hollandais Heike Kamerlingh Onnes (photo 1), découvre en étudiant le mercure, qu'en dessous d'une certaine température (4K), un courant peut persister sans amortissement notable, après suppression de la cause qui lui a donné naissance. La disparition de la résistivité électrique, en courant continu, est donc la première et la plus spectaculaire manifestation de la supraconductivité. En dessous de la température critique un supraconducteur s'oppose alors à la pénétration d'une induction magnétique extérieure et peut être le siège de courants électriques, sans pour autant que cette circulation s'accompagne de dissipation d'énergie. L'interprétation théorique de la supraconductivité se fera en 1957, avec John Bardeen, Leon Cooper et Robert Schrieffer et leur théorie BCS (cf. paragraphe suivant).

On peut noter qu'il existe deux types de supraconducteurs :



FIG. 1. Heike Kamerlingh Onnes.

- De première espèce, qui se caractérisent par le fait que tant que l'induction magnétique extérieure est inférieure à une certaine valeur critique, le champ intérieur est nul dans le matériau : ce sont les supraconducteurs de type I. Cette catégorie est principalement constituée par des métaux et des métalloïdes qui présentent une certaine conductivité à température ambiante. Ils demandent une très basse température pour obtenir la supraconductivité, donc pour ralentir les vibrations moléculaires et faciliter ainsi le flux d'électrons sans frottement en accord avec la théorie BCS, qui suggère que les électrons se couplent en paire de Cooper. Ils ont été découverts en premier. Ils sont caractérisés par une transition brutale de l'état normal à l'état supraconducteur, mais également par un diamagnétisme parfait, c'est à dire une capacité à repousser le champ magnétique.

- De deuxième espèce, qui se caractérisent par l'existence de deux champs critiques où le matériau se comporte comme un conducteur normal, soit le champ pénètre partiellement dans le volume du matériau, soit le champ interne est nul : ce sont les supraconducteurs de type II. Cette catégorie est faite de composés métalliques et d'alliages. Ils ont une température critique plus élevée que les supraconducteurs de type I, en 1994, il a été établi un record du monde en température avec un supraconducteur à 138K, découvert par Ron Goldfarb.

Les supraconducteurs de type II sont différents des supraconducteurs de type I, dans le fait que leur transition d'un état normal à un état supraconducteur est graduelle en passant par des régions d'état mixte. Un supraconducteur de type II autorise aussi de légères pénétrations dans sa surface d'un champ extérieur. Ce qui va générer quelques nouveaux phénomènes macroscopiques, tels que les lignes supraconductrices et les vortex.

La théorie prévoit que l'on puisse monter jusqu'à des températures de 200 K.

### 1. Théorie BCS

Cette théorie complète de la supraconductivité doit son nom aux trois chercheurs qui l'ont proposée en 1957 et pour laquelle ils eurent le prix Nobel de physique en 1972. BCS pour John Bardeen, Leon N. Cooper et John Robert Schrieffer. La théorie BCS nous dit qu'un électron unique est une particule de Fermi, mais qu'une paire liée va se comporter comme une particule de Bose. Cette théorie permet donc d'expliquer la supraconductivité par la formation de paires d'électrons qui sont appelées paires de Cooper. Sous certaines conditions, en particulier de température, l'attraction entre deux électrons peut dépasser leur répulsion de Coulomb, ceci étant dû à une succession d'interactions de phonons avec les électrons. Deux électrons forment de cette façon une paire liée : une paire de Cooper. L'interaction électron-phonon doit être forte et pour cela une basse température favorise la formation des paires car il suffit d'une température très faible pour rompre les paires par agitation thermique et ramener ainsi les électrons à la situation d'électron "normaux".

L'effet Josephson que nous aborderons dans le paragraphe 2.1 est une des conséquences directes de la théorie BCS.

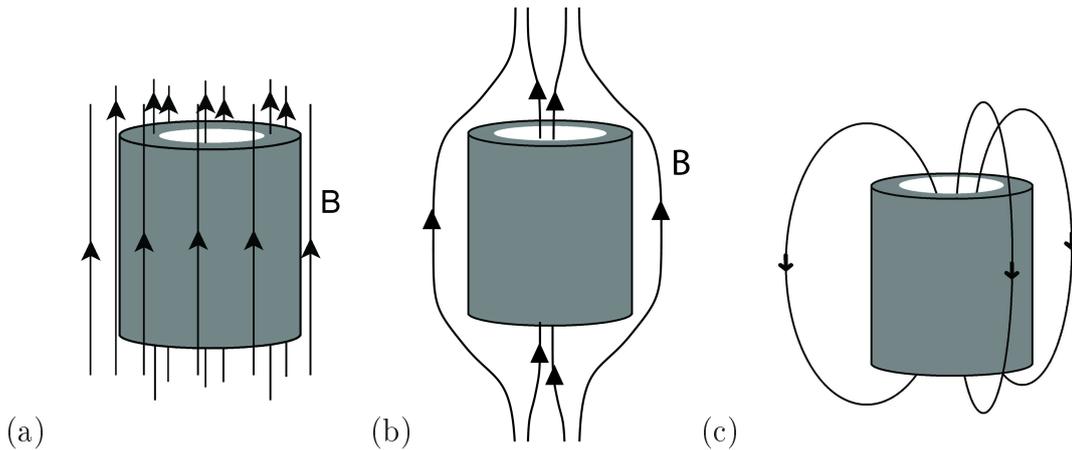


FIG. 2. (a) Anneau, dans l'état normal, dans un champ magnétique.  
 (b) Anneau, dans l'état de supra-conduction, dans un champ magnétique.  
 (c) Anneau, après que le champ extérieur ait été retiré.

**1.1. Effet Meissner et quantification du flux.** L'effet Meissner, découvert en 1933 par W. Meissner et R. Ochsenfeld, décrit l'exclusion totale de tout flux magnétique au sein d'un supraconducteur, en-dessous de sa température critique. Cette exclusion est due aux courants électriques d'écrantage qui apparaissent en surface d'un supraconducteur soumis à un champ magnétique extérieur et qui génère alors son propre courant, donc son propre champ magnétique, qui annule exactement le champ appliqué.

Pour comprendre le phénomène, reportons nous à la figure 2, où l'on considère un anneau dont l'épaisseur est grande par rapport à  $\frac{1}{\lambda_p}$  ( $\lambda_p$  étant la longueur de pénétration du champ magnétique)

- Si on prend un anneau à haute température, dans son état normal, et que l'on applique un champ magnétique (a), celui-ci traverse l'anneau sans modification de ses lignes de champ.

- Si maintenant on abaisse la température (b), en dessous de  $T_c$ , le champ extérieur est repoussé en dehors de l'anneau, le métal générant son propre courant, il y a, à ce moment là, un certain flux à travers le trou de l'anneau.

- Si on retire le champ externe (c), les lignes de champ qui passent à travers le trou central sont "piégées". Le flux  $\phi$ , dans le trou central, ne peut pas décroître, car  $\frac{\partial \phi}{\partial t}$  doit être égal à l'intégral de ligne de  $\vec{E}$  le long de l'anneau, qui est nulle dans un supraconducteur. Lorsqu'on retire le champ extérieur, un super-courant circulaire s'établit dans l'anneau, pour maintenir constant le flux à travers l'anneau. Ces courants circulent tous au voisinage de la surface (pas au-delà de  $\frac{1}{\lambda_p}$ ). Ces courants ont, à la fois, pour effet de maintenir le champ magnétique en dehors du corps de l'anneau et de produire le champ magnétique continuellement piégé.

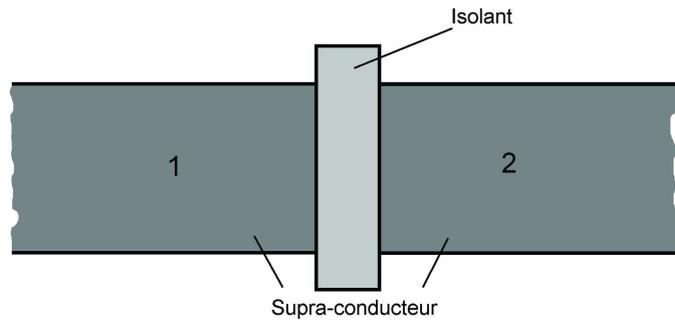


FIG. 3. Représentation schématique d'une jonction Josephson.

Le flux piégé doit toujours être le produit de  $\frac{2\pi\hbar}{q}$  par un entier :

$$2n\pi\hbar = q\phi$$

Le flux doit donc être le multiple d'une unité quantique fondamentale.

## 2. Les SQUIDS

**2.1. Jonction Josephson.** En 1962, B. Josephson [83] prédit les effets quantiques qui portent son nom et qui sont utilisés en détection ultrasensible de champ magnétique. L'effet Josephson lui vaudra le prix Nobel de physique en 1973.

Lorsqu'on a deux supra-conducteurs réunis par une mince couche d'un matériau isolant, on a alors un dispositif appelé "jonction Josephson".

Si la couche isolante est épaisse, les électrons ne peuvent pas passer à travers, mais si la couche est suffisamment mince, il peut y avoir une appréciable amplitude quantique pour que les électrons sautent d'un bord à l'autre. C'est simplement un autre cas quantique de pénétration d'une barrière, on parle d'effet tunnel dans la jonction. On peut également voir la jonction Josephson comme un affaïssement de la supraconductivité et ceci localement.

$\psi_1$  : amplitude pour trouver l'électron d'un côté de la jonction.

$\psi_2$  : amplitude pour trouver l'électron de l'autre côté de la jonction.

Dans l'état de supra-conduction, la fonction d'onde  $\psi_1$  est la fonction d'onde commune à tous les électrons du côté 1 et  $\psi_2$ , la fonction d'onde correspondante de l'autre côté.

Si on a le même matériau des deux côtés, la jonction est symétrique et simple, il n'y a pas de champ magnétique.

$$i\hbar\frac{\partial\psi_1}{\partial t} = U_1\psi_1 + K\psi_2$$

$$i\hbar\frac{\partial\psi_2}{\partial t} = U_2\psi_2 + K\psi_1$$

Il y a couplage entre les deux côtés du fait de l'amplitude K de transfert vers l'une ou l'autre région.

Si on réunit les deux régions supra-conductrices aux deux électrodes d'une batterie, on crée une différence de potentiel  $V$  à travers la jonction. On a alors  $U_2 - U_1 = qV$ , et si on définit le zéro d'énergie à mi-chemin entre  $U_2$  et  $U_1$ , les équations deviennent :

$$i\hbar \frac{\partial \psi_1}{\partial t} = \frac{qV}{\hbar} \psi_1 + K \psi_2$$

$$i\hbar \frac{\partial \psi_2}{\partial t} = -\frac{qV}{\hbar} \psi_2 + K \psi_1$$

Ce sont les équations standards pour deux états quantiques couplés.

On va maintenant s'intéresser à un cas concret utilisant les jonctions Josephson : le cas des SQUIDS.

## 2.2. SQUID.

Définition

. Un **SQUID** (Superconducting QUantum Interference Device) est un appareil d'interférence quantique à supraconducteur, d'où son nom. Il consiste en une boucle supraconductrice avec des jonctions Josephson au sein desquelles les électrons vont se déplacer simultanément d'une zone supraconductrice de la boucle vers l'autre. Les SQUIDS sont des capteurs de flux extrêmement sensibles et sont utilisés dans de nombreux systèmes expérimentaux (magnétométrie, microscopie magnétique).

Le matériau le plus souvent utilisés est  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  lorsqu'il s'agit d'une utilisation commerciale, mais actuellement en recherche ils sont réalisés à partir d'un alliage contenant de l'or ou de l'indium et du niobium.

Un SQUID est donc un capteur qui va permettre de mesurer des signaux extrêmement faibles dans certaines conditions d'exploitation. On est capable à l'heure actuelle de mesurer des tensions de l'ordre de  $10^{-18}$  V, des courants de  $10^{-18}$  A ou encore des champs magnétiques de l'ordre de  $10^{-14}$  T. Cet instrument est donc capable de détecter un changement d'énergie 100 milliards de fois plus faible que l'énergie électromagnétique nécessaire pour mettre en mouvement l'aiguille d'une boussole. C'est actuellement la sonde qui présente la meilleure sensibilité magnétique, c'est pourquoi elle est utilisée en microscopie en champ proche [87, 88] dans le cadre d'expériences d'imagerie magnétique des phénomènes de supraconductivité.

Il existe deux types de SQUIDS, il y a ceux qui présentent une seule jonction et que l'on nomme RF SQUID et ceux qui présentent deux jonctions et qui se nomment DC SQUID car ils permettent des mesures en courant continu [95]. Les jonctions Josephson peuvent être de différentes natures : des jonctions tunnels, des points de contact ou encore des micro-ponts.

Principe

. Les SQUIDS sont basés sur 2 principes fondamentaux de la supraconductivité : les jonctions Josephson et la quantification du flux dans une boucle supraconductrice. Le courant

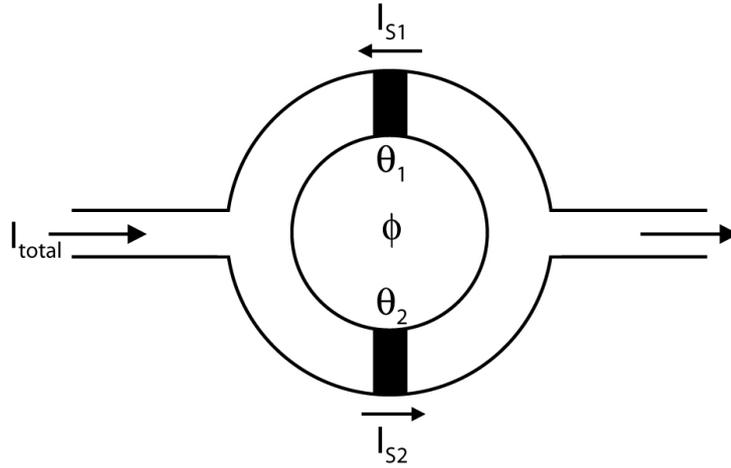


FIG. 4. Principe du DC SQUID.

qui circule dans le SQUID est lié au rapport entre le flux de champ magnétique à travers le circuit et le quantum de flux  $\phi_0$ . Le courant qui va traverser la jonction Josephson au sein de la boucle dépend de la différence de phase de la fonction d'onde des paires d'électrons, également appelées paires de Cooper de part et d'autre de la jonction. Il a été constaté qu'en l'absence de champ magnétique, cette différence de phase est nulle, alors qu'en présence d'un champ, un décalage de phase apparaît et est proportionnel au flux magnétique qui traverse la boucle, c'est l'effet Aharonov-Bohm. La symétrie de la fonction d'onde est alors brisée et induit des interférences. On notera que le courant critique d'un SQUID est une fonction périodique du flux magnétique qui va être sondé et sa période est  $\phi_0 = \frac{h}{2e}$ .

On s'intéresse plus particulièrement ici au DC SQUID, à deux jonctions Josephson identiques (figure 4).

L'action d'un champ magnétique sur les paires d'électrons circulant dans la boucle supraconductrice, en modifiant leur phase, est liée au potentiel vecteur  $\vec{A}$ .

On peut donc donner une expression du courant :

$$\frac{m}{|e|\hbar\sigma\psi_0^2}\vec{I}_S = \vec{\nabla}\phi - \frac{2|e|\hbar}{m}\vec{A}$$

On intègre cette formule et on a :

$$\theta_1 + \theta_2 = 2n\pi + \frac{2\pi\phi}{\phi_0}$$

$\theta_1 + \theta_2$  est la somme des différences de phases à travers les jonctions 1 et 2.

$2n\pi$  est le changement total de charge autour de la boucle et multiple de  $2\pi$  afin d'assurer la cohérence de la fonction d'onde dans le supraconducteur.

$\frac{2\pi\phi}{\phi_0}$  est le potentiel vecteur sur le tour de l'anneau dû au flux  $\phi_0$  pénétrant le SQUID.

$\phi_0 = \frac{h}{2e}$  est le quantum de flux.

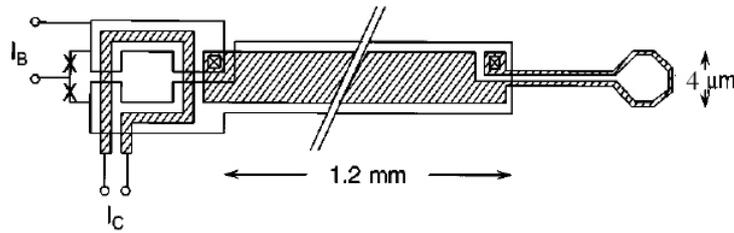


FIG. 5. Schéma du SQUID muni de sa boucle active "pick-up" à droite.

Si on note  $I_S = I_C \cos \theta$  et  $I_C = \frac{|e| \hbar \sigma}{mL} \psi_\infty^2$ , courant critique qui ne dépend que des dimensions de la jonction, on peut définir le courant critique du SQUID :

$$I_C = 2I_{C0} \left| \cos \left( \frac{\pi \phi_{ext}}{\phi_0} \right) \right|$$

Pour un SQUID dont les jonctions sont identiques, les courants critiques sont identiques dans les deux jonctions, donc le courant critique de l'ensemble est une fonction périodique en  $\phi$  de période  $\phi_0$ .

La mesure de ce courant permet de connaître le flux qui traverse la boucle supraconductrice avec une résolution bien inférieure à  $\phi_0$ , ce qui fait du SQUID un détecteur extrêmement sensible.

**2.3. Microscopie à balayage à micro-SQUID.** La microscopie magnétique par sonde SQUID doit son développement à J.R. Kirtley [87, 88]. Ils utilisent un montage SQUID représenté sur la figure 5. Un tel montage permet une résolution spatiale de  $4 \mu m$  qui est limitée directement par les dimensions de la boucle active ("pick-up") du SQUID. La sensibilité magnétique atteint environ  $10^{-6} gauss/\sqrt{Hz}$ .

Le principe du micro-SQUID est similaire à celui du SQUID habituel, mais les dimensions de celui-ci sont transposées à l'échelle du micromètre. Un micro-SQUID possède des jonctions microponts et un diamètre de l'ordre du micron, par conséquent, ce sont ces paramètres qui le différencient des SQUIDS classiques. et qui vont permettre une amélioration de la résolution.

Il est possible d'obtenir un microscope à balayage à micro-SQUID en combinant les techniques de microscopie champ proche avec la technique de détection à l'aide d'un SQUID [155, 156]. De cette façon deux types de sondes sont associées, l'une est magnétique et consiste en un micro-SQUID, l'autre est topographique et consiste en un système de microscopie de force type AFM ou en utilisant un diapason. Pour cela, la sonde finale est constituée d'une boucle supraconductrice micro-SQUID lithographiée sur l'apex d'une pointe en silice qui elle-même est solidaire d'un diapason. Le levier ainsi formé permet d'approcher la sonde (SQUID) de l'échantillon et de conserver d'une distance constante d'une dizaine de nanomètres entre les deux éléments. La notion de distance entre la sonde et l'échantillon est d'une grande importance, en effet, plus cette distance sera faible

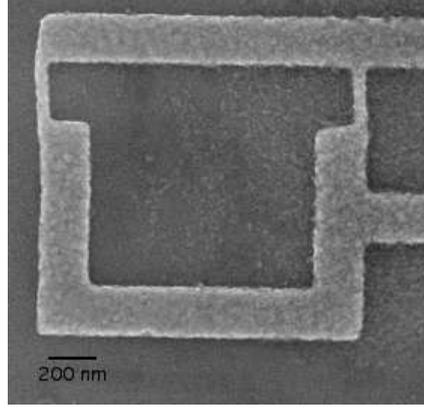


FIG. 6. Micro-SQUID en aluminium réalisé au LPN (D. Mailly).

meilleure sera la résolution magnétique de la mesure. Le micro-SQUID se présente sous la forme d'une boucle carrée de diamètre 1  $\mu\text{m}$ , de largeur de bras 250 nm ; la largeur  $l$  et la longueur  $L$  des microponts valent respectivement 50 nm et 200 nm, comme on peut le voir sur la figure 6.

Le champ de fuite d'une particule magnétique va être intercepté par la boucle, ce qui permet la mesure du champ critique et nous donne l'information concernant l'état magnétique du système étudié. Tout ceci est rendu possible par le fait que le courant critique au sein d'un SQUID est une fonction périodique du flux. Si l'on souhaite étudier des systèmes sub-microniques, le flux qui va être intercepté sera inférieur au quantum de flux, il est alors possible d'accéder à la valeur absolue du champ de fuite.

Un tel dispositif possède les dimensions adaptées pour venir sonder des vortex et en donner une bonne résolution magnétique. Le SQUID comme cela a été expliqué auparavant nous renseigne sur la quantité de flux magnétique qui traverse sa boucle grâce à la mesure du courant critique.

On peut s'interroger sur la façon dont un flux magnétique créé par un vortex va être couplé avec un micro-SQUID, car le principe du SQUID étant de mesurer le courant critique, il mesure aussi la quantité de flux magnétique qui traverse sa boucle. Pour répondre à cette question on peut se reporter à l'étude de l'inductance mutuelle entre deux circuits [24]. Si on considère le vortex comme une boucle portant un courant  $I_{vortex}$  et le SQUID comme une boucle simple, distant de  $r$ , il apparaît que le flux créé par le courant  $I_{vortex}$ , capté par le SQUID, se met sous la forme :

$$\phi = \oint_{SQUID} \vec{A}_{vortex} \cdot \vec{dl}_{SQUID} = MI_{vortex} : \text{équation de Neumann}$$

$$\text{avec } M = \frac{\mu_0}{4\pi} \oint_{SQUID} \oint_{vortex} \frac{\vec{dl}_{vortex} \cdot \vec{dl}_{SQUID}}{r}$$

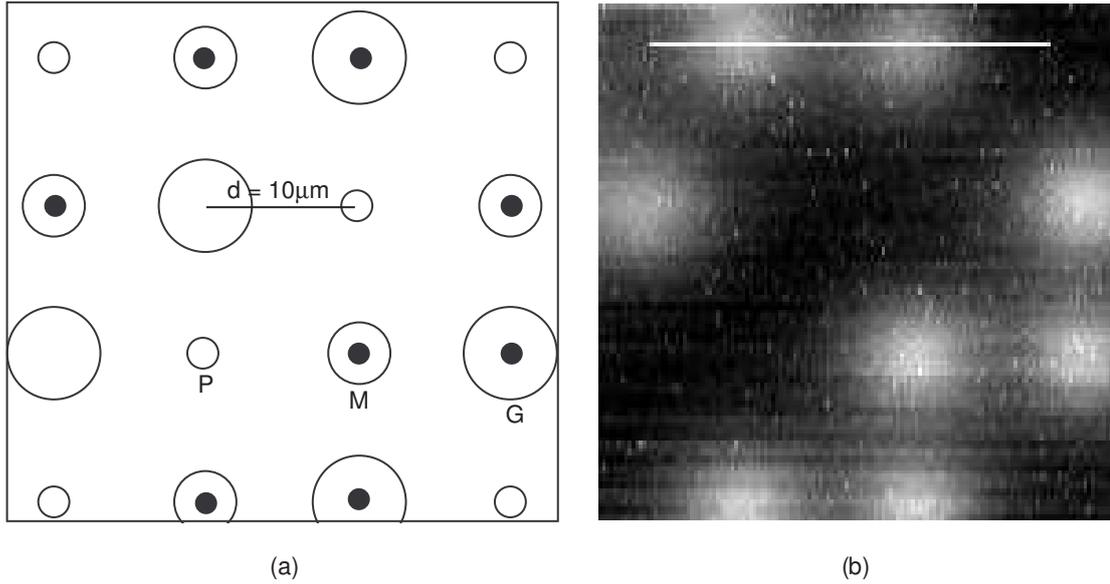


FIG. 7. (a) Schéma des trous P, M, G (cercles vides) dans un film d'aluminium dont les diamètres respectifs sont  $0,25 \mu\text{m}$ ,  $0,5 \mu\text{m}$  et  $0,75 \mu\text{m}$  et organisation des vortex (ronds noirs).

(b) Image magnétique ( $28 \mu\text{m} \times 28 \mu\text{m}$ ) réalisée par microscopie à micro-SQUID sur le film d'aluminium [155].

On voit d'après l'équation qui définit l'inductance magnétique M que la géométrie de chacune des boucles ainsi que la distance r qui les sépare vont influencer sur le couplage. Il est donc important de noter que plus la distance entre le SQUID et le vortex sera faible, plus le couplage entre les deux boucles sera important.

La microscopie à balayage à micro-SQUID présentée ici permet d'imager magnétiquement et topographiquement des objets avec une bonne sensibilité magnétique d'environ  $10^{-3}\phi_0/\sqrt{Hz}$  et une grande résolution spatiale de l'ordre du micron, ce qui équivaut à la dimension caractéristique du micro-SQUID. En conséquence, cette microscopie offre la possibilité d'observer la distribution de vortex dans un film d'aluminium contenant un réseau de trou (figure 7(a)). Sur l'image 7(b) on distingue la répartition des vortex à travers le réseau de défauts plongé dans un champ magnétique de 0,14 G à la température de 1,16 K (proche de la température critique de l'aluminium qui est de 1,23 K). Cette image a été obtenue par microscopie à balayage à micro-SQUID. Le contraste magnétique fourni par un tel microscope permet de localiser la présence ou non de vortex à travers chacun des trous du réseau [155, 157].



## Bibliographie

- [1] P.M. Adam, L. Salomon, F. de Fornel, and J.P. Goudonnet. Determination of the spatial extension of the surface-plasmon evanescent field of a silver film with a photon scanning tunneling microscope. *Phys. Rev. B*, 48(4) :2680–2684, juillet 1993.
- [2] V. Agrawal, P. Neuzil, and D.W. van der Weide. A microfabricated tip for simultaneous acquisition of sample topography and high-frequency magnetic field. *Appl. Phys. Lett.*, 71(16) :2343–2345, octobre 1997.
- [3] J. Alda, J.M. Rico-García, J.M. López-Alonso, and G. Boreman. Micro- and Nano-Antennas for Light Detection. *Egypt. J. Solids*, 28(1) :1–13, 2005.
- [4] R. R. Alfano and S. L. Shapiro. Emission in the Region 4000 to 7000 Å Via Four-Photon Coupling in Glass. *Phys. Rev. Lett.*, 24(11) :584–587, mars 1970.
- [5] R. Arimoto, C. Saloma, T. Tanaka, and S. Kawata. Imaging properties of axicon in a scanning optical system. *Appl. Opt.*, 31(31) :6653–6657, novembre 1992.
- [6] J. Arlt and K. Dholakia. Generation of high-order Bessel beams by use of an axicon. *Optics Comm.*, 177 :297–301, avril 2000.
- [7] E. A. Ash and G. Nicholls. Super-resolution Aperture Scanning Microscope. *Nature*, 237 :510–512, 1972.
- [8] D. H. Auston. Picosecond optoelectronic switching and gating in silicon. *Appl. Phys. Lett.*, 26(3) :101–103, 1975.
- [9] R. Bachelot, P. Gleyzes, and A. C. Boccarda. Near-field optical microscope based on local perturbation of a diffraction spot. *Optics Lett.*, 18 :1924–1926, 1995.
- [10] R. Bachelot, P. Gleyzes, and A. C. Boccarda. Reflection-mode scanning near-field optical microscopy using an apertureless metallic tip. *Appl. Opt.*, 36(10) :2160–2170, avril 1997.
- [11] F.I. Baida, D. Van Labeke, and 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, septembre 1999.
- [12] C. Bainier, M. Spajer, D. Charraut, L. Thiéry, and D. Courjon. Quelques méthodes de nano-usinage 3 D. Application à la réalisation de nanocollecteurs pour la microscopie en champ proche optique. *Nano et Micro Technologies*, 1(3-4) :333–351, 2001.

- [13] P. Baldeck and R. Alfano. Intensity effects on the stimulated four photon spectra generated by picosecond pulses in optical fibers. *Journal of Lightwave Technology*, 5(12) :1712 – 1715, décembre 1987.
- [14] M. Bass, P. A. Franken, J. F. Ward, and G. Weinreich. Optical Rectification. *Phys. Rev. Lett.*, 9(11) :446–448, décembre 1962.
- [15] E. Betzig, A. Lewis, A. Harootunian, M. Isaacson, and E. Kratschmer. Near-field Scanning Optical Microscopy (NSOM) / Development and Biophysical Applications. *Biophys. J.*, 49 :269–279, janvier 1986.
- [16] E. Betzig, M. Isaacson, and A. Lewis. Collection mode near-field scanning optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 51(25) :2088–2090, décembre 1987.
- [17] E. Betzig, J. K. Trautman, T. D. Harris, J. S. Weiner, and R. L. Kostelak. Breaking the Diffraction Barrier : Optical Microscopy on a Nanometric Scale. *Science*, 251 : 1468–1470, 1991.
- [18] E. Betzig, P. L. Finn, and J. S. Weiner. Combined shear force and near-field scanning optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 60 :2484–2486, 1992.
- [19] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel. Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 49(1) :57–61, juillet 1982.
- [20] A.C. Boccara. MRT Technical Report Contrat. Technical report, N°88 P0249, 1988.
- [21] Z. Bomzon, G. Biener, V. Kleiner, and E. Hasman. Radially and azimuthally polarized beams generated by space-variant dielectric subwavelength gratings. *Opt. Lett.*, 27 :285–287, 2002.
- [22] M. Brands, A. Carl, and G. Dumpich. Preparation of large area sub-50 nm polymer nanoring arrays. *Superlattices and Microstructures*, 37 :388–393, 2005.
- [23] K. T. Brown and D. G. Flaming. Beveling of Fine Micropipette Electrodes by a Rapid Precision Method. *Science*, 185 :693–695, 1974.
- [24] G. Bruhat. *Electricité*. Masson, 1963.
- [25] M. Brun. *Microscopie et spectroscopie en champ proche de nanostructures semiconductrices à basses températures*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble I, octobre 2002.
- [26] C.A. Bryant and J.B. Gunn. Noncontact Technique for the Local Measurement of Semiconductor Resistivity. *Rev. Sci. Instrum.*, 36 :1614–1617, 1965.
- [27] S. Cabrini, C. Liberale, D. Cojoc, A. Carpentiero, M. Prasciolu, S. Mora, V. Degiorgio, F. De Angelis, and E. Di Fabrizio. Axicon lens on optical fiber forming optical tweezers, made by focused ion beam milling. *Microelectronic Engineering*, 83 :804–807, 2006.
- [28] G. Chabrier, F. De Fornel, E. Bourillot, L. Salomon, and J.P. Goudonnet. A dark field photon scanning tunneling microscope under incoherent light illumination. *Optics Comm.*, 107 :347–352, mai 1994.

- [29] Q. Chen, Z. Jiang, G. X. Xu, and X. C. Zhang. Near-field terahertz imaging with a dynamic aperture. *Optics Lett.*, 25(15) :1122–1124, 2000.
- [30] E. G. Churin, J. Hosfeld, and T. Tschudi. Polarization configurations with singular point formed by computer generated holograms. *Optics Comm.*, 99(1-2) :13–17, mai 1993.
- [31] D. Courjon and C. Bainier. *Le champ proche optique*. Springer-Verlag, 2001.
- [32] D. Courjon, K. Sarrayeddine, and M. Spajer. Scanning tunneling optical microscopy. *Optics Comm.*, 71(1-2) :23–28, 1989.
- [33] A. J. Cox and D. C. Dibble. Nondiffracting beam from a spatially filtered Fabry-Perot resonator. *JOSA A*, 9(2) :282–286, février 1992.
- [34] E. Devaux, A. Dereux, E. Bourillot, J-C. Weeber, Y. Lacroute, and J-P. Goudonnet. Local detection of the optical magnetic field in the near zone of dielectric samples. *Phys. Rev. B*, 62(15) :10504–10514, october 2000.
- [35] K. Dickmann, F. Demming, and J. Jersch. New etching procedure for silver scanning tunneling microscopy tips. *Rev. Sci. Instrum.*, 67(3) :845–846, mars 1996.
- [36] A. Drezet, J. C. Woehl, and S. Huant. Extension of Bethe’s diffraction model to conical geometry : Application to near-field optics. *Europhys. Lett.*, 54(6) :736–740, juin 2001.
- [37] A. Drezet, J. C. Woehl, and S. Huant. Diffraction by a small aperture in conical geometry : Application to metal-coated tips used in near-field scanning optical microscopy. *Phys. Rev. E*, 65 :046611–1–8, 2002.
- [38] U. Dürig, D. W. Pohl, and F. Rohner. Near-field optical-scanning microscopy. *J. Appl. Phys.*, 59(10) :3318–3327, mai 1986.
- [39] U. Dürig, H. R. Steinauer, and N. Blanc. Dynamic force microscopy by means of the phase-controlled oscillator method. *J. Appl. Phys.*, 82(8) :3641–3651, octobre 1997.
- [40] J. Durnin. Exact solutions for nondiffracting beams. I. The scalar theory. *JOSA A*, 4(4) :651–654, avril 1987.
- [41] J. Durnin, Jr. Miceli, and J. H. Eberly. Diffraction-free beams. *Phys. Rev. Lett.*, 58(15) :1499–1501, avril 1987.
- [42] S. K. Dutta, C. P. Vlahacos, D. E. Steinhauer, A. S. Thanawalla, B. J. Feenstra, F. C. Wellstood, and S. M. Anlage. Imaging microwave electric fields using a near-field scanning microwave microscope. *Appl. Phys. Lett.*, 74(1) :156–158, janvier 1999.
- [43] S. K. Eah, W. Jhea, and Y. Arakawa. Nearly diffraction-limited focusing of a fiber axicon microlens. *Rev. Sci. Instrum.*, 74(11) :4969–4971, novembre 2003.
- [44] S. K. Eah, H. M. Jaeger, N. F. Scherery, G. P. Wiederrechtz, and X. M. Linz. Plasmon Scattering from a Single Gold Nanoparticle Collected through an Optical Fiber. *Appl. Phys. Lett.*, 86 :31902–1–3, 2005.

- [45] R. Eckert, J.M. Freyland, H. Gersen, H. Heinzelmann, G. Schurmann, W. Noell, U. Staufer, and N. F. De Rooij. Near-field optical microscopy based on microfabricated probes. *Journal of Microscopy*, 202 :7–11, avril 2001.
- [46] M. Erdélyi, Z. L. Horvath, G. Szabo, Zs. Bor, F. K. Tittel, J. R. Cavallaro, and M. C. Smayling. Generation of diffraction-free beams for applications in optical microlithography. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 15(2) :287–292, mars/avril 1997.
- [47] T. Erdogan, O. King, G. W. Wicks, D. G. Hall, E. H. Anderson, and M. J. Rooks. Circularly symmetric operation of a concentric-circle-grating, surface-emitting, Al-GaAs/GaAs quantum-well semiconductor laser. *Appl. Phys. Lett.*, 60(16) :1921–1923, avril 1992.
- [48] N. Essaidi, Y. Chen, V. Kottler, E. Cambril, C. Mayeux, N. Ronarch, and C. Vieu. Fabrication and characterization of optical-fiber nanoprobe for scanning near-field optical microscopy. *Appl. Opt.*, 37(4) :609–615, février 1998.
- [49] J. N. Farahani, D. W. Pohl, H. J. Eisler, and B. Hecht. Single Quantum Dot Coupled to a Scanning Optical Antenna : A Tunable Superemitter. *Phys. Rev. Lett.*, 95 : 017402–1–4, 2005.
- [50] Ch. Fattinger and D. Grischkowsky. Point source terahertz optics. *Appl. Phys. Lett.*, 53(53) :1480–1482, octobre 1988.
- [51] J. F. Federici, O. Mitrofanov, M. Lee, J. W. P. Hsu, I. Brener, R. Harel, J. D. Wynn, L. N. Pfeiffer, and K. W. West. Terahertz near-field imaging. *Phys. Med. Biol.*, 47 (21) :3727–3734, 2002.
- [52] P. Fischer, C. T. A. Brown, J. E. Morris, C. López-Mariscal, E. M. Wright, W. Sibbett, and K. Dholakia. White light propagation invariant beams. *Optics Exp.*, 13 (17) :6657–6666, août 2005.
- [53] U. Ch. Fischer, U. T. Dürig, and D. W. Pohl. Near-field optical scanning microscopy in reflection. *Appl. Phys. Lett.*, 52 :249–251, 1988.
- [54] F. De Fornel, J. P. Goudonnet, L. Salomon, and E. Lesniewska. An evanescent field optical microscope. *Proc. Soc. Phot-Opt. Instrum. Eng.*, 1139 :77–84, 1989.
- [55] Z. Frait. The use of high-frequency modulation in studying ferromagnetic resonance. *Czech. J. Phys.*, 9(3) :403–404, mai 1959.
- [56] D.P. Fromm, A. Sundaramurthy, P.J. Schuck, G. Kino, and W.E. Moerner. Gap-Dependent Optical Coupling of Single "Bowtie" Nanoantennas Resonant in the Visible. *Nano Lett.*, 4(5) :957–961, 2004.
- [57] C. Fumeaux, G. D. Boreman, W. Herrmann, H. Rothuizen, and F. K. Kneubuhl. Polarization response of asymmetric-spiral infrared antennas. *Appl. Opt.*, 36(25) : 6485–6489, septembre 1997.
- [58] K. Gamo. Nanofabrication by FIB. *Microelectronic Engineering*, 32(1-4) :159–171, septembre 1996.

- [59] C. Gao and X. D. Xiang. Quantitative microwave near-field microscopy of dielectric properties. *Rev. Sci. Instrum.*, 69(11) :3846–3851, novembre 1998.
- [60] Y. Gao and I. Wolff. A new miniature magnetic field probe for measuring three-dimensional fields in planar high-frequency circuits. *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, 44 :911–918, 1996.
- [61] Y. Gao and I. Wolff. Miniature electric near-field probes for measuring 3-D fields in planar microwave circuits. *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, 46 :907–913, 1998.
- [62] M. Garcia-Parajo, T. Tate, and Y. Chen. Gold-coated parabolic tapers for scanning near-field optical microscopy : fabrication and optimization. *Ultramicroscopy*, 61 : 155–163, 1995.
- [63] G. Genolet, M. Despont, P. Vettiger, U. Staufer and W. Noell, N. F. de Rooij, T. Cueni, M. P. Bernal, and F. Marquis-Weible. Micromachined photoplastic probe for scanning near-field optical microscopy. *Rev. Sci. Instrum.*, 72(10) :3877–3879, octobre 2001.
- [64] F. Ghianni, T. O. Klaassen, and W. Th. Wenckebach. Antenna coupled Bi microbolometers on thin Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> membranes for the detection of THz radiation. In *24th International Conference on Infrared and Millimeter Waves*, Monterey, CA, 5-10 septembre 1999.
- [65] J. Gierak, D. Maily, G. Faini, J. L. Pelouard, P. Denk, F. Pardo, J. Y. Marzin, A. Septier, G. Schidt, J. Ferré, R. Hydman, C. Chaptert, J. Flicstein, B. Gayral, and J. M. Gérard.. Nano-fabrication with focused ion beams. *Microelectronic Engineering*, 57-58 :865–875, 2001.
- [66] F.J. Giessibl. Atomic resolution on Si(111)-(7x7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork. *Appl. Phys. Lett.*, 76(11) : 1470–1472, mars 2000.
- [67] A.O. Govorov, S.E. Ulloa, K. Karrai, and R.J. Warburton. Polarized excitons in nanorings and the optical Aharonov-Bohm effect. *Phys. Rev. B*, 66 :081309–1–4, 2002.
- [68] T. Grosjean. *Concept et étude d'un microscope optique en champ proche à pointe virtuelle pouvant travailler en zone de non couplage*. PhD thesis, Université de Franche-Comté, juillet 2003.
- [69] T. Grosjean and D. Courjon. Photopolymers as vectorial sensors of the electric field. *Optics Express*, 14(6) :2203–2210, mars 2006.
- [70] T. Grosjean and D. Courjon. Polarization filtering induced by imaging systems : Effect on image structure. *Phys. Rev. E*, 67 :046611–1–6, 2003.
- [71] T. Grosjean, D. Courjon, and M. Spajer. An all-fiber device for generating radially and other polarized light beam. *Optics Comm.*, 203 :1–5, 2002.
- [72] T. Grosjean, A. Sabac, and D. Courjon. A versatile and stable device allowing the efficient generation of beams with radial, azimuthal or hybrid polarizations. *Optics*

- Comm.*, 252 :12–21, 2005.
- [73] J. H. Hafner, C. L. Cheung, and C. M. Lieber. Growth of nanotubes for probe microscopy tips. *Nature*, 398(6730) :761–762, avril 1999.
- [74] A. Harootunian, E. Betzig, M. Isaacson, and A. Lewis. Super-resolution fluorescence near-field scanning optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 49(11) :674–676, 1986.
- [75] T. Held, S. Emonin, O. Marti, and O. Hollricher. Method to produce high-resolution scanning near-field optical microscope probes by beveling optical fibers. *Rev. Sci. Instrum.*, 71(8) :3118–3122, août 2000.
- [76] L. J. Heyderman, M. Kläui, B. Nöhammer, C. A. F. Vaz, J. A. C. Bland, and C. David. Fabrication of nanoscale magnetic ring structures and devices. *Microelectronic Engineering*, 73-74 :780–784, 2004.
- [77] P. Hoffman, B. Dutoit, and R. Slathe. Comparison of mechanically drawn and protection layer chemically etched optical fiber tips. *Ultramicroscopy*, 61 :165–170, 1995.
- [78] B. B. Hu and M. C. Nuss. Imaging with terahertz waves. *Opt. Lett.*, 20 :1716–1718, 1995.
- [79] S. Hunsche, M. Koch, I. Brener, and M.C. Nuss. THz near-field imaging. *Optics Comm.*, 150 :22–26, mai 1998.
- [80] I. Ilev, H. Kumagai, K. Toyoda, and I. Koprnikov. Highly efficient wideband continuum generation in a single-mode optical fiber by powerful broadband laser pumping. *Appl. Opt.*, 35(15) :2548–2553, 1996.
- [81] G. Indebetouw. Nondiffracting optical fields : some remarks on their analysis and synthesis. *J. Opt. Soc. Am. A*, 6(1) :150–152, janvier 1989.
- [82] J. K. Jabczynski. A "diffraction-free" resonator. *Optics Comm.*, 77(4) :292–294, juillet 1990.
- [83] B. D. Josephson. Possible new effects in superconductive tunnelling. *Phys. Lett.*, 1 (7) :251–253, juillet 1962.
- [84] K. Karrai and R. D. Grober. Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes. *Appl. Phys. Lett.*, 66(14) :1842–1844, avril 1995.
- [85] K. Karrai and R. D. Grober. Piezo-electric tuning fork tip-sample distance control for near field optical microscopes. *Ultramicroscopy*, 61 :197–205, mai 1995.
- [86] B. J. Kim, J. W. Flamma, E. S. Ten Have, M. F. Garcia-Parajo, N. F. Van Hulst, and J. Brugger. Moulded photoplastic probes for near-field optical applications. *Journal of Microscopy*, 202(Pt 1) :16–21, avril 2001.
- [87] J. R. Kirtley, M. B. Ketchen, K. G. Stawiasz, J. Z. Sun, W. J. Gallagher, S. H. Blanton, and S. J. Wind. High-resolution scanning SQUID microscope. *Appl. Phys. Lett.*, 66 :1138–1140, 1995.
- [88] J. R. Kirtley, C. C. Tsuei, M. Rupp, J. Z. Sun, L. S. Yu-Jahnes, A. Gupta, M. B. Ketchen, K. A. Moler, and M. Bhushan. Direct Imaging of Integer and Half-Integer

- Josephson Vortices in High-Tc Grain Boundaries. *Phys. Rev. Lett.*, 76(8) :1336–1339, février 1996.
- [89] M. Klein and G. Schwitzgebel. An improved lamellae drop-off technique for sharp tip preparation in scanning tunneling microscopy. *Rev. Sci. Instrum.*, 68(8) :3099–3103, août 1997.
- [90] N. Klein, P. Lahl, and U. Poppe. A metal-dielectric antenna for terahertz near-field imaging. *J. Appl. Phys.*, 98 :014910–1–5, 2005.
- [91] A. Klini, T. David, E. Bourillot, S. Emonin, P. Papadopoulos, J. P. Goudonnet, and G. Kotrotsios. Reproducible optical fiber tips for photon scanning tunneling microscopy with very small ( $<5^\circ$ ) cone angle. *Journal of Lightwave Technology*, 16(7) :1220–1227, 1998.
- [92] B. Knoll and F. Keilmann. Near-field probing of vibrational absorption for chemical microscopy. *Nature*, 399 :134–137, mai 1999.
- [93] B. Knoll and F. Keilmann. Electromagnetic fields in the cutoff regime of tapered metallic waveguides. *Optics Comm.*, 162 :177–181, 1999.
- [94] B. Knoll, F. Keilmann, A. Kramer, and R. Guckenberger. Contrast of microwave near-field microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 70(20) :2667–2669, mai 1997.
- [95] D. Koelle, R. Kleiner, F. Ludwig, E. Dantsker, and J. Clarke. High-transition-temperature superconducting quantum interference devices. *Rev. Modern Physics*, 71(3) :631–686, avril 1999.
- [96] J.P. Kottmann, O.J.F. Martin, D.R. Smith, and S. Schultz. Plasmon resonances of silver nanowires with a non regular cross section. *Phys. Rev. B*, 64 :235402–1–10, novembre 2001.
- [97] P. Lambelet, A. Sayah, M. Pfeffer, C. Philipona, and F. Marquis-Weible. Chemically Etched Fiber Tips for Near-Field Optical Microscopy : A Process for Smoother Tips. *Appl. Opt.*, 37 :7289–7292, 1998.
- [98] L. Libioulle, Y. Houbion, and J. M. Gilles. Very sharp gold and platinum tips to modify gold surfaces in scanning tunneling microscopy. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 13 (3) :1325–1331, mai/juin 1995.
- [99] C. Lin and R. H. Stolen. New nanosecond continuum for excited-state spectroscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 28(4) :216–218, février 1976.
- [100] A. Lorke, R.J. Luyken, A.O. Govorov, J.P. Kotthaus, J.M. Garcia, and P.M. Petroff. Spectroscopy of Nanoscopic Semiconductor Rings. *Phys. Rev. Lett.*, 84(10) :2223–2226, mars 2000.
- [101] Y.C. Martin and H.K. Wickramasinghe. Resolution test for apertureless near-field optical microscopy. *J. Appl. Phys.*, 91 :3363–3368, 2002.
- [102] J.C. Maxwell. *A Treatise on Electricity and Magnetism*. Clarendon Press, 1873.
- [103] D. McGloin and K. Dholakia. Bessel beams : diffraction in a new light. *Contemporary Physics*, 46(1) :15–28, janvier/février 2005.

- [104] D. McGloin, G. C. Spalding, H. Melville, W. Sibbett, and K. Dholakia. Three-dimensional arrays of optical bottle beams. *Optics Comm.*, 225 :215–222, 2003.
- [105] J. H. McLeod. The axicon : A new type of optical element. *JOSA*, 44(8) :592–597, 1954.
- [106] J. H. McLeod. Axicons and Their Uses. *JOSA*, 50(2) :166–169, février 1960.
- [107] J. Michaelis, C. Hettich, J. Mlynek, and V. Sandoghdar. Optical microscopy using a single-molecule light source. *Nature*, 405(6784) :325–328, mai 2000.
- [108] O. Mitrofanov, I. Brener, R. Harel, J. D. Wynn, L. N. Pfeiffer, K. W. West, and J. Federici. Terahertz near-field microscopy based on a collection mode detector. *Appl. Phys. Lett.*, 77(22) :3496–3498, novembre 2000.
- [109] D. M. Mittleman, R. H. Jacobsen, and M. C. Nuss. T-ray imaging. *IEEE*, 2 : 679–692, 1996.
- [110] J.J. Mock, M. Barbic, D.R. Smith, D.A. Schultz, and S. Schultz. Shape effects in plasmon resonance of individual colloidal silver nanoparticles. *Journal of Chemical Physics*, 116(15) :6755–6759, avril 2002.
- [111] T. Morioka, K. Mori, and M. Saruwatari. More than 100-wavelength-channel picosecond optical pulse generation from single laser source using supercontinuum in optical fibres. *Electronics Lett.*, 29(10) :862–864, mai 1993.
- [112] Y. Mushiake, K. Matsumura, and N. Nakajima. Generation of radially polarized optical beam mode by laser oscillation. *Proceedings of the IEEE*, 60(9) :1107– 1109, septembre 1972.
- [113] A. Mussot, T. Sylvestre, L. Provino, and H. Maillotte. Generation of a broadband single-mode supercontinuum in a conventional dispersion-shifted fiber by use of a subnanosecond microchip laser. *Opt. Lett.*, 28(19) :1822–1822, octobre 2003.
- [114] L. Novotny, D. W. Pohl, and B. Hecht. Scanning near-field optical probe with ultrasmall spot size. *Opt. Lett.*, 20(9) :970–972, mai 1995.
- [115] L. Novotny, D. W. Pohl, and B. Hecht. Light confinement in scanning near-field optical microscopy. *Ultramicroscopy*, 61 :1–9, 1995. Proceeding de NFO3 Ultramicroscopy 61, 1-304 (1995).
- [116] L. Novotny, M. R. Beversluis, K. S. Youngworth, and T. G. Brown. Longitudinal Field Modes Probed by Single Molecules. *Phys. Rev. Lett.*, 86(23) :5251–5254, juin 2001.
- [117] R. Oron, S. Blit, N. Davidson, A. A. Friesem, Z. Bomzon, and E. Hasman. The formation of laser beams with pure azimuthal or radial polarization. *Appl. Phys. Lett.*, 77(21) :3322–3324, novembre 2000.
- [118] S.S. Osofsky and S.E. Schwarz. Design and performance of a noncontacting probe for measurements on high-frequency planar circuits. *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, 40(8) :1701–1708, août 1992.

- [119] T. Pangaribuan, K. Yamada, S. Jiang, H. Ohsawa, and M. Ohtsu. Reproducible fabrication technique of nanometric tip diameter fiber probe for photon scanning tunneling microscope. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 31 :1302–1304, 1992.
- [120] J. B. Pendry. Perfect cylindrical lenses. *Opt. Exp.*, 11(7) :755–760, avril 2003.
- [121] J. B. Pendry. Negative Refraction Makes a Perfect Lens. *Phys. Rev. Lett.*, 85(18) : 3966–3969, octobre 2000.
- [122] J. B. Pendry, A. J. Holden, W. J. Stewart, and I. Youngs. Extremely Low Frequency Plasmons in Metallic Mesostructures. *Phys. Rev. Lett.*, 76 :4773–4776, 1996.
- [123] J. B. Pendry, A. J. Holden, D. J. Robbins, and W. J. Stewart. Magnetism from Conductor and Enhanced Nonlinear Phenomena. *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, 47(11) :2075–2084, novembre 1999.
- [124] D. W. Pohl, W. Denk, and M. Lanz. Optical stethoscopy : Image recording with resolution  $\lambda/20$ . *Appl. Phys. Lett.*, 44(7) :651–653, avril 1984.
- [125] Y. Poujet, M. Roussey, J. Salvi, F. Baida, D. Van Labeke, A. Perentes, C. Sant-schi, and P. Hoffmann. Super-transmission of light through subwavelength annular aperture arrays in metallic films : Spectral analysis and near-field optical images in the visible range. *Photonics and Nanostructures Fundamentals and Applications*, 4 : 47–53, 2006.
- [126] M. Prestigiacomo, L. Roussel, A. Houël, P. Sudraud, F. Bedu, D. Tonneau, V. Sa-farov, and H. Dallaporta. Studies of structures elaborated by focused ion beam induced deposition. *Microelectronic Engineering*, 76 :175–181, 2004.
- [127] M. Prestigiacomo, F. Bedu, F. Jandard, D. Tonneau, H. Dallaporta, L. Roussel, and P. Sudraud. Purification and crystallization of tungsten wires fabricated by focused-ion-beam-induced deposition. *Appl. Phys. Lett.*, 86 :192113–1–3, 2005.
- [128] Lord Rayleigh. Theoretical considerations respecting the separation of gases by diffusion and similar processes. *Phil. Mag.*, 42 :493–498, 1896.
- [129] R. C. Reddick, R. J. Warmack, and T. L. Ferrell. New form of scanning optical microscopy. *Phys. Rev. B*, 39(1) :767–770, janvier 1989.
- [130] H. Rubens and B. W. Snow. On the Refraction of Rays of Great Wavelength in Rock Salt, and Fluorite. *Phil. Mag.*, 35 :35–45, 1894.
- [131] T. Saiki and K. Matsuda. Near-field optical fiber probe optimized for illumination-collection hybrid mode operation. *Appl. Phys. Lett.*, 74(19) :2773–2775, mai 1999.
- [132] F. Schiappelli, R. Kumar, M. Prasciolu, D. Cojoc, S. Cabrini, R. Proietti, V. De-giorgio, and E. Di Fabrizio. Design and Fabrication of Diffractive Optical Element-Microlens with Continuous Relief Fabricated On-Top of Optical Fibre by Focused Ion Beam for Fibre-to-Waveguide Coupling. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 43 :3772–3778, 2004.
- [133] U. Schröter and A. Dereux. Surface plasmon polaritons on metal cylinders with dielectric core. *Phys. Rev. B*, 64 :125420–1–10, septembre 2001.

- [134] F. Shimizu. Frequency Broadening in Liquids by a Short Light Pulse. *Phys. Rev. Lett.*, 19(19) :1097–1100, novembre 1967.
- [135] A. W. Snyder and J. D. Love. *Optical Waveguide Theory*. Chapman and Hall, 1983.
- [136] S. Sogomonian, U. T. Schwarz, and M. Maier. Phase-front transformation of a first-order Bessel beam in Raman-resonant four-wave mixing. *J. Opt. Soc. Am. B*, 18(4) :497–504, avril 2001.
- [137] R. F. Soohoo. A microwave magnetic microscope. *J. Appl. Phys.*, 33(3) :1276–1277, mars 1962.
- [138] O. Sqalli, I. Utke, P. Hoffmann, and F. Marquis-Weible. Gold elliptical nanoantennas as probes for near field optical microscopy. *J. Appl. Phys.*, 92(2) :1078–1083, juillet 2002.
- [139] M. Stalder and M. Schadt. Linearly polarized light with axial symmetry generated by liquid-crystal polarization converters. *Optics Lett.*, 21(23) :1948–1950, décembre 1996.
- [140] R. Stockle, C. Fokas, V. Deckert, and R. Zenobi. High-quality near-field optical probes by tube etching. *Appl. Phys. Lett.*, 75(2) :160, juillet 1999.
- [141] R.M. Stockle, N. Schaller, V. Deckert, C. Fokas, and R. Zenobi. Brighter near-field optical probes by means of improving the optical destruction threshold. *Journal of Microscopy*, 194(2/3) :378–382, mai/juin 1999.
- [142] M. A. Suarez, T. Grosjean, D. Charraut, and D. Courjon. Nanoring as a magnetic or electric field sensitive nano-antenna for near-field optics applications. *Optics Comm.*, 270(2) :447–454, février 2007.
- [143] M.A. Suarez. *Etude et validation de nouveaux nano-émetteurs destinés à la microscopie optique en champ proche : développement de pointes fonctionnalisées*. PhD thesis, Université de Franche Comté, octobre 2006.
- [144] E. H. Synge. Method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region. *Phil. Mag.*, 6 :356–362, août 1928.
- [145] S. C. Tidwell, D. H. Ford, and W. D. Kimura. Generating radially polarized beams interferometrically. *Appl. Opt.*, 29 :2234–2239, 1990.
- [146] S. C. Tidwell, G. H. Kim, and W. D. Kimura. Efficient radially polarized laser beam generation with a double interferometer. *Appl. Opt.*, 32 :5222–5229, 1993.
- [147] N. Trappe, R. Mahon, W. Lanigan, J.A. Murphy, and S. Withington. The quasi-optical analysis of Bessel beams in the far infrared. *Infrared Physics & Technology*, 46 :233–247, 2005.
- [148] G. A. Valaskovic, M. Holton, and G. H. Morrison. Parameter control, characterization, and optimization in the fabrication of optical fiber near-field probes. *Appl. Opt.*, 34(7) :1215–1228, mars 1995.
- [149] D.W. van der Weide. Localized picosecond resolution with a near-field microwave/scanning-force microscope. *Appl. Phys. Lett.*, 70(6) :677–679, février

- 1997.
- [150] N. F. van Hulst, F. B. Segerink, and B. Bölger. An Evanescent Field Optical Microscope. *AIP Conference Proceedings (Scanned probe microscopy)*, 241 :79–94, 1991.
  - [151] D. van Labeke and D. Barchiesi. Probes for scanning tunneling optical microscopy : A theoretical comparison. *J. Opt. Soc. Am. A*, 10(10) :2193–2201, octobre 1993.
  - [152] C. Vannier. *Réalisation et validation d'un microscope optique en champ proche à faibles artéfacts optiques. Apport d'un éclairage isotrope et d'une source à effet Raman*. PhD thesis, Laboratoire d'Optique P. M. Duffieux, Université de Franche Comté, Besançon, France, décembre 2002.
  - [153] C. Vannier, C. Bainier, and D. Courjon. Isotropic incoherent scanning tunneling optical microscope (I2STOM). *Optics Comm.*, 175 :83–88, février 2000.
  - [154] A. Vasara, J. Turunen, and A. T. Friberg. Realization of general nondiffracting beams with computer-generated holograms. *J. Opt. Soc. Am. A*, 6(11) :1748–1754, novembre 1989.
  - [155] C. Veauvy. *Imagerie magnétique par micro-SQUID à basse température*. PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble 1 Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, janvier 2002.
  - [156] C. Veauvy, K. Hasselbach, and D. Mailly. Scanning micro-superconduction quantum interference device force microscope. *Rev. Sci. Instrum.*, 73(11) :3825–3830, novembre 2002.
  - [157] C. Veauvy, K. Hasselbach, and D. Mailly. Micro-SQUID microscopy of vortices in a perforated superconducting Al film. *Phys. Rev. B*, 70 :214513–1–5, 2004.
  - [158] J. A. Veerman, A. M. Otter, L. Kuipers, and 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, juin 1998.
  - [159] V. G. Veselago. The electrodynamics of substances with simultaneously negative values of epsilon and mu. *Sov. Phys. Usp.*, 10(4) :509–514, janvier 1968.
  - [160] K. Volke-Sepulveda, V. Garcés-Chavez, S. Chavez-Cerda, J. Arlt, and K. Dholakia. Orbital angular momentum of a high-order Bessel light beam. *Journal of Optics B*, 4 :S82–S89, 2002.
  - [161] K. Wang, D. M. Mittleman, N. C. J. van der Valk, and P. C. M. Planken. Antenna effects in terahertz apertureless near-field optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 85 (14) :2715–2717, octobre 2004.
  - [162] H. K. Wickramasinghe and C. C. Williams. Apertureless near field optical microscope, US Patent N° 4 947 034, août 1990.
  - [163] Q. Wu and X.-C. Zhang. Free-space electro-optic sampling of terahertz beams. *Appl. Phys. Lett.*, 67(24) :3523–3525, décembre 1995.
  - [164] B.I. Yakobson, P.J. Moyer, and M.A. Paesler. Kinetic limits of sensing tip morphology in near-field scanning optical microscopes. *J. Appl. Phys.*, 79:7984–7986 :73,

- 1993.
- [165] F. Zenhausern, M. P. O'Boyle, and H. K. Wickramasinghe. Apertureless near-field optical microscope. *Appl. Phys. Lett.*, 65(13) :1623–1625, septembre 1994.
- [166] F. Zenhausern, Y. Martin, and H. K. Wickramasinghe. Scanning Interferometric Apertureless Microscopy : Optical Imaging at 10 Angstrom Resolution. *Science*, 269 :1083–1085, 1995.
- [167] Q. Zhan and J. R. Leger. Microellipsometer with Radial Symmetry. *Appl. Opt.*, 41 : 4630–4637, 2002.
- [168] Q. Zhan and J. R. Leger. Focus shaping using cylindrical vector beams. *Optics Exp.*, 10(7) :324–331, avril 2002.
- [169] R. Zhang and D. G. Ivey. Preparation of sharp polycrystalline tungsten tips for scanning tunneling microscopy imaging. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 14(1) :1–10, janvier/février 1996.

## Lexique / Liste des Acronymes

AFM : Atomic Force Microscope (Microscope à force atomique)  
BCS : Bardeen, Cooper et Schrieffer (Théorie)  
CCD : Charge Coupled Device (Détecteurs à couplage de charge)  
DRS : Diffusion Raman Stimulée  
EFOM : Evanescent Field Optical Microscope  
FDTD : Finite Difference Time Domain  
FIB : Focused Ion Beam (Faisceau d'ions focalisés)  
FWM : Four Wave Mixing (Mélange à quatre ondes)  
HF : Acide Fluorhydrique, Fluorure d'Hydrogène  
IR : Infra-Rouge  
ITO : Indium Tin Oxide  
I2STOM : Isotropic Incoherent Scanning Tunneling Optical Microscope  
MEB : Microscopie Electronique à Balayage  
MIBK : Methyl IsoButyl Ketone  
NFOS : Near-Field Optical Scanning microscopy  
NSOM : Near-field Scanning Optical Microscopy  
ON : Ouverture Numérique  
PECVD : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition  
PM : PhotoMultiplicateur  
PMMA : PolyMéthyle MéthAcrylate  
PSTM : Photon Scanning Tunneling Microscope  
PZT : Titano-Zirconiate de Plomb  
SC : Super Continuum  
SHG : Second Harmonic Generation (Génération de second harmonique)  
SIAM : Scanning Interferometric Apertureless Microscope  
SNOM : Scanning Near-field Optical Microscope  
ASNOM : Apertureless SNOM  
PSNOM : Perturbation SNOM  
RSNOM : Reflection SNOM  
SFM : Scanning Force Microscopy  
SNMM : Scanning Near-field Microwave Microscopy  
SPM : Self Phase Modulation (Auto-modulation de phase)

SQUID : Superconducting QUantum Interference Device

SRR : Split Ring Resonator

STM : Scanning Tunneling Microscope

STOM : Scanning Tunneling Optical Microscope

TE : Transversal Electric

TM : Transversal Magnetic

THz : TéraHertz

UV : Ultra-Violet

XPM : Cross Phase Modulation (Modulation de phase croisée)

Au : Or

Ag : Argent

Co : Cobalt

CO<sub>2</sub> : Dioxyde de carbone

CS<sub>2</sub> : Disulfure de carbone

C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub> : Salol

Ga : Gallium

He : Helium

LiBO<sub>3</sub> : Triborate de lithium

Nd :YAG (Nd :Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>) : Néodymium-dopped Yttrium Aluminium Garnet

Ne : Néon

SiON : OxyNitrure de Silicium

## Table des figures

1	Ernst Abbe.	15
2	Lord Rayleigh.	16
3	(a) Schéma de formation d'une tache d'Airy.	17
4	Le critère de Rayleigh.	17
5	Les différents modes d'éclairage et de détection d'un SNOM à sonde à ouverture.	22
6	SNOM à sonde sans ouverture.	23
7	Déformation d'un faisceau pour obtenir une incohérence spatiale.	26
8	Influence de l'incohérence spatiale.	27
9	Représentation schématique dans le plan transverse du champ électrique de faisceaux polarisés, d'après [68] :	29
10	Représentation des trois premières fonctions de Bessel $J_n(x)$ , $n = 0$ à 2.	32
11	Idée originale de E.H. Synge.	33
12	Aspect géométrique d'une pointe SNOM (d'après [36]).	35
1	Spectre électromagnétique.	40
2	(a) Antenne dipolaire électrique.	42
3	Exemples de structures déposées en extrémité de levier SFM :	42
4	Exemples de sondes adaptées à la microscopie micro-onde en champ proche :	43
5	Principe d'un microscope THz en champ proche à sonde métallique [161].	45
6	Antennes pour la microscopie TéraHertz :	45
7	Exemples d'antennes optiques. À gauche une antenne dipôle [3], à droite une antenne en spirale asymétrique [57].	46
8	Antenne optique papillon à l'extrémité de la pointe d'un levier AFM en vues de face et de profil [49].	47
1	(a) L'étireuse et (b) son principe de fonctionnement.	52
2	Image au Microscope Reichert-Jung d'une fibre effilée.	53
3	Principe du tube etching [140] :	53

4	Comparaison entre (a) un usinage chimique classique et (b) la méthode de "tube etching" [140].	54
5	Préparation d'une pointe en tungstène suivant un processus électrochimique [89].	55
6	Image MEB d'une pointe tungstène montrant deux zones d'étranglement [169].	55
7	Sondes hybrides pour SNOM :	56
8	Axicons massifs en verre BK7 utilisés pour générer des faisceaux de Bessel :	57
9	(a) Recouvrement des faisceaux à la sortie d'un axicon.	57
10	(a) Schéma de la méthode de polissage de la fibre.	59
11	Axicons usinés à l'extrémité d'une fibre optique.	60
12	Images obtenues en sortie de l'axicon :	61
13	Le micro-axicon fibré est-il opérationnel?	61
14	Exemples d'axicons usinés à l'extrémité de fibres optiques :	62
15	Processus de fabrication (lithographie e-beam).	64
16	Image AFM et coupe d'un anneau obtenu par lithographie e-beam.	64
17	Anneaux de résine fabriqués par lithographie e-beam [22].	64
18	Anneaux en Permalloy (épaisseur 10 nm) fabriqués par lithographie e-beam [76]. Les diamètres externes (OD), dépendant de l'épaisseur de résine PMMA avant l'insolation ( $d_{resist}$ ), sont donnés pour chaque figure.	65
19	(a) Processus de fabrication par FIB.	66
20	Procédé de métallisation des pointes :	68
21	Procédé de gravure ionique et d'imagerie des pointes.	69
22	Exemples de nano-antennes annulaires à l'extrémité de micro-axicons fibrés.	70
23	(a) Schéma du SQUID et dimensions caractéristiques.	71
1	Génération de DRS.	76
2	Sélection de la longueur d'onde.	77
3	Spectres relevés.	78
4	Génération de faisceaux polarisés (4 solutions proposées).	79
5	Faisceau polarisé radialement pour différentes longueurs d'onde :	80
6	Création d'un faisceau de Bessel polarisé.	81
7	Modules carrés des composantes transverses et longitudinales des champs électrique et magnétique d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ( $\alpha$ ) et ortho-radialement ( $\beta$ ), taille des images ( $3\lambda \times 3\lambda$ ).	82
8	La tête autonome du microscope.	84

9	Caractéristiques d'un diapason d'horloger.	85
10	Le montage dans sa globalité.	86
1	Montage de caractérisation en champ lointain en mode émission.	89
2	Figures de diffraction à deux longueurs d'onde spécifiques.	90
3	Analyse spectrale en différents points de la nano-antenne (d'après [142]) :	92
4	Montage schématique du dispositif de caractérisation d'une sonde (diélectrique classique ou munie d'une nano-antenne annulaire).	93
5	Modules carrés des composantes transverses et longitudinales des champs électrique et magnétique d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ( $\alpha$ ) et ortho-radialement ( $\beta$ ), taille d'image ( $3\lambda \times 3\lambda$ ).	95
6	Image ( $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ) d'un faisceau de Bessel à 632 nm en polarisation radiale obtenue au moyen d'une sonde diélectrique.	96
7	Étude spectrale d'un faisceau de Bessel polarisé radialement ou ortho-radialement. Comparaison des résultats pour deux nano-antennes annulaires.	97
8	Analyse fine du comportement à 603 nm (pointe 2) et à 559 nm (pointe 3).	98
9	Analyse à 588 nm pour la pointe 3.	101
10	Exemples de segmentations d'un anneau.	102
11	Évolution sur 3 jours de l'image ( $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ) d'un faisceau de Bessel suivant la qualité de la pointe 1.	103
12	Détérioration d'une nano-antenne (pointe 1) :	103
13	Préservation de la nano-antenne :	104
14	Schéma du montage de caractérisation des échantillons.	105
15	Principe de la sonde collectrice munie d'une nano-antenne annulaire (SNOM).	105
16	Images ( $13 \mu\text{m} \times 13 \mu\text{m}$ ) optique (a) et topographique (b) d'une matrice de coaxes obtenues avec une pointe diélectrique étirée [125].	106
17	(a) Représentation schématique de la matrice de coaxes et dimensions caractéristiques.	106
18	Images SNOM de la matrice de structures coaxiales :	108
19	(a) Représentation schématique de la matrice et dimensions des anneaux.	109
20	(a,b) Images SNOM ( $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ ) de la matrice d'anneaux.	110
21	(a,b) Images SNOM ( $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ ) de la matrice d'anneaux.	111
1	Élément résonant magnétique SRR (a, b, c et r sont les dimensions caractéristiques).	116

2	Schéma de réflexion / transmission d'une onde plane, comparaison entre un métamatériau (gauche) et un matériau conventionnel (droite).	116
1	Heike Kamerlingh Onnes.	117
2	(a) Anneau, dans l'état normal, dans un champ magnétique.	119
3	Représentation schématique d'une jonction Josephson.	120
4	Principe du DC SQUID.	122
5	Schéma du SQUID muni de sa boucle active "pick-up" à droite.	123
6	Micro-SQUID en aluminium réalisé au LPN (D. Mailly).	124
7	(a) Schéma des trous P, M, G (cercles vides) dans un film d'aluminium dont les diamètres respectifs sont $0,25 \mu\text{m}$ , $0,5 \mu\text{m}$ et $0,75 \mu\text{m}$ et organisation des vortex (ronds noirs).	125

## Liste des tableaux

1	Parallèle entre mode plasmon et "inductance optique".	93
2	Tableau récapitulatif.	100



## Index

- Abbe, 15, 16
- antenne, 12, 13, 39–48, 51, 62–65, 67, 69, 75, 77,  
85, 87, 89–91, 99, 102, 103, 113–115, 117
- antennes, 12
- axicon, 31, 36, 51, 55–62, 66, 67, 69–72, 79, 85,  
93, 94, 104, 113
- Bardeen, 117, 118, 139
- Bessel, 9, 31, 32, 56–58, 60, 61, 75, 79, 81, 82,  
85, 87, 89, 93–97, 99, 102–104, 107
- Bose, 118
- Cooper, 117, 118, 122, 139
- Fermi, 118
- FIB, 34, 47, 51, 60, 62, 64–67, 71, 113, 139
- Fresnel, 24, 57
- Josephson, 71, 114, 118, 120–122
- métamatériau, 114–117
- MEB, 46, 55, 63–66, 68, 102, 103, 106, 139
- Meissner, 119
- microscope, 11, 12, 15–21, 23, 26, 33–36, 41, 45,  
52, 53, 60, 63, 72, 75, 81, 82, 84, 85, 87, 89,  
94, 104, 123, 125
- nano-antenne, 12, 23, 31, 36, 48, 49, 51, 62,  
66–72, 77, 79, 81, 85, 87, 89–97, 99,  
101–109, 113, 116
- Onnes, 117
- Rayleigh, 15–18, 24
- Schrieffer, 117, 118, 139
- SNOM, 20–23, 26, 35, 51, 56, 72, 95, 105, 108,  
110, 111, 113, 139
- SQUID, 43, 69, 71, 114, 117, 120–125, 140

## Résumé

Ce travail consiste en l'étude et la mise en oeuvre d'une microscopie optique en champ proche utilisant des nano-antennes annulaires dans le but de distinguer les composantes électriques et magnétiques du champ électromagnétique, détectées au voisinage d'un échantillon.

Nous présentons la genèse de la microscopie en champ proche en mettant en avant l'importance des caractéristiques intrinsèques du système d'éclairage employé mais également le rôle primordial du nanocollecteur en interaction avec le champ électromagnétique. Les antennes étant un des enjeux majeurs dans l'art de détecter les champs électromagnétiques, nous donnons ensuite une cartographie des antennes dans différents domaines de fréquences ainsi que leurs applications respectives en champ proche. Puis nous exposons les étapes nécessaires à la fabrication d'une nano-antenne annulaire métallique aux dimensions spécifiques, à l'extrémité d'une fibre optique.

La description du système d'éclairage et du montage général de caractérisation nous amène enfin à présenter l'étude d'un nouveau type de sonde que constitue une nano-antenne annulaire usinée à l'extrémité d'un micro-axicon fibré. En exploitant les propriétés d'un faisceau de Bessel polarisé polychromatique, nous accédons aux propriétés de collection de la structure annulaire. Nous mettons en évidence le fait que ces antennes peuvent collecter spécifiquement la composante longitudinale du champ électrique en polarisation radiale ou du champ magnétique en polarisation orthoradiale. L'analyse des propriétés magnétiques et électriques d'échantillons en microscopie optique champ proche s'annoncent, de ce fait, sous un nouveau jour.

**Mots clefs** : microscopie en champ proche, nano-antenne annulaire, faisceaux de Bessel polarisés, micro-axicon fibré, faisceaux d'ions focalisés (FIB), composantes longitudinales du champ électromagnétique, inductance optique, polarisation radiale et orthoradiale.

## Abstract

This work consists of the study and the implementation of a near-field optical microscopy using annular nano-antennas to distinguish electric and magnetic components of the electromagnetic field, detected close to a sample.

We present near-field microscopy by advancing the importance of intrinsic characteristics of an illumination system, and also the role of nanocollector in interaction with electromagnetic field. The antennas are one of major stake in the art to detect electromagnetic fields, then we give antennas mapping in various scope frequencies and their respective applications for near-field microscopy. We explain the fabrication in four steps of a metallic annular nano-antenna with specific size at the extremity of an optical fiber.

After describing the illumination system and the experimental setup for the optical characterization, we present the study of a new typical probe: an annular nano-antenna at the extremity of fiber micro-axicon. By running the polychromatic polarized Bessel beam properties, we can access to collection properties due to the annular structure. We show that a nano-antenna can selectively collect the longitudinal component of the electric field from a radially polarized beam and the longitudinal component of the magnetic field from an azimuthally polarized beam. Therefore, we can expect a new analyze for electric or magnetic properties of samples in near-field scanning optical microscopy.

**Key words**: near-field microscopy, annular nano-antenna, polarized Bessel beam, fiber micro-axicon, focused ion beam (FIB), longitudinal components of the electromagnetic field, optical inductance, radially and azimuthally polarization.