# Piégeage optique résonant et analyse du mouvement de nanoparticules piégées dans des cristaux photoniques à cavités creuses.

THÈSE Nº 6874 (2016)

PRÉSENTÉE LE 8 JANVIER 2016 À LA FACULTÉ DES SCIENCES DE BASE LABORATOIRE D'OPTOÉLECTRONIQUE QUANTIQUE PROGRAMME DOCTORAL EN PHOTONIQUE

### ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE

POUR L'OBTENTION DU GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

PAR

### Mario Lucien Henri TONIN

acceptée sur proposition du jury:

Prof. H. P. Herzig, président du jury Prof. R. Houdré, directeur de thèse Prof. T. Benyattou, rapporteur Prof. B. Cluzel, rapporteur Prof. L. Forró, rapporteur



Va toujours par le chemin le plus court, Et le chemin le plus court est celui tracé par la nature. — Marc Aurèle

Pour mes parents...

### Abstract

Optical trapping was used for decades in biotechnology for a broad range of applications. It can be used for remote manipulation, application of pico-Newton forces and even study DNA processes. Nevertheless, optical trapping setups can be cumbersome. In order to reduce their footprint and be able to integrate them in lab-on-chips circuits, several techniques exist. This work explores the use of hollow cavities in two dimensional photonic crystals for integrated optical trapping in lab-on-chips. Photonic crystals are excellent candidates for this application thanks to their capacity to confine light below the diffraction limit. Photonic crystals sample were fabricated at EPFL, from silicon on insulator wafers. The crystals were made on the silicon membrane 220 nm thick. The holes of the photonic crystal lattice are 250 nm in diameter. The trapping occurs inside the hollow cavity, which is 700 nm in diameter. This hollow cavity introduced a localized mode with a hexagonal symmetry. Thanks to the gradient forces from the cavity mode, we are able to trap polystyrene nano spheres with sizes ranging from 500 nm down to 250 nm. The interaction between the trapped nano sphere and the mode gives rise to back action effects. Such resonant optical trapping differs greatly from classical optical tweezers. To understand this resonant trapping and find the most important parameters, we record the motion of single nano spheres trapped inside the photonic crystal cavity. The measurement is performed with back focal plane interferometry, which allows the measurement of the motion of the tracked object in three dimensions at large sampling frequency. To use this method of detection, a special sample and microfluidic membrane had to be designed and fabricated. The microfluidic membrane is made in polymer and glass to reproduces the thickness of a microscope coverslip. High-resolution imaging is performed through this microfluidic membrane, which is also used to carry the nano spheres in microchannels and control their flow with precision. The results show that ratio of the linewidth of the resonance of the cavity to the detuned resonance wavelength caused by the presence of the trapped object is a critical parameter. The analysis of 250 nm nano spheres displays a complex behaviour, where the trapped nano spheres are jumping from one lobe of the mode to another with a frequency depending of the power coupled to the cavity. Additionally, the measurement of the power transmitted through the photonic crystal after coupling to the cavity hold a considerable amount of information. It is possible to correlate the power coupled into the cavity with the trapping position. Moreover, the transmitted power can be used to identify the operation regime of the trapping cavity, as well as the size distribution of a solution of particles. It is also demonstrated that the trapping of several nano spheres is possible within a single cavity, while the nano spheres arrange themselves in complex structures.

**Key words :** Photonic crystals, hollow cavities, nano-fabrication, resonant optical trapping, back focal plane interferometry

### Résumé

La miniaturisation des dispositifs de piégeage optique est d'un grand intérêt, en particulier pour leur intégration dans les laboratoires sur puce avec de nombreuses applications en biotechnologie. Cette thèse explore l'utilisation de cavités creuses dans des cristaux photoniques en deux dimensions comme moyen de miniaturisation des pinces optiques. En effet, ce sont d'excellents candidats grâce à leurs capacités à confiner la lumière dans des dimensions qui atteignent celles permises par la limite de diffraction. Les cristaux photoniques sont fabriqués sur place, à l'EPFL, et sont constitués d'une membrane de silicium de 220 nm d'épaisseur, avec un réseau de trous de 250 nm de diamètre. La cavité creuse est un défaut circulaire de 700 nm de diamètre qui crée un mode localisé de symétrie hexagonale. Le piégeage est réalisé à l'intérieur de la cavité, par les forces de gradient générées par le champ de la cavité creuse. Les cristaux sont utilisés pour piéger des particules de 500 nm et de 250 nm de diamètre en polystyrène. Afin de comprendre mieux le fonctionnement de ce nouveau type de piège optique, le mouvement des particules piégées est mesuré avec une méthode interférométrique qui donne accès à la position de la particule dans les trois dimensions de l'espace. Pour utiliser cette méthode, une nouvelle couche microfluidique est développée et fabriquée. Cette couche en polymère et en verre reproduit l'épaisseur d'une lamelle de microscope ce qui permet l'imagerie à haute résolution ainsi que le contrôle avec précision du flux dans les canaux microfluidiques. L'analyse subséquente des résultats obtenus nous donne un critère important sur le facteur de qualité de la cavité par rapport au décalage en longueur d'onde causé par la particule pour l'apparition d'un régime de piégeage dit "en cage". L'analyse du mouvement des particules de 250 nm de diamètre fait apparaître un comportement complexe. Les mesures de la puissance transmise après le couplage dans la cavité offrent de nombreuses informations quant à la position de piégeage dépendante de la puissance utilisée. Elles peuvent également servir à identifier le mode de fonctionnement du piégeage de la cavité, en fonction de la longueur d'onde utilisée. Finalement, la puissance transmise peut également donner des informations sur la taille et la distribution de la taille des particules piégées. Il est également démontré que le piégeage de plusieurs nanoparticules en même temps est possible. Ceci peut donner des arrangements complexes des nanoparticules dans la cavité creuse.

**Mots clefs :** Cristaux photoniques, cavités creuses, nano-fabrication, piégeage optique résonant, interférométrie dans le plan focal arrière

# Table des matières

Ał	ostrac	ct	i	
Re	Résumé iii			
Li	ste de	es figures	ix	
Li	ste de	es tableaux	xiii	
Li	ste de	es abréviations	xv	
I	Intr	oduction	1	
II	État	t de l'art : Cristaux Photoniques – Piégeage optique	5	
	II.1	Introduction	5	
	II.2	Cristaux photoniques	5	
		II.2.1 Historique	5	
		II.2.2 Principes de base – bande interdite	9	
		II.2.3 Cristaux photoniques sur membrane	16	
		II.2.4 Guidage optique	17	
		II.2.5 Cavités et facteurs de qualité	18	
		II.2.6 Cavités optiques creuses et applications	20	
	II.3	Cristaux photoniques	22	
	II.4	Piégeage optique	22	
		II.4.1 Introduction – historique	22	
		II.4.2 Théorie	24	
		II.4.3 Étalonnage de pinces optiques	28	
		II.4.4 Nanomanipulation grâce à l'optique intégrée	30	
		II.4.5 Résultats obtenus avec le piégeage en cavités creuses, rétroaction	37	
	II.5	Conclusion – Résumé	39	
II	I Fabi	rication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique	41	
	III.1	Introduction	41	
	III.2	Pabrication des cristaux photoniques	41	
		III.2.1 Modélisation	41	
		III.2.2 Étapes de fabrication	44	

		III.2.3 Préliminaires	44
		III.2.4 Lithographie électronique	44
		III.2.5 Gravure des cristaux	47
		III.2.6 Préparation à la création de la membrane	50
		III.2.7 Gravure de la membrane	51
		III.2.8 Couche anti-réflexion	52
	III.3	Fabrication de la membrane microfluidique hybride	56
		III.3.1 Vue d'ensemble	57
		III.3.2 Fabrication du moule	58
		III.3.3 Fabrication de la couche de PDMS	58
		III.3.4 Fabrication de la couche de borosilicate	59
	III.4	Assemblage et caractérisation	62
		III.4.1 Pose de la couche hybride verre/PDMS	62
		III.4.2 Caractérisation des cristaux photoniques	64
		III.4.3 Caractérisation de la microfluidique	69
	III.5	Conclusion - Résumé	75
IV	Ana	lyse du mouvement de nanoparticules piégées	77
	IV.1	Introduction	77
	IV.2	Mesures confocales	78
	IV.3	Mesures par perturbations	79
	IV.4	Microscope à force photonique	79
		IV.4.1 Principes	79
		IV.4.2 Procédé expérimental	80
		IV.4.3 Suppression des vibrations	81
		IV.4.4 Résultats	91
		IV.4.5 Cavités utilisées	94
		IV.4.6 Protocole expérimental	95
		IV.4.7 Résultats avec les nano sphères de polystyrène de 500 nm de diamètre .	97
		IV.4.8 Résultats avec les nano sphères de polystyrène de 250 nm de diamètre .	103
	IV.5	Conclusion - Résumé	106
v	Déte	ection et niégeage multinle	113
•	V.1		113
	V.2	Mesures par transmission	114
		V2.1 Principe	114
		V2.2 Mesures du décalage en longueur d'onde maximale induit par la présence	
		d'une nanoparticule	115
		V.2.3 Mesures de confinement	118
		V2.4 Mesures de taille	125
	V.3	Piégeage multiple de particules de 250 nm	128
	V4	Conclusion - Résumé	131
	·• ±		

VI Conclusion et perspectives	133
Références bibliographiques	145
Remerciements	147
Curriculum Vitae	149

# Table des figures

II.1	Arc circumzénithal	6
II.2	Coucher de soleil sur l'île de Victoria, BC	7
II.3	Papillon Morpho, détails de l'aile	7
II.4	Opale, détails de la structure crystaline	9
II.5	Cristaux photoniques 1D, 2D, 3D	9
II.6	Schéma d'un miroir de Bragg	11
II.7	Schéma du réseau direct et réciproque de cristaux 2D	13
II.8	Diagramme de bandes pour un matériau homogène et un miroir de Bragg	15
II.9	Image SEM membrane	16
II.10	Diagramme de bande et cône de lumière	16
II.11	Diagramme de bandes projeté d'un cristal 2D	17
II.12	Schémas de guides d'ondes à cristaux photoniques	18
II.13	Schémas de cavités à cristaux photoniques	19
II.14	Image SEM d'un cristal photonique de piégeage	21
II.15	Photographie de la comète C/2014 Q1 Panstarrs	23
II.16	Schéma du piégeage optique avec tracé géométrique	25
II.17	Schéma d'une onde plane incidente sur une particule et sa force résultante .	26
II.18	Schéma d'une particule polarisable soumise à un champ électrique	27
II.19	Etat de l'art, piégeage par guide d'ondes	31
II.20	Etat de l'art, piégeage par guide d'onde, suite	32
II.21	Etat de l'art, piégeage par guide d'onde à fente	33
II.22	Etat de l'art, piégeage par antenne plasmonique	33
II.23	Etat de l'art, piégeage par nano-poutres	35
II.24	Etat de l'art, piégeage de bactérie par un cristal photonique	35
II.25	Etat de l'art, piégeage de nanoparticules par cristaux photonique	36
II.26	Détection du passage d'une particule dans une cavité creuse	37
II.27	Etat de l'art, cavités cresuses	38
II.28	Etat de l'art, cavités creuses, suite	38
III.1	Diagramme de dispersion du cristal photonique 2D	42
III.2	Simulation FEM du mode de piégeage	43
III.3	Étapes de fabrication des cristaux photoniques	45
III.4	Effets de proximité lors de l'écriture électronique	46

III.5	Image des cristaux avant la gravure plasma	47
III.6	Image du profil de la gravure plasma du cristal photonique	49
III.7	Image des cristaux après la gravure plasma	49
III.8	Image des cristaux avant la gravure humide	51
III.9	Image des cristaux après la gravure humide	52
III.10	Détail de la cavité, cristal de constante de maille de 420 nm	53
III.11	Détail de la cavité, cristal de constante de maille de 440 nm	53
III.12	Image électronique du cristal photonique après la gravure humide	54
III.13	Comparaisons avant et après la pose de la couche d'anti-réflexion	54
III.14	Images électroniques de cristaux photoniques avec cavités H0	55
III.15	Étapes de fabrication du moule pour la couche fluidique en PDMS	58
III.16	Schéma du canal microfluidique	59
III.17	Schéma de la couche de verre.	59
III.18	Schéma de la gravure laser de la couche de verre.	60
III.19	Gravure laser du verre de la couche microfluidique	61
III.20	Dépôts lors de la gravure d'un trou dans la couche de verre	61
III.21	Étapes de fabrication de la couche hybride	62
III.22	Méthode d'alignement de la couche microfluidique sur les nanostructures	63
III.23	Photo de l'alignement des cristaux dans le canal microfluidique	64
III.24	Photo de l'échantillon à la fin de la fabrication	65
III.25	Méthode de mesure de la transmission et de l'émission par la surface	65
III.26	Décalage spectral de la résonance causé par l'injection d'eau	66
III.27	Transformée de Fourrier par une lentille	67
III.28	Schéma de mesure du champ proche et champ lointain	67
III.29	Champ proche et champ lointain d'une cavité de piégeage	68
III.30	Exemple de transmission et d'émission d'une cavité de piégeage	68
III.31	Simulation de l'aberration sphérique pour les couches microfluidiques	70
III.32	Comparaison de la résolution avec différentes couches microfluidiques	71
III.33	Images de cristaux obtenues avec différentes couches microfluidiques	72
III.34	Schéma de valve Quake	73
III.35	Simulation du stress et du déplacement dans les différentes couches microflui-	
	diques	74
IV.1	Schéma d'un montage confocal simple.	79
IV.2	Schéma du montage de détection des perturbations.	79
IV.3	Schéma d'une photodiode à guatre guadrants	80
IV.4	Image infrarouge de l'émission d'un cristal photonique	82
IV.5	Spot de détection pour différentes qualités de surface de l'échantillon	83
IV.6	Schéma simplifié du montage pour la détection interférométrique.	83
IV.7	Schéma du montage pour la détection des vibrations transmises par les mon-	
	tures des optiques.	85
IV.8	Mesures de bruit sur la table, tout éteint	85

### Table des figures

IV.9	Mesures du déplacement des objectifs, refroidissement actif	86
IV.10	Mesures du déplacement des objectifs, refroidissement désactivé	86
IV.11	Spectre du bruit sur la table, refroidissement actif	87
IV.12	Spectre de fréquence obtenu par la détection par PQQ	87
IV.13	Spectre du bruit sur la table causé par l'EMCCD	88
IV.14	Bruit causé par le métro	88
IV.15	Comparaison avant/après les modifications pour réduire le bruit sur la table .	89
IV.16	Schéma du montage expérimental.	90
IV.17	Taille d'une nano sphère de 500 nm par rapport à la cavité	91
IV.18	SDP avec le laser de détection	93
IV.19	Montage pour la mesure du décalage spectral de la résonance induit par une	
	nanoparticule	95
IV.20	Schéma du crystal photonique avec axes	96
IV.21	Profil de la force subie par une particule près d'une cavité de piégeage	96
IV.22	SDP pour 3 directions, particules de 500 nm piégées par la cavité	98
IV.23	Fréquence de coupure en fonction de la longueur d'onde, cavité B	99
IV.24	Puissance minimale requise pour le piégeage dans la cavité en fonction de la	
	longueur d'onde	99
IV.25	Evolution de la fréquence de coupure en fonction de la longueur d'onde, cavités	
	A et C	100
IV.26	Schéma de l'interaction entre le champ optique et la particule	102
IV.27	Schéma à l'échelle représentant la cavité ainsi qu'une particule de 250 nm	103
IV.28	SDP sur X, particule de 500 nm pour la cavité A, longueur d'onde $\lambda_0$	104
IV.29	SDP sur Y, particule de 500 nm pour la cavité A, longueur d'onde $\lambda_0$	105
IV.30	SDP sur Z, particule de 500 nm pour la cavité A, longueur d'onde $\lambda_0$	105
IV.31	SDP pour la cavité B, particules de 250 nm, mesuré sur le canal Z	107
IV.32	SDP pour la cavité B, particules de 250 nm, mesuré sur le canal Y	108
IV.33	SDP pour la cavité B, particules de 250 nm, mesuré sur le canal X	109
IV.34	SDP pour la cavité C, mesuré sur le canal X	110
IV.35	SDP pour la cavité C, mesuré sur le canal Y. Le niveau de bruit empêche toute	
	interprétation.	111
IV.36	SDP pour la cavité C, mesuré sur le canal Z	112
V.1	Simulations de l'évolution du facteur de qualité pour différents déplacements	114
V.2	Schéma de mesure de la puissance transmise	117
V.3	Histogramme de la puissance transmise lors du piégeage de particules de	
	500 nm de diamètre	117
V.4	Spectre de transmission de la cavité autour de sa résonance	119
V.5	Histogramme de la transmission, régime "cage"	119
V.6	Schéma explicatif de la transmission pour le piégeage en régime "cage"	120
V.7	Simulations de la force exercée sur la particule en fonction de sa position dans	
	la cavité	121

### Table des figures

V.8	Histogramme de la transmission, régime intermédiaire	122
V.9	Schéma explicatif de la transmission, piégeage en régime intermédiaire	123
V.10	Histogramme de la transmission, régime "classique"	124
V.11	Schéma explicatif de la transmission pour le piégeage en régime "classique" .	124
V.12	Simulations du décalage de la résonance en fonction de différents paramètres	
	de la particule piégée	125
V.13	Identification de la taille d'une nano particule	126
V.14	Schéma du piégeage de deux particules de 500 nm de diamètre dans la cavité	
	creuse	128
V.15	Arrangement de 3, 4 er 6 particules de 250 nm dans la cavité	129
V.16	Arrangement de 12 particules de 250 nm dans la cavité	129
V.17	Schéma de la transmission lors du piégeage multiple de petites particules	130
V.18	Mesure de l'émission par la surface lors du piégeage de 6 nanoparticules de	
	250 nm de diamètre dans la cavité	130

# Liste des tableaux

II.1	Ordre de grandeurs de forces exercées en nano manipulation et en biologie .	23
III.1	Paramètres utilisés pour la fabrication des cristaux de piégeage.	43
III.2	Taille des échantillons	44
III.3	Paramètres de lithographie	46
III.4	Comparaisons entre différents matériaux pour la microfluidique	56
III.5	Propriétés optiques de différents matériaux pour la microfluidique	69
TV 1	Coofficiente expérimentaux D et facteurs de propertiennelité correspondente	02
1 V. 1	Coemcients experimentaux D et facteurs de proportionnante correspondants.	92
IV.2	Coefficient de diffusion expérimental	93
IV.3	Tableau récapitulatif des caractéristiques des cavités utilisées	95
V.1	Paramètres de modélisation de la résonance	116
V.2	Statistique expérimentale de la taille de solutions de nano particules	127

# Liste des abréviations

PDMS	polydiméthylsiloxane
UV	ultraviolet
LED	diode électroluminescente
SEM	microscope électronique à balayage
FEM	méthode par éléments finis
FDTD	méthode de différences finies dans le domaine temporel
PWE	méthode de décomposition en ondes planes
TE	onde transverse électrique
TM	onde transverse magnétique
RTI	réflexion totale interne
$\Delta\lambda$	largeur de la résonance d'une cavité en longueur d'onde
$\delta\lambda$	décalage de la longueur d'onde de résonance d'une cavité
$\lambda_0$	longueur d'onde de résonance d'une cavité à vide
ADN	acide désoxyribonucléique
ARN	acide ribonucléique
BSA	albumine sérique bovine
AFM	microscope à force atomique
$f_c$	fréquence de coupure
PQQ	photodiode à quatre quadrants
IPFA	interférométrie en plan focal arrière
SDP	spectre de densité de puissance
SERS	diffusion Raman exaltée par effet de surface
SOI	silicium sur Isolant
IPA	isopropanol
HF	acide fluorhydrique
AR	anti-réflexion
PS	polystyrène
DLW	écriture directe Laser
TMCS	chlorotriméthylsilane
<b>O.N.</b>	ouverture numérique
EMCCD	caméra à multiplication d'électrons

## I Introduction

Depuis leur démonstration par Ashkin en 1986, les pinces optiques sont devenues des instruments de choix pour les applications en biologie. C'est en grande partie du au fait que le piégeage optique est capable de manipuler sans contact des objets fragiles, mais également de mesurer des forces de l'ordre du pN relativement facilement. Le principe de piégeage repose sur la focalisation de la lumière d'un faisceau laser afin de créer une force qui est proportionnelle au gradient du champ optique au point focal. En pratique, l'utilisation d'un objectif de microscope de grande ouverture numérique est nécessaire. Toutefois, quelques problèmes peuvent apparaître si la puissance du laser est trop élevée. L'objet piégé peut être endommagé par l'excès de lumière. De plus, les montages de pinces optiques ne sont pas très facilement transportables et prennent beaucoup de place, au minimum la place d'un microscope. Finalement, la taille du faisceau focalisé est limitée par la diffraction. Il n'est donc pas possible de piéger de très petites particules sans utiliser des puissances extrêmement élevées.

Ce dernier point est un problème intéressant car depuis les 20 dernières années, de nombreux efforts ont été dirigés vers le développement de laboratoires sur puce (lab-on-a-chip). Le but est de fabriquer une puce sur laquelle il est possible d'analyser des échantillons, en réduisant au maximum le besoin d'instruments auxiliaires. De nombreuses machines de laboratoires ont trouvé un remplacement dans le monde de la microfluidique, comme les mixeurs, les centrifugeuses et les pompes. Les instruments de mesure sont également miniaturisés, au point de pouvoir intégrer une quantité de détecteurs sur une petite surface pour de nombreux composés tels des gaz, liquides et molécules diverses. Il est également possible d'intégrer des lentilles tout comme des spectromètres et autres cytomètres "de poche" à l'intérieur d'une simple puce de quelques cm<sup>2</sup>.

Il est donc intéressant de trouver un moyen afin de pouvoir intégrer les pinces optiques dans la catégorie d'outils miniaturisés pour une utilisation dans les laboratoires sur puce. De nombreuses études se sont intéressées à ce problème, avec différentes approches à la clé. Pour

#### **Chapitre I. Introduction**

toutes ces méthodes, le principe reste le même : utiliser la force de gradient pour piéger, et donc trouver un moyen de confiner le plus possible la lumière. Ainsi, de nombreux groupes de recherche piègent les particules avec le champ optique évanescent produit par un guide d'ondes. La particule se trouve piégée au-dessus du guide et éventuellement se déplace le long du guide d'ondes sous l'influence de la lumière. Une autre approche est l'utilisation de structures plasmoniques confinant le champ optique dans des dimensions très petites, bien en dessous de la limite de diffraction.

Les cristaux photoniques permettent également le confinement de la lumière grâce aux cavités optiques, ce qui en fait d'excellents candidats pour le piégeage optique intégré sur puce. La fabrication des cristaux peut être problématique, mais dans le cas de cristaux photoniques sur silicium, les procédés de fabrication ont été développés et sont maîtrisés depuis plus de 30 ans grâce aux semi-conducteurs. Il existe de nombreuses applications possibles pour les cristaux photoniques dans les cristaux photoniques sont très étudiées en particulier. Leur facteur de qualité et leur faible volume de mode permettent d'obtenir des gradients de champs optiques très élevés, ce qui est une bonne nouvelle pour les applications de piégeage optique.

Dans ce travail de thèse, des cristaux photoniques à cavité creuse sont utilisés pour le piégeage de nanoparticules de polystyrène dont la taille est comprise entre 250 nm et 500 nm avec une faible puissance ( $\approx 100 \ \mu$ W) guidée. Ces cristaux photoniques sont conçus et fabriqués dans les salles blanches de l'EPFL à l'ICMP et au CMI à partir de galettes de silicium. Une couche microfluidique est développée pour être déposée sur les cristaux photoniques. Cette couche microfluidique est composée d'un assemblage polydiméthylsiloxane/verre de la finesse d'une lame de microscope, spécialement pensée pour obtenir une résolution élevée lors de l'imagerie avec un objectif de microscope à immersion. De plus, elle présente une très bonne résistance à la pression d'injection (jusqu'à 7 bars), et aux produits comme l'huile à immersion que ne possèdent pas les couches microfluidiques habituellement faites en PDMS. L'alliance entre le verre et le PDMS permet de tirer parti des avantages des deux matériaux en limitant les inconvénients de chacun.

Le piégeage de nanoparticules de polystyrène est étudié en mesurant leurs déplacements à l'intérieur de la cavité creuse. Le déplacement des particules peut en effet être relié à l'efficacité du piège ainsi qu'aux forces exercées sur la particule. Ces mesures permettent d'identifier les deux modes de piégeage causés par la rétroaction entre la position de la particule dans la cavité et le champ électromagnétique de piégeage. L'un de ces modes en particulier est très intéressant car il permet le piégeage de particules dans un minimum dynamique d'intensité optique : la particule ne déclenche le piège que lorsqu'elle est poussée en dehors de la position d'équilibre qui est à l'intérieur de la cavité. Cet effet serait très utile pour le piégeage d'objets sensibles à la lumière ou aux fortes variations de températures qui peuvent survenir dans un piège classique. L'impact de différentes cavités avec des facteurs de qualité variant entre 1300

et 3000 dans de l'eau est étudié.

Le premier chapitre est une introduction aux cristaux photoniques, avec une plus grande importance mise sur les termes et les concepts qui sont utilisés tout au long de la thèse. Il y est alors principalement question de cristaux photoniques en silicium sur une membrane, et de cavités creuses. La seconde partie de ce chapitre est une introduction au piégeage optique. Il y est question du piégeage classique avec un intérêt particulier sur l'origine des forces optiques provenant du gradient du champ électromagnétique, ainsi que sur l'étalonnage d'une pince optique. L'état de l'art donne la situation actuelle du piégeage optique intégré, avec le piégeage sur guide d'ondes, les pièges plasmoniques, et le piégeage avec les cristaux photoniques. Finalement, les résultats obtenus précédemment dans le laboratoire au sujet du piégeage en cavités creuses sont présentés.

Le second chapitre décrit la fabrication des échantillons et est divisé en trois parties. La première partie concerne la fabrication de cristaux photoniques 2D sur membrane en silicium, avec les détails nécessaires à la réalisation d'un échantillon fonctionnel. La deuxième partie est centrée sur le développement la fabrication de la couche microfluidique hybride. La troisième s'intéresse à l'assemblage final de l'échantillon et à sa caractérisation de base.

Le troisième chapitre détaille les expériences de mesures de position des nanoparticules ainsi que des mesures de forces réalisées avec les échantillons fabriqués. La mesure de la position par interférométrie en plan focal arrière y est expliquée en détails. Le montage optique est modifié par rapport au montage original pour intégrer le dispositif de mesures interférométriques, en réduisant au maximum le bruit mécanique qui perturbe les mesures. Le mouvement de nanoparticules de 500 nm et 250 nm de diamètre en polystyrène piégées est étudié en fonction du facteur de qualité de la cavité, et de la longueur d'onde d'excitation de la cavité.

Finalement, **le quatrième chapitre** traite d'expériences complémentaires réalisées avec les cavités creuses. Il y est question de mesurer de façon rapide le décalage en longueur d'onde causé par la présence de la particule dans la cavité. Des informations supplémentaires sur le piégeage sont obtenues grâce aux histogrammes de la puissance transmise, comme la distribution de la taille des particules. Les conformations avec lesquelles les particules de 250 nm de diamètre peuvent s'arranger dans la cavité sont également étudiées.

Ce projet a été effectué en particulier avec le soutien financier du Fonds National Suisse pour la recherche scientifique, #200020\_153538.

# État de l'art : Cristaux Photoniques – Piégeage optique

### **II.1** Introduction

Dans ce chapitre, les notions principales qui font l'objet de cette thèse sont définies. La première partie de ce chapitre se concentre sur les cristaux photoniques, avec une section sur l'origine de la bande interdite. Nous nous intéressons ensuite des cristaux photoniques sur membrane, des guides d'ondes et des cavités à cristaux photoniques ainsi qu'un état de l'art sur le sujet. La seconde partie traite du piégeage optique. Nous verrons alors les forces de gradient et leurs nombreuses applications pour la micro et nano manipulation.

### **II.2** Cristaux photoniques

#### **II.2.1** Historique

La couleur est omniprésente dans la nature. Il existe deux grandes familles de phénomènes à son origine. La première grande famille provient des différents processus d'émission de la lumière. La lumière va avoir un spectre particulier qui dépend du phénomène qui l'a créée. Dans le cas d'une émission due à la chaleur, il faut s'intéresser au spectre d'émission du corps noir, modulé par les caractéristiques d'émissivité du matériau qui émet la lumière. Le spectre obtenu est alors continu sur une large gamme de longueur d'onde, comprise généralement entre les UV et l'infrarouge lointain, avec un pic dépendant de la température. Les lampes à incandescence, les métaux en fusion sont des sources lumineuses qui émettent en moyenne comme un corps noir, en ignorant les pics d'émission et d'absorption dus aux transitions atomiques. La lumière provenant du soleil est un exemple imparfait, mais dont le spectre d'émission se rapproche de celui d'un corps noir chauffé à 5800 K avec un maximum d'émission dans le vert. La lumière peut également être émise par la désexcitation de transitions atomiques. La lumière émise aura alors un spectre discret, qui dépend des transitions considérées. C'est par exemple le cas des lampes à arc, de la lumière laser et des LED. Les transitions atomiques peuvent également absorber certaines longueurs d'onde, ce qui va faire apparaître des raies dans les spectres d'absorption, comme pour le soleil par exemple.

#### Chapitre II. État de l'art : Cristaux Photoniques - Piégeage optique



FIGURE II.1 – a) Arc circumzénithal (ACZ) et arc supralatéral (ASL) causés par la dispersion de la lumière à travers des cristaux de glace de forme hexagonale. Photo M. Tonin. b) Image microscope de cristaux de glace[11] c) Chemin lumineux d'un faisceau de lumière blanche décomposé par la dispersion dans un cristal de glace lors de la création d'un ACZ.

La seconde grande famille à l'origine des couleurs repose sur le principe d'élimination et de réflection d'une partie du spectre de la lumière incidente, provenant du Soleil dans la nature. L'élimination de la lumière peut se faire de plusieurs façons. Tout d'abord, il peut s'agir de disperser la lumière tel un prisme. L'indice de réfraction du verre constituant le prisme étant dépendant de la longueur d'onde, l'angle formé par un faisceau rouge sera moins grand que l'angle formé par le faisceau bleu par rapport au faisceau de lumière blanche incident. Ce phénomène est présent dans les arcs-en-ciel et également dans les nuages de cristaux de glace, formant des arcs circumzénithaux (ACZ)[11]. Un ACZ est formé lors de la présence dans l'atmosphère de cristaux de glace hexagonaux et plats comme dans la figure II.1-b). Ce type de cristal est également à l'origine des parhélie (les faux-soleils). Un faisceau lumineux incident sur la surface hexagonale est dévié dans le cristal d'un angle en fonction de la longueur d'onde de la même manière qu'un prisme disperse la lumière blanche. En sortie, le faisceau bleu est plus dévié que le faisceau rouge, ce qui donne cet aspect particulier II.1-a).

La diffusion de la lumière par des atomes peut également être à l'origine de la couleur. Ainsi, le ciel est bleu à cause de la diffusion de la lumière blanche sur les atomes de gaz constituant l'atmosphère. La longueur d'onde étant beaucoup plus grande que la taille des atomes, la diffusion de Rayleigh implique que la lumière sera d'autant plus diffusée que sa longueur d'onde sera petite. Les ultra-violets et le spectre bleu sont alors beaucoup plus diffusés que les longueurs d'onde vertes et rouges qui passent sans trop interagir avec les atomes de l'atmosphère. Pour cette raison, le soleil apparaît jaune à travers l'atmosphère car une partie de la lumière bleue se trouve diffusée ailleurs que dans la direction de l'oeil. Cet effet est exacerbé lors des couchers de soleil car l'épaisseur d'atmosphère traversée est augmentée (cf. figure II.2).



FIGURE II.2 – Coucher de soleil sur l'île de Victoria, près de Vancouver. Photo M. Tonin.



FIGURE II.3 – a) Papillon Morpho photographié de face b) même papillon photographié avec un angle d'environ 30° à la verticale des ailes. Photo M. Tonin. c) Détails des écailles des ailes de papillon Morpho par microscopie électronique [12]

En plus de la diffusion et de la dispersion de la lumière, la couleur peut provenir de l'interaction entre la lumière blanche avec les transitions atomiques. C'est par exemple ce qui se passe pour les pigments naturels. Ce sont en général des métaux, des oxydes ou des composés organiques dans lesquels certaines transitions électroniques entre deux ou plusieurs niveaux peuvent être excitées par l'absorption de photons d'une certaine longueur d'onde. Le spectre réfléchi par le pigment est alors le spectre incident auquel est soustrait le spectre d'absorption dû à ces transitions électroniques. Ces pigments ont été utilisés par les hommes depuis l'antiquité dans les arts et les vêtements. L'un des caractères de ces pigments est le fait que leurs couleurs restent inchangées quelque soit l'angle d'observation.

Une autre source de couleurs provient de la structuration des matériaux[13]. Ce principe fut pour la première fois étudié et reporté dans "Micrographia" par Hooke en 1665 par l'observation de plumes de paon et de canard dont les couleurs étaient modifiées lorsque les plumes étaient mouillées. Une première explication du phénomène fut donnée par Newton dans "Optiks". Raman en 1934 conclut que la couleur bleue des plumes de paon devait provenir d'un effet différent de la diffusion, mais plutôt être causée par des interférences [14]. En effet, les interférences sont bien à l'origine de l'iridescence des plumes, de la même façon que des franges colorées apparaissent dans les nuages opalescents ou sur les surfaces des bulles de savon. Ce phénomène d'interférence survient dans le cas des bulles de savon à cause de la réflexion de la lumière sur deux dioptres très proches l'un de l'autre, de l'ordre de quelques longueurs d'onde. La lumière réfléchie par le premier dioptre va interférer de manière destructive ou constructive avec la partie de la lumière réfléchie par le second dioptre en fonction de la longueur d'onde. Ainsi, certaines lumières ne sont pas réfléchies mais entièrement transmises et la surface paraît colorée. Grâce à la sélection naturelle et l'évolution, ces structures se sont compliquées et ont trouvé leur place chez de nombreux animaux. L'un des exemples le plus connu est le papillon morpho dont les ailes réfléchissent une couleur bleue intense comme sur les photos II.3a) et b). Les ailes sont composées d'écailles en chitine, une molécule semblable à la kératine chez les mammifères qui est de couleur blanche. Le bleu provient de la structuration nanométrique de la chitine afin de former des structures semblables à des cristaux photoniques capables de réfléchir une partie donnée du spectre bleu. Cette structuration est bien apparente dans les images SEM II.3. Tout comme pour les plumes de canard, le fait d'immerger les ailes de papillon morpho dans de l'eau pure change la couleur des ailes. Ce type de structure est présent chez de nombreux insectes tels les Buprestidae [15], ainsi que chez les oiseaux comme le colibri [16] et bien d'autres. Les minéraux également présentent ce type de coloration, en particulier les opales comme sur la figure II.4a). L'observation au microscope électronique montre que l'opale est en fait constituée uniquement de nanoparticules de silice de couleur transparente (cf. II.4b)). L'arrangement de ces nanoparticules de silice ainsi que leur taille uniforme créent un arrangement sous la forme d'un cristal dans lequel les phénomènes d'interférence autorisent la transmission de certaines longueurs d'onde uniquement, ce qui donne la couleur à la pierre. Dans tous ces cas de coloration structurée, la couleur réfléchie dépend de l'angle d'illumination ainsi que de l'angle d'observation. Ce principe a été adapté à la photographie couleur par Gabriel Lippmann en 1891. Dans son procédé, la lumière provenant de la scène à photographier entre dans l'objectif et est réfléchie par une couche de mercure derrière une plaque photosensible. Ceci produit des interférences qui sont enregistrées sur la plaque photosensible initialement quasi-transparente constituée d'halogénure d'argent. Après l'exposition et le développement de la plaque, il se forme de nombreuses couches d'argent d'épaisseur nanométrique. Grâce à l'interférence avec la lumière naturelle, ces couches permettent de retrouver les couleurs originales de la scène photographiée, sans l'utilisation de pigments [17].

Ces exemples de couleurs provenant de la structuration nanométrique sont tous des exemples de cristaux photoniques visibles dans la nature. Un cristal photonique étant un matériau dont l'indice de réfraction présente une modulation dans un, deux ou trois axes. De tels cristaux réfléchissent une certaine bande spectrale appelée bande interdite par analogie aux semi-conducteurs.

Eli Yablonovitch en 1991[19] fut le premier à exprimer l'idée de fabriquer ces cristaux photoniques en laboratoire afin de tirer parti de la bande interdite photonique. Il démontre alors la fabrication de cristaux en trois dimensions par simple perçage d'un matériau suivant trois directions différentes afin de reproduire un cristal cubique à face centrée d'éléments non sphériques. La notion de bande interdite est déjà développée pour le domaine des semiconducteurs mais elle nécessite des adaptations pour pouvoir être utilisée dans le domaine de la photonique. Grâce aux avancées en matière de nano-fabrication et de simulation par

#### **II.2.** Cristaux photoniques



FIGURE II.4 – a) Opale présentant une iridescence bleue et verte. Photo M. Tonin. b) Image au microscope électronique d'une opale artificielle[18]



FIGURE II.5 – a) Cristaux photoniques 1D b) 2D c) 3D

ordinateurs, les cristaux photoniques deviennent de plus en plus populaires, en particulier pour la photonique intégrée. Il est en effet possible de fabriquer des cristaux afin d'obtenir différents effets, en passant du guide d'ondes et des cavités optiques à des effets plus compliqués comme la lumière lente et la réfraction négative entre autres[20, 21, 3].

#### **II.2.2** Principes de base – bande interdite[1, 2, 3, 4]

Les cristaux photoniques sont des structures dont la permittivité relative est périodique selon N dimensions (N=1,2 ou 3, voir figure II.5). La permittivité relative se note  $\epsilon_r(\mathbf{r})$  où  $\mathbf{r}$  est un vecteur de position. On supposera dans la suite de ce chapitre que  $\epsilon_r(\mathbf{r})$  ne dépend pas de la longueur d'onde. Le vecteur de position  $\mathbf{r}$  peut se décomposer selon les vecteurs de la base du réseau direct du cristal notés  $\mathbf{a}_i$  avec  $i \in \{1, N\}$ . Le vecteur de position peut alors être écrit :

$$\boldsymbol{r} = \sum_{i=1,N} p_i \boldsymbol{a}_i \quad p_i \in \mathbb{R}$$
(II.1)

Les équations de Maxwell en U.S.I (Unités du Système International) sont :

$$\nabla \cdot \boldsymbol{B}(\boldsymbol{r}, t) = 0, \qquad \nabla \times \boldsymbol{E}(\boldsymbol{r}, t) + \frac{\partial \boldsymbol{B}(\boldsymbol{r}, t)}{\partial t} = \boldsymbol{0}$$
(II.2)  
$$\nabla \cdot \boldsymbol{D}(\boldsymbol{r}, t) = \rho, \quad \nabla \times \boldsymbol{H}(\boldsymbol{r}, t) - \frac{\partial \boldsymbol{D}(\boldsymbol{r}, t)}{\partial t} = \boldsymbol{J}(\boldsymbol{r}, t)$$

Dans ces équations,  $E(\mathbf{r}, t)$  et  $H(\mathbf{r}, t)$  sont les champs électriques et magnétiques, le champ de déplacement est noté  $D(\mathbf{r}, t) = \epsilon E(\mathbf{r}, t) = \epsilon_0 \epsilon_r E(\mathbf{r}, t)$ , le champ d'induction magnétique est noté  $B(\mathbf{r}, t) = \mu H(\mathbf{r}, t) = \mu_0 \mu_r B(\mathbf{r}, t)$ .  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  H/m est la perméabilité magnétique du vide,  $\mu_r$  la perméabilité relative qui sera prise égale à 1 pour le silicium,  $\rho$  et  $J(\mathbf{r}, t)$  la densité de charge et la densité de courant. Dans le cas d'un cristal photonique simple sans charges électriques extérieures, on peut noter  $\rho = 0$  et  $J(\mathbf{r}, t) = \mathbf{0}$ .

On cherche une solution harmonique pour laquelle le champ électrique et le champ magnétique sont des champs oscillants sinusoïdaux dont l'amplitude est indépendante du temps t. $E(\mathbf{r}, t)$  et  $H(\mathbf{r}, t)$  s'écrivent alors sous la forme :

$$E(\mathbf{r}, t) = E(r)e^{-i\omega t}$$

$$H(\mathbf{r}, t) = H(r)e^{-i\omega t}$$
(II.3)

A partir des équations II.2 et II.3, on retrouve l'équation de propagation satisfaite par le champ électrique E(r):

$$\frac{1}{\epsilon_r(\mathbf{r})} \nabla \times (\nabla \times E(\mathbf{r})) = \frac{\omega^2}{c^2} E(\mathbf{r})$$
(II.4)

Que l'on peut également écrire de la façon suivante :

$$\hat{\mathcal{O}}_E \boldsymbol{E}(\boldsymbol{r}) = \frac{\omega^2}{c^2} \boldsymbol{E}(\boldsymbol{r}) \tag{II.5}$$

avec  $c = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}}$  et  $\hat{\mathcal{O}}_E = \frac{1}{\epsilon_r(\mathbf{r})} \nabla \times [\nabla \times 1' \text{opérateur de champ agissant sur } \mathbf{E}.$ 

De façon similaire, le champ magnétique H(r) doit être en mesure de satisfaire la relation :

$$\hat{\mathscr{O}}_H \boldsymbol{H}(\boldsymbol{r}) = \frac{\omega^2}{c^2} \boldsymbol{H}(\boldsymbol{r}) \tag{II.6}$$

où  $\hat{\mathcal{O}}_H = \nabla \times \left[\frac{1}{\epsilon_r(\mathbf{r})} \nabla \times \right]$ 'opérateur de champ agissant sur  $\mathbf{H}$ .

Ainsi, les vecteurs propres **H**(**r**) de l'équation II.6 et les vecteurs propres **E**(**r**) de l'équation II.5 sont les modes permis et les valeurs propres  $\left(\frac{\omega}{c}\right)^2$  sont proportionnelles au carré de la

fréquence de ces modes.

Pour les matériaux transparents et non absorbants,  $\epsilon_r(\mathbf{r})$  est un nombre réel positif. Plusieurs cas sont possibles pour  $\epsilon_r(\mathbf{r})$ . Il est par exemple possible d'imaginer un matériau homogène dans les trois dimensions, ce qui donne  $\epsilon_r(\mathbf{r}) = \epsilon_r$ . Dans ce cas, l'équation du champ électrique et du champ magnétique dont le vecteur d'onde est  $\mathbf{k}$  est simplement de la forme :

$$E_{k}(\mathbf{r}) = E_{0}e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}$$

$$H_{k}(\mathbf{r}) = H_{0}e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}$$
(II.7)

en prenant  $E_0$  et  $H_0$  des vecteurs d'amplitude constante. Les équations II.7 sont des solutions de l'équation de propagation II.4. En remplaçant l'une dans l'autre, on obtient l'équation de dispersion pour un matériau homogène de dimensions infinies :

$$\omega(k) = \frac{|\mathbf{k}|c}{\sqrt{\epsilon_r}} \tag{II.8}$$

Dans le cas où la périodicité du cristal est selon une dimension (axe **z** par exemple), la structure obtenue est un miroir de Bragg dont la maille élémentaire est composée d'une couche de matériau d'indice de réfraction élevé  $\epsilon_1$  et d'une couche de matériau de faible indice de réfraction  $\epsilon_2$  de telle sorte que l'épaisseur totale de la maille élémentaire est égale à *a* (cf. figure II.6). Le réseau réciproque est dessiné dans la figure II.6, avec comme maille élémentaire  $b = 2\pi/a$ .

Il est possible d'introduire un opérateur de translation  $\hat{\mathcal{T}}_{\mathbf{T}}$  tel que  $\hat{\mathcal{T}}_{\mathbf{T}}\epsilon(\mathbf{r}) = \epsilon(\mathbf{r} + \mathbf{T})$  avec  $\mathbf{T} = la\mathbf{z}$  où l est un entier. A cause de la symétrie du miroir de Bragg et de la périodicité de  $\epsilon_r$  selon l'axe  $\mathbf{z}$ , l'opérateur  $\hat{\mathcal{O}}$  doit commuter avec tous les opérateurs de translation dans le plan (xy) et avec les opérateurs de translation selon l'axe  $\mathbf{z}$  de vecteur  $\mathbf{T}$ . Ainsi, les modes de  $\hat{\mathcal{O}}$  sont les fonctions propres des deux opérateurs de translation



FIGURE II.6 – Schéma d'un miroir de Bragg de période a, avec la représentation de son réseau direct et réciproque.

 $\hat{\mathscr{T}}_{\mathbf{T}}$  et  $\hat{\mathscr{T}}_{\boldsymbol{\rho}}$  où  $\boldsymbol{\rho} = s\mathbf{x} + t\mathbf{y}$  avec *s* et *t* des réels. Les fonctions propres sont des ondes planes de la forme  $\mathbf{E}(\mathbf{r}) = \mathbf{E}_0 e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}$ , en notant le vecteur d'onde  $\mathbf{k} = k_x\mathbf{x} + k_y\mathbf{y} + k_z\mathbf{z}$ . Il est trivial de montrer que des ondes planes sont des fonctions propres des opérateurs  $\hat{\mathscr{T}}_{\mathbf{T}}$  et  $\hat{\mathscr{T}}_{\boldsymbol{\rho}}$ :

$$\hat{\mathcal{T}}_{\mathbf{T}} e^{ik_z z} = (e^{-ik_z la}) e^{ik_z z}$$

$$\hat{\mathcal{T}}_{\mathbf{\rho}} e^{i(k_x x + k_y y)} = (e^{-i\mathbf{k}_\lambda \cdot \mathbf{\rho}}) e^{i(k_x x + k_y y)}$$
(II.9)

avec  $\mathbf{k}_{11} = k_x \mathbf{x} + k_y \mathbf{y}$  le vecteur d'onde parallèle au plan (xy).

Les modes peuvent être classés en fonction de leur vecteur d'onde  $\mathbf{k}_{\backslash\backslash}$  pour le plan perpendiculaire à l'axe  $\mathbf{z}$ , par  $k_z$  pour la propagation de l'onde selon l'axe  $\mathbf{z}$ . Il est important de se rendre compte que les fonctions propres sont périodiques selon l'axe  $\mathbf{z}$  dans l'espace réciproque. Ainsi, un même vecteur d'onde peut se référer à plusieurs modes : les modes ayant un vecteur d'onde de la forme :  $k_z + m\left(\frac{2\pi}{a}\right)$  avec m un entier représentant la même valeur propre de  $\hat{\mathcal{T}}_{\mathbf{T}}$  égale à  $e^{-ik_z la}$ . Or, comme les équations II.9 sont linéaires, une combinaison linéaire des modes dégénérés qui sont des solutions de II.9 est également une solution. On trouve donc que l'on peut mettre les solutions sous la forme :

$$\boldsymbol{E}_{\boldsymbol{k}_{\backslash\backslash},\boldsymbol{k}_{z}}(\boldsymbol{r}) = e^{i\boldsymbol{k}_{\backslash\backslash}}\boldsymbol{\rho}\sum_{m} \boldsymbol{E}_{\boldsymbol{k}_{z},m} e^{i\left(\boldsymbol{k}_{z}+m\left(\frac{2\pi}{a}\right)\right)\boldsymbol{z}} = e^{i(\boldsymbol{k}_{\backslash\backslash}}\boldsymbol{\rho}+\boldsymbol{k}_{z}\boldsymbol{z})}\sum_{m} \boldsymbol{E}_{\boldsymbol{k}_{z},m} e^{imb\boldsymbol{z}}$$
(II.10)

En notant  $b = \frac{2\pi}{a}$ . Ce résultat provient du théorème de Floquet-Bloch qui stipule que les fonctions propres des opérateurs  $\hat{\mathcal{O}}$  et  $\hat{\mathcal{T}}$  sont écrites sous la forme d'une onde plane  $e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}$  multipliée par une série de Fourrier  $\sum_{m} \mathbf{E}_{k_z,m} e^{imbz}$ .

En généralisant à un cas où la périodicité de  $\epsilon_r$  est à N dimensions, les vecteurs  $\mathbf{b}_j$  avec  $j \in [1, N]$  sont des vecteurs de maille appartenant au réseau réciproque reliés aux vecteurs de maille du réseau direct  $\mathbf{a}_i$  par la relation :

$$\boldsymbol{b}_{j} \cdot \boldsymbol{a}_{i} = 2\pi \delta_{ij} \quad \forall i, j \in [1, N], \text{ avec } \delta \text{ le symbole de Kronecker.}$$
 (II.11)

Des exemples de maille réciproque pour un cristal 2D de maille directe carrée et triangulaire ainsi que leur zone de Brillouin irréductible sont représentés dans la figure II.7.

De même, l'application du théorème de Floquet-Bloch au cas d'un cristal photonique de N dimensions donne la relation générale pour les modes de Bloch :

$$\boldsymbol{E}(\boldsymbol{r}) = e^{i\boldsymbol{k}\cdot\boldsymbol{r}} \sum_{\boldsymbol{G}} \boldsymbol{E}(\boldsymbol{G}) e^{i\boldsymbol{G}\cdot\boldsymbol{r}}$$
(II.12)

 $\epsilon_r(\mathbf{r})$  étant également une fonction périodique, il est possible de l'écrire sous la forme d'une série de Fourrier :

$$\epsilon_r(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{G}''} \hat{\epsilon}(\mathbf{G}'') e^{i\mathbf{G}'' \cdot \mathbf{r}}$$
(II.13)

avec **G** et **G**" des combinaisons linéaires de vecteurs de la maille réciproque du cristal photonique. En remplaçant II.12 et II.13 dans II.4, et en utilisant les relations vectorielles :

$$\nabla \times (\Psi \mathbf{A}) = \nabla \Psi \times \mathbf{A} + \Psi \nabla \times \mathbf{A} \tag{II.14}$$



FIGURE II.7 – Réseaux direct et réciproque pour deux cristaux photoniques 2D de maille carrée et de maille triangulaire. La première zone de Brillouin est représentée en gris clair. La zone de Brillouin irréductible est représentée en bleu clair avec un vecteur d'onde arbitraire **k** en rouge.

on obtient l'équation suivante :

$$\sum_{\mathbf{G}} (i\mathbf{k} + \mathbf{G}) \times [(i\mathbf{k} + \mathbf{G}) \times \mathbf{E}(\mathbf{G})] e^{i(\mathbf{k} + \mathbf{G}) \cdot \mathbf{r}} = \left(\frac{\omega}{c}\right)^2 \sum_{\mathbf{G}''} \hat{\epsilon}(\mathbf{G}'') e^{i\mathbf{G}'' \cdot \mathbf{r}} \sum_{\mathbf{G}} \mathbf{E}(\mathbf{G}) e^{i(\mathbf{k} + \mathbf{G}) \cdot \mathbf{r}}$$
(II.15)

Que l'on peut simplifier en utilisant G' = G - G'' et en projetant sur les fonctions de base  $e^{i(k+G)}$ :

$$(\boldsymbol{k} + \boldsymbol{G}) \times [(\boldsymbol{k} + \boldsymbol{G}) \times \boldsymbol{E}_{\mathbf{G}}] + \frac{\omega^2}{c^2} \sum_{\boldsymbol{G}'} \hat{c}(\boldsymbol{G} - \boldsymbol{G}') \boldsymbol{E}(\boldsymbol{G}') = 0$$
(II.16)

La résolution de ce système d'équations permet d'obtenir l'équation de dispersion pour n'importe quel cristal photonique.

Si l'on reprend l'exemple du miroir de Bragg, on peut supposer pour simplifier que la variation périodique de l'indice de réfraction suit une sinusoïde :

$$\epsilon_r(z) = \epsilon_{r,m} + \epsilon_{r,s} \sin \frac{2\pi}{a_z} z = \epsilon_{r,m} + \frac{\epsilon_{r,s}}{2i} \left( e^{\left(i\frac{2\pi}{a_z}z\right)} + e^{\left(-i\frac{2\pi}{a_z}z\right)} \right)$$
(II.17)

13

La décomposition de  $\epsilon_r(z)$  en série de Fourrier donne donc 3 termes non nuls :

$$\epsilon_r(0) = \epsilon_{r,m} \qquad \epsilon_r \left(\frac{2\pi}{a_z}\right) = \frac{\epsilon_{r,s}}{2i} \qquad \epsilon_r \left(\frac{-2\pi}{a_z}\right) = -\frac{\epsilon_{r,s}}{2i}$$
(II.18)

Il est alors possible de calculer la composante selon **x** de l'onde électromagnétique se propageant le long de l'axe **z** qui peut s'écrire sous la forme :

$$E_x = \sum_E (G_p) e^{i(k+G_p)z} \tag{II.19}$$

avec  $G_p = p \frac{2\pi}{a_z}$ . Soit en remplaçant les équations II.19 et II.18 dans II.16, il est possible d'obtenir l'équation d'indice p :

$$\left[\frac{\omega^2}{c^2}\epsilon_{r,m} - \left(k + \frac{2\pi}{a_z}p\right)^2\right]E(G_p) + \frac{\omega^2}{c^2}\frac{\epsilon_{r,s}}{2i}E(G_{p+1}) - \frac{\omega^2}{c^2}\frac{\epsilon_{r,s}}{2i}E(G_{p-1}) = 0$$
(II.20)

en l'absence de modulation,  $\epsilon_{r,s} = 0$ . On trouve alors que la solution pour l'équation II.20 autre que  $E_p = 0$  est :

$$k = k_p^{\pm} = \pm \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon_{r,m}} - \frac{2\pi}{a_z} p \tag{II.21}$$

Lorsque l'on prend le vecteur d'onde dans la première zone de Brillouin, c'est-à-dire pour  $-\frac{\pi}{a_z} < k \leq \frac{\pi}{a_z}$  et que l'on se place dans le cas où p=0, la relation de dispersion est identique à celle obtenue précédemment dans le cas d'un matériau homogène II.8 :  $k = \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon_{r,m}}$ . Cette ligne peut être représentée sur la figure II.8. Si l'on se place au niveau du point de recoupement entre les deux lignes de dispersion de vecteur d'onde respectif  $k_0^+$  et  $k_{-1}^-$  au bord de la zone de Brillouin, pour  $k = \frac{\pi}{a_z}$ , il est possible de trouver la fréquence correspondante à partir de l'équation II.21. On trouve alors l'égalité :  $\omega_0 = \frac{\pi c}{a_z \sqrt{\epsilon_{r,m}}}$ .

Dans le miroir de Bragg,  $\epsilon_{r,s}$  n'est pas nul. On peut supposer que la modulation de l'indice de réfraction dans la structure du miroir est modérée, de telle sorte que  $\epsilon_{r,m} > \epsilon_{r,s}$ . Le second et troisième terme de l'équation II.20 agissent donc comme des perturbations par rapport au cas du matériau homogène. Si l'on s'intéresse plus particulièrement au croisement entre les lignes de dispersion d'ordre  $p = 0^+$  et  $p = -1^-$  autour de la fréquence  $\omega_0$ , il est possible de considérer que  $E(G_1)$  est négligeable devant  $E(G_{-1})$  et  $E(G_0)$ . A partir de l'équation II.20, on



FIGURE II.8 – Diagramme de bandes pour un matériau homogène et un miroir de Bragg.

obtient alors un système de deux équations pour p = 0 et p = -1 :

$$\begin{bmatrix} \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_{r,m} - \left(\frac{\pi}{a_z}\right)^2 \end{bmatrix} E(G_0) - \frac{\omega^2}{c^2} \frac{\epsilon_{r,s}}{2i} E(G_{-1}) = 0$$

$$\begin{bmatrix} \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_{r,m} - \left(\frac{\pi}{a_z}\right)^2 \end{bmatrix} E(G_{-1}) + \frac{\omega^2}{c^2} \frac{\epsilon_{r,s}}{2i} E(G_0) = 0$$
(II.22)

Ce système d'équations admet une solution non triviale lorsque le déterminant est nul. On trouve alors que la fréquence à laquelle les deux lignes de dispersion sont censées se croiser admet deux valeurs différentes en bordure de zone de Brillouin :

$$\omega^{\pm} = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_{r,m}}} \left( \frac{\pi^2}{a_z^2} \pm \frac{\epsilon_{r,s}}{2} \right)^{1/2} \tag{II.23}$$

Le point de croisement entre les lignes de dispersion disparaît et laisse apparaître un intervalle vide dans le diagramme de bandes : une *bande interdite* dans laquelle aucun mode électromagnétique ne peut se propager car il n'existe aucun vecteur d'onde pour une fréquence donnée. Le cas 2D et 3D n'est autre qu'une généralisation de ce phénomène. Comme cela peut rapidement devenir impossible à résoudre à la main, les outils de simulation numérique sont d'une grande utilité afin de calculer le diagramme de bandes pour un cristal photonique quelconque. Les méthodes les plus utilisées sont les méthodes d'expansion en ondes planes, les méthodes d'expansion en ondes guidées et les méthodes par éléments finis entre autres. La méthode d'expansion en ondes planes est similaire à la méthode utilisée pour calculer le diagramme de bandes du miroir de Bragg dans la section précédente. C'est une méthode qui nécessite l'utilisation intensive de la puissance de calcul, en particulier pour la simulation de systèmes tri-dimensionnels car la convergence est très lente. Pour cette raison, l'expansion en ondes planes est similaire à la simulation de systèmes en deux dimensions[22]. La méthode d'expansion en ondes guidées est similaire à l'expansion en ondes planes, mais avec le développement sur une base du mode guidé. Cette méthode requiert une utilisation

#### Chapitre II. État de l'art : Cristaux Photoniques - Piégeage optique



FIGURE II.9 – Image SEM d'un cristal photonique dont le réseau a été gravé dans une membrane de silicium de 220 nm d'épaisseur.



FIGURE II.10 – Diagramme de bandes d'un cristal photonique en membrane de maille triangulaire pour une polarisation TE.

encore plus intensive du microprocesseur, pour un résultat plus précis dans le cas d'un cristal sur membrane[22, 23]. Les méthodes par éléments finis deviennent très répandues avec le temps. Dans cette méthode, le cristal est modélisé par un maillage très fin. À chaque point d'intersection du maillage, les équations de Maxwell sont calculées en fonction des paramètres introduits initialement. Cette méthode est très gourmande en ressources informatiques et fonctionne généralement sur un super-ordinateur pour les simulations les plus complexes. Finalement, une méthode de simulation numérique très utilisée est la méthode de différences finies dans le domaine temporel (FDTD) dans laquelle les équations de Maxwell dépendantes du temps sont résolues numériquement. Cette méthode donne accès à l'évolution temporelle du champ électromagnétique dans la structure.

#### II.2.3 Cristaux photoniques sur membrane

L'utilisation de cristaux photoniques en trois dimensions n'est pas très pratique, en particulier à cause de leur fabrication. Les cristaux photoniques à deux dimensions sont beaucoup plus utilisés pour la conception de circuits photoniques. Pour ne pas subir de pertes trop importantes lors de la propagation dans le cristal, il est nécessaire de confiner la lumière sur une petite profondeur. Les cristaux photoniques 2D sont alors fabriqués sur une membrane qui joue le rôle de guide d'ondes plan dans la direction transverse. Lorsque le cristal photonique doit opérer à une longueur d'onde de 1550 nm, le matériau choisi est du silicium. Cela permet d'utiliser toutes les techniques de fabrication développées pour l'électronique, tout en ayant un matériau avec de bonnes qualités optiques. L'épaisseur de la membrane des cristaux photoniques est choisie égale à 220 nm afin de ne permettre l'existence que d'un seul mode vertical.

Comme vu dans la section précédente, plusieurs types de réseaux existent. Le plus pratique
étant le réseau triangulaire de trous qui peut donner une bande interdite relativement large pour la lumière polarisée TE (Transverse Electrique : le champ électrique est contenu dans le plan de la membrane) lorsque le rapport entre le rayon des trous et la constante de maille est compris entre 0.2 et 0.4.

A cause du guidage de la lumière, le diagramme de bandes de ces cristaux photoniques en membrane est légèrement plus complexe : Il faut rajouter le *cône de lumière* qui représente le continuum des états permis dans l'air. Il s'agit en fait de la projection sur  $k_{II}$  du diagramme de dispersion du milieu formant la gaine du guide d'ondes plan. Cette projection est ensuite repliée sur elle-même dans les limites de la première zone de Brillouin pour former le cône de lumière représenté en figure II.10. Plus généralement, lorsque la lumière de fréquence  $\omega$  satisfait la relation  $\omega \ge c |\mathbf{k}_{11}|$  où  $\mathbf{k}_{11}$  est le vecteur d'onde de la lumière incidente dans le plan de la membrane du cristal photonique, la lumière est capable de se coupler au continuum de modes existant en dehors de la membrane, ce qui introduit des pertes importantes et empêche le guidage de l'onde dans la membrane.

### II.2.4 Guidage optique

Le guidage optique est extrêmement important en photonique. Il est possible de guider la lumière en utilisant le principe de réflexion totale interne (RTI), comme dans les fibres optiques. Ce principe est utilisé également dans les circuits photoniques intégrés afin de créer les guides intégrés sur silicium. Les cristaux photoniques sont excellents pour créer des guides d'ondes dans lesquels la lumière peut se propager et être dirigée plus efficacement que le long de guides d'ondes classiques fonctionnant par RTI. En particulier, les guides fonctionnant par RTI ne peuvent pas être courbés au-delà d'une certaine limite pour laquelle une grande partie de la lumière "fuit". Ce problème n'existe pas avec les guides d'ondes fabriqués dans les cristaux photoniques puisque le principe de guidage ne repose pas sur la RTI mais sur l'utilisation de la bande interdite. Il est alors possible de fabriquer des guides d'ondes avec des trajectoires coudées en limitant les pertes, ce qui va permettre d'imaginer des circuits photoniques intégrés compacts.



FIGURE II.11 – Diagramme de bandes projeté pour un cristal photonique 2D de maille triangulaire avec un guide d'ondes W1. La bande interdite est représentée en jaune, les bandes orange représentent les projections des modes autorisés dans le cristal photonique. Les lignes pleines rouges sont les modes de guidage impairs, la ligne pointillée rouge est un mode de guidage pair.



FIGURE II.12 – a) Schéma d'un guide d'ondes W1. b) Schéma d'un guide d'ondes à cavités couplées (CCW)

La fabrication d'un guide d'ondes avec un cristal photonique est relativement simple puisqu'il consiste à inclure dans le cristal un défaut linéaire. Ces défauts vont ouvrir un mode de propagation à l'intérieur de la bande interdite du cristal. Le cristal agissant comme un miroir pour une certaine longueur d'onde, le résultat obtenu est alors similaire à un guide d'ondes parfait si l'on se trouve dans un cristal photonique en trois dimensions.

Dans le cas d'un cristal photonique 2D en membrane comme dans la figure II.12a), un guide d'ondes à mode unique peut être créé simplement en retirant une rangée de trous, pour obtenir ce qui s'appelle un guide W1. Le diagramme de bandes de ce genre de guide d'ondes est représenté sur la figure II.11. Un autre type de guidage peut être obtenu en utilisant des cavités couplées (CCW)[4], comme schématisé sur la figure II.12b).

### II.2.5 Cavités et facteurs de qualité

Les cristaux photoniques sont d'excellents candidats pour la fabrication de cavités optiques résonantes performantes. En général, les cavités optiques sont créées en réfléchissant une partie de la lumière de façon cyclique entre deux miroirs ou deux dioptres proches l'un de l'autre. Dans un cristal photonique, une cavité optique est créée en introduisant un défaut ponctuel dans le maillage du cristal. Dans le cas d'un cristal photonique 2D sur membrane tel II.13, ce défaut peut être un groupe linéaire de *n* trous absents appelé "L*n*". On peut également former des cavités à partir d'un défaut hexagonal de n trous de rayon appelé "H*n*".

Lors de la création d'une cavité dans un cristal photonique, le défaut inséré dans la maille va autoriser l'existence d'un certain nombre de modes localisés. Les cavités optiques sont caractérisées par leur *longueur d'onde de résonance*  $\lambda_0$  ainsi que par leur *facteur de qualité* Q et le volume de mode V. Le facteur de qualité étant un moyen de mesurer l'efficacité avec laquelle une cavité est capable de garder la lumière confinée[24]. En principe, le facteur de



FIGURE II.13 – a) schéma d'une cavité L3. b) Schéma d'une cavité H0. c) Schéma d'une cavité creuse circulaire.

qualité se définit de la façon suivante :

$$Q = \frac{\Delta\lambda}{\lambda_0} = 2\pi \frac{\text{(énergie emmagasinée)}}{\text{énergie perdue par cycle}}$$
(II.24)

avec  $\Delta \lambda$  la largeur à mi-hauteur de la résonance de la cavité.

Le facteur de qualité est très sensible aux pertes qui peuvent avoir lieu dans le cristal photonique. Ces pertes peuvent provenir de processus intrinsèques à la cavité telles les pertes par émission hors du plan. D'autres pertes ne dépendant pas de la cavité doivent être considérées : les pertes extrinsèques qui proviennent de plusieurs phénomènes. La taille finie du cristal photonique autorise une petite partie de la lumière à se coupler aux modes existant en dehors du cristal. L'absorption du matériau va également entraîner des pertes de lumière, tout comme les pertes par les imperfections qui introduisent des pertes par émission hors du plan. En considérant l'ensemble des pertes subies par la cavité, il est possible d'écrire l'équation du facteur de qualité total  $Q_T$  comme étant une fonction de la forme :

$$<\frac{1}{Q_T}>=\frac{1}{Q_{\text{intrinsèque}}}+\frac{1}{Q_{\text{fuites}}}+\frac{1}{Q_{\text{absorption}}}+<\frac{1}{Q_{\text{imperfections}}}>$$
(II.25)

où <> représente la moyenne sur l'ensemble des configurations du désordre,  $Q_{intrinsèque}$  le facteur de qualité intrinsèque de la cavité qui ne dépend que de la localisation de la lumière par la cavité et de la partie du spectre de la cavité se trouvant dans le cône de lumière.  $Q_{fuites}$  est le facteur de qualité représentant les pertes par fuites dues à la taille finie du cristal photonique. Il représente également les pertes de la cavité qui surviennent par le mécanisme de couplage des photons dans la cavité.  $Q_{absorption}$  représente quant à lui les pertes par absorption lors de la propagation de la lumière à l'intérieur du matériau du cristal photonique. Finalement,  $Q_{imperfections}$  représente les pertes causées par les imperfections dans le cristal dues à la fabrication.

Le volume de mode d'une cavité est également un facteur important que l'on essaye de réduire au maximum puisqu'il entre en jeu dans le facteur de Purcell qui est proportionnel à Q/V[25, 26]. Jouer avec ce facteur a permis de contrôler l'émission spontanée de puits

quantiques, donnant accès à des sources à photons uniques requises pour les applications de cryptographie quantique[27, 28, 29].

### II.2.6 Cavités optiques creuses et applications

Le terme de cavité creuse désigne dans notre cas une cavité à cristaux photoniques pour laquelle le champ est principalement localisé en dehors du matériau diélectrique du cristal. Ce type de cavité présente de nombreux avantages, en particulier pour les applications de détection biologique et chimique ainsi que pour le piégeage optique. En effet, grâce à la grande quantité de champ présente en dehors du matériau, il est possible de créer des détecteurs sensibles à la présence de composés chimiques et biologiques qui vont modifier l'indice de réfraction du milieu.

Plusieurs types de cavités creuses existent. Un premier type repose sur l'utilisation de guides d'ondes à fente dans lesquels la lumière n'est pas focalisée par les effets de réflexion totale interne. La lumière dans ce guide d'ondes à fente est confinée et amplifiée à cause de la discontinuité du champ électrique sur les surfaces des structures du guide ayant un fort contraste d'indice de réfraction[30]. En utilisant ce type de guide d'ondes à la place d'un W1 à l'intérieur d'un cristal photonique et en changeant ingénieusement la largeur de la fente, il est possible d'obtenir des sections de guides d'ondes ne conduisant pas la lumière, et donc de créer une cavité creuse. Plus de détails sur ce phénomène peuvent être obtenus dans la thèse de J. Jágerská[31]. Il est possible de vérifier par simulations que 80% du champ optique se trouve dans la région de faible indice de réfraction (air). On peut utiliser avantageusement le large recouvrement du champ avec l'air afin de détecter la présence de glucose et de certains gaz dont les variations d'indice de réfraction [32, 31]. La sensibilité de ce type de cavité équivaut à un décalage de la longueur d'onde de résonance de 500 nm par unité d'indice de réfraction, ce qui en fait d'excellents détecteurs pour des composés chimiques et biologiques[33].

Un second type de cavité creuse est créé par l'augmentation (ou la réduction) du diamètre de l'un des trous de la maille du cristal. Ainsi, la cavité résultante peut ressembler à celle de la figure II.13c) dont le fonctionnement a été démontré dans les papiers[34, 35]. Lorsque cette cavité se trouve dans l'air, son facteur de qualité atteint 8800 pour un volume de mode de 2,3  $\left(\frac{\lambda}{n}\right)^3$ . Lorsque le cristal photonique est immergé et infiltré par de l'eau, ce facteur de qualité baisse jusqu'à 3300 à cause des pertes additionnelles. Ces pertes proviennent de l'élargissement du cône de lumière à cause de la différence d'indice de réfraction ainsi que de la baisse du contraste d'index entre le silicium et le milieu qui l'entoure. De plus, l'eau est également plus absorbante que l'air dans l'infrarouge à 1,5  $\mu$ m. L'infiltration de l'eau dans le cristal va également décaler la bande interdite ainsi que la longueur d'onde de résonance de la cavité vers les longueurs d'onde plus élevées d'une valeur de 47,5 nm. Le mode de cette cavité a une symétrie hexagonale, comme le montre la simulation par éléments finis reprise dans l'insert de la figure II.14). Environ 40% du mode se recouvre avec le volume entourant



FIGURE II.14 – Image SEM d'un cristal photonique 2D sur membrane de silicium à maille triangulaire (a=420 nm, r=125) comprenant un guide d'ondes W1 et une cavité creuse utilisée pour les applications de piégeage. Le mode de la cavité est repris dans l'insert droit, représentant la norme du champ électrique.

le cristal photonique fait en silicium. Tout comme dans le cas des cavités à fente, cela nous permet d'utiliser ces cavités pour des applications de détection. Fauchet et al.[35] par exemple utilisent ce type de cavité pour détecter la présence d'une nanoparticule de latex à proximité ou à l'intérieur de la cavité creuse. La particule interagissant avec le mode, elle induit un décalage de la longueur d'onde de résonance qui est visible dans le spectre de transmission de la cavité. En fonction de la position de la particule dans la cavité, et en fonction de sa proximité avec les lobes du mode, ce décalage est plus ou moins important, et permet d'identifier avec précision l'emplacement de la particule. Il est alors possible d'imaginer des applications de détection de virus et de bactéries utilisant cette forme de cavité creuse. De plus, le volume de mode étant faible, le confinement de la lumière dans la cavité creuse permet l'apparition de forces de gradient que l'on peut utiliser afin de piéger des nano-objets grâce aux forces optiques générées.

# **II.3** Cristaux photoniques

### II.4 Piégeage optique

### II.4.1 Introduction – historique[5, 6]

L'idée selon laquelle la lumière est capable d'exercer une force sur la matière n'est pas récente. Dès le début du XVII<sup>ème</sup> siècle, Johannes Kepler publia un traité : "*De cometis libelli tres*" dans lequel il proposa une explication quant à la forme des queues des comètes, comme celle visible sur la photographie de la comète C/2014 Q1 Panstarrs (figure II.15). Son explication faisait intervenir un concept nouveau à l'époque, à savoir une action mécanique de la lumière sur la matière. De nos jours, il est bien établi que la forme de la coma d'une comète provient de l'action du soleil. Plus particulièrement, la queue de plasma (bleutée) et la queue de poussières (jaune-orangée) sont en effet déviées à la fois par le vent solaire composé de particules chargées, mais aussi par la *pression de radiation* exercée par les photons provenant du soleil. Cette pression de radiation apparaît dans la théorie de Maxwell en 1873, prouvant que même s'ils n'ont pas de masse, des photons de longueur d'onde  $\lambda$  transportent une quantité de mouvement p qui s'écrira plus tard sous la forme  $p = h/\lambda$ , avec h la constante de Planck. C'est en 1901 que Lebedev mesure pour la première fois l'effet de la pression de radiation, et démontre que la force exercée par les photons est deux fois plus importante lorsqu'ils sont envoyés sur une surface réfléchissante que sur une surface absorbante[36].

C'est grâce à l'invention du laser en 1960 que les pinces optiques ont pu être développées quelques années plus tard, dès 1970 avec Letokhov en URSS et Ashkin aux USA, dont les travaux finirent par mener aux pinces optiques d'aujourd'hui. Ashkin et Chu furent les premiers à démontrer le piégeage de particules diélectriques dont la taille est comprise entre 10  $\mu$ m et 25 nm [37]. Très rapidement, le piégeage optique a été adopté pour les applications en biologie afin de manipuler les cellules, bactéries et virus [38, 39, 40, 41] puisqu'il est devenu possible de déplacer et manipuler des objets extrêmement fragiles sans contact. Les forces exercées par les pinces optiques sont très faibles, de l'ordre de 0.1 pN à 100 pN. Par comparaison, les forces en présence de phénomènes biologiques cellulaires sont également de l'ordre de la centaine de pN. Un aperçu de ces forces est repris dans le tableau II.1. Les dispositifs de piégeage optique ont ensuite été améliorés, avec la capacité de piéger plusieurs particules avec un même faisceau laser [42], exercer un moment sur une particule biréfringente piégée grâce à des faisceaux polarisés circulairement [43], et mesurer des déplacements nanométriques, tels les sauts de ribosomes lors de la lecture d'ADN [44].

Malheureusement, les pinces optiques nécessitent en général des montages complexes, avec au minimum un microscope modifié afin de focaliser un faisceau laser. L'ensemble du montage est trop encombrant, en particulier pour la tendance actuelle qui est de diminuer au maximum la taille des instruments. Le but étant d'obtenir un véritable "laboratoire sur puce" (lab-on-chip) capable d'effectuer les mesures et analyses directement sur une plateforme minimaliste de quelques cm<sup>2</sup>, généralement combinée à de la micro et nanofluidique. Les



FIGURE II.15 – Photographie de la comète C/2014 Q1 Panstarrs (17 juillet 2015). La queue de plasma constituée de matière ionisée par le vent solaire est en opposition avec la position du soleil. La queue de poussières composée de matière glacée éjectée par les geysers en surface de la comète ne se situe pas exactement sur la trajectoire de cette dernière mais est poussée par le vent solaire ainsi que par la pression de radiation pour créer un panache. Photo par Michael Jäger.

Action	Force (pN)
Pince optique	0.1-100
Force électrophorétique	0-1
AFM	10-10000
Kinésine	3-5 pN
ARN Polymérase	15-30
Moteur biologique viral	≈50
Changement conformationnel de l'ADN	≈65
Lien biotin-streptavidin	300-400

TABLE II.1 – Ordre de grandeur de quelques forces obtenues par les techniques de micro et nano manipulation ainsi que les forces provenant de phénomènes biologiques.[45]

### Chapitre II. État de l'art : Cristaux Photoniques - Piégeage optique

avancées récentes dans ce domaine montrent la possibilité d'obtenir des dispositifs capables de séparer les composants du sang par exemple, et conduire des mesures de taux de glucose, de présence ou non de protéines [46, 47]. Les pinces optiques font partie des instruments dont la miniaturisation pourra ajouter de nouvelles fonctionnalités aux laboratoires sur puces, afin de manipuler des objets nanométriques et d'effectuer rapidement des analyses.

### II.4.2 Théorie

Il existe deux approches quant à l'explication du phénomène de piégeage optique. La première approche ne fait appel qu'aux notions d'optique géométrique mais n'est valable que pour le piégeage de particules dont le diamètre est plus grand que la longueur d'onde. La seconde approche pour le piégeage de particules plus petites fait appel aux notions d'électromagnétique classique qui permetent de calculer les forces subies par un champ électromagnétique sur un objet quelconque en utilisant le *tenseur de Maxwell*.

### Approche géométrique du piégeage

Supposons que l'on utilise une pince optique faite à partir d'un laser dont la longueur d'onde est beaucoup plus petite que le diamètre d'une particule diélectrique que l'on souhaite piéger. Le faisceau laser a un profil d'intensité Gaussien, et est focalisé à l'aide d'un objectif à forte ouverture numérique afin d'obtenir la plus petite tache d'Airy possible dans le plan focal de l'objectif. Une particule diélectrique se trouvera piégée dans la zone où est focalisé ce faisceau laser à cause de la réflexion et de la réfraction de la lumière sur la surface de la particule. Pour s'en rendre compte, il est nécessaire de se rappeler que les photons transportent une quantité de mouvement p avec eux, et que pour chaque réflexion et réfraction, la trajectoire du photon est modifiée. La variation de la quantité de mouvement dans un système isolé est constante, équivaut à une force F : dp = Fdt exercée sur la particule. Dans la figure II.16-a), le faisceau incident est dévié vers la gauche par la particule, entraînant un changement de la quantité de mouvement  $\Delta P$ . En réaction la lumière exerce une force F sur la particule dans la direction opposée au changement de la quantité de mouvement. Le piégeage optique classique n'est possible que pour des particules dont la taille est inférieure à 10  $\mu$ m de diamètre [48]. Certaines techniques peuvent être utilisées pour augmenter la taille maximale des particules piégées à 200  $\mu$ m, telle l'utilisation d'une barre de diode laser[48].

Le fait que le faisceau soit Gaussien permet d'obtenir le phénomène de piégeage latéral comme schématisé sur la figure II.16-b). En effet, si la particule se trouve dans le plan focal du microscope, mais décalée par rapport au centre du faisceau, une plus grande quantité de photons sera déviée dans la direction du centre du faisceau, ce qui engendre une force qui va ramener la particule vers le centre. La particule est également piégée dans l'axe de propagation du faisceau focalisé. Ainsi, si la particule se trouve au centre du faisceau mais est décalée dans l'axe de propagation par rapport à la position d'équilibre, la déviation du faisceau de piégeage va créer une force qui va renvoyer la particule à sa position d'équilibre



FIGURE II.16 – a) Schéma représentant le chemin emprunté par un faisceau réfracté par une nanoparticule transparente. b) Schéma du piégeage latéral d'une particule dans un faisceau Gaussien. c) Schéma du piégeage axial dans un faisceau focalisé.

(figure II.16-c). Cette position ne coïncide pas exactement avec le point focalisé du faisceau laser mais se trouve légèrement plus loin dans le sens de propagation du faisceau. Cette légère différence est due à la pression de radiation qui exerce également une force sur la particule, bien qu'étant faible.

### Approche électromagnétique du piégeage

Le tenseur de Maxwell est un outil efficace pour calculer les forces produites par un champ électromagnétique sur un objet quelconque. Supposons le cas simple d'une charge se déplaçant dans un champ électromagnétique. La force générée par le champ {**E**, **B**} sur une particule de charge q et se déplaçant à la vitesse **V** se trouve en utilisant l'équation de Lorentz :

$$\mathbf{F} = q[\mathbf{E} + \mathbf{V} \times \mathbf{B}] \tag{II.26}$$

Que l'on peut réécrire pour le cas d'un système composé de nombreuses particules comprises dans un volume *V* :

$$\mathbf{F} = \int_{V} \left( \rho \mathbf{E} + \mathbf{J} \times \mathbf{B} \right) dV \tag{II.27}$$

où  $\rho$  est la densité volumique de charge électrique et **J** est la densité de courant volumique.

Cette expression de la force électromagnétique apparaît de nouveau en utilisant uniquement les équations de Maxwell (éq. I.2). Il suffit alors d'écrire la combinaison linéaire :

$$(\nabla \times \mathbf{E}) \times \epsilon_0 \mathbf{E} + (\nabla \times \mathbf{H}) \times \mu_0 \mathbf{H} = \mu_0 \mathbf{J} \times \mathbf{B} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial \mathbf{H}}{\partial t} \mathbf{E} + \frac{1}{c^2} \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t} \times \mathbf{H}$$
(II.28)

25

que l'on peut arranger pour obtenir :

$$\nabla \cdot \left[ \overbrace{\boldsymbol{\varepsilon}_{0} \mathbf{E} \mathbf{E}^{T} + \mu_{0} \mathbf{H} \mathbf{H}^{T} - \frac{1}{2} (\boldsymbol{\varepsilon}_{0} \boldsymbol{E}^{2} + \mu_{0} \boldsymbol{H}^{2}) \hat{\mathbf{I}} \right] = \rho \mathbf{E} + \mathbf{J} \times \mathbf{B} + \frac{1}{c^{2}} \frac{\partial (\mathbf{E} \times \mathbf{H})}{\partial t}$$
(II.29)

Où le tenseur de Maxwell est noté  $\hat{T}$ , le tenseur unitaire est noté  $\hat{I}$  et  $E^2 = E_x^2 + E_y^2 + E_z^2$ . L'intégration de l'équation II.29 sur un volume V entourant la particule piégée donne une relation dans laquelle on peut reconnaître l'expression de la force de Lorentz vu précédemment (éq : II.27) :

$$\int_{V} \nabla \cdot \hat{T} dV = \underbrace{\int_{V} \left(\rho \mathbf{E} + \mathbf{J} \times \mathbf{B}\right) dV}_{V} + \int_{V} \left(\frac{1}{c^{2}} \frac{d(\mathbf{E} \times \mathbf{H})}{dt}\right) dV$$
(II.30)

Finalement, le théorème de Gauss permet de remplacer  $\int_V \nabla \cdot \hat{T} dV$  par  $\int_S \hat{T} \mathbf{n} dS$ , avec *S* la surface du volume V, **n** un vecteur normal à la surface, dS un élément de surface infinitésimal et orienté vers l'extérieur du volume fermé. Cela nous donne la relation de conservation de la quantité de mouvement :

$$\int_{S} \hat{T} \mathbf{n} dS = \frac{d}{dt} \left[ \mathbf{P}_{M\acute{e}canique} + \mathbf{P}_{Champ} \right]$$
(II.31)

en notant  $\mathbf{P}_{M\acute{e}canique}$  le moment mécanique et  $\mathbf{P}_{Champ}$  le moment du champ.

La force générée par le champ électromagnétique sur un ensemble de dipôles (compris dans une particule) s'exprime donc comme la moyenne temporelle de l'intégrale surfacique du tenseur de Maxwell sur un volume englobant la particule comme dans la figure II.17 :

$$\langle \mathbf{F} \rangle = \int_{S} \langle \hat{T} \rangle \mathbf{n} \mathrm{d}S$$
 (II.32)

Cette relation est valable quelque soit la composition de la particule, tant que cette dernière est rigide et ne se déforme pas. Comme la force dépend de l'ensemble du champ électromagnétique autour du volume V, il est important de considérer la superposition linéaire du champ incident avec le champ diffusé par la particule afin de calculer la valeur de la force générée.



FIGURE II.17 – Onde plane incidente sur une particule B contenue dans le volume V. La force résultante est notée E

Dans le cas d'une nanoparticule se trouvant dans un champ électromagnétique fluctuant, le courant J et les charges  $\rho$  de l'équation II.27 sont reliés au moment dipolaire **P** de la particule

(II.33)

par les relations suivantes :

$$\mathbf{J} = \frac{\mathrm{d}\mathbf{P}}{\mathrm{d}t}, \quad \rho = -\nabla \cdot \mathbf{P}$$

Le moment dipolaire **P** d'une particule statique soumise à un champ **E** s'écrit :  $P = \alpha_0 \mathbf{E}$ , où  $\alpha_0$  est la polarisabilité statique de la particule. Dans le cas d'une particule de permittivité  $\epsilon_p$  se trouvant dans un milieu de permittivité  $\epsilon_m$  (figure II.18), la polarisabilité statique s'écrit :

$$\alpha_0 = 4\pi \frac{\epsilon_p/\epsilon_m - 1}{\epsilon_p/\epsilon_m + 2} r^3 \tag{II.34}$$



FIGURE II.18 – Schéma d'une particule soumise à un champ électrique E faisant apparaître un moment P dans le cas où  $\epsilon_p > \epsilon_m$ .

Un terme de correction dynamique doit être rajouté à l'équation II.34 afin de prendre en compte le mouvement de la particule dans le champ électromagnétique. Ceci permet d'obtenir la polarisabilité dynamique  $\alpha$ :

$$\alpha = \frac{1}{1 - i(2/3)k^3\alpha_0}\alpha_0$$
 (II.35)

Imaginons que le champ électromagnétique dans lequel se trouve la particule que l'on peut assimiler à un dipôle à cause de la polarisation induite soit non uniforme, on peut alors trouver que la force qui agit sur ce dipôle se note :

$$\mathbf{F} = (\mathbf{P} \cdot \nabla)\mathbf{E} + \frac{\partial \mathbf{P}}{\partial t} \times \mathbf{B}$$
(II.36)

en supposant que la particule ne se déplace pas à des vitesses relativistes.

La moyenne temporelle de cette expression donne la valeur de la force moyenne exercée sur la particule :

$$\langle \mathbf{F} \rangle = \frac{1}{4} \operatorname{Re}[\alpha] \nabla \mathbf{E}^{2} + \frac{1}{2} k \operatorname{Im}[\alpha] \mathbf{E}^{2}$$
(II.37)

On peut simplifier en utilisant le fait que  $\text{Im}[\alpha] \approx \frac{2}{3}k^3\alpha_0^2$ , l'équation précédente devient :

$$<\mathbf{F}>=\overbrace{\frac{1}{4}\operatorname{Re}[\alpha]\nabla\mathbf{E}^{2}}^{\text{Force de gradient}}+\overbrace{\frac{1}{3}k^{4}\alpha_{0}^{2}\mathbf{E}^{2}}^{\text{Force de diffusion}}$$
(II.38)

On trouve donc que la force exercée sur la particule peut se décomposer en deux parties. La

première partie est une force proportionnelle au gradient du champ électrique. Lorsque la particule considérée est une particule dont la polarisabilité est positive ( $\epsilon_p > \epsilon_m$ ), la force de gradient est positive et s'exerce de telle sorte que la particule est aspirée le long du gradient, jusqu'aux zones où le champ électrique est maximum. C'est exactement le cas lors du piégeage optique de nanoparticules de polystyrène dans de l'eau, l'indice de réfraction du polystyrène étant plus élevé que l'indice de réfraction de l'eau. Au contraire, si  $\epsilon_n < \epsilon_m$ , la particule sera repoussée le long du gradient. La seconde partie de la force totale exercée sur la particule est la force de diffusion. Cette force ne s'exerce que dans le sens de propagation de l'onde électromagnétique, le long du vecteur de Poynting. En général, un piège optique stable exercera une force de diffusion plus faible que la force de gradient au niveau du point focal du faisceau de piégeage. Loin du point focal dans l'axe du faisceau, la force de diffusion prend l'avantage sur la force de gradient. L'efficacité du piège optique dépend au final de la puissance utilisée : plus le laser utilisé est puissant, plus la particule est piégée efficacement. La taille de la particule est également un facteur de l'efficacité de piégeage, avec un maximum pour les particules de 1 à 2  $\mu$ m. Quand la particule est plus petite, l'efficacité de piégeage diminue rapidement. Au contraire, l'efficacité de piégeage d'une particule plus grosse que  $2 \,\mu m$  diminue plus lentement. La longueur d'onde du laser de piégeage est importante, en particulier lors des applications biologiques. Il faut alors considérer qu'un laser focalisé de haute puissance va faire monter la température dans le plan focal de l'objectif si la longueur d'onde du laser est absorbée par le milieu autour de la particule, ou par la particule elle-même.

### II.4.3 Étalonnage de pinces optiques[7, 8, 9, 10]

Pour utiliser une pince optique en tant qu'outil de mesure de forces, il est nécessaire de réaliser un étalonnage. De nombreuses méthodes existent pour l'étalonnage de pinces optiques[7, 9, 49, 50, 51]. La méthode la plus précise est d'interpréter le spectre de densité de puissance d'une particule piégée dans un potentiel harmonique et soumise au mouvement Brownien. Le mouvement de la particule est alors régi par l'équation de Langevin[52, 53] :

$$m\ddot{x}(t) + \gamma_0 \dot{x}(t) + \kappa x(t) = (2k_B T \gamma_0)^{1/2} \eta(t)$$
(II.39)

avec m la masse de la particule, x(t) sa position dans le temps,  $\gamma_0$  son coefficient de friction,  $k_B$  la constante de Boltzmann, T la température  $\eta(t)$  un processus Brownien.  $\kappa x(t)$  est la force de rappel du piège lorsque l'on considère des mouvements de la particule suffisamment petits pour pouvoir modéliser la force par une force de rappel d'un ressort. Dans le cas d'une particule sphérique loin de toute surface, le coefficient de friction peut se trouver numériquement grâce à la loi de Stokes :  $\gamma_0 = 6\pi\rho vR$ , où  $\rho$  est la densité du fluide, v la viscosité dynamique et R le rayon de la particule.

Le terme inertiel en  $\ddot{x}(t)$  peut être ignoré de l'équation II.39 car le temps caractéristique de la mesure sera beaucoup plus grand que  $t_{inertiel} \equiv m/\gamma_0$ . L'équation de Langevin peut alors

s'écrire plus simplement :

$$\dot{x}(t) + 2\pi f_c x(t) = (2D)^{1/2} \eta(t)$$
(II.40)

en introduisant la fréquence de coupure  $f_c$ :

$$f_c \equiv \frac{\kappa}{2\pi\gamma_0} \tag{II.41}$$

et l'équation d'Einstein pour le coefficient de diffusion  $D = \frac{k_B T}{\gamma_0}$ .

Le spectre de densité de puissance (SDP) est la transformée de Fourrier de la fonction d'autocorrélation de la position de la particule x(t)[54]. Elle a la forme :

$$P(f) = \frac{D/(2\pi^2)}{f_c^2 + f^2}$$
(II.42)

L'étalonnage se réalise en mesurant le spectre de densité d'une particule piégée loin d'une surface. Le SDP est calculé, pour pouvoir trouver la valeur expérimentale de la fréquence de coupure. Cette valeur expérimentale est ensuite comparée à la valeur théorique de la fréquence de coupure calculée grâce à la loi de Stokes et à la relation II.41.

La mesure du mouvement de la particule peut se faire de différentes façons[9, 55, 56, 57]. Il est possible de mesurer grâce à la vidéo. La position de la particule est estimée grâce à une mesure de centroïdes, ce qui donne une précision de mesure de l'ordre de 5 nm ou moins. Par contre, cette méthode est limitée à la vitesse d'acquisition de la caméra qui est de l'ordre de 100 à 150 Hz. C'est également une méthode limitée aux conditions d'illuminations, et dans le cas de particules fluorescentes, du nombre de photons émis. Malheureusement, la fréquence d'échantillonnage (environ 100 Hz) est plus faible que la fréquence de coupure des pièges optiques (de l'ordre de 1 kHz) et crée des effets de repliement spectral sur la mesure effectuée. Une façon de se libérer de ce problème est de faire l'image de la particule piégée sur une photodiode à quatre quadrants (PQQ). La mesure peut alors se faire à des fréquences plus élevées que la fréquence de coupure des pièges optiques. Il faut par contre un fort grossissement, et une grande quantité de lumière incidente sur la PQQ que la fluorescence peut difficilement atteindre. Finalement, la méthode de détection de position par laser est la méthode la plus intéressante. Elle consiste à utiliser le laser de piégeage pour détecter la position de la particule en s'intéressant à la lumière diffusée par cette dernière. La mesure peut alors se faire par interférométrie de polarisation, soit par interférométrie en plan focal arrière (IPFA). L'interférométrie de polarisation repose sur un principe similaire à celui d'un microscope à contraste interférentiel. Le faisceau de piégeage/détection est divisé en deux composantes de polarisation orthogonales dont le chemin optique est légèrement différent l'un de l'autre grâce à un prisme de Wollaston [58]. Les deux faisceaux passent sur le plan de l'échantillon et sont ensuite combinés dans un second prisme de Wollaston. L'intensité du faisceau est finalement mesurée. En fonction de la position de la particule par rapport aux deux faisceaux polarisés orthogonalement, un décalage de phase sera induit. Ce décalage de phase change l'intensité du faisceau une fois recombiné. Il est alors possible d'en déduire le déplacement de la particule. Cette méthode possède l'inconvénient de ne permettre la mesure du mouvement selon une seule dimension, mais sa précision est excellente. L'IPFA utilise quant à elle l'interférence entre le faisceau de piégeage/détection qui passe à travers le système sans être perturbée par la particule et la partie du faisceau qui est diffusée par la particule[59, 60, 61]. La figure d'interférence est envoyée sur la PQQ et peut être reliée au mouvement de la particule dans le plan de l'échantillon. Le mouvement de la particule dans la direction de l'axe optique peut être relié à l'intensité totale reçue par la PQQ, grâce au décalage de phase de Gouy au point focal d'un faisceau Gaussien. Plus de détails sur ce type de mesure se trouvent dans le chapitre IV.

### II.4.4 Nanomanipulation grâce à l'optique intégrée

La force de gradient est l'élément principal qui authorise la miniaturisation des pinces optiques. Plusieurs techniques [5, 62] permettent d'atteindre de forts gradients électriques, ce qui sert à exercer des forces suffisantes pour piéger des nanoparticules :

- les modes guidés dans un guide d'ondes
- les plasmons de surface
- les cristaux photoniques

### Piégeage par guide d'ondes

Les ondes se propageant dans les guides d'ondes sont accompagnées d'ondes évanescentes qui se recouvrent avec le milieu entourant le guide. Grâce au recouvrement entre l'onde évanescente et le milieu de faible indice entourant le guide d'ondes, de nombreuses applications sont envisageables, telle la détection de composés chimiques à la surface des guides [63, 64]. Lorsque suffisamment de puissance est injectée dans le guide (plusieurs centaines de mW généralement), un gradient de champ électrique non négligeable est présent à proximité de la surface de ces guides sur une faible épaisseur, ce qui permet la manipulation de nanoparticules. D'autres applications deviennent alors possibles, tels le triage et le transport de nanoparticules [65]. Dans cet article, un guide d'ondes en Y est fabriqué sur un substrat dans lequel de la lumière polarisée est injectée par bord clivé (figure II.19). En fonction de la position de la fibre de couplage en entrée du guide d'ondes, la lumière se couple dans l'une ou l'autre branche du Y et permet d'envoyer les particules dans l'une ou l'autre direction. Les particules de polystyrène et d'or sont attirées par les forces de gradient provenant du champ évanescent des ondes guidées et sont propulsées le long du guide par la pression de radiation [66, 67, 68, 69].

Ces guides d'ondes peuvent être facilement intégrés dans des circuits microfluidiques, comme dans [70] où des particules sont piégées et propulsées le long d'un guide d'ondes en SU-8 sur un échantillon de verre. Les particules se déplacent perpendiculairement par rapport au



FIGURE II.19 – a) Schéma du piégeage sur un guide d'ondes en Y [65]. b) Schéma du guide d'ondes en Y [69]. c) Forces de gradient et de propulsion s'exerçant sur une particule d'or dans le régime de Rayleigh à la surface d'un guide d'ondes [69]

courant présent dans le canal microfluidique et peuvent être relâchées plus au moment voulu en baissant la puissance injectée dans le guide d'ondes. Comme le flux est laminaire dans les canaux microfluidiques, on peut imaginer un dispositif capable de prendre et relâcher certaines particules à des positions différentes dans le canal, ce qui les conduira dans différentes parties du circuit microfluidique. Des circuits complexes peuvent être fabriqués afin de pouvoir guider des ensembles de nanoparticules et d'ADN, en prévision d'éventuelles analyses et altérations dans différentes chambres microfluidiques dans une même puce [71, 72, 73].

Les nanoparticules se déplacent le long du guide d'ondes lorsqu'elles sont piégées par le champ évanescent. Il est toutefois possible de garder une particule piégée au même endroit en créant une onde statique grâce à deux guides d'ondes dirigés l'un vers l'autre [74]. Le guide d'ondes est une nouvelle fois un Y dont les deux branches secondaires se recourbent pour se faire face. Un petit espace de quelques microns entre la fin des deux branches secondaires constitue la position de piégeage stable de nanoparticules de polystyrène (figure II.20 -a), b) et c)). Les particules sont d'abord dirigées le long du guide par la force de gradient et par la pression de radiation. Arrivée au bout d'une branche secondaires et reste piégée à cet endroit. La particule se trouve alors au même niveau que le guide d'ondes et est éclairée par la lumière guidée dans le guide. Il est possible d'effectuer des mesures de spectres Raman afin d'identifier la composition chimique de la particule ou d'analytes capturées sur la particule[75]. La particule peut être remplacée par un objet biologique que l'on voudrait identifier par son spectre Raman, puis, s'il est bien identifié, l'objet peut continuer jusqu'à la zone de piégeage statique où il sera étudié.

D'autres structures planes permettent de maintenir une particule piégée dans une même région [76]. Dans ce dispositif repris en figure II.20-c), le guide d'ondes est couplé dans un résonateur circulaire à la longueur d'onde de résonance. Une particule guidée le long du guide d'ondes sera happée dans le résonateur en résonance et va ensuite tourner au-dessus du résonateur circulaire tel un carrousel pour une puissance guidée de 4.7 mW au minimum pour



FIGURE II.20 – a) Guide d'ondes en Y bouclé [74]. b) Photographie de microsphères se propageant le long du guide d'ondes. c) Spectre Raman d'une particule de polystyrène piégée sur le guide d'ondes [74], d) Piège "carrousel" d'une nanoparticule sur un résonateur circulaire [76]. e) Simulation du champ magnétique H (composante selon l'axe  $\mathbf{x}$ ) par FDTD pour 1W de puissance injectée [76].

des particules de polystyrène de 500 nm de diamètre.

Un inconvénient de ces méthodes est le faible recouvrement entre le champ évanescent et la particule piégée. L'utilisation de guides à fente [77, 78] permet d'augmenter l'efficacité du piégeage par les guides d'ondes, permettant un recouvrement important entre le champ et la particule [78] (cf. figure II.21). Dans ce cas, deux guides d'ondes sont placés très proches l'un de l'autre. Les champ évanescent des deux guides d'ondes se superposent et créent une région entre les deux guides dans laquelle le champ optique est très élevé. Une grande partie du mode se retrouve dans la région de faible indice de réfraction et le gradient résultant est beaucoup plus élevé que pour un guide d'ondes normal, ce qui donne de meilleures conditions de piégeage. Il est alors possible de capturer et déplacer des nanoparticules de 75 nm de diamètre ainsi que des molécules de  $\lambda$ -ADN.

### Piégeage plasmonique

De nombreux dispositifs de piégeage intégré reposent sur l'utilisation de structures plasmoniques afin de confiner la lumière sur des volumes bien plus petits que  $(\lambda/n)^3$ . En faisant cela, les gradients obtenus sont suffisamment élevés pour être en mesure de générer des forces optiques capables de piéger des nanoparticules métalliques et diélectriques [5, 62]. Les plasmons de surface ne peuvent être excités qu'en utilisant une onde évanescente. C'est pourquoi ces structures plasmoniques sont souvent excitées avec une configuration dite de



FIGURE II.21 – a) Schéma d'un guide d'ondes à fente [78]. b) Simulation du mode dans un guide d'ondes à fente. La majorité du champ se trouve dans la région de faible indice de réfraction [79]. c) Image du piégeage de nanoparticules de 100 nm en polystyrène dans les guides d'ondes à fente [79]



FIGURE II.22 – a) Antenne plasmonique en nœud papillon sur guide d'ondes [81]. b) Antenne plasmonique simple sur guide d'ondes [80]. c) Antenne plasmonique en double nano-trous avec le schéma de l'expérience [83]

"Kretschmann", laquelle utilise un prisme monté à proximité de la structure. La structure plasmonique peut être fabriquée sur un guide d'ondes pour une excitation plus compacte des plasmons [80]. L'onde évanescente provenant de l'onde guidée est alors couplée dans la structure en or. À la pointe de cette structure, la lumière est confinée et le gradient élevé permet la détection de molécules ainsi que le piégeage de nanoparticules. De même, d'autres auteurs [81] utilisent des structures en forme de nœud papillon en or fabriqué sur un guide d'ondes, ou fabriquées sur la pointe d'une fibre optique[82]. Ces structures sont capables de piéger de petites nanoparticules diélectriques de 20 nm de diamètre, en utilisant 10 mW de puissance injectée, ce qui rend cette application plus efficace que le piégeage grâce aux modes évanescents rencontrés précédemment.

Les antennes plasmoniques en double nano-trous sont également très répandues, soit en bout d'une fibre optique pour permettre un contrôle tridimensionnel des particules piégées [84, 82], soit directement sur une puce photonique [85, 86, 87, 88, 83, 89, 90]. Les deux trous de taille nanométrique sont gravés dans une fine couche d'or. Ressemblant aux structures en nœud papillon visibles sur la figure II.22-c), le piégeage se réalise à la zone la plus étroite entre

### Chapitre II. État de l'art : Cristaux Photoniques - Piégeage optique

les deux pics d'or. Il est alors possible de détecter la présence de molécules biologiques telle l'albumine de sérum bovin (BSA). D'autres formes ont été étudiées, tels des rectangles [91]. Ces structures rectangulaires de quelques dizaines de nanomètres sont capables de piéger en même temps deux particules de 20 nm de diamètre en polystyrène, tout en exhibant des phénomènes de rétroaction (back-action).

La rétroaction est un phénomène où la position d'une nanoparticule va influer sur la longueur d'onde de résonance[92]. Dans un piège optique classique, la particule n'agit pas sur le laser de piégeage, lequel est entièrement contrôlé par l'opérateur. Pour le piégeage avec rétroaction, le piège agit sur la particule qui va bouger. Ce mouvement va changer la fréquence de résonance du piège et donc changer le coefficient de couplage. Le piège sera donc modulé en fonction de la position de la particule. Cela permet l'apparition de nouveaux phénomènes, en particulier la possibilité de piéger avec un minimum dynamique de puissance, ce qui est intéressant pour le piégeage de particules sensibles aux lumières trop intenses.

### Piégeage avec les cristaux photoniques

Tout comme le piégeage avec les structures plasmoniques, le piégeage avec les cavités à cristaux photoniques repose sur la possibilité de confiner et de concentrer le plus possible la lumière afin de générer une force de gradient élevée [5, 62]. Le confinement atteignable est également de l'ordre de la longueur d'onde utilisée, avec un volume de mode d'environ  $(\lambda/n)^3$ .

Parmi les structures utilisées pour le piégeage en cavités à cristaux photoniques, les nanopoutres sont les plus étudiées [93, 94, 95, 96, 97]. Les nano-poutres sont des cristaux photoniques à une dimension sur membrane, c'est-à-dire que la lumière est confinée selon une dimension par les effets de bande interdite (figure II.23). Le confinement selon les deux dimensions restantes s'effectue par réflexion totale interne. La cavité confinant la lumière sous la limite de résolution est obtenue en modifiant la période du cristal. Le couplage dans la cavité se fait par le côté, grâce à un guide d'ondes plan très proche du cristal. Dans ces conditions, il a été prouvé que la cavité à cristal photonique peut piéger des nanoparticules de polystyrène de 1 micron de diamètre avec 300  $\mu$ W de puissance injectée dans le guide d'ondes [97]. Il a été également démontré que la position de piégeage de la particule peut être contrôlée avec précision en changeant la puissance couplée dans la cavité. A cause des forces de surface s'opposant aux forces de gradient, il est alors possible de modifier la hauteur du point stable de la particule au-dessus de la nano-poutre, avec une précision de l'ordre de quelques dizaines de nm [93]. Lorsque la cavité optique est suffisamment grande, plusieurs particules de 1  $\mu$ m peuvent être piégées et s'arranger sous forme de petits cristaux [97]. Malheureusement, le contrôle individuel des nanoparticules n'est pas envisageable à cause de la faible interaction entre le champ de piégeage et la particule. Cela rend les effets de rétroaction quasi inexistants contrairement au piégeage plasmonique.

Des mesures de spectre Raman peuvent être conduites en même temps que le piégeage de na-



FIGURE II.23 – a) Simulation du champ électrique obtenu avec des nano-poutres [96]. b) Transmission à travers la nano-poutre lors du piégeage d'une et de deux nanoparticules [96]. c) Images tirées d'une vidéo du piégeage sur la nano-poutre [96]. d) Schéma de la détection de molécules par spectroscopie Raman amplifiée par la surface [95].

noparticules d'argent par le résonateur 1D [95, 94]. Il est alors possible de mesurer la présence de certaines analytes tels le 4-amino-thiophénol ou le 2-naphtalénéthiol pour des concentrations de l'ordre de quelques  $\mu$ M grâce à la concentration du champ électromagnétique à proximité des nanoparticules d'argent par spectroscopie Raman amplifiée par effets de surface (surface enhanced Raman spectroscopy SERS). Les analytes sont capturées par des anticorps à la surface de la nanoparticule d'argent qui est ensuite piégée par les forces de gradient sur la cavité de la nano-poutre. Des concentrations de l'ordre de la dizaine de nM sont ainsi mesurées[94].

En fabriquant une série de nano-poutres les unes à côté des autres, et en arrangeant ingénieusement leur fréquence de résonance de telle sorte que chaque cavité soit activée par une longueur d'onde légèrement différente, il devient possible de modifier le profil du piège optique et d'exercer un moment sur des particules asymétriques afin de les faire tourner dans une direction voulue [96].

Les cristaux photoniques 2D sont également utilisés pour le piégeage de nanoparticules et de bactéries. Des cavités H0, H1 et L3 sont utilisées pour piéger des bactéries *E. coli* et *B. subtilis* ainsi que des spores malgré le faible contraste d'index entre le milieu aqueux et les bactéries. La puissance utilisée pour le



FIGURE II.24 – Représentation d'artiste du piégeage d'une bactérie par le mode d'une cavité à cristaux photoniques [98].

piégeage est très faible, en général en dessous de 1 mW de puissance présentée à la cavité [98] (figure II.24). Il a été également démontré qu'un cristal photonique de maille carrée excité per-



FIGURE II.25 – a) Piégeage de nombreuses particules sur un cristal photonique de maille 2D excité perpendiculairement à la surface [99]. b) Détails du piégeage à l'intérieur des trous [101]. c) Cristal photonique avec une cavité dans un guide d'ondes à fente [103].

pendiculairement à la surface grâce à un objectif de microscope pouvait piéger de nombreuses nanoparticules de polystyrène de 380 nm de diamètre et des particules métalliques de 200 nm de diamètre [99, 100] (fig. II.25-a). Les nanoparticules étaient maintenues à la surface du cristal en formant une structure cristalline de maille carrée sur une couche. Bien évidemment, la puissance du laser requise est élevée : 64 mW. Mais cela permet de maintenir une trentaine de nanoparticules statiques. Il est imaginable que ce genre de dispositif puisse être utilisé pour fabriquer des métamatériaux, à condition de pouvoir souder les particules ensemble une fois piégées. Plus récemment, le piégeage de particules de 200 et 100 nm de diamètre a été démontré grâce à l'utilisation d'un cristal photonique fabriqué de telle sorte que le maximum du champ à la résonance se trouve à l'intérieur de trous de 200 nm de diamètre[101] (figure II.25-b). Le motif de piégeage avec un cristal photonique 2D peut également être modifié en fonction de l'angle d'incidence du laser, créant une variété de formes géométriques pour piéger les particules [102].

Tout comme le piégeage en guide d'ondes, la lumière dans un cristal photonique est confinée généralement à l'intérieur du matériau dont l'indice de réfraction est élevé. Plusieurs solutions existent. La fabrication d'une cavité avec une fente au niveau du maximum de champ permet d'obtenir un bon recouvrement entre le mode de la cavité et le milieu environnant le cristal photonique [104, 103] (figure II.25-c). Les simulations du champ dans la fente montrent en fait que le maximum du champ peut se trouver dans l'air, ce qui en fait un candidat parfait pour le piégeage optique grâce aux forces de gradient. Bien évidemment, la taille des nanoparticules piégeables dans cette configuration est limitée par la taille de la fente de la cavité, généralement à quelques dizaines de nm de diamètre. Comme le champ et la particule ont un recouvrement très important, la puissance nécessaire au piégeage est réduite (moins de 1mW injecté dans le guide d'ondes) et les effets de rétroaction apparaissent. Par exemple, la rétroaction permet de mesurer la taille des nanoparticules piégées (24 nm de diamètre) avec une précision de quelques nanomètres seulement [103].

### II.4.5 Résultats obtenus avec le piégeage en cavités creuses, rétroaction

Les cavités creuses permettent de contourner les limitations des cavités à fente comme la limite de la taille des particules piégeables à quelques dizaines de nm, tout en conservant au maximum les avantages du confinement de la lumière et du recouvrement entre le mode et la particule piégée. L'idée des cavités creuses a été introduite par [34] (figure II.27a), avec un défaut circulaire de 700 nm de diamètre dans un cristal photonique en silicium pour une opération à la longueur d'onde de 1550 nm. Ce type de cavité a été fabriqué et utilisé pour la détection d'une sphère de latex de 370 nm de diamètre placée à l'intérieur de la cavité dans l'air [35], prouvant la sensibilité de ce dispositif (figure II.27-b) et c).

La démonstration du piégeage optique en utilisant un défaut circulaire vide a été obtenue récemment dans le groupe du Prof. R. Houdré par les Dr. N. Descharmes, Dr. U.P. Dharanipathy et Dr. Z. Diao [105, 106, 107].

La cavité de 700 nm de diamètre était immergée dans une solution aqueuse contenant des nanoparticules de polystyrène de 500 nm de diamètre. Les particules étaient piégées pendant plus de 10 minutes en continu avec une puissance à l'intérieur du guide d'ondes estimée à moins de 120  $\mu$ W. Les effets de rétroaction étaient très importants dans cette cavité, avec un décalage de



FIGURE II.26 – *a*) Détection du passage d'une nanoparticule dans la cavité creuse. b) Détection du piégeage d'une nanoparticule dans la cavité creuse [105].

la longueur d'onde de résonance de la cavité de plus de 1 nm, lié à la présence d'une particule de 500 nm de diamètre. Ces effets étaient très facilement visibles, en particulier au niveau de la stabilité du piège en fonction de la longueur d'onde d'excitation. Deux régimes de piégeage ont pu être identifiés à différentes longueurs d'onde d'excitation : un piégeage dit "en cage" ou "régime I" (figure II.28-b) et un piégeage dit "classique" ou "régime II" (figure II.28-c).

La différence entre les deux types de piégeage provient uniquement du choix de la longueur d'onde d'excitation. Celle-ci peut être choisie comme étant la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité dans le cas du piège "en cage". Si elle est égale à la longueur d'onde de résonance décalée par la présence de la particule,on parle alors de piégeage "classique". Ainsi, dans le piégeage "en cage", lorsque la particule se trouve à l'intérieur de la cavité, le décalage de la longueur d'onde induit par l'interaction entre le mode et la particule découple le mode de la longueur d'onde d'excitation. La particule ne ressent donc une force de gradient que lorsqu'elle est poussée en dehors de la cavité, ce qui la ramène au centre du piège. Dans le cas "classique", le couplage de la lumière dans la cavité est maximal lorsque la particule se trouve au centre de la cavité. Le cas est donc très semblable à celui d'une pince optique classique où la particule se trouve piégée dans le maximum de champ [106] (figure II.28).





FIGURE II.27 – a) Schéma d'un cristal photonique présentant une cavité creuse [34]. b) Particule de latex détectée dans la cavité creuse : image SEM, c) mesure de transmission [35]



FIGURE II.28 – a) Représentation et image SEM de la cavité creuse de piégeage ainsi que la simulation du champ électrique dans la cavité vue de profil. b) Régime de piégeage en "cage". c) Régime de piégeage classique, d) Graphique représentant la puissance minimale pour maintenir une nanoparticule de 500 nm de diamètre en polystyrène piégée en fonction de la longueur d'onde d'excitation par rapport à la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité [106].

D'autres réalisations sont possibles avec la cavité creuse [106]. Il est par exemple possible de fabriquer deux cavités creuses dans un même cristal photonique et de choisir la longueur d'onde d'excitation de chaque cavité de telle sorte que l'on puisse activer les cavités séparément. Chaque cavité peut alors être utilisée de façon indépendante. La cavité peut bien entendu servir pour la détection de particules. Il suffit alors d'enregistrer la transmission de la lumière à travers le guide d'ondes à cristaux photoniques par lequel se couple la cavité de piégeage. Lorsqu'une particule est piégée, la transmission à travers ce guide d'ondes va être modifiée (figure II.26), ce qui est le signe de la présence d'une particule dans la cavité. Cette variation de la transmission dépend de plusieurs facteurs. Elle dépend en particulier de l'indice de réfraction de la particule détectée, de sa taille ainsi que de sa forme.

# II.5 Conclusion – Résumé

Ce chapitre présente les concepts nécessaires à la compréhension du piégeage optique dans les cristaux photoniques. Les notions de bande interdite, de diagramme de dispersion ainsi que les guides d'ondes à cristaux photoniques, et les cavités pleines et creuses sont passées en revue. Le piégeage optique est également présenté, avec le tenseur de Maxwell pour le calcul des forces optiques ressenties par les particules dans un champ électromagnétique. Les forces de gradient sont la principale source de piégeage dans le cas où la particule est plus petite que la longueur d'onde. Finalement, l'état de l'art est décrit, avec les différentes méthodes utilisées par des groupes de recherche de par le monde afin de miniaturiser les dispositifs de piégeage optique, que ce soit grâce au piégeage par ondes évanescentes près de guides d'ondes, par l'utilisation de structures plasmoniques pour confiner et concentrer la lumière, ou par l'utilisation de cristaux photoniques. Les résultats obtenus dans le groupe au sujet du piégeage en cavités creuses sont également repris.

# III Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

# **III.1 Introduction**

Les échantillons de cristaux photoniques utilisés dans nos expériences ont tous été fabriqués en salle blanche de l'EPFL.

La première partie reprend la fabrication des échantillons en silicium suivant les techniques habituelles. La seconde partie parle du développement d'une couche microfluidique hybride en verre et polymère pour l'utilisation sur les échantillons à cristaux photoniques. Cette partie fait l'objet d'un article en attente de publication. Finalement, la dernière partie traite de l'assemblage final de l'échantillon et de sa caractérisation.

# **III.2** Fabrication des cristaux photoniques

### **III.2.1** Modélisation

**Cavités de piégeage** Les cristaux photoniques fabriqués ont tous le même profil. Le matériau de base est le silicium pour une utilisation dans la bande télécom à 1550 nm. On crée une membrane afin de ne pas avoir de pertes optiques par propagation à travers le substrat de fabrication. Les trous sont créés en suivant une maille triangulaire dont les paramètres sont calculés à partir de simulations utilisant par exemple une méthode de décomposition en ondes planes (PWE<sup>1</sup>), vérifiées par des simulations d'éléments finis (FEM) sur Comsol. Les paramètres pour le cristal brut retenu donnent un rapport r/a = 0,2955, avec a la constante de maille, r le rayon des trous du cristal. La bande interdite pour ce type de cristal se situe à 0,31887 et 0,25302 de fréquence réduite ( $\omega a/2\pi c$ ) (cf. Figure III.1). Deux séries de paramètres sont retenues pour la fabrication des cristaux de piégeage pour lesquels la fréquence de résonance de la cavité est dans la bande de fonctionnement du laser accordable (comprise

<sup>1.</sup> Plane Wave Expension



Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

FIGURE III.1 – a) Diagramme de dispersion pour un cristal parfait en silicium immergé dans de l'eau avec r/a = 0,2955 pour une polarisation TE en rouge et TM en bleu pointillé. Le cône de lumière est représenté par l'aire en bleu et la bande interdite par l'aire en jaune b) Diagramme de dispersion pour r/a = 0,2955 présentant en ligne noire solide et en ligne noire pointillée les modes de guidage de symétrie paire et impaire du guide W1 dans le cristal photonique. L'aire grisée représente le continuum de mode de guide W1. Les lignes solides rouges représentent les modes de la cavité creuse avec r/a = 0,8318. Le mode de piégeage est celui présent à une fréquence de 0,271.

entre 1480-1630 nm), donnant deux types de cristaux : a = 420 nm et a = 440 nm notés respectivement type I et type II.

La cavité est reprise à partir des publications [34, 35]. Le rapport entre le rayon R de la cavité et la constante de maille a est : R/a = 0,8318. La simulation par PWE confirme bien la présence d'un mode à l'intérieur de la bande interdite, à une fréquence réduite de 0,271 qui est la même valeur simulée par FEM. Les paramètres retenus sont repris dans le tableau III.1.



FIGURE III.2 – a) Simulation FEM du mode de piégeage avec la représentation de la norme du champ électrique dans le plan du cristal photonique. Le cercle bleu est l'emplacement de la cavité. b) Simulation FEM du mode de piégeage, vue de profil.

	Type I	Type II
constante de maille (nm) : a	420	440
rayon des trous du réseau (nm) : r	125	130
rayon de la cavité de piégeage (nm) : R	350	366
Longueur d'onde de la résonance (nm)	1550	1620

TABLE III.1 – Paramètres utilisés pour la fabrication des cristaux de piégeage.

Les simulations par FEM sur Comsol nous permettent d'obtenir plus de précisions sur la répartition du champ électrique dans le mode de résonance de la cavité (cf. figure III.2). Ainsi, on peut voir les 6 lobes dans la carte du champ représentant le module de l'amplitude du champ E. Les simulations FEM donnent un mode dont le facteur de qualité est de l'ordre de 6000 dans l'air, 3000 dans l'eau. Le décalage spectral induit par l'infiltration de l'eau dans les trous du cristal photonique doit être pris en compte. Il est à l'origine d'un décalage de 47.5 nm vers les longueurs d'onde plus élevées.

**cavités H0** Le second type de cristal est de type H0, dont le déplacement des trous a été optimisé grâce à un algorithme génétique afin de trouver le meilleur déplacement possible pour augmenter le facteur de qualité Q tout en gardant un volume de mode petit, de l'ordre de  $(\lambda/n)^3$ . Ce travail a été réalisé par V. Savonna et M. Minkov[108], les détails de la réalisation de l'optimisation se trouvent dans[109] et la thèse de U.P Dharanipathy[110]. Le principe de fabrication de ces cristaux est rigoureusement le même que celui utilisé pour le piégeage optique, malgré des fonctionnalités différentes.

Type d'échantillon	largeur (mm)	hauteur (mm)
Piégeage	25	30
H0 et tests	10	15

TABLE III.2 –	Taille des	échantillons
---------------	------------	--------------

## III.2.2 Étapes de fabrication

Le résumé des étapes de fabrication peut être retrouvé sur le schéma figure III.3

## III.2.3 Préliminaires – Étapes A et B

Les échantillons proviennent d'une galette de 8 pouces de silicium sur un isolant (SOI<sup>2</sup>) de chez Soitec (Référence G8P-110-01). La couche de silicium fait 220 nm, sur une couche sacrificielle de SiO<sub>2</sub> de 2  $\mu$ m, le tout placé sur un substrat de 750  $\mu$ m d'épaisseur environ en silicium. L'orientation du silicium est [110]. Cette galette est découpée à la scie en diamant en sous-éléments dont la taille est proche de la taille des échantillons finaux (cf. tableau III.2).

L'échantillon est ensuite poli mécaniquement afin de retirer l'excédent de silicium du substrat sur la face arrière. La taille finale de l'échantillon est fixée à 250  $\mu$ m. Cette étape est importante pour simplifier le clivage de l'échantillon par la suite. De plus, une faible épaisseur de silicium est importante pour l'imagerie à travers l'échantillon (cf. chapitre IV). La mesure de la rugosité de surface donne une valeur moyenne de 60 nm, bien en dessous de  $\lambda/10$  pour un échantillon opérant à une longueur d'onde de 1550 nm.

# III.2.4 Lithographie électronique - Étapes C, D et E

La surface de l'échantillon est traitée et nettoyée dans un bain d'acétone. Le bain est placé dans un générateur d'ultrasons pendant 3 minutes afin de déloger les particules fixées à la surface du silicium. Le nettoyage se poursuit par un rinçage à l'isopropanol(IPA), puis par le séchage à l'azote. La surface de l'échantillon doit être immaculée, sans la moindre trace visible au microscope en champ sombre. Une couche de résine photosensible ZEP 50% doit être ensuite placée sur la surface de l'échantillon. Après être chauffé à 115°C pendant 1 minute afin d'évaporer les résidus d'acétone et d'isopropanol, l'échantillon est laissé à l'air pendant 5 minutes pour reprendre la température ambiante. Une fine couche de résine ZEP 50% est déposée sur la surface de l'échantillon par enduction centrifuge à une vitesse de 2000 rpm pendant 30 secondes avec une rampe de 3 secondes. L'épaisseur désirée de ZEP 50% est de 200 nm. Il est important que la surface de la résine soit plate sur la zone de gravure des cristaux photoniques. Des boulets de résine vont forcément apparaître sur les bords de l'échantillon par les effets de capillarité et peuvent être ignorés tant que leurs positions se trouvent hors du champ d'écriture du faisceau d'électrons. Lorsque la couche de résine est satisfaisante,

<sup>2.</sup> Silicon On Insulator

### III.2. Fabrication des cristaux photoniques



FIGURE III.3 – Étapes de fabrication des cristaux photoniques

Élément	résolution (nm)	intensité (nA)	Diamètre faisceau (nm)
Cristaux photoniques	2,5	0,5	≈ 30
Guide d'ondes progressif	20	40	$\approx 45$
Guide d'ondes et marquage	100	200	$\approx 110$

Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

TABLE III.3 – Paramètres de lithographie

l'échantillon est placé sur une plaque chauffante à 180°C pendant 3 minutes précisément.

L'exposition électronique se fait avec le Vistec EBPG5000 au CMI. Le principe d'exposition est similaire au fonctionnement d'un microscope électronique où un faisceau d'électrons est émis par une cathode, est accéléré puis focalisé sur la résine électrosensible (dans notre cas, le ZEP 50%) par une série de lentilles magnétiques. La taille du faisceau ainsi que la dose apportée sur la surface de la résine sont des caractéristiques importantes de la fabrication pour pouvoir transférer correctement le motif. Le ZEP 50% est une résine positive, composée de chaines polymérisées. L'exposition aux électrons provoque une rupture de la chaine polymérisée qui va changer la masse moléculaire moyenne de la résine exposée. Cette partie de la résine est alors plus sensible au développeur tandis que la partie non exposée résiste à l'attaque chimique. Quand un sous-dosage d'électrons peut ne pas exposer entièrement



FIGURE III.4 – Effets de proximité lors de l'écriture de deux structures A et B proches l'une de l'autre.

la couche de résine, un surdosage électronique peut créer des effets de proximité où des distorsions apparaissent entre les motifs dessinés par le faisceau. Les effets d'inter-proximité sont donc très contraignants lors de l'écriture de motifs très proches les uns des autres, comme représenté sur la figure III.4. La zone pointillée est le motif voulu, la zone grisée est le motif obtenu après développement. Des effets d'intra-proximité sont également un risque provenant de la forme du faisceau (faisceau Gaussien dans le cas du Vistec EBPG5000). Certaines zones du motif ne peuvent recevoir la bonne dose d'électrons pour être développées correctement. Les cristaux sont écrits avec trois tailles de faisceaux différentes pour obtenir le meilleur compromis entre temps d'écriture et temps d'exposition. La dose utilisée est de 220  $\mu$ C/cm<sup>2</sup> et les électrons sont accélérés à 100 kV.

La gravure des cristaux photoniques ne se fait pas en une fois : les lentilles magnétiques du Vistec EBPG5000 ne peuvent dévier le faisceau que de 256  $\mu$ m au maximum au niveau de l'échantillon pour une accélération de 100 kV. Comme la zone à exposer s'étale sur plusieurs cm<sup>2</sup>, le motif de l'exposition est divisé en blocs de petite taille, de forme carrée faisant 160  $\mu$ m de côté lorsque la résolution est de 2,5 nm. Lorsque le bloc est exposé, le support de l'échantillon est décalé pour exposer le bloc suivant. Le déplacement doit être le plus précis possible

pour éviter les erreurs de raccord entre différents blocs. En général, le Vistec EBPG5000 est capable de raccords d'une précision de l'ordre de 18 nm. Cette précision est notablement plus mauvaise lorsque le support n'est pas à la bonne température, ce qui peut créer des écarts de raccord jusqu'à 100 nm. Il est important de laisser le support se mettre à la température de la pièce avant de le placer dans la machine, en particulier s'il a été beaucoup manipulé précédemment.

Le développement de la résine se fait avec une solution d'Amyl-Acétate pendant 60 secondes. La réaction est stoppée par un bain de Méthyl-isobutyl-kétone (Mibk) et d'IPA (90:10) pendant 30 secondes et séchée par un flux d'azote. L'échantillon est ensuite contrôlé au microscope pour vérifier l'écriture des cristaux. Une observation au microscope à champ sombre permet de rapidement identifier des problèmes pouvant arriver suite à la fracture du motif initial par le logiciel de l'e-beam. Plus de détails sur la lithographie électronique peuvent être obtenus dans la thèse de Z. Diao[111], ainsi que dans les références[112, 113].



FIGURE III.5 – Étape E - Image des cristaux en champ sombre, grossissement 50x, couleurs inversées. Le cristal fait 40  $\mu$ m de large.

### III.2.5 Gravure des cristaux - Étapes F et G

La gravure peut se réaliser par deux procédés : gravure humide ou gravure sèche. Dans le cas de la gravure humide, l'échantillon est plongé dans une solution qui attaque le substrat non protégé par la résine. Ce type de gravure est en général isotrope, c'est-à-dire que la gravure s'effectue dans toutes les directions à la même vitesse. Pour les matériaux cristallins comme le silicium, cette gravure peut être facilitée le long des plans cristallins, ce qui permet la réalisation de surfaces inclinées à un angle constant en fonction de l'orientation du cristal.

# Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

Toutefois, cette caractéristique de la gravure humide est un inconvénient dans le cas de la gravure des trous des cristaux photoniques. Le but étant d'obtenir une surface interne du trou la plus droite possible, perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Les trous dont la surface intérieur est de travers vont entraîner des pertes supplémentaires à l'intérieur du cristal.

Pour obtenir cette gravure anisotrope, il faut se tourner vers les méthodes de gravure sèche. Plusieurs types de gravure sèche existent : la gravure par faisceau ionique, la gravure par ions réactifs et la gravure plasma. La gravure par faisceau ionique se réalise à basse pression et utilise un faisceau d'ions à haute énergie pour percer la matière de la cible. Cette méthode est très peu sélective, le masque de résine et le substrat sont gravés presque à la même vitesse. C'est une méthode qui permet d'obtenir une certaine anisotropie, mais au détriment de la qualité de la gravure. La gravure par ions réactifs utilise un processus chimique et physique pour graver. Les ions générés dans un plasma par la machine sont accélérés vers le substrat qui les absorbe pour former un composé volatil qui est ensuite évacué. Ce procédé est sélectif, attaquant préférentiellement le substrat plutôt que la résine et donne une gravure anisotrope. Finalement, la gravure par plasma (sans accélération des ions) est une gravure purement chimique et donc isotrope.

Pour la fabrication de nos cristaux photoniques, nous utilisons une variante de la gravure par ions réactifs dans laquelle le plasma est couplé par induction. Dans la chambre de réaction, un mélange de 25 sccm<sup>3</sup> de SF<sub>6</sub> et 55 sccm de C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> est soumis à un champ électromagnétique à haute fréquence afin de créer le plasma. Les ions sont alors accélérés par une différence de potentiel avec la surface de l'échantillon à graver et percutent puis emportent les atomes de silicium présents sur la surface. Les ions sont absorbés par la surface et réagissent avec le silicium pour produire du SiF<sub>4</sub>, un composé volatil qui est ensuite résorbé et qui diffuse dans la chambre. Le C<sub>4</sub>F<sub>8</sub> est utilisé comme agent de passivation afin d'obtenir une gravure isotrope en prévenant la gravure le long du trou par la création de  $SiO_xF_y$  sur la paroi. La gravure se fait tout le long de la couche de Si de 220 nm avec une directivité de 10 :1. Il est important de ne pas continuer à graver trop profondément la couche de SiO<sub>2</sub> (pas plus de 20 nm) auquel cas la forme des trous peut être altérée. Le temps de gravure est donc un paramètre variable en fonction de la machine. Une durée de 3 minutes et 15 secondes est en général suffisante pour atteindre la couche de SiO<sub>2</sub>. Afin de s'assurer des bons paramètres de gravure, un échantillon de test est utilisé le même jour, quelques heures avant la gravure de l'échantillon pour ajuster le temps de gravure comme sur la photo SEM figure III.6. A la fin de la gravure de l'échantillon, ce dernier est nettoyé dans l'acétone et l'isopropanol, puis séché sous un flux d'azote. Une première vérification peut être faite sous le microscope électronique afin de vérifier les tailles des trous et la qualité de la gravure.

<sup>3.</sup> standard cubic meter per minute



FIGURE III.6 – Étape F - Image de la coupe d'un cristal photonique de test immédiatement après gravure. Sur cet exemple, la résine restante sur l'échantillon mesure 70 nm, suivie des 220 nm de silicium. L'étape a duré 3 minutes et 25 secondes, ce qui donne un léger excès de gravure de 37 nm.



FIGURE III.7 – Étape G - Image des cristaux en champ clair, grossissement 20x.

# Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

## III.2.6 Préparation à la création de la membrane - Étapes H, I et J

Lorsque l'échantillon doit être couplé par fibres optiques par les facettes (end-fire), ces dernières doivent être les plus plates possible. Pour ce faire, l'échantillon est clivé à travers les guides d'ondes, dans les dimensions finales de l'échantillon. Après clivage, un nettoyage dans un bain à ultrasons est nécessaire, puis rinçage à l'isopropanol et séchage à l'azote. La création de la membrane se fait par réaction entre l'acide fluorhydrique et le SiO<sub>2</sub>. Les guides d'ondes et les facettes de l'échantillon doivent être protégés de l'attaque chimique afin de garder ces éléments sur le SiO<sub>2</sub>. Pour cela, une couche de résine est déposée sur l'échantillon. La résine utilisée est de l'AZ 5214 pour sa résistance face au HF. Pour la déposition, l'échantillon est de nouveau nettoyé à l'acétone avec un bain à ultrasons pendant 3 minutes, puis rincé à l'IPA et enfin séché à l'azote. Les résidus de produits chimiques sont évaporés par un passage de 1 minute à 150°C sur la plaque chauffante, puis remis à température ambiante pendant 5 minutes. Tout d'abord, une couche de promoteur d'adhésion (hexaméthydisilazane) est appliquée sur l'échantillon. Cette couche peut être déposée en phase vapeur ou par enduction centrifuge à 5000 rpm pendant 10 secondes. La couche d'AZ est ensuite déposée par enduction centrifuge en tournant à 5000 rpm pendant 30 secondes avec une rampe de 3 secondes. Après 5 minutes de repos à température ambiante pour laisser le temps à la résine de se répartir plus uniformément sur la surface, la résine est figée par un passage de 5 minutes sur une plaque chauffante à 90°C.

Des ouvertures sont réalisées sur la couche de résine au niveau du cristal photonique afin de laisser passer le HF et créer la membrane uniquement sur cette zone. Ces ouvertures sont faites en utilisant une machine à photo-lithographie ultraviolet MJB3 UV400 grâce à un masque de chrome. Ce dernier doit être le plus possible en contact avec la surface de l'échantillon. C'est pour cette raison que les boulets de résine AZ doivent être supprimés. Une première exposition a donc lieu afin de retirer les renflements le long du bord de l'échantillon. Une exposition de 90 secondes par bord est suffisante. L'échantillon est ensuite développé une première fois afin de retirer ces renflements. le développement de l'AZ se fait dans un bain de MF319 pendant 1 minute suivi d'un rinçage immédiat de 15 secondes dans de l'eau dé-ionisée.

Une deuxième série d'expositions est ensuite réalisée afin de libérer les fenêtres au-dessus des cristaux photoniques. La durée de l'exposition dans ce cas est de 4 secondes. Le développement de la résine se fait de la même manière que précédemment. Lorsque le développement de l'AZ est fini, l'échantillon est chauffé à 115°C pendant 15 minutes sur une plaque chauffante. Le résultat est visible sur la figure III.8.

Les facettes doivent être protégées pendant l'attaque au HF. Pour cela, une couche de cire pour salle blanche est déposée à la main.



FIGURE III.8 – Étape J - image des cristaux en champ sombre après développement de la résine. Grossissement 20x, couleurs inversées. Seule la zone protégée par la résine est coloriée en vert pâle pour plus de lisibilité.

### III.2.7 Gravure de la membrane - Étapes K et L

La gravure de la membrane est une étape délicate à réaliser. L'échantillon est placé pendant 30 minutes dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée (BHF). Après la fabrication de la membrane, il est important de garder l'échantillon dans un milieu aqueux. A la fin du temps d'exposition, l'échantillon est rincé à l'eau dé-ionisée pendant une période de 10-15 minutes afin de retrouver un pH neutre. A ce moment, la résine et la cire sont toujours présentes sur la surface de l'échantillon. Un premier bain d'acétone permet de dissoudre la résine et la cire. Ce bain dure 30 minutes pendant lesquelles il est utile de créer un mouvement dans l'acétone afin de mélanger le liquide doucement. Quelques filaments de résine peuvent rester accrochés aux régions périphériques du cristal. Une méthode pour les faire partir consiste à utiliser une pissette d'acétone et créer un flux rapide d'acétone parallèle à la surface de l'échantillon lorsque ce dernier se trouve dans le bain d'acétone. Le rinçage de l'acétone se fait en plongeant l'échantillon dans l'isopropanol rapidement. Le séchage s'effectue en tenant l'échantillon au-dessus de vapeurs d'isopropanol chauffé à 90°C pendant 10-15 minutes.

Une vérification au microscope optique en champ sombre permet de vérifier que la membrane se soit bien détachée (cf. figure III.9). Le cristal doit alors avoir une couleur uniforme, les trous du cristal peuvent être visibles à fort grossissement et la limite de gravure du SiO<sub>2</sub> est clairement reconnaissable autour du cristal.

Une vérification plus poussée est faite au microscope électronique afin de vérifier l'état du

# Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique



FIGURE III.9 – Étape L - Images des cristaux en champ sombre après développement de la résine. Grossissement 100x, couleurs inversées. a) Cristal correctement fini, bien détaché du SiO<sub>2</sub>. b) Cristal présentant des taches sur le réseau de trous, laissant présager une gravure insuffisante lors de l'étape F. La membrane ne s'est pas détachée de façon uniforme, d'où de nombreuses imperfections visibles sur la limite de gravure du SiO<sub>2</sub>. Ce cristal ne fonctionnera pas correctement.

cristal, la taille des trous et leur circularité qui doit ressembler aux figures III.10, III.11 et III.12 en fonction du type de cristal voulu.

# III.2.8 Couche anti-réflexion - Étape M

L'échantillon peut être testé sur le banc d'optique en injectant de la lumière par une fibre lentillée dans les guides d'accès par les facettes clivées (end-fire). Le signal enregistré en transmission est accompagné d'un bruit sous la forme d'une oscillation de l'amplitude en fonction de la longueur d'onde. Une analyse de Fourrier nous montre que ces oscillations peuvent provenir de la réflexion de la lumière sur des dioptres, en particulier entre les deux facettes de l'échantillon séparées de 1 cm l'une de l'autre.

Pour réduire l'amplitude des oscillations Fabry-Perot, une couche anti-réfléchissante (AR) est déposée. Elle est constituée d'un mélange de 40% de TiO<sub>2</sub> avec 60% de SiO<sub>2</sub> afin d'obtenir un indice de réfraction égal à  $\sqrt{n_{Si}n_{Air}} = 1,8643$ , dans le cas d'un dioptre entre le silicium d'indice de réfraction  $n_{Si} = 3,4757$  à 1500 nm et de l'air. Le matériau déposé pour la couche AR est composé de 40% de TiO<sub>2</sub> mélangé avec 60% de SiO<sub>2</sub>. L'indice de réfraction de la couche résultante est alors égal à 1,86. Ces deux matériaux sont choisis pour leur faible absorption dans la bande de longueur d'onde utilisée, comprise entre 1480 nm et 1620 nm, ainsi que la facilité de déposition de la couche cristalline par phase vapeur. L'épaisseur de la couche AR est de  $\lambda/4n_r = 2083$  Å.

La fabrication des échantillons H0 s'achève ici (figure III.14). Ils peuvent ensuite être utilisés tels quels dans le laboratoire pour les expériences.


FIGURE III.10 – Étape L - Image SEM d'un cristal de type I avec une constante de maille de 420 nm.



FIGURE III.11 – Étape L - Image SEM d'un cristal de type II avec une constante de maille de 440 nm.



FIGURE III.12 – Étape L - Image SEM montrant la limite de gravure du SiO<sub>2</sub> visible à travers la couche de silicium.



FIGURE III.13 – Comparaisons avant et après la pose de la couche d'anti-réflexion

#### III.2. Fabrication des cristaux photoniques



FIGURE III.14 – Images SEM d'un cristal photonique avec une cavité H0. a) Vue globale du cristal. b) Vue rapprochée de la cavité H0 avec le couplage en travers. Les trous déplacés pour créer la cavité sont indiqués en rouge.

	Écriture	Soudure	Prototypage	Perméabilité	Optique	Valves
PDMS	++	++	++		+	++
Verre				++	++	
PS	+	-	+	++		-
COC	+	-	+	++	++	-

Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

TABLE III.4 – Comparaisons entre les différents matériaux disponibles pour la microfluidique : polydiméthylsiloxane (PDMS), verre, polystyrène (PS) et copolymère cyclo-oléfine (COC). ++ signifie que c'est un très bon matériau avec de nombreuses techniques existantes. + quand le matériau performe presque aussi bien que ceux de la meilleure catégorie mais a besoin de méthodes spécifiques, - lorsque le matériau impose des limites qui peuvent être résolues difficilement, - - lorsque le matériau impose des limites qui ne peuvent être résolues avec les méthodes actuelles, - - lorsque les limites sont inhérentes au matériau et ne peuvent être résolues. [114, 115, 116]

## III.3 Fabrication de la membrane microfluidique hybride

Les expériences de piégeage se déroulent dans un environnement aqueux, ce qui est plus pratique pour déplacer des nanoparticules, et les amener à proximité des sites de piégeage. Il est donc nécessaire d'avoir un certain degré de contrôle sur le flux, ce qui nous incite à utiliser des techniques microfluidiques.

De nombreux matériaux et techniques existent pour fabriquer des circuits microfluidiques. On peut ainsi trouver des circuits faits en plastique, polymère ou verre. Les techniques de fabrication vont du moulage pour le PDMS, à la fabrication plus complexe faisant intervenir de nombreuses étapes pour la création de circuits en SU8 et autres. De plus, certaines méthodes de pose permettent aux canaux microfluidiques d'être capables de supporter plus ou moins de pression, en fonction de la solidité de l'attache à la surface. Finalement, les caractéristiques optiques sont à prendre en compte également. En effet, nos expériences de piégeage se font sur un échantillon de silicium, lequel réfléchit la lumière visible. Il sera alors nécessaire de faire l'imagerie à travers la couche microfluidique. De plus, notre dispositif d'imagerie et de détection (cf. chapitre V) implique l'utilisation d'un objectif à immersion à huile.

Un premier type de membrane microfluidique entièrement en PDMS[117] fut développé et utilisé dans le groupe[105, 107]. Cette membrane était composée d'un assemblage précis de deux couches souples de PDMS très fines de 150  $\mu$ m d'épaisseur au total. La première de ces couches servait pour le transport des particules mélangées dans de l'eau. La seconde couche servait à contrôler le flux dans la couche de transport grâce à des valves Quacke[118]. Ces valves se fermaient grâce à la différence de pression entre le canal de contrôle et le canal de la couche fluidique. Un petit bloc de PDMS était utilisé par-dessus la membrane afin d'interconnecter les canaux microfluidiques et les tubes macrofluidiques. Ce bloc avait besoin d'être placé le plus loin possible des cristaux photoniques afin de ne pas être dans le chemin de l'objectif à immersion. De plus, il devait être suffisamment élastique afin de rendre la connexion entre

les tubes et les canaux microfluidiques hermétique. Le bloc de PDMS et la couche supérieure de PDMS étaient soudés par activation au plasma à oxygène tout comme la couche de PDMS du dessous et la surface du silicium au niveau du bloc. En effet, c'étaient les zones les plus sujettes à un décollement. L'activation plasma créait une soudure très résistante. Cependant, il était ensuite impossible de désouder la couche de PDMS du silicium sans occasionner des dégâts sur la membrane de cristaux photoniques. L'échantillon entier devait être refait si un problème survenait au niveau du canal microfluidique. Un autre problème venait de l'indice de réfraction du PDMS ( $n_d = 1, 43$ )[119, 120] qui différait de celui des lamelles de verre utilisées en microscopie à immersion ( $n_d = 1,52$ ) soit  $\Delta n = 0,09$ . En effet, les objectifs de microscopes à immersion sont construits afin de compenser les aberrations sphériques pour une épaisseur donnée d'une lamelle de verre utilisée généralement en microscopie. Tout écart par rapport à ce cas idéal va induire des aberrations sphériques qui vont dégrader les performances de l'imagerie. Il est pourtant nécessaire d'obtenir la meilleure résolution possible avec notre objectif à immersion afin de pouvoir mesurer les mouvements des nanoparticules piégées le plus précisément possible (cf. chapitre IV). Malgré ces problèmes, le premier type de microfluidique était utilisable dans la limite de la pratique. L'imagerie à travers la membrane était suffisante pour distinguer la cavité dans un cristal photonique. De plus, il était possible de piéger des particules de 500 nm à travers la membrane grâce à un laser auxiliaire. Néanmoins il a été nécessaire de changer de type de microfluidique afin d'augmenter la résolution de l'imagerie pour avoir les meilleures mesures possibles ainsi que pour être capable de piéger des particules plus petites. Pour ce faire, un nouveau type de couche microfluidique fut développé afin d'utiliser les avantages du PDMS et du verre sans leurs inconvénients en créant une couche hybride, composée à la fois de verre et de PDMS.

#### III.3.1 Vue d'ensemble

La couche hybride se compose de 3 éléments principaux :

- la couche fluidique en PDMS souple
- la couche de contrôle en verre solide
- le bloc d'interconnexion à l'extérieur en PDMS souple

Le bloc d'interconnexion et la couche fluidique sont faits en PDMS, choisi pour la facilité de fabrication, la flexibilité, la soudure non permanente par simple contact conforme et la possibilité de soudure permanente par activation au plasma à oxygène. La couche de PDMS sera faite la plus fine possible, soit 30  $\mu$ m. La couche de contrôle servant à la création de valves de contrôle est faite en borosilicate (D263T) d'une épaisseur de 145  $\mu$ m. L'épaisseur finale est de 175  $\mu$ m afin de se rapprocher le plus possible de l'épaisseur d'une lame de microscope utilisée en microscopie.



FIGURE III.15 – Étapes de fabrication du moule pour la couche fluidique en PDMS

## III.3.2 Fabrication du moule

La fabrication du moule se réalise avec les instruments de la salle blanche de l'ICMP. Une simple galette de test en silicium est nettoyée à l'acétone, isopropanol et séchée sous un flux d'azote. Une couche d'oxyde est générée sur le silicium en le plaçant au plasma à oxygène pendant 1 minute, à 60 Torr, sous une pression relative d'oxygène de 0,3 et avec une puissance de 60 W (étape A figure III.15). La galette est ensuite nettoyée à l'eau dé-ionisée et séchée sous un flux d'azote. Un passage de 5 minutes sur une plaque chauffante à 90°C permet d'évaporer les résidus de produits chimiques restant après le nettoyage. La galette est laissée à la température ambiante pendant 5 minutes. On dépose ensuite une couche de promoteur d'adhésion (hexaméthyldisilazane) sur la surface de la galette par enduction centrifuge pendant 10 secondes à 5000 rpm (une déposition en phase vapeur est tout aussi faisable). Une couche de 15  $\mu$ m d'AZ 9260 (résine positive) est ensuite déposée par enduction centrifuge pendant 60 secondes à 1200 rpm. La galette est ensuite chauffée une première fois pendant 3 minutes et 20 secondes à 115°C.

Le motif du canal de la couche fluidique est gravé sur un masque en chrome par écriture directe laser (DLW) . Le motif reste le plus simple possible, avec des "triangles" au niveau de l'entrée du canal afin de ne pas créer de bouchons de nanoparticules à cet endroit (très probables autrement). On utilise ce masque pour exposer la couche de résine sur la galette et ne garder la résine qu'à l'emplacement du canal fluidique (étape B figure III.15). L'ensemble est développé dans de l'AZ 400 (1 :4) pendant 6 minutes et finalement rincé à l'eau (étape C figure III.15). Un second passage sur la plaque chauffante à 150°C pendant 90 minutes permet d'obtenir des canaux dont le profil sera arrondi, ce qui permettra de fermer plus simplement les valves péristaltiques (étape D figure III.15).

### III.3.3 Fabrication de la couche de PDMS (figure III.16)

Le PDMS est fabriqué en mélangeant 10 parties de base silicone (Sylgard 184) avec une part d'agent curatif (Sylgard). Le mélange est mixé et dégazé (si nécessaire avec l'aide d'une cloche à vide) afin d'obtenir une solution dépourvue de bulles. La surface du moule est traitée par un passage dans une atmosphère de TMCS (Chlorotriméthylsilane) pendant 15 minutes afin de permettre le démoulage simple de la membrane fine de PDMS sans déchirure. Le PDMS est ensuite versé sur le moule qui est tourné à une vitesse de 2000 rpm pendant 40 secondes, ce qui donne une épaisseur de  $30\mu$ m. Il est important de ne pas avoir la moindre bulle lorsque le PDMS est déposé sur le moule. La surface du PDMS après l'enduction centrifuge doit être la



FIGURE III.16 – Schéma du canal microfluidique

FIGURE *III.17 – Schéma de la couche de verre.* 

plus plate possible, sans défaut au-dessus des canaux microfluidiques. Il est ensuite possible de passer le tout au four à 90°C pendant 50 minutes . Le reste du PDMS 10 :1 peut être versé dans un bocal sur une épaisseur de 5 mm, et placé dans le four pendant 1 heure afin de créer la base pour le bloc d'interconnexion. Le fond du bocal doit être le plus plat possible. Une galette de silicium passée au TMCS est utilisée pour obtenir cet effet.

#### III.3.4 Fabrication de la couche de borosilicate (figure III.17)

La couche en verre peut être réalisée de différentes manières. Il est possible d'utiliser une attaque chimique au HF, ce qui nécessite de faire un masque en chrome sur le verre à la forme du canal de contrôle et entièrement recouvrir l'arrière du verre. La gravure du trou sera plus compliquée, nécessitant de faire un nouveau masque en chrome avec les trous et de passer de nouveau dans l'HF. Il est également possible de faire les canaux et les trous par sablage. Finalement, la méthode la plus rapide et la plus simple à mettre en oeuvre est l'utilisation d'un laser à excimère pour la gravure des canaux et le perçage des trous.

Le principe de fonctionnement est assez simple : le faisceau laser est focalisé sur le matériau que l'on veut graver, dans ce cas le borosilicate. Le matériau absorbe l'énergie déposée par le faisceau laser et est évaporé immédiatement. Les canaux sont gravés sur une profondeur de 10  $\mu$ m et une largeur de 200  $\mu$ m. Pour graver les formes du canal, un masque circulaire de 2 mm de diamètre est utilisé et projeté sur la surface après avoir été réduit d'un facteur de 10, ce qui augmente la fluence d'un facteur 100. Le verre est ensuite déplacé grâce à une table



FIGURE III.18 – Schéma de la gravure laser de la couche de verre.

montée sur moteur pour créer le motif. La vitesse de déplacement est réglable, de 10  $\mu m/s$  à 1 mm/s.

La profondeur de la gravure ainsi que la qualité du canal dépendent de plusieurs paramètres, en particulier de la fluence par impulsion du faisceau, la fréquence de répétition des impulsions, et la vitesse de déplacement du faisceau sur la surface du verre. Après avoir testé ces paramètres, la meilleure gravure est obtenue avec une fluence de 2,7 J/cm<sup>2</sup> (qui est la valeur maximale atteignable avec le laser), et une vitesse de 50  $\mu$ m/s pour une fréquence fixée de 50 Hz. La gravure des trous se fait par impacts successifs du laser sur un même endroit jusqu'à traverser l'épaisseur de verre. Il faut en moyenne 3000 répétitions pour créer le trou de 600  $\mu$ m de diamètre, ce qui donne une vitesse de gravure d'environ 48 nm/impulsion. Une vitesse de gravure plus élevée ou une fluence plus faible donneront un canal moins profond. Une vitesse de gravure plus lente aura par contre un effet plus chaotique. En effet, le canal sera plus profond, mais l'on notera également l'apparition de structures sur la surface exposée au laser pouvant parfois atteindre des dimensions semblables à la profondeur du canal.

Lors de la gravure, l'ordre d'écriture des éléments est important. Un dépôt sombre se forme rapidement autour des points d'impact du laser provenant du borosilicate vaporisé par le laser (cf. figure III.20a). La couche peut atteindre environ 50  $\mu$ m d'épaisseur sur une largeur d'environ 500  $\mu$ m autour des trous d'injection où beaucoup de matière est vaporisée. Ce dépôt peut empêcher une gravure correcte, en particulier au niveau de la connexion entre le canal et le trou d'injection de liquide. Il est toutefois possible de le retirer en utilisant un tissu imbibé d'IPA.

Ainsi, les étapes de gravure sont les suivantes :

- 1. Gravure des canaux (en rouge sur les figures III.17 et III.18)
- 2. Nettoyage à l'isopropanol de la surface
- 3. Gravure des trous de 600  $\mu$ m de diamètre (en violet sur les figures III.17 et III.18)
- 4. Nettoyage à l'isopropanol



FIGURE III.19 – a) Image 5x d'un trou de 600  $\mu$ m de diamètre percé dans le borosilicate. b) Image de l'ensemble des valves Quake. c) Image de la connexion entre trou et canal. d) Image de l'un des canaux de 200  $\mu$ m de large. e) Profil du canal gravé avec une fluence de 2,7 J/cm<sup>2</sup>, une vitesse de 50  $\mu$ m/s et 50 Hz.



FIGURE III.20 – a) Image 5x du dépôt autour du trou et du canal lorsque l'échantillon n'est pas nettoyé à l'IPA entre chaque étape. b) Après nettoyage du résidu, il est clair que la connexion entre le canal et le trou n'est pas correctement réalisée. Le dépôt ayant absorbé une majorité de la puissance envoyée pour graver le canal à proximité du trou.



FIGURE III.21 – Étapes de fabrication de la couche hybride

- 5. Gravure d'une encoche de 300  $\mu$ m de diamètre et de 20  $\mu$ m de profondeur pour connecter le trou au canal (vert sur les figures III.17 et III.18)
- 6. Nettoyage à l'isopropanol

## III.4 Assemblage et caractérisation

### III.4.1 Pose de la couche hybride verre/PDMS

L'étape finale de la fabrication de l'échantillon est la phase d'assemblage de la partie cristaux photoniques avec la partie microfluidique.

Tout d'abord, la couche souple de PDMS est découpée avec une dimension légèrement supérieure à la dimension finale de 30x10 mm (Étape A, figure III.21). La couche est retournée sur une plaque métallique afin de réduire les effets électrostatiques qui peuvent apparaître avec l'utilisation de matériaux plastiques. La couche de PDMS est fine, très souple et isolante, ce qui la rend extrêmement sensible aux charges électriques qui peuvent apparaître à sa surface et la faire se replier sur elle-même. Lorsqu'elle est à plat, deux trous de 1 mm de diamètre sont percés à l'aide d'une poinconneuse au niveau des extrémités du canal fluidique pour créer les trous d'injection de fluide (Étape B, figure III.21). La plaque de verre est posée à proximité avec les canaux de contrôle vers le haut (Étape C, figure III.21). La couche de PDMS est alors soulevée, canaux toujours vers le haut et posée sur la couche de verre en alignant les trous d'injection de fluide. Il est également important de vérifier que le canal fluidique passe bien sous les canaux de contrôle pour créer les valves (Étape D, figure III.21). Une fois l'alignement vérifié visuellement, il est possible de couper l'excédent de PDMS autour de la couche de verre. Les particules et fibres présentes entre le PDMS et le verre ainsi que sur le PDMS doivent être retirées afin de ne pas empêcher le contact conforme de s'établir entre le PDMS et le silicium par la suite. Il est important de veiller à ce que la zone à proximité des trous d'injection soit





FIGURE III.22 – Photo et schéma de la pose de la couche hybride sur l'échantillon de cristaux photoniques. La zone des cristaux est visible en rouge sur le schéma.

propre et sans déformations (Étape E, figure III.21). A la fin de cette étape, il est beaucoup plus facile de manipuler l'ensemble de la couche microfluidique grâce à la rigidité de la couche en verre.

L'échantillon de cristaux photoniques est ensuite posé sur la table, avec une cale cylindrique placée sur le milieu pour soutenir la couche microfluidique que l'on place par-dessus, canaux vers le silicium. Cette cale permet de manipuler la couche et de l'aligner avec précision sur les cristaux. Lorsque l'alignement est fini, la cale peut être glissée le long de la couche pour finalement refermer l'espace séparant le silicium du PDMS. Il est important de regarder si les cristaux sont toujours alignés au microscope juste avant de libérer la membrane. Le résultat final ressemblant à la photo III.23. Le contact conforme se crée immédiatement après que la cale ait été retirée. Il est important de vérifier que les trous soient scellés pour s'assurer que le liquide injecté ne fuie pas. Le contact conforme PDMS/verre et PDMS/silicium permet d'obtenir une liaison réversible entre les matériaux. Ce lien provient des forces de Van der Waals entre les deux surfaces. Dans le cas où seule une couche de PDMS se trouve sur la surface plane, les forces de Van der Waals sont capables de supporter des pressions jusqu'à 0.35 bar maximum. Il est finalement possible de retirer le PDMS en laissant peu de résidus sur la surface de verre ou de silicium, ce qui nous permet de remplacer le circuit microfluidique en cas de nécessité.

Le bloc d'interconnexion est ensuite découpé aux dimensions voulues (10x5 mm) et un pochoir est utilisé pour percer les trous avec la poinçonneuse de 1mm de diamètre. La partie plate du bloc qui était en contact avec le silicium ainsi que le verre de la microfluidique sont passés au plasma à oxygène afin de créer un lien permanent entre eux. Le plasma dure 60 secondes, à 60 W avec une pression partielle d'O<sub>2</sub> de 0.3 mtorr. Le bloc et le verre sont ensuite réunis et scellés pour pouvoir supporter les cables qui s'encastrent dans le bloc d'interconnexion. Lors du passage au plasma à oxygène, des groupes silanol (Si-OH) sont produits sur la surface du PDMS et des groupes -OH contenant des groupes fonctionnels sont créés sur le verre. Des liaisons covalentes O-Si-O sont alors générées lorsque les deux surfaces entrent en contact.



FIGURE III.23 – Photo de l'alignement correct des cristaux dans le canal microfluidique après contact conforme entre le silicium et le PDMS. Le canal est large de 200  $\mu$ m et l'espacement entre deux cristaux est de 40  $\mu$ m.

Ces liaisons sont capables de supporter une pression de l'ordre de 2 à 3 bars. Il est ensuite impossible de séparer proprement les deux matériaux[121].

La dernière étape consiste à placer l'ensemble de l'échantillon au four pendant autant de temps que nécessaire afin de solidifier l'attache réversible entre le PDMS et le silicium. Une nuit au four à 90°C est suffisante pour obtenir un lien très résistant. L'échantillon est alors fini (cf. figure III.24) et peut fonctionner le jour suivant.

### III.4.2 Caractérisation des cristaux photoniques

Les cristaux photoniques sont caractérisés par leurs transmissions ainsi que l'émission par la surface de la cavité en utilisant le montage représenté sur la figure III.25. L'émission par la surface est collectée par une photodiode InGaAs refroidie par effet Pelletier (Hammamatsu) car ce signal est généralement faible, de l'ordre de 100 nW à coupler dans une fibre optique. Les mesures par transmission peuvent également être utilisées pour déterminer le facteur de qualité, mais le bruit de la mesure visible sur la transmission rend l'estimation peu précise. Le contrôle du laser accordable ainsi que l'enregistrement des données de mesures du puissance mètre et de la photodiode sont effectués par un programme LabView adapté.

**Cavités H0** Les cavités H0 ont atteint des facteurs de qualité mesurés de Q= 400 000, avec un volume de mode théorique de V=  $0.34 (\lambda/n^3)$ , permettant d'obtenir des cavités dont le



FIGURE III.24 – Photo de l'échantillon à la fin de la fabrication



FIGURE III.25 – Schéma de mesure de la transmission des cristaux et de l'émission par la surface des cavités



FIGURE III.26 – Mesures de l'émission par la surface d'une cavité (4 trous de couplage) dans l'air (rouge) et infiltrée d'eau (bleu). Le facteur de qualité passe de 5700 dans l'air à 1700 dans l'eau

rapport Q/V expérimental est le plus élevé jamais mesuré. Des effets non-linéaires peuvent être facilement obtenus, en particulier un effet de bistabilité atteint pour les plus petites puissances utilisées à ce jour dans des cristaux photoniques en silicium[109].

**Piégeage** Les cristaux pour le piégeage sont d'abord mesurés dans l'air. Les facteurs de qualité sont alors répartis entre 2000 et 7000 en fonction du nombre de trous de couplage entre le guide W1 et la cavité. L'injection d'eau à l'intérieur des trous du cristal ainsi que de la cavité décale la fréquence de résonance des cristaux d'une valeur de 47.5 nm vers les longueurs d'onde plus élevées d'après les simulations Comsol. Les mesures faites sur les cavités sont en accord avec les simulations (cf. figure III.26). Après infiltration, le facteur de qualité de la cavité est réduit à cause des pertes additionnelles dues à la présence de l'eau (cf Chap. II), laquelle absorbe une partie de la lumière à 1550 nm, et élargit l'angle d'émission dans le cône de lumière.

Les simulations FEM et PWE (cf. figure III.1 b) indiquent la présence de modes de résonance à proximité l'un de l'autre à l'intérieur de la bande interdite du cristal photonique. Le mode à une fréquence réduite de 0,258 est le plus susceptible d'être visible car il se trouve dans la bande de fonctionnement du laser accordable. Il peut donc être utile d'identifier quel est le mode de piégeage en observant son émission par la surface et en particulier sa répartition dans le champ lointain. D'après les simulations (cf. figure III.2), l'émission en champ lointain du mode de piégeage de la cavité présente 6 lobes dans un arrangement hexagonal. L'image en champ lointain du mode à 0,258 ne présente qu'un seul lobe sur le chemin optique.

L'image en champ lointain est obtenue en créant la transformée de Fourrier sur le plan de la caméra d'observation. Une transformée de Fourrier est une opération simple en optique qui



FIGURE III.27 – a) Projection du vecteur d'onde  $\mathbf{k}$ . b) La distribution dans le plan focal image de la lentille est la transformée de Fourrier exacte de l'objet se trouvant dans le plan objet de la lentille.



FIGURE III.28 – Schéma de mesure du champ proche (haut) et mesure du champ lointain (bas). La présence ou l'absence de la lentille  $L_F$  permet de passer d'un type d'imagerie à l'autre

ne nécessite l'utilisation que d'une lentille en théorie. En pratique, le montage de la figure III.28 va prendre l'image de la cavité faite par la lentille  $L_1$  en  $P_A$ . La lentille  $L_2$  réalise la transformée de Fourrier exacte de la cavité dans son plan focal  $P_B$ . La lentille amovible  $L_F$  va faire l'opération inverse et l'image réelle de la cavité apparaît dans le plan  $P_C$ . Finalement, la lentille  $L_P$  crée de nouveau la transformée de Fourrier du plan  $P_C$  dans le plan de la caméra. Si l'utilisateur veut observer l'image réelle de la cavité, il suffit de retirer la lentille  $L_F$ , sans toucher aux autres lentilles.



FIGURE III.29 – a) Champ proche d'une cavité de piégeage. Le guide d'ondes est noté en pointillé bleu. b) Champ lointain d'une cavité de piégeage. 5 lobes sont clairement visibles sur l'image en champ lointain. La déformation du mode (et l'absence de l'un des lobes sur l'image de Fourrier) est sans doute due à la proximité du guide d'ondes W1



FIGURE III.30 – Exemple de transmission d'une cavité avec quatre trous de couplage. La transmission est représentée en rouge, l'émission par la surface en pointillé bleu. Le facteur de qualité est estimé par modélisation sur une courbe de Fano, représentée avec une ligne bleue solide.

Matériaux	n <sub>e</sub>	V
Eau (25°C)	1,334	55,81
huile à immersion (Leica type F)	1,518	46
PDMS (sylgard 184)	1,43	44,5
Verre (borosilicate D263T)	1,5255	55
SU-8 3000	1,58	55

TABLE III.5 – Propriétés optiques de différents matériaux,  $n_e$  étant l'indice de réfraction à la longueur d'onde  $\lambda_e = 546, 1 \text{ nm}$ , et V le nombre d'Abbe.

La résonance des cavités est théoriquement une courbe Lorentzienne :

$$\text{Lorentz}(\lambda) = \frac{\delta_{\lambda}^{2}}{(\delta_{\lambda}^{2} + (\lambda - \lambda_{0})^{2})}$$
(III.1)

avec  $\lambda_0$  la longueur d'onde de résonance, et  $\delta_\lambda$  la demi-largeur de la résonance. Néanmoins, les mesures des facteurs de qualité sur le montage optique présentent plutôt un profil de résonance Fano ayant pour équation :

$$Fano(\lambda) = \frac{(q\delta_{\lambda} + \lambda - \lambda_0)^2}{\delta_{\lambda} + (\lambda - \lambda_0)^2}$$
(III.2)

Dans cette équation, q est le paramètre de Fano. La raison de l'apparition d'une résonance Fano vient du couplage entre le mode discret de la cavité avec le continuum provenant du guide d'ondes. Dans la plupart des cas, l'estimation du facteur de qualité peut aussi bien être réalisée manuellement en mesurant la largeur à mi-hauteur de la résonance  $\Delta\lambda$ . Le facteur de qualité est alors  $Q = \lambda_0 / \Delta\lambda$  avec  $\lambda_0$  la longueur d'onde de résonance de la cavité.

#### III.4.3 Caractérisation de la microfluidique

Le développement de la microfluidique hybride a été motivé par la nécessité d'obtenir une imagerie de meilleure qualité en utilisant une proportion de verre importante par rapport au PDMS. Les premières couches microfluidiques utilisaient une épaisseur de 150  $\mu$ m de PDMS, diminuant ainsi la résolution maximale atteignable à cause de l'apparition d'aberrations sphériques importantes. Les objectifs utilisés étant fabriqués et optimisés pour fonctionner avec une épaisseur donnée de verre (en général 170  $\mu$ m), le moindre écart par rapport à ces valeurs d'utilisation optimale fait apparaître des défauts qui empêchent de focaliser correctement.

Le calcul des aberrations sphériques sur un objectif similaire démontre clairement que l'utilisation d'une microfluidique hybride avec 150  $\mu$ m de verre et 20  $\mu$ m d'eau permet d'améliorer



FIGURE III.31 – Simulation Zemax de l'aberration sphérique dans le cas de différents types de matériaux posés entre l'échantillon et l'objectif à immersion à huile de 100x. (Réalisée par Dr. N. Descharmes)

les aberrations sphériques par rapport au cas où tout est constitué de PDMS[107]. Afin de montrer l'amélioration entre les deux types de membrane, une cible de résolution de type NSB a été fabriquée en salle blanche (cf. figure III.32). Cette cible est composée de 5 bandes horizontales et verticales de couleur foncée sur une surface blanche/réfléchissante. Le contraste entre les deux couleurs est obtenu à partir du contraste entre le silicium et le SiO<sub>2</sub> en utilisant un échantillon de SOI où le silicium a une épaisseur de 0,22  $\mu$ m. La distance entre les bandes est diminuée et le pouvoir de résolution de la membrane est déterminé par le moment où il devient impossible de distinguer les bandes sombres. La limite de résolution est alors atteinte pour la membrane en PDMS à partir de 1400 lignes par mm, ce qui correspond au motif #13 sur la figure III.32 a) et qui est égale à une distance entre les bandes de 0,726  $\mu$ m. En ce qui concerne la membrane hybride, cette limite de résolution atteint 2200 lignes par mm pour le motif #17 de la figure III.32 b), soit une distance untre les bandes de 0.458  $\mu$ m, ce qui est très proche de la constante de maille des cristaux utilisés.

La photo de cristaux photoniques prise à travers les deux types de membrane permet d'arriver aux mêmes conclusions. Le cristal sur la figure III.33 a) est extrêmement flou, et il est même quasiment impossible de distinguer l'emplacement de la cavité de piégeage.

Il est également possible de se rendre compte de l'amélioration de la qualité optique en comparant la puissance utilisée par une pince optique usuelle focalisée à travers la membrane microfluidique. L'efficacité de piégeage est très sensible à la dimension de focalisation du faisceau laser, qui est relié à la qualité optique de la membrane microfluidique. Ainsi, avec une couche microfluidique entièrement en PDMS, la puissance nécessaire pour piéger grâce à un laser auxiliaire (Ti :Sapphire à 900 nm) une particule de polystyrène de 500 nm de diamètre



FIGURE III.32 – Comparaison de la résolution atteinte avec la couche microfluidique entièrement en PDMS et la couche hybride.

est de 100 mW en sortie du laser. Le même type de particules peut être piégé à travers la membrane hybride avec une puissance de 20 mW en sortie du même Ti :Sapphire. Les deux mesures sont effectuées dans les mêmes conditions, avec le même chemin optique sur le faisceau du laser. La membrane hybride permet alors d'obtenir une amélioration conduisant à une réduction par 5 de la puissance requise pour piéger une particule de 500 nm. Ceci illustre la meilleure qualité d'imagerie obtenue, la force du piégeage optique étant fortement dépendante de la qualité du faisceau focalisé.

L'utilisation d'une fine couche de PDMS entre le verre et le silicium sert à obtenir deux effets provenant de la flexibilité du PDMS. Premièrement, il est possible de créer des valves qui peuvent fermer le circuit fluidique en injectant simplement de l'air sous pression dans le canal de contrôle passant par-dessus la valve que l'on veut fermer (cf. figure III.34). Cela permet d'isoler complètement le canal fluidique et de supprimer tout flux résiduel. Cet effet n'est pas possible avec une membrane microfluidique entièrement solide[122]. Le second effet provient de la capacité du PDMS de se lier avec le silicium pour former un joint non permanent pouvant être rompu en ne laissant pas trop de résidus sur la surface du silicium. Le PDMS pouvant se lier de façon conforme avec le silicium.

D'autres avantages apparaissent grâce à la rigidité du verre sur le PDMS. Les effets hydrodynamiques dans le canal fluidique sont drastiquement réduits lors de l'utilisation des valves Quake. La flexibilité de la membrane entièrement en PDMS autorise l'apparition d'oscillations du liquide à l'intérieur des canaux fluidiques lors de la fermeture des valves. Ce régime



FIGURE III.33 – a) Image de cristaux obtenue à travers la microfluidique entièrement en PDMS. b) Image de cristaux obtenue à travers la couche hybride. Illumination identique provenant d'un Kohler adapté au montage (cf. figure CHAP IV.). c) Image SEM.



FIGURE III.34 – Schéma d'une paire de valves Quake. Lorsque la pression dans le canal de contrôle devient plus élevée (orange) que la pression dans le canal fluidique (vert), la couche de PDMS se déforme pour bloquer le canal fluidique et fermer la valve.

transitoire peut durer quelques minutes. Avec la couche de verre par-dessus le PDMS, ces effets hydrodynamiques disparaissent et le flux résiduel dans le canal fluidique tombe à zéro quelques secondes après la fermeture des valves, ce qui nous permet de travailler avec les particules sans attendre. Ceci est très important lors d'expériences où il faut faire de nombreuses mesures les unes après les autres. Il est également intéressant de remarquer qu'il ne faut qu'une seule valve fonctionnelle pour pouvoir stopper complètement le flux dans le canal fluidique. La microfluidique entièrement en PDMS nécessitait plusieurs jeux de valves pour obtenir le même effet.

L'échantillon devient également beaucoup plus robuste, en particulier face aux infiltrations d'huile d'immersion à travers le PDMS. L'un des gros inconvénients avec la microfluidique entièrement en polymère provient de l'absorption des solvants hydrocarbonés présents dans l'huile à immersion tel le xylène[123]. Le xylène peut migrer à l'intérieur de la couche de PDMS et se retrouver dans les canaux fluidiques. Comme le Xylène est insoluble dans l'eau et très visqueux, il est capable de boucher les canaux de façon définitive, ce qui peut obliger à remplacer la couche toute entière s'il n'est pas possible de la nettoyer en injectant plus de pression. Si la couche de PDMS a été collée par plasma à oxygène (ce qui est généralement le cas), l'échantillon tout entier est perdu.

Un autre avantage provient de la soudure non permanente au silicium. L'ancienne couche microfluidique entièrement en PDMS avait besoin d'être soudée au plasma à oxygène afin de pouvoir supporter les différentes pressions utilisées pour l'injection. En effet, la soudure non permanente par les forces de Van der Waals ne permet pas de supporter des pressions supérieures à plus de 0,3 bar [121], mais comme le PDMS est naturellement hydrophobe, ainsi que le silicium après le traitement au HF pour la séparation de la membrane, il est nécessaire d'injecter le fluide sous pression dans le canal microfluidique. Une pression au-delà de la valeur limite aura pour effet de forcer la membrane à se soulever et se décoller progressivement jusqu'à la perte totale d'étanchéité.

L'analyse de la situation avec des simulations Comsol permet de se rendre compte des différences entre les deux membranes microfluidiques. Deux paramètres peuvent être comparés : le déplacement de la membrane soumise à une pression à l'intérieur du canal fluidique et le



Chapitre III. Fabrication des échantillons de piégeage : cristaux photoniques et microfluidique

FIGURE III.35 – Simulations Comsol pour une pression à l'intérieur du canal de 0,35 bar. a)
Déplacement total de la membrane entièrement en PDMS. Les flèches sont normalisées et indiquent la direction du déplacement. L'amplitude du déplacement est représentée en couleurs.
b) Stress subi par la membrane entièrement en PDMS. c) Déplacement total de la membrane hybride. Les flèches sont normalisées et indiquent la direction du déplacement. L'amplitude du déplacement total de la membrane du déplacement est représentée en couleurs.

stress subi. Les simulations (cf figure III.35) ont été réalisées avec une pression injectée de 0.35 bar, qui est la pression maximale que peut subir la membrane microfluidique non soudée au plasma. Dans le cas de la membrane entièrement réalisée en PDMS, le déplacement de cette dernière est principalement vertical par rapport au plan de l'échantillon. Le déplacement le plus important étant directement au-dessus du canal sous pression. Dans ces conditions, les forces de VdW sont les seules forces adhésives permettant de lutter contre le décollement de la membrane. Le stress subi par la membrane est maximal au niveau de la jonction entre le canal, le PDMS et le silicium avec une valeur de 730 kPa. La membrane hybride est soumise au stress différemment à cause de la présence de la couche de verre solide par-dessus le PDMS. En effet, la simulation indique que la plus grande partie du stress subi par la membrane se trouve dans le verre, répartie sur un volume plus grand que dans le cas précédent. Le stress dans la couche hybride est réduit d'un facteur 6 par rapport à la couche entièrement en PDMS. De plus, le déplacement de la couche hybride est également réduit d'un facteur 13. Ce déplacement étant principalement orienté de biais par rapport au plan de l'échantillon. De cette façon, les forces de VdW ne sont plus autant sollicitées et la membrane peut supporter plus de pression à l'intérieur du canal.

## III.5 Conclusion - Résumé

Ce chapitre reprend toutes les étapes de fabrication des échantillons de cristaux photoniques en silicium sur membranes fabriquées à l'EPFL, en particulier les cristaux photoniques pour le piégeage de nano sphères et les cristaux photoniques H0 pour les hauts facteurs de qualité. Les détails de la fabrication ainsi que les technologies employées sont développés. Les cristaux de piégeage obtenus présentent un facteur de qualité maximal de 3000 pour une longueur d'onde de résonance de 1550 nm dans un milieu aqueux. Les cristaux H0 ont démontré la possibilité d'arriver à un facteur de qualité de 400000 pour un volume de mode de 0,34 ( $\lambda/n^3$ ). La caractérisation des cristaux photoniques est détaillée. Grâce à l'utilisation des mesures en champ proche et champ lointain, il est possible d'identifier le mode de piégeage et de mesurer avec précision le facteur de qualité dans l'air et dans l'eau lorsque la couche microfluidique est ajoutée.

Une nouvelle technologie de couche microfluidique est développée, alliant le PDMS et le verre pour obtenir une membrane hybride capable de supporter de fortes pressions (au delà de 7 bars) tout en restant amovible. Grâce à la présence d'une couche de verre, cette microfluidique permet d'obtenir une qualité d'imagerie supérieure à celle obtenue avec les membranes entièrement en PDMS. Cette amélioration de la qualité optique est nécessaire pour mesurer les mouvements de particules piégées dans les cristaux photoniques car ces mesures se passent aux dimensions imposées par la limite de diffraction. Il est alors possible de fabriquer l'équivalent d'une lame de microscope avec des canaux microfluidiques intégrés et avec la possibilité de contrôler le flux grâce aux valves flexibles.

# IV Analyse du mouvement de nanoparticules piégées

### **IV.1** Introduction

Dans une thèse précédente [107], il a été montré qu'une cavité creuse est capable de fonctionner et d'engendrer une rétroaction très importante entre le mode de piégeage et la position de la particule dans la cavité. Ces cavités peuvent opérer dans deux régimes différents, le régime de piégeage "cage" et le régime de piégeage "classique" (chapitre introduction). Les mesures n'ont à l'époque été effectuées que sur un type de cavité, et avec une seule taille de nanoparticule, ce qui était suffisant pour pouvoir observer l'existence des deux régimes de piégeage. Mais afin de pouvoir mieux comprendre les capacités du piégeage de nanoparticules en cavités creuses, il est nécessaire de pousser plus loin les investigations, et d'avoir une idée de la force générée par le champ optique sur les particules piégées. De plus, une méthode de caractérisation des forces générées par la cavité est un outil indispensable pour la recherche future avec les cavités creuses à cristaux photoniques, afin d'obtenir un paramètre tangible à optimiser. Comme il est impossible d'utiliser des méthodes par contact pour mesurer la force dans notre cas, les méthodes de mesure du déplacement en trois dimensions du mouvement des nanoparticules sont à privilégier.

De nombreux moyens existent pour mesurer les déplacements de nanoparticules en 3 dimensions. Parmi les plus populaires, la méthode des centroïdes permet de mesurer facilement les déplacements d'une nanoparticule fluorescente en observant son image projetée sur un capteur CCD. Cette méthode permet d'obtenir des résultats corrects avec une précision de moins d'un pixel, c'est-à-dire quelques dizaines de nanomètres dans le plan d'observation lors de l'utilisation d'objectifs avec un fort grossissement (100 x). La mesure de l'intensité totale reçue sur le détecteur peut donner accès au déplacement perpendiculaire au plan focal de la particule mais avec une précision moindre. Le principal problème de la méthode des centroïdes et de toute autre méthode faisant appel à l'utilisation d'une caméra CCD ou EMCCD est la fréquence d'acquisition des données qui est limitée par la fréquence d'acquisi-

#### Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées

tion des images, soit une centaine de Hertz au maximum, ce qui ne permet de reconstruire le spectre que sur 50 Hz de bande de fréquence. D'autres méthodes incluent les procédés holographiques, plutôt difficiles à mettre en application malgré la précision qu'il est possible d'obtenir[124].

Dans ce chapitre, nous verrons les différentes méthodes qui ont été implémentées ainsi que les résultats qui ont été obtenus et leurs limitations. D'abord, je parlerai de l'utilisation d'un microscope confocal, puis de l'analyse des fluctuations induites par le mouvement de la particule piégée sur la lumière émise par la cavité. Je m'attarderai plus particulièrement sur la méthode de détection par interférométrie dans le plan focal arrière (IPFA) (back focal plane interferometry) qui est la méthode la mieux adaptée. Je détaillerai ensuite les résultats obtenus grâce aux mesures utilisant l'IPFA pour différentes tailles de particules (500 nm et 250 nm de diamètre en polystyrène), ainsi que pour différentes cavités, dont le facteur de qualité varie entre 1300 et 3000. Ces résultats sont en attente de publication.

### **IV.2** Mesures confocales

L'utilisation d'un microscope confocal a été la première technique à être testée. Un microscope usuel ne fait pas la différence entre le faisceau provenant d'un point du plan objet de l'objectif de microscope d'un autre plan. De plus, les rayons lumineux provenant des plans situés avant et après le plan objet se trouvent également sur la caméra utilisée pour l'imagerie, ce qui augmente la luminosité totale reçue mais diminue le contraste de l'image. La microscopie confocale permet de ne sélectionner qu'une seule partie de la lumière provenant d'une région du plan image déterminée par l'installation d'un diaphragme très petit dans le plan image de l'objectif, comme schématisé sur la figure IV.1. Ainsi, une nanoparticule fluorescente se trouvant dans la zone confocale dont le volume est très restreint (plus petit que le volume de la nanoparticule dans le meilleur des cas) aura une certaine partie de sa lumière transmise au détecteur. Ce détecteur est généralement une photodiode à avalanche configurée en mode de comptage de photons. En mesurant les variations d'intensité reçues par la photodiode, il est possible de retrouver le mouvement de la nanoparticule. La technique est capable de mesurer des déplacements de l'ordre du nanomètre dans le plan d'observation en mesurant le nombre de photons arrivant sur le détecteur.

La mise en place de cette technique n'est toutefois pas pratique et ne permet pas de détecter les mouvements rapides des nanoparticules pour plusieurs raisons. La première de ces raisons est l'impossibilité de distinguer le mouvement dans le plan et le mouvement dans l'axe optique. En effet, une particule se déplaçant selon l'axe optique va également faire varier le nombre de photons détectés par la photodiode. Le second problème vient de la faible émission de photons par les nanoparticules fluorescentes. Le nombre de photons émis par les nanoparticules fluorescentes est malheureusement trop faible pour faire des mesures précises à des fréquences d'échantillonnage supérieures à quelques kHz, ce qui est absolument nécessaire pour pouvoir observer le mouvement rapide des nanoparticules dont la fréquence





FIGURE *IV.1 – Schéma d'un montage confocal simple.* 

FIGURE *IV.2* – *Schéma du montage de détection des perturbations.* 

de coupure peut atteindre le kHz.

### **IV.3** Mesures par perturbations

Une autre façon d'observer les mouvements d'une nano sphère piégée est d'utiliser la lumière du mode de la cavité diffusée par la particule pendant son piégeage. Cette diffusion par une source mouvante crée des fluctuations dans l'image du mode qui sont clairement visibles en faisant l'image du mode avec la caméra infrarouge. La méthode est relativement simple puisqu'elle consiste à focaliser l'image agrandie 100x du mode de la cavité sur une photodiode à quatre quadrants (PQQ) comme dans le schéma de la figure IV.2. Les fluctuations de la lumière du mode dispersé par la particule sont enregistrées par la PQQ. Comme ces fluctuations sont directement liées aux mouvements de la particule, il devrait être possible d'obtenir quelques informations de ces enregistrements. Il se trouve malheureusement que l'interprétation de ces résultats est bien trop complexe, à cause de l'interdépendance entre le champ de piégeage et le champ de détection. La position de la particule dans le plan du cristal photonique est suivie avec une précision qui dépend de la puissance couplée dans la cavité. De plus, le mouvement de la particule dans la cavité va moduler l'interprétation de sa position dans la cavité. Tous ces paramètres rendent l'interprétation des résultats complexe et peu fiable.

### IV.4 Microscope à force photonique

#### **IV.4.1** Principes

Afin d'avoir des mesures du mouvement des nanoparticules aisément interprétables, nous utilisons la méthode d'interférométrie dans le plan focal arrière (IPFA)[61, 125]. Cette méthode repose sur l'interprétation du motif d'interférence qui apparaît à partir des différences de chemin optique entre la partie d'un faisceau focalisé sur la particule qui va être diffusé par celle-ci et la partie du faisceau qui passera sans être perturbée. Un objectif de collection de faible ouverture numérique (O.N.) capture cette lumière et le motif interférométrique est projeté sur le plan focal arrière de cet objectif où une photodiode à quatre quadrants

l'intercepte. Les déplacements du motif interférométrique sur la photodiode sont reliés aux déplacements de la particule dans le plan perpendiculaire à l'axe optique.

Cette méthode permet également de mesurer les déplacements de la particule dans l'axe optique. Lorsqu'un faisceau Gaussien est focalisé, la phase autour du point focal est caractérisée par un décalage de phase de Gouy  $\Gamma(z) = \arctan\left(\frac{z}{z_r}\right)$  qui donne au total un déphasage de  $\pi$  au faisceau Gaussien, avec z la position sur l'axe optique et  $z_r$  la longueur de Rayleigh. A proximité du point focal, la phase du faisceau va donc varier linéairement avec la position sur l'axe optique. La superposition entre une onde dont la phase varie avec la position sur l'axe optique et une onde diffusée par la particule va créer un changement du signal proportionnel linéairement avec la position de la particule sur l'axe optique.

#### IV.4.2 Procédé expérimental

Quelques modifications ont été apportées sur le montage afin de permettre la mise en place de cette expérience. La première modification consiste à choisir une source laser pour l'expérience. Avec la méthode IPFA, le laser passe à travers l'échantillon entier. Notre échantillon est composé de 250  $\mu$ m de silicium ainsi que 140  $\mu$ m de verre borosilicate, dont la transmission est constante sur une plage de longueur d'onde de 300 à 2000 nm. Le silicium est transparent à partir de 1100 nm. Le liquide et les particules se déplacent dans la couche fluidique fabriquée en PDMS d'une épaisseur de 10  $\mu$ m. Le PDMS possède une légère absorption autour de 1100 nm, jusqu'à 1200 nm avec une zone plus propice à 1300 nm[126]. De plus,



FIGURE IV.3 – Schéma d'une photodiode à quatre quadrants

comme il est important d'éviter des effets parasites entre le laser de détection et le piégeage, on utilise un laser dont la longueur d'onde est éloignée de la résonance de la cavité, laquelle peut se trouver entre 1500 nm et 1600 nm. Finalement, la détection est plus sensible si l'on a un faisceau bien focalisé. Il est donc préférable d'utiliser une petite longueur d'onde. Pour toutes ces raisons, il est plus pratique de travailler à 1300 nm pour détecter les mouvements. La photodiode à quatre quadrants utilisée (Hamamatsu G6849) possède un maximum de sensibilité à 1550nm avec une photosensibilité de 0,95 A/W. A une longueur d'onde de 1300nm, la photosensibilité de la photodiode est de 0,85 A/W. 3 canaux de détection sont créés avec les signaux provenant de la PQQ :

$$\begin{cases} C_x = (Q_2 + Q_4) - (Q_1 + Q_3) \\ C_y = (Q_1 + Q_2) - (Q_3 + Q_4) \\ C_z = Q_1 + Q_2 + Q_3 + Q_4 \end{cases}$$
(IV.1)

Un objectif à immersion à huile d'ouverture numérique de 1,4 est utilisé afin de focaliser le laser de détection. L'ouverture numérique de cet objectif est choisie la plus large possible afin d'augmenter la résolution de la détection du mouvement de la particule dans le plan du cristal

photonique qui est le plan perpendiculaire à l'axe optique. Le spot du laser de détection (avec  $\lambda = 1300$  nm) aura alors un diamètre D :

$$D \approx 1.22\lambda/O.N. \approx 1.1\mu m$$
 (IV.2)

Ce faisceau va donc englober la cavité à cristaux photoniques dont le diamètre est de 700 nm. La lumière du laser de détection est ensuite collectée de l'autre côté de l'échantillon par un objectif à longue distance de travail, lequel possède une ouverture numérique plus petite de 0,7. L'utilisation d'un objectif de collection avec une faible ouverture numérique est importante afin d'augmenter la résolution de l'acquisition du mouvement le long de l'axe optique de la particule piégée[125]. Plus l'ouverture numérique est grande. Le minimum de sensibilité se trouve avec un objectif d'ouverture numérique de 0,9. L'ouverture numérique de notre objectif de collection étant de 0,7, nous nous trouvons dans une situation intermédiaire qui permet tout de même de récupérer un signal utilisable pour déterminer la position de la particule selon l'axe optique. L'intérêt de cet objectif est surtout sa distance de travail suffisamment longue pour pouvoir obtenir une image à travers l'échantillon en silicium tout en restant loin de la monture de l'échantillon. Le grossissement de cet objectif est de 100x, ce qui donne une image similaire à celle obtenue par l'objectif à immersion comme sur la figure IV.4.

La face arrière de notre échantillon doit également être préparée spécialement pour ce type de mesures. En effet, elle doit être suffisamment plane pour ne pas diffuser la lumière se propageant à travers le silicium. Sur la figure IV.5 il est possible de voir que le faisceau est très diffusé avec la surface non travaillée de l'échantillon. Après une étape de réduction de l'épaisseur par ponçage avec un disque en diamant, le point focal du faisceau est beaucoup plus clair. L'étape de rabotage de l'échantillon ne donne pas de meilleurs résultats. Le rabotage laisse une structuration de la surface d'une hauteur maximale de 60 nm, en dessous de la taille de la longueur d'onde, ce qui n'aura pas d'effets sur la diffusion de la lumière. Le polissage avec une solution de nanoparticules de silice donne à la face arrière un fini miroir en réduisant la hauteur maximale de la structuration de la surface. Cette étape ne donne pas d'amélioration significative pour la détection à 1300 nm. De plus, cette étape laisse de nombreuses nanoparticules de silice sur l'échantillon, ce qui nécessite un nettoyage à l'acide fluorhydrique (HF) avant la fabrication des cristaux photoniques. L'étape de rabotage est suffisante pour obtenir une surface utilisable.

#### **IV.4.3** Suppression des vibrations

Les mesures de position sont extrêmement sensibles aux vibrations parasites. Il est alors nécessaire de "nettoyer" la table optique afin de supprimer les sources de bruits qui peuvent rendre la mesure impossible. Deux méthodes de détection ont été utilisées afin de trouver les sources de bruit. La première utilise un accéléromètre LabGuarde capable de détecter les bruits de basses fréquences sur une plage de 0 Hz à 500 Hz. La seconde méthode consiste à utiliser le montage de détection en retirant l'échantillon. Les vibrations de la table sont alors



FIGURE IV.4 – a) Image infrarouge (couleurs inversées) d'un cristal photonique avec la cavité en résonance prise à travers l'échantillon avec un objectif de O.N. 0.7, 100x. Les pointillés en bleu représentent la limite du cristal photonique (PhC) et du guide d'ondes W1. La cavité est entourée en rouge. L'injection du laser se fait par la droite grâce à un guide gravé sur le silicium. b) Même cavité que (a) prise par l'objectif à immersion à travers la couche microfluidique.



FIGURE IV.5 – Spot de détection pour différentes surfaces pour un laser à 1310 nm de 1 mW. Un même filtre interférométrique est éventuellement utilisé afin de réduire l'intensité au niveau du détecteur a) Faisceau non filtré, surface initiale non rabotée et non polie. b) Faisceau non filtré, surface rabotée non polie. c) Faisceau non filtré, surface rabotée et polie. d) Faisceau filtré pour surface rabotée non polie. e) Faisceau filtré pour surface rabotée et polie.



FIGURE IV.6 – Schéma simplifié du montage pour la détection interférométrique.

#### Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées

détectées par le mouvement des objectifs après avoir été transmises par les montures. Les mesures faites avec l'échantillon ne montrent aucune différence par rapport aux mesures sans échantillon. Toutes les mesures sont faites avec la même longueur d'onde (1300 nm) et la même puissance (10 mW). Les gains de l'amplificateur électronique sont gardés constants durant les expériences afin de pouvoir comparer les différents résultats.

Le bruit de la table optique lorsqu'aucun appareil dans le laboratoire n'est activé est mesuré avec l'accéléromètre LabGuarde (cf. figure IV.8) Après une première tentative, une source de bruit de grande amplitude est identifiée provenant du refroidissement liquide de la tête d'un laser argon se trouvant sur la table optique (cf. figure IV.9). Ainsi, la déviation standard du bruit de détection mesurée par la PQQ passe de 0,65 V lorsque le refroidissement du laser fonctionne à 0,09 V lorsque le refroidissement du laser est arrêté. La valeur moyenne du signal n'est pas significative car elle ne dépend que de l'alignement initial des objectifs de microscopes et de la PQQ. L'analyse du bruit avec l'accéléromètre LabGuarde (cf. figure IV.11) nous indique qu'il s'agit d'un bruit large bande, compris entre 30 Hz et 300 Hz principalement.

Pour résoudre ce problème, le laser a été remplacé par une source LED haute puissance à 500 nm, laquelle sert à exciter la fluorescence des nano sphères. Une seconde pince optique est installée à partir d'une diode laser à 660nm, laquelle peut atteindre une puissance utilisable de 50 mW.

Une seconde source de bruit peut être identifiée de la même manière provenant de l'EMCCD (cf. figure IV.10 et IV.13). La déviation standard du bruit causé par le ventilateur de refroidissement est de 0,30 V. La fréquence de ce bruit est plus restreinte, avec un unique pic à 60 Hz. Une façon de supprimer cette source de bruit est d'isoler la caméra et son ventilateur de la table optique. Des supports anti-vibrations sur la caméra et sur le laser à argon ont été testés sans succès. La caméra a enfin été fixée sur une monture séparée de la table. Elle est donc suspendue au-dessus de la table, sans aucun contact. L'image est toujours perturbée par les vibrations du ventilateur de la caméra mais la détection par laser est totalement isolée de ces vibrations, ce qui est le but recherché.

D'autres bruits sont encore présents (cf. figure IV.15), mais leur origine n'a pas pu être déterminée, en particulier à 6 Hz, 50 Hz, 227 Hz et 290 Hz. Ces bruits sont également détectables par le LabGuarde lorsque ce dernier est posé sur le sol, et existent lorsque tout le laboratoire est arrêté. Il s'agit donc de sources extérieures au laboratoire, provenant de la ventilation, de machines de la salle blanche à l'étage supérieur. D'autres sources de bruit intermittentes ont pu être détectées, en particulier provenant de la ligne de métro à proximité de l'EPFL (cf. figure IV.14) et des camions empruntant la route à proximité. Parler dans le laboratoire crée également des parasites, ainsi que le fait de se déplacer autour de la table optique. Les mesures se déroulent alors dans le silence le plus complet, aux moments où le dispositif est au calme, sans perturbations extérieures.

Après les modifications, le niveau de bruit basse fréquence jusqu'à 500 Hz est réduit considérablement comparé au bruit initial (cf. figure IV.15). Quelques sources de bruit sont encore



FIGURE IV.7 – Schéma du montage pour la détection des vibrations transmises par les montures des optiques.



FIGURE IV.8 – Mesures du bruit provenant de la table optique lorsque le laboratoire entier est éteint, sans aucune machine en fonctionnement



Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées

FIGURE IV.9 – Mesures du déplacement selon l'axe X (axe horizontal dans le plan perpendiculaire à l'axe optique) dans le temps (fréquence d'échantillonnage de 10000 pts/sec) lorsque le laser est seul à fonctionner sur la table



FIGURE IV.10 – Mesures du déplacement selon l'axe X (axe horizontal dans le plan perpendiculaire à l'axe optique) dans le temps (fréquence d'échantillonnage de 10000 pts/sec) lorsque la caméra EMCCD est la seule à fonctionner sur la table



FIGURE IV.11 – Spectre des déplacements verticaux mesurés par l'accéléromètre LabGuarde sur la table optique avec le laser argon uniquement.



FIGURE IV.12 – Spectre de fréquence obtenu par la détection par PQQ



FIGURE IV.13 – Spectre des déplacements verticaux mesurés par l'accéléromètre LabGuarde sur la table optique avec l'EMCCD uniquement.



FIGURE *IV.14 – Comparaison de l'accélération verticale détectée par le LabGuarde lors du passage d'un Métro. Le LabGuarde se trouve au sol, sans aucune machine en fonctionnement dans le laboratoire.*


FIGURE IV.15 – Comparaison avant/après les modifications apportées au montage. La courbe bleue représente la mesure effectuée sur le sol. La courbe rouge représente la mesure effectuée sur la table optique avant les modifications. La courbe verte indique la mesure effectuée sur la table optique après les modifications. Transformée de Fourrier en échelle logarithmique.

visibles mais leur largeur en fréquence est très étroite et peut donc facilement être retirée des résultats des expériences. Ces sources de bruit ne présentent donc pas d'inconvénients majeurs. Le montage expérimental ressemble alors au schéma de la figure IV.16.



Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées



#### **IV.4.4 Résultats**

Le piégeage des nano sphères de polystyrène se fait à l'intérieur de la cavité à cristaux photoniques. De cette façon, une nano sphère de polystyrène de 500 nm de diamètre est très proche du bord de la cavité lorsqu'elle est piégée. Le coefficient de friction pour une particule piégée est extrêmement sensible à son environnement, à la viscosité du fluide, à la forme de la particule, ainsi qu'à la distance de la surface la plus proche. Malheureusement, les modèles théoriques pour décrire la friction d'une particule sont principalement faits dans l'approximation d'une particule située à plusieurs rayons de la plus proche surface plane[127, 128]. Cette approximation est inutilisable pour le piégeage des nano sphères de 500 nm dans les cavités car la particule est quasiment en contact avec la surface de la cavité, avec environ 100 nm de séparation de part et d'autre entre la particule et la surface [7, 8]. La présence de cette surface si proche induit des effets électrostatiques et hydrodynamiques qui ne



FIGURE IV.17 – Taille d'une nano sphère de 500 nm par rapport à la taille de la cavité à l'échelle. Vue de profil.

permettent pas de donner une valeur théorique du coefficient de friction.

Il est néanmoins possible de retrouver expérimentalement le coefficient de friction lorsque la particule est proche de la surface de la cavité à partir de données de piégeage à l'intérieur de la cavité par un laser externe calibré. Dans notre cas, le laser de piégeage externe est le laser de détection utilisé à 1300 nm, avec une puissance de 5 mW en sortie de fibre, ce qui équivaut à 330  $\mu$ W au point focal.

#### Calibrage du laser de détection

Il est d'abord nécessaire de calibrer le laser à 1300 nm. Une nano sphère de polystyrène identique à celles qui seront utilisées pour le piégeage en cavité est piégée par le laser de détection en dehors de la cavité, au-dessus de la surface de silicium, à une distance de la surface suffisante pour ne plus avoir de perturbations. Cette distance est typiquement de 5-10 fois le rayon de la particule. A cette distance de la surface, le coefficient de friction  $\gamma_0$  de la particule est donné par la relation :

$$\gamma_0 = 6\pi\rho v R = 4,71 \cdot 10^{-6} \text{ g/s}$$
(IV.3)

avec la densité volumique de l'eau  $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$ , la viscosité dynamique de l'eau à 25°C  $v = 10^{-6}$  m<sup>2</sup>/s et le rayon de la particule R = 250 nm, il est alors possible de trouver le coeffi-

	Х	Y	Ζ
$D \propto (nm^2/s)$	$528\pm61$	$602 \pm 61$	$283 \pm 12$
С	$1665 \pm 187$	$1459 \pm 145$	$3102 \pm 138$

TABLE IV.1 – Coefficients expérimentaux D et facteurs de proportionnalité correspondants.

cient de diffusion D en utilisant l'équation d'Einstein :

$$D = \frac{k_B T}{\gamma_0} = 0,878 \text{ nm}^2/\mu \text{s}$$
(IV.4)

avec  $k_B$  la constante de Boltzmann et T la température en K.

La mesure du *spectre de densité de puissance* (SDP) du mouvement de la nano sphère piégée avec 5 mW en sortie de fibre du laser de détection nous permet d'obtenir la valeur expérimentale du coefficient de diffusion D dans les 3 dimensions. En effet, pour des fréquences élevées au-delà de la fréquence de coupure  $f_c$ , l'équation du SDP est :

$$SDP(f) \equiv \frac{D}{2\pi^2 f^2} \tag{IV.5}$$

Les coefficients de diffusion expérimentaux D du tableau IV.1sont retrouvés après modélisation du SDP par une courbe Lorentzienne :  $L = A/(1 + Bf^2)$ . Il est alors possible de calculer le facteur de proportionnalité C qui est dépendant du dispositif de mesure. Ce facteur permet de convertir en nanomètres les mesures de la photodiode prisent en volts.

Pour trouver la valeur expérimentale du coefficient de friction dans la cavité, il est nécessaire de mesurer le SDP pour une particule piégée dans la cavité par le laser de détection avec la même puissance en sortie de fibre et la même longueur d'onde (resp. 5 mW et 1300 nm). Dans ce cas, le coefficient de friction ne répond plus à la relation IV.3, mais le facteur de conversion reste identique car il ne dépend que de la PQQ et des objectifs utilisés. La valeur de la friction se trouve donc en modélisant le SDP pour une nano sphère de 500 nm piégée dans la cavité. On trouve alors la valeur du coefficient de diffusion D expérimental pour la particule de 500 nm dans l'axe Z et donc la valeur du coefficient de friction  $\gamma_0$ . Cette valeur expérimentale de  $\gamma_0 = 7, 6 \cdot 10^{-6} g/s$  se trouve être presque le double de la valeur calculée loin d'une surface.

La valeur expérimentale de  $\gamma_0$  selon l'axe X et Y n'est pas mesurable facilement. La raison de ce problème provient de la limite mécanique imposée par le contact entre la particule et le bord intérieur de la cavité. Si la force de rappel du laser de piégeage est suffisamment puissante

	Z
$D(nm^2/\mu s)$	$0,538 \pm 0,058$
$\gamma_0 (g/s)$	7,6.10 <sup>-6</sup> ±0,8.10 <sup>-6</sup>

TABLE IV.2 – Coefficient de diffusion expérimental D pour le piégeage d'une particule de polystyrène de 500 nm de diamètre dans la cavité par le laser auxiliaire à 1300 nm.  $\gamma_0$  est le coefficient de friction calculé grâce à la mesure de D.



FIGURE IV.18 – SDP le long de l'axe optique d'une nano sphère piégée par le laser de détection à 5 mW dans la cavité. Modélisation en noir selon une courbe Lorentzienne avec les paramètres d'optimisation A et B.

dans l'axe Z, le confinement de la particule dans le plan XY du cristal photonique est réalisé principalement par l'action des rebonds de la particule sur la surface intérieure de la cavité. Les mesures effectuées avec les particules de 500 nm montrent très peu de différences entre les SDP dans le plan XY. La puissance du laser ne permet pas d'identifier un effet notable sur l'augmentation ou la diminution de la fréquence de coupure du SDP qui reste constante et égale à 100 Hz tant que la particule est maintenue le long de l'axe Z.

#### Piégeage parasite par le laser de détection

La détection du mouvement de la particule piégée est enregistrée en utilisant le laser de détection focalisé sur la nanoparticule. Il est évident que le laser de détection va générer une force optique sur la particule piégée par le champ de la cavité. Pour que les mesures soient utiles, il faut donc régler la puissance du laser de détection afin de limiter la force générée tout en gardant un bon signal sur le photo détecteur.

#### Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées

En piégeant une nano sphère de 500 nm de diamètre, on peut voir que la fréquence de coupure due à la cavité est de l'ordre de 100-200 Hz. Il suffit alors que la fréquence de coupure due au laser de détection soit un ordre de grandeur en dessous de la fréquence de coupure du piégeage provenant de la cavité. Une puissance de détection de 5mW pour une nanoparticule de 500 nm semble le meilleur compromis, permettant de recevoir un signal suffisant pour faire les mesures sans trop piéger la nanoparticule. La fréquence de coupure mesurée pour cette puissance crée une fréquence de coupure de 10 Hz lorsque l'on piège la particule hors de la cavité, loin de la surface, ce qui reste un ordre de grandeur plus bas que les fréquences de coupure observées avec le piégeage par cavités.

Cette fréquence de coupure de 10 Hz permet également d'estimer la force générée par le laser de détection sur une particule de 500 nm avec 330  $\mu W$  au point de focalisation et fonctionnant à 1300 nm. Il suffit d'utiliser la relation classique avec le coefficient  $\gamma_0$  expérimental pour retrouver le coefficient de raideur qui est égal à :  $F = 2\pi f_c \gamma_0 = 2,9 \text{ pN}/\mu m$ , ce qui reste dans les valeurs usuelles d'une dizaine de pN/ $\mu$ m en considérant la très faible puissance utilisée et la longueur d'onde. Le piégeage parasite par le laser de détection est alors très faible.

Un effet intéressant peut être observé lors du piégeage de nanoparticules avec le laser de détection à l'intérieur de la cavité. La fréquence de coupure du SDP de la particule piégée devient alors plus élevée, jusqu'à une valeur stable de 30 Hz, quelque soit la puissance utilisée pour la détection. Ce changement provient sans aucun doute de la modification du coefficient de friction lorsque la particule est proche de la surface de la cavité. De plus, l'emprisonnement de la nanoparticule dans le plan du cristal par le bord de la cavité va également jouer un rôle dans l'augmentation de la fréquence de coupure détectée dans le plan du cristal.

#### IV.4.5 Cavités utilisées

Pour les expériences suivantes 3 cavités ont été utilisées afin de garder les mêmes caractéristiques pour pouvoir comparer les résultats. Ces 3 cavités se trouvent sur le même échantillon, à moins de 100  $\mu$ m de distance l'une de l'autre, ce qui permet de limiter les variations qui peuvent avoir lieu lors de la fabrication. Leurs spectres de transmission et d'émission ont été mesurés avant et après infiltration par de l'eau. Les caractéristiques de ces cavités sont reprises dans le tableau IV.3.

Le décalage spectral maximal induit par la présence de la particule est mesuré en piégeant une particule de 500 nm dans la cavité. Cette particule peut être piégée directement par le champ produit par la cavité excitée proche de la longueur d'onde de résonance. Un second laser de puissance plus faible que le premier est également couplé au cristal grâce à un coupleur en Y. Ce laser est également modulé à haute fréquence (1 kHz) et est réglé pour balayer lentement ( $\approx$  1 Hz) une plage de longueur d'onde de 10 nm autour de la longueur d'onde de résonance de la cavité à vide[106]. Une détection synchrone permet d'isoler le laser modulé

	Nombre de rangées de couplage	Longueur d'onde de résonance $\lambda_0$ (nm)	facteur de qualité Q	$\Delta\lambda$ (nm)	$\delta \lambda_{max}$ (nm)
Cavité A	3	1583	1300	1,2	0,7
Cavité B	4	1600	1600	1	0,9
Cavité C	5	1580	3000	0,5	0,6

TABLE IV.3 – Tableau reprenant les caractéristiques des cavités utilisées pour l'analyse des spectres de densité de puissance.  $\Delta\lambda$  indique la largeur de la résonance de la cavité.  $\delta\lambda_{max}$  est la valeur du décalage en longueur d'onde maximale par rapport à la longueur d'onde à vide  $\lambda_0$ . Toutes ces valeurs sont mesurées expérimentalement.



FIGURE IV.19 – Schéma du montage pour la mesure du décalage de la longueur d'onde de résonance avec une particule dans la cavité. Une variante de cette manipulation consiste à observer l'émission par la surface de la cavité à la place de la transmission.

à 1 kHz et de reconstituer le spectre de transmission de la cavité. Il est ensuite possible de retrouver graphiquement la valeur qui correspond au décalage en longueur d'onde causé par la présence de la particule dans la cavité en comparant les spectres de transmission avant et après le piégeage.

### IV.4.6 Protocole expérimental

Dans la suite du chapitre, X et Y sont les axes contenus dans le plan du cristal photonique, X étant parallèle au guide d'ondes du cristal photonique et Y perpendiculaire à X. Z est orienté dans la direction de l'axe optique, vers l'objectif à immersion à huile. Ce système d'axes est indiqué dans la figure IV.20. Il est identique au système d'axes représenté sur la PQQ de la figure IV.3.

Les nano sphères de 500 et 250 nm de diamètre en polystyrène fluorescent sont mélangées dans de l'eau distillée avec du Triton 1% pour prévenir les agglomérations lors des expériences. La solution de nano sphères est diluée 3000x afin d'avoir seulement quelques nanoparticules présentes à proximité de la cavité pour plusieurs minutes. Le laser de détection est réglé

#### Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées



FIGURE *IV.20 – Schéma du cristal photonique avec 3 rangées de couplage entre le guide W1 et la cavité creuse.* 

à 1300 nm, avec une puissance en sortie du laser de 5 mW. Cela revient à une puissance de  $\approx$ 330  $\mu$ W au point de focalisation sur l'échantillon. Le laser de détection est polarisé linéairement. La photodiode à quatre quadrants est reliée à un amplificateur électronique dont le gain est gardé constant tout au long des mesures. Les mesures ont été prises avec une fréquence d'échantillonnage de 100 kHz. La PQQ, l'amplificateur électronique ainsi qu'un ordinateur pour le traitement des données nous ont été gracieusement prêtés par Prof. L. Forró.

Une puissance de départ est choisie ainsi qu'une longueur d'onde décalée par rapport à la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité  $\lambda_0$ . Cette longueur d'onde décalée est notée par la suite  $\delta \lambda$ . Une nano sphère est ensuite piégée dans la cavité, automatiquement ou alors amenée par l'intermédiaire d'une pince optique auxiliaire. Le laser de détection est aligné précisément sur le centre de la cavité grâce à la lumière réfléchie sur le bord de la cavité. La précision de positionnement du laser de détection est de 50 nm dans le plan du cristal photonique XY. La précision du positionnement du point focal dans l'axe optique Z est déterminée par les lentilles utilisées pour faire l'image sur la caméra infrarouge. Elle est typiquement de l'ordre de la centaine de nanomètres, ce qui est suffisant pour rester dans des conditions optimales de détection. En effet, la longueur de Rayleigh du faisceau focalisé est de 700 nm, distance sur laquelle la phase de Gouy dépend linéairement avec Z. Les données sont enregistrées pendant une minute, alors que le cristal photonique et la nano sphère sont observés par fluorescence avec l'EMCCD pour s'assurer que la mesure ne soit pas perturbée par



FIGURE IV.21 – Profil de la force selon un déplacement de la particule dans l'axe Z dans le cas où le piégeage est en régime "classique" (haut) ou "cage" (bas)

la présence d'autres particules dans les environs. La puissance est ensuite diminuée jusqu'à

atteindre la puissance limite permettant de piéger la particule. Lors de l'expérience, le canal microfluidique est fermé, ce qui arrête le flux et met les particules en mouvement Brownien sans dérive. Les mesures temporelles des déplacements des particules sont ensuite traitées pour donner le spectre de densité de puissance des déplacements selon X, Y et Z.

La fréquence de coupure du SDP est choisie comme paramètre de comparaison pour l'analyse de nombreuses mesures. En effet, la fréquence de coupure est proportionnelle à la force subie dans un piège optique classique. Pour les particules de 500 nm de diamètre, les SDP sont automatiquement modélisés par une courbe Lorentzienne de la forme  $L = \frac{A}{1+Bf^2}$  où A et B sont les paramètres de modélisation et f est la fréquence.

Étant donné le profil de la force créée par la cavité (cf. figure IV.21), il est impossible de donner de facteur de proportionnalité précis entre la fréquence de coupure et la force générée par le mode de cavité. En effet, ce profil est éloigné du profil linéaire que l'on peut trouver dans le cas d'une pince optique classique, dans quel cas une simple modélisation par une constante de rappel est possible. Le profil de force dans le cas du piégeage en régime "cage" est différent dans le sens où aucune force n'est exercée sur la particule lorsque cette dernière se trouve dans le centre de la cavité. Les forces de rappel n'existent que lorsque la particule se trouve à une certaine distance du centre de la cavité qui peut atteindre le micron. Dans le cas du piégeage en régime "classique", le profil de la force est similaire à celui d'une pince optique classique. Il pourrait donc être possible de donner une valeur de la force exercée par le piège seulement pour un décalage en longueur d'onde de  $\Delta \lambda = \delta \lambda_{max}$  correspondant au régime "classique" en supposant que le coefficient de friction  $\gamma_0$  soit le même que celui calculé dans le tableau IV.2.

#### IV.4.7 Résultats avec les nano sphères de polystyrène de 500 nm de diamètre

#### Déplacements dans le plan du cristal photonique XY

On peut voir sur la figure IV.22 que le SDP dans le plan XY d'une particule de 500 nm piégée par le champ de la cavité A ne montre pas de différences selon l'axe X et Y lorsque l'on change la puissance couplée dans la cavité. La fréquence de coupure mesurée sur les canaux X et Y semble limitée à des valeurs proches de 100 Hz. Cette fréquence de coupure visible dans le canal X et le canal Y n'est donc pas liée au piégeage optique directement, mais provient très certainement du confinement mécanique de la particule dans le plan XY.

#### Résultats pour les déplacements selon l'axe optique Z

Le long de l'axe optique Z, le mouvement de la nano sphère n'est pas limité mécaniquement par les bords de la cavité. Les courbes sur la figure IV.22 montrent bien une dépendance en puissance de la fréquence de coupure : cette dernière augmente lorsque la puissance couplée dans la cavité augmente.



FIGURE IV.22 – Spectres de densité de puissance pour les 3 directions X, Y et Z, ainsi que pour 3 puissances couplées dans la cavité A avec une excitation de  $\lambda_0$  + 0.6nm. Le laser de détection est constant à 5 mW.

L'étude de la dépendance en longueur d'onde de la fréquence de coupure est très intéressante afin d'observer d'éventuelles différences en fonction du régime de fonctionnement du piège. La figure IV.23 représente ainsi la fréquence de coupure du SDP en fonction de la longueur d'onde d'excitation  $\lambda_e$  pour le piégeage dans la cavité B. Cette longueur d'onde d'excitation  $\lambda_e$  est exprimée en unités de  $\delta\lambda_{max}$ ,  $\delta\lambda_{max}$  correspondant au décalage maximal induit par une nano sphère de 500 nm de diamètre. La conversion en nm peut se retrouver à partir du tableau IV.3.

La présence de deux pics est également visible sur les figures IV.23 et IV.25a) correspondant respectivement aux cavités B et A. Ces pics apparaissent pour des longueurs d'onde d'excitation de  $\lambda_0$  et  $\lambda_0 + \delta \lambda_{max}$ . Il est possible de faire le rapprochement entre ces deux pics et les deux régimes de piégeage qui existent pour ces deux valeurs de longueur d'onde d'excitation. En effet, le piégeage "cage" apparaît autour de  $\lambda_0$  tandis que le piégeage "classique" se trouve à proximité de  $\lambda_0 + \delta \lambda_{max}$ . De plus, comme les cavités ont le même diamètre et que les particules proviennent du même lot, il est possible de comparer l'impact du facteur de qualité sur le piégeage. On peut ainsi se rendre compte que la cavité B est la plus efficace pour le piégeage car les fréquences de coupure obtenues sont les plus élevées, avec des pics à plus de 200 Hz. La cavité A quant à elle montre les signes des deux régimes de piégeage mais avec des fréquences de coupure qui sont significativement plus petites que pour la cavité B. Cette baisse peut s'expliquer par le fait que la cavité se trouvant plus proche du guide d'ondes à cristaux photoniques, le mode dans la cavité se trouve déformé et ne permet pas d'atteindre des gradients suffisants comme dans le cas de la cavité B. La cavité C par contre ne montre



FIGURE IV.23 – Évolution de la fréquence de coupure du SDP provenant du piégeage de nano sphères uniques de 500nm de polystyrène en fonction de la longueur d'onde d'excitation avec la cavité B. La puissance affichée est celle qui est estimée à proximité de la cavité dans le guide d'ondes W1.



FIGURE IV.24 – Résultats tirés de [106]. Cette figure reprend la puissance minimale nécessaire pour garder une particule piégée dans la cavité d'un ancien échantillon de piégeage. Deux creux correspondent aux décalages en longueurs d'onde optimal pour garder la particule piégée avec de très faibles puissances guidées.





FIGURE IV.25 – a) Évolution de la fréquence de coupure du SDP provenant du piégeage de nano sphères uniques de 500nm de polystyrène en fonction de la longueur d'onde d'excitation avec la cavité A b) même chose pour la cavité C. La puissance affichée est celle qui est estimée à proximité de la cavité dans le guide d'ondes W1.

aucun signe de piégeage de type "cage". Seul un pic est visible sur la figure IV.25b), correspondant au piégeage "classique". Ces résultats peuvent être comparés avec ceux obtenus dans notre précédente publication [106], dont la figure IV.24 à été reprise. Dans cette figure, la puissance minimale requise pour garder une particule piégée dans une cavité est notée en fonction du décalage en longueur d'onde par rapport à la fréquence de résonance. Comme dans les résultats obtenus par SDP, deux pics sont visibles, à des positions similaires, proches de  $\delta \lambda = 0$  nm et  $\delta \lambda = \delta \lambda_{max}$ .

La différenciation entre les trois cavités peut se faire grâce au ratio entre la largeur de résonance de la cavité notée  $\Delta\lambda$  et le décalage spectral maximal induit par la présence de la particule. Notons ce ratio  $r = \frac{\Delta\lambda}{\delta\lambda_{max}}$ . La cavité B présentant les meilleurs résultats de piégeage donne un ratio r=0,9. Ainsi, le décalage spectral induit par la particule est très proche de la largeur de la résonance de la cavité. Lorsque la particule est à l'intérieur du piège, une faible quantité de puissance se couple du guide d'ondes jusqu'à la cavité. De la même façon, la cavité A dont le ratio r=0,6 est un exemple de cas où la présence de la particule, induit un décalage spectral significativement plus petit que la largeur de résonance. Cela se traduit par une faible variation de la puissance couplée dans la cavité lors du piégeage d'une particule. La cavité C se trouve être à l'opposé, avec un ratio r = 1,3. Dans ce cas, la présence de la particule décale la résonance de la cavité plus loin que la largeur de résonance. Le couplage est alors fortement réduit.

La force générée par la cavité sur la particule est liée à ce ratio, comme représenté sur la figure IV.26 où deux cas extrêmes sont analysés quand la cavité est excitée à la longueur d'onde de résonance à vide  $\lambda_0$ . Cette figure représente la puissance transmise après couplage dans une cavité en fonction de la longueur d'onde. Deux cas sont illustrés, le premier pour lequel le ratio est plus petit que 1 (puissance transmise notée T), le second pour lequel le ratio est plus grand que 1 (puissance transmise notée T'. En fonction de la position de la particule (noté 1, 2 et 3) par rapport à la cavité, le spectre de transmission est décalé. On peut noter que dans les deux cas, lorsque la particule se situe à la position 1, la transmission est minimale et égale à  $T_1$  pour l'un et  $T'_1$  pour l'autre. A cette distance, la particule n'agit pas sur la cavité. Quand la particule se rapproche et se trouve à la position 2, la norme du champ optique à cette position reste faible. Dans le cas ou r < 1, le décalage induit par la particule cause une augmentation de la transmission légère à T<sub>2</sub>. Ceci signifie qu'une grande quantité de lumière est toujours couplée dans la cavité, ce qui avec la faiblesse du module du champ à cette distance de la cavité créée des forces optiques très faibles. Mais cette situation est mieux que dans le cas r > 1. On peut voir sur la figure que la transmission passe de  $T'_1$  à  $T'_2$  qui est quasiment égal à la puissance transmise si rien n'est couplé dans la cavité, et ce pour le même décalage spectral causé par la présence de la particule. Dans ce cas, la force exercée sur la particule est quasiment nulle, la cavité ne piégera pas cette particule efficacement.

On peut estimer la force exercée par la cavité uniquement dans le cas du piégeage en régime "classique". En effet, le profil de force calculé par FEM devient harmonique le long de l'axe Z ce qui permet d'utiliser les résultats développés pour le cas du piégeage dans un potentiel



FIGURE IV.26 – Interaction entre une particule induisant un décalage spectral fixe pour différentes cavités de ratio r < 1 et r > 1. Les spectres sont tracés pour différentes positions de la particule dans la cavité.

harmonique. Le maximum de la fréquence de coupure dans ce cas se trouve pour un décalage en longueur d'onde  $\delta\lambda_{max}$ . Pour la cavité B, nous trouvons la valeur  $f_c = 180Hz$  pour une puissance dans le guide d'ondes de  $260\mu$ W. Le coefficient de raideur du piège selon l'axe Z est donc :

$$\kappa_{exp} = 2\pi f_c \gamma_0 = 8.5 \text{pN}/\mu \text{m} \tag{IV.6}$$

en utilisant le coefficient  $\gamma_0$  expérimental. On trouve alors que le coefficient de raideur est égal à 32 pN/ $\mu$ m/mW. Cette valeur est un ordre de grandeur meilleur que les valeurs typiques obtenues pour les pièges optiques classiques, en particulier pour les particules de petites tailles [49, 129, 130]. En effet, le piégeage de particules dont la taille est en dessous de la longueur d'onde se voit être d'autant plus difficile que la force exercée devient proportionnelle à  $r^3$ . Elle est du même ordre de grandeur que les coefficients de raideur dans le plan pour des pinces optiques classiques.

On peut alors conclure que la cavité créant les meilleures conditions de piégeage est la cavité B avec le Q facteur de 1600, possédant un ratio r = 0,9 proche de l'unité et une distance de couplage entre le guide d'ondes et la cavité de 4 rangées. Cette cavité permet de fonctionner dans les deux modes de piégeage, dont le régime "cage" qui est le plus prometteur pour des applications en biologie. La seconde meilleure cavité est la cavité C, dont les forces générées sont moitié moindres par rapport à la cavité B. Malheureusement, seul le régime "classique" est accessible. Ceci rend la cavité C bien moins attractive que la cavité B. La cavité la moins efficace est la A, sans doute à cause de la présence trop proche du guide d'onde perturbant sensiblement la forme du mode, ce qui limite les forces optiques générées.

#### IV.4.8 Résultats avec les nano sphères de polystyrène de 250 nm de diamètre

Une nanoparticule de 250 nm de diamètre est suffisamment petite pour s'approcher de la taille de l'un des lobes du champ dans la cavité (cf. figure IV.27). Il serait alors possible d'observer des évènements durant lesquels la nanoparticule saute d'un lobe à l'autre au cours de la mesure. De plus, leur confinement mécanique dans le plan XY est plus lâche que pour des particules de 500 nm. Elle reste néanmoins toujours trop proche du bord de la cavité, à une distance de 225 nm tout au plus de la surface, ce qui n'est que très légèrement au-dessus de la valeur du rayon de la particule égale à 125 nm. Il est donc toujours impossible d'appliquer les équations développées dans les approximations où une particule se trouve loin de la surface. De plus, leur petite taille rend leur manipulation par le laser de détection plus difficile ce qui limite le champ d'action pour le piégeage auxiliaire qui est utilisé pour faciliter les mesures et ne



FIGURE IV.27 – Schéma à l'échelle représentant la cavité ainsi qu'une particule de 250 nm.

pas attendre qu'une particule tombe toute seule dans la cavité. Il est en effet très difficile de piéger les nano sphères à 1300 nm avec le laser à la puissance maximale de 10 mW. Le laser est à peine suffisant pour garder la particule dans le piège et l'empêcher de partir. Les mesures sont donc faites avec cette puissance.

Plusieurs observations peuvent être faites sur les spectres de densité de puissance obtenus. La première est que dans les cavités testées, seules les cavités B et C peuvent piéger les nanoparticules de 250 nm de diamètre. La cavité A n'a pu piéger aucune particule, comme l'indiquent les SDP collectés ne montrant aucune dépendance en fonction de la puissance pour les 3 canaux de détection sur les figures IV.28, IV.29 et IV.30. Les courbes se recouvrent parfaitement, qu'il y ait de la puissance envoyée dans le guide d'ondes ou non. On peut également voir que dans ce cas, le SDP prend une allure de courbe Lorentzienne typique provenant du maintien de la particule par les bords de la cavité principalement et par les forces optiques faibles créées par le laser de détection qui maintient la particule dans l'axe Z. Changer la longueur d'onde d'excitation ne change pas l'allure des SDP, la particule ne restant dans la cavité que si le laser de détection est allumé. De plus, malgré la forte puissance utilisée pour la détection (10 mW) et la focalisation du faisceau de détection à la limite de diffraction, le niveau de bruit se trouve relativement proche du niveau du signal provenant de la particule. La particule est en effet beaucoup plus petite que la nano sphère de 500 nm et la figure interférométrique sur la POQ est bien moins contrastée car seule une infime partie de la lumière du laser de détection se trouve déviée par la nanoparticule. On peut ainsi voir que dans la région entre 1 à 30 Hz, le bruit se trouve environ une décade en dessous du signal. Au-delà de 500Hz jusqu'à 10 kHz environ, le bruit revient sous le signal, à environ une décade plus bas. La situation est légèrement plus mauvaise pour le signal selon Y que selon X et Z. Cette différence peut venir du positionnement du point de focus du laser de détection. Il est néanmoins possible de distinguer la forme du SDP à travers les pics se produisant autour de



FIGURE IV.28 – SDP pour la cavité A et une excitation à la longueur d'onde  $\lambda_0$ , particules de 500 nm, canal X

100 Hz, en particulier pour les canaux X et Z.

La cavité B montre des SDP plus intéressants. Leurs formes dépendent de la puissance et de la longueur d'onde d'excitation ce qui prouve la présence d'un effet provenant du champ de la cavité. Bien que pour certaines mesures, le niveau de bruit soit très imposant et empiète sur le signal, il est presque toujours possible de voir la forme du signal pour les basses fréquences. A cette bande de fréquence comprise entre 1 Hz et 30 Hz, le signal se trouve une décade au dessus du bruit. La pente en  $1/f^2$  aux hautes fréquences est visible sur les figures IV.31, IV.32 et IV.33. Aux basses fréquences, la pente ne tend pas vers 0 mais devient une fonction de la puissance, plus la puissance est forte, plus la pente se rapproche de 0. Les figures de la page 107 montrent les SDP d'une particule de 250 nm piégée dans la cavité B selon l'axe Z. Chaque figure indépendante indique un décalage de la longueur d'onde d'excitation différent par rapport à  $\lambda_0$ . On peut clairement distinguer ces différentes pentes, surtout dans les cas  $\delta\lambda = 0,4$  nm et  $\delta\lambda = 0,8$  nm (cf. IV.31c et IV.31e). L'analyse des SDP pour les autres canaux X et Y montre le même comportement, avec des pentes non nulles à faible fréquence.

Les pentes des SDP à faible fréquence ont toutes le même comportement : elles augmentent lorsque la puissance couplée dans la cavité diminue. D'un point de vue qualitatif, il semble que plus on couple de puissance dans la cavité, plus la particule tend à rester au même endroit



FIGURE IV.29 – SDP pour la cavité A et une excitation à la longueur d'onde  $\lambda_0$ , particules de 500 nm, canal Y



FIGURE IV.30 – SDP pour la cavité A et une excitation à la longueur d'onde  $\lambda_0$ , particules de 500 nm, canal Z

plus longtemps, mais tout en continuant de bouger d'une position d'équilibre à une autre. On peut supposer alors que la particule saute d'un lobe du mode de la cavité à l'autre. Lorsque la puissance couplée diminue, la particule est toujours attirée par les lobes du mode de la cavité. Seulement, elle reste statistiquement moins longtemps au même lobe, étant poussée par le mouvement brownien d'un lobe à l'autre plus souvent. La fréquence de déplacement devient alors plus rapide et plus élevée, d'où une augmentation de la pente.

Le rapport signal sur bruit pour le canal Y pour les mesures de la cavité C est trop mauvais, le signal étant totalement noyé dans le bruit de la détection. Il est néanmoins possible d'observer le signal selon les canaux X et Z où le bruit se trouve en général une décade sous le signal, à l'exception de certaines fréquences autour de 100 Hz, ce qui n'empêche pas la bonne lecture du SDP. On peut ainsi voir que la cavité C ne montre qu'une légère dépendance avec la puissance, principalement pour un décalage en longueur d'onde de 0.2 nm par rapport à  $\lambda_0$ . Pour les autres décalages en longueur d'onde, la forme du SDP ne change pas et garde une forme Lorentzienne, indiquant le piégeage dans la cavité par le laser de détection.

## IV.5 Conclusion - Résumé

Cette partie résume les différentes méthodes utilisées afin de mesurer les déplacements des nanoparticules piégées dans les cavités à cristaux photoniques. La mesure par microscopie confocale, bien que prometteuse, n'a pas donné de résultat à cause de la faible émission des nanoparticules fluorescentes, ce qui empêche de faire des mesures à haute fréquence (>10 kHz). La mesure utilisant la diffusion de la lumière émise par la cavité n'a pas permis d'arriver à une interprétation simple des signaux enregistrés à cause du couplage entre la lumière émise par le piège qui était également utilisée pour la détection.

L'utilisation de mesures par interférométrie dans le plan focal arrière (IPFA), utilisant un laser de détection indépendant du laser de piégeage utilisé pour exciter la cavité a permis d'obtenir des résultats interprétables. Il est alors possible de mesurer les déplacements de particules piégées dans 3 cavités différentes de facteurs de qualité variant entre 1300 et 3000 pour deux tailles de nano sphères (500 nm et 250 nm de diamètre) de polystyrène.

À partir du spectre de densité de puissance des déplacements de particules uniques piégées par la cavité, il est possible d'avoir une idée des forces exercées par la cavité en comparant les fréquences de coupure. Il est alors clair que la cavité ayant une largeur de résonance ( $\Delta\lambda$ ) similaire au décalage de longueur d'onde de résonance induit par la présence de la particule ( $\delta\lambda_{max}$ ), soit r =  $\frac{\Delta\lambda}{\delta\lambda_{max}}$  = 1, donne des forces plus élevées pour les particules de 500 nm de diamètre. On peut également retrouver le décalage en longueur d'onde par rapport à la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité  $\lambda_0$  (noté  $\delta\lambda$ ) où la fréquence de coupure est maximale, pour  $\delta\lambda$  = 0 nm et pour  $\delta\lambda = \delta\lambda_{max}$ . Ces résultats sont similaires à ceux obtenus précédemment dans le groupe avec un autre échantillon de cristaux photoniques, montrant



FIGURE IV.31 – SDP pour la cavité B, particules de 250 nm, mesuré sur le canal Z.



Chapitre IV. Analyse du mouvement de nanoparticules piégées

FIGURE IV.32 – SDP pour la cavité B, particules de 250 nm, mesuré sur le canal Y.



FIGURE IV.33 – SDP pour la cavité B, particules de 250 nm, mesuré sur le canal X.





FIGURE IV.34 – SDP pour la cavité C, mesuré sur le canal X.

que la puissance minimale pour piéger une particule dans une cavité de cristaux photoniques passe par deux minima, qui correspondent aux deux régimes de piégeage de la cavité : le régime de piégeage en "cage" pour un décalage  $\delta \lambda \approx 0$  nm et le régime de piégeage "classique" pour un décalage  $\delta \lambda \approx \delta \lambda_{max}$ .

Ce comportement se retrouve également pour une cavité où la largeur de résonance est plus petite que le décalage induit par la nano sphère (r < 1). Les forces sont plus faibles que dans le cas r = 1. Par contre, seul le régime de piégeage "classique" est visible pour une cavité où r > 1. Cela vient du fait que la présence de la particule dans le champ de la cavité décale vers le rouge la résonance trop rapidement pour que la particule puisse subir une force suffisante pour la piéger lorsque la cavité est excitée proche de sa longueur d'onde de résonance à vide.

Les particules de 250 nm de diamètre montrent des comportements différents. Seule la cavité B qui piège le mieux les particules de 500 nm de diamètre est capable de piéger correctement les particules de 250 nm de diamètre. Le SDP n'a plus une forme de Lorentzienne comme pour les particules de 500 nm de diamètre. La pente en  $1/f^2$  est toujours visible à haute fréquence mais une pente variable en fonction de la puissance utilisée pour piéger est également visible à basse fréquence. Aucun plateau avec une pente nulle n'est visible lorsqu'une particule est piégée. Cela semble indiquer que les particules n'atteignent jamais l'équilibre thermodynamique, et



FIGURE IV.35 – SDP pour la cavité C, mesuré sur le canal Y. Le niveau de bruit empêche toute interprétation.





FIGURE IV.36 – SDP pour la cavité C, mesuré sur le canal Z.

bougent d'un lobe de piégeage à l'autre. Ces résultats auraient besoin d'un modèle théorique. Malheureusement, le type de piégeage obtenu dans les cavités creuses ne permet pas de réaliser les approximations usuelles, en particulier pour calculer le coefficient de friction à proximité d'une surface.

# V Détection et piégeage multiple

## V.1 Introduction

Le spectre de transmission des cristaux photoniques est très sensible à la présence d'éléments à proximité ou au contact du cristal, ce qui peut servir à concevoir des détecteurs optiques performants pouvant détecter des traces infimes de composés chimiques et biologiques. Différentes méthodes peuvent être envisagées pour détecter la présence d'un objet avec la cavité à cristaux photoniques. Par exemple, il est possible d'observer les pertes de lumière induites par la présence de l'objet à proximité de la cavité optique. Les pertes additionnelles de lumière provoquées par la présence de l'objet vont diminuer la valeur du facteur de qualité de la cavité[131]. La mesure du facteur de qualité donne donc une indication sur la présence ou non de l'objet à détecter. La sensibilité de ce type de détection dépend de la valeur initiale du facteur de qualité, plus cette valeur est élevée (au-delà de 10<sup>5</sup> généralement), plus la sensibilité est importante.

Une deuxième méthode de détection repose sur l'observation de la longueur d'onde de résonance de la cavité. Cette dernière dépend de plusieurs facteurs, en particulier de la taille de la cavité, mais également de la présence ou non d'un objet dont l'indice de réfraction est différent de celui du milieu environnant. Plus l'indice de réfraction de l'objet à détecter est différent, plus la longueur d'onde de résonance se décale. Si la cavité est excitée à proximité de la longueur d'onde de résonance, l'observation de la quantité de lumière couplée dans la cavité donne une indication sur la présence de l'objet. De nombreux détecteurs utilisent ce principe[35]. L'un des avantages de cette méthode est la simplicité d'utilisation et d'intégration. Il ne faut en effet qu'une source de lumière, la cavité et un détecteur pour pouvoir opérer ce genre de détecteur. L'observation du signal transmis est la méthode la plus pratique, ainsi, ce chapitre traitera principalement des mesures effectuées par transmission et des informations qu'il est possible d'obtenir sur les particules piégées dans la cavité.

La première partie de ce chapitre concerne la détection de nanoparticules par l'observation du signal transmis à travers le cristal photonique. L'interprétation de ce signal peut donner accès à des informations sur la particule piégée tel le décalage spectral induit par la présence



FIGURE V.1 – Simulations par éléments finis (COMSOL). Variation du facteur de qualité de la cavité avec une particule se déplaçant dans a) l'axe Z, b) l'axe  $\Gamma$ -K et c) l'axe  $\Gamma$ -M. Dans les trois cas, la variation du facteur de qualité est négligeable.

d'une particule, des indications sur le confinement d'une particule piégée, et la distribution en taille d'une population de particules. La seconde partie traite des expériences réalisées avec plusieurs nano sphères piégées simultanément, avec la possibilité de piéger plusieurs particules de 250 nm de diamètre dans la cavité creuse.

## V.2 Mesures par transmission

#### V.2.1 Principe

Le principe des mesures par transmission repose sur l'excitation de la cavité à une longueur d'onde précise et l'observation de la quantité de lumière transmise à travers le cristal photonique. Le montage est similaire à celui utilisé pour la caractérisation des cristaux photoniques (figure III.25). La source est un laser accordable (Tunics) modulé à une fréquence de 1 kHz, injecté par la facette clivée de l'échantillon et détecté par une photodiode InGaAs. Le spectre de transmission des cristaux photoniques autour de la longueur d'onde de résonance  $\lambda_0$ peut être modélisé par une courbe Lorentzienne, où  $\lambda_0$  dépend de la position de la particule dans le champ de la cavité. La variation du facteur de qualité de la cavité avec la présence de la particule est négligeable, comme l'indiquent les simulations Comsol sur la figure V.1. On peut alors supposer au premier ordre que le mouvement d'une particule dans la cavité n'influencera que la longueur d'onde de résonance, ce qui va translater le spectre tout entier. En connaissant la forme du spectre de résonance et en mesurant le signal transmis, il est alors possible d'obtenir des informations sur les particules piégées.

## V.2.2 Mesures du décalage en longueur d'onde maximale induit par la présence d'une nanoparticule

Lors de l'utilisation de cristaux photoniques à cavités creuses pour le piégeage de nanoparticules, il est important de connaître la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité. Afin de pouvoir sélectionner le régime de fonctionnement du piège (piégeage "en cage" ou piégeage "classique"), il est également nécessaire d'avoir mesuré précédemment l'amplitude du décalage en longueur d'onde de la résonance de la cavité. Il est possible de mesurer cette valeur en utilisant le montage schématisé dans la figure IV.19. Deux sources laser accordables, l'une servant à piéger la particule dans la cavité, la seconde balayant un intervalle autour de la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité. L'amplitude du laser de balayage est modulée à une fréquence de 1 kHz. Une détection synchrone est ensuite utilisée afin d'isoler le signal du balayage pour pouvoir en déduire la nouvelle longueur d'onde de résonance de la cavité lorsque la particule est piégée. Ce dispositif est quelque peu encombrant et n'est pas dans l'esprit des laboratoires sur puce où l'on essaye de miniaturiser et de minimiser au maximum le nombre d'appareils externes à la puce.

Une méthode alternative peut être établie pour trouver rapidement le décalage en longueur d'onde induit par la présence de la particule sans avoir recours à autre chose qu'une source laser accordable et un puissance-mètre. Le principe de mesures vient du fait que la présence de la particule dans le piège n'affecte pas le facteur de qualité de la cavité. La forme du spectre de résonance et donc la largeur à mi-hauteur de la résonance restent les mêmes. On peut donc supposer que lorsque la particule est piégée, le spectre de résonance de la cavité est décalé d'une certaine valeur que l'on cherche à déterminer. Si la cavité est excitée à une longueur d'onde constante et à une puissance constante, la lumière couplée dans la cavité va dépendre du décalage spectral induit par la présence de la particule. Comme la puissance détectée en sortie du cristal photonique est inversement proportionnelle à la puissance couplée dans la cavité, il est possible de calculer le décalage spectral induit en fonction de la transmission avec et sans particule. Le calcul donne deux valeurs possibles de décalage spectral induit. Lorsque la particule insérée dans la cavité a un indice de réfraction plus grand que l'indice de réfraction initial, le décalage spectral induit sera positif, vers les longueurs d'onde plus grandes. Inversement, une particule dont l'indice de réfraction est plus petit que l'indice de réfraction du milieu initial produira un décalage spectral négatif, vers les longueurs d'onde bleues.

La forme du spectre de transmission est reprise dans la figure V.2. A l'instant initial, aucune particule n'est piégée, la puissance transmise à travers le guide d'ondes après le couplage dans la cavité vaut  $T_0$ . Le décalage spectral induit par la particule se note  $\delta \lambda_M$  et décale l'ensemble du spectre vers les longueurs d'onde plus grandes. La puissance transmise est alors notée  $T_M$ . Les mouvements de la particule à l'intérieur du piège introduisent un certain bruit dépendant de la puissance de piégeage dans la transmission qui ressemblent à l'exemple représenté dans la figure V.3. On peut noter dans cette figure deux zones : entre 0 et 12 secondes, la particule est piégée dans la cavité et la transmission est élevée et varie entre 135 nW et 65 nW.

Paramètre	Valeur	Précision	
A (W)	$1,63 \cdot 10^{-7}$	$\pm 1 \cdot 10^{-9}$	
B (nm <sup>2</sup> )	0,178	$\pm 0,013$	
d (nm)	0,697	$\pm 0,029$	
$\lambda_0(nm)$	1567,4	$\pm 0,009$	

TABLE V.1 – Paramètres de modélisation pour le spectre de résonance de la cavité de la figure V.4

La seconde partie après 12 secondes est constante à 60 nW. L'étude de l'histogramme peut nous donner quelques informations sur le piégeage de la particule par la cavité. En particulier, l'histogramme de la puissance transmise présente alors un pic à 125 nW qui ne correspond pas au maximum de transmission enregistrée. Ce pic signifie que la particule ne se trouve pas tout le temps au plus proche du maximum du mode de la cavité mais légèrement plus loin, où sa présence décale la résonance de telle sorte que la puissance transmise est en général centrée autour de 125 nW. La mesure du spectre de transmission de la cavité (figure V.4) nous donne la valeur de la largeur de la résonance de la cavité qui est la dernière valeur à connaître afin de pouvoir calculer le décalage de la longueur d'onde de résonance de la cavité induit par la particule de 500 nm de diamètre en polystyrène. Une modélisation du spectre de résonance de la cavité avec une fonction Lorentzienne :

$$L(x) = A \frac{((x - \lambda_0)^2 + B)}{(d^2 + (x - \lambda_0)^2)}$$
(V.1)

donne une valeur de la largeur de résonance égale à 2d = 1, 4 nm environ. Dans cette équation, x est la longueur d'onde, A et B des facteurs de dimensionnement pour ajuster la courbe par rapport aux données expérimentales de puissance maximale et minimale transmises.  $\lambda_0$  est la longueur d'onde de résonance de la cavité. Il est simple de vérifier que le facteur B est relié à la transmission maximale  $T_{Max}$  et à la transmission de résonance  $T_0$  ainsi qu'à la demi-largeur à mi-hauteur de la résonance d par la relation :  $B = d^2 T_0 / T_{Max}$ . Les valeurs de modélisation sont toutes reprises dans le tableau V.1.

En dérivant l'équation V.1, on retrouve l'équation qui relie les paramètres mesurés  $T_0$ ,  $T_{Max}$ ,  $T_M$  et d avec le décalage de la fréquence de résonance induit par la présence de la particule  $\delta\lambda(T)$ :

$$\delta\lambda(T) = \sqrt{\frac{d^2T - AB}{A - T}} = d\sqrt{\frac{T - T_0}{T_{Max} - T}}$$
(V.2)

La figure V.3 donne une valeur de puissance transmise maximale lorsque la particule est piégée  $T_M = 135$  nW et une puissance transmise minimale  $T_0 = 60$  nW. Un calcul rapide donne alors un décalage  $\delta\lambda(T) = 1$  nm environ. Cette valeur est très proche de la valeur mesurée avec la méthode de détection synchrone. Bien que cette méthode soit plus rapide, elle nécessite d'avoir une connaissance approximative de la valeur de  $\delta\lambda(T)$  afin de pouvoir positionner correctement la longueur d'onde d'excitation de la cavité pour obtenir un résultat



FIGURE V.2 – Schéma de la mesure de la transmission de la figure V.3. La longueur d'onde d'excitation est  $\lambda_0$ , le décalage maximal induit par la présence de la particule est noté  $\delta_M$ .



FIGURE V.3 – Transmission mesurée lors du piégeage à faible puissance d'une particule de PS de 500 nm de diamètre. La cavité est excitée à la longueur d'onde de résonance à vide. La particule est piégée de 0 à 30 secondes. Après 30 secondes, la cavité est toujours excitée par le laser accordable et la particule n'est plus piégée.

interprétable. De plus, cette méthode ne fonctionne que dans certains cas particuliers, pour lesquels le décalage spectral induit par la présence de la particule est inférieur ou égal à la largeur à mi-hauteur de la cavité. En effet, si le décalage induit par la cavité est beaucoup plus grand que la largeur à mi-hauteur de la résonance, la puissance transmise lors du piégeage de la particule sera égale à  $T_{Max}$  et ne dépend pas du décalage spectral induit. Cette méthode est alors parfaitement utilisable pour les cavités creuses dont le facteur de qualité est d'environ 2000, et pour le piégeage de particules de polystyrène de 500 nm de diamètre et moins.

#### V.2.3 Mesures de confinement

Une particule piégée à l'aide d'une pince optique classique se trouve confinée dans un volume qui dépend de la puissance du laser utilisé. Plus la puissance est élevée, plus le volume se réduit : la force de rappel créée par le faisceau focalisé est augmentée et restreint les mouvements de la particule. Une question que l'on peut se poser est si cet effet se voit dans le cas du piégeage en cavités creuses. En effet, la configuration de piégeage en cavités creuses est différente du piégeage par un potentiel harmonique dans un piège classique de par la présence de six lobes en géométrie hexagonale. Il est possible d'observer ce confinement en utilisant la méthode de détection interférométrique comme dans le chapitre IV. Cette méthode est très encombrante et peu pratique bien que précise. Une méthode d'estimation plus rapide et ne nécessitant pas de préparation est d'observer la puissance transmise à travers le cristal photonique après couplage dans la cavité. Exactement comme dans la section précédente, le mouvement de la particule dans le mode de la cavité va changer la longueur d'onde de résonance, ce qui va à son tour modifier la transmission.

L'analyse des histogrammes obtenus à partir de la puissance transmise permet d'identifier 3 catégories de signaux différents en fonction de la longueur d'onde d'excitation pour le piégeage d'une particule unique de 500 nm de polystyrène. La première de ces catégories s'obtient lorsque la longueur d'onde d'excitation est proche de la longueur d'onde de résonance à vide  $\lambda_0$  de la cavité. La deuxième catégorie s'observe pour une longueur d'onde d'excitation proche de la longueur d'onde de résonance décalée  $\lambda_0 + \delta \lambda_M$  de la cavité. La troisième est le cas intermédiaire pour lequel la longueur d'onde d'excitation sera notée  $\lambda_0 + \delta \lambda_i$ .

Considérons le premier cas où la cavité est excitée à  $\lambda_0$ . La puissance transmise lors du piégeage à 3 mW et à 8 mW injectée dans le guide d'ondes est tracée dans la figure V.5 avec l'histogramme pour les deux cas normalisés à la valeur maximale pour chaque courbe. Une normalisation est nécessaire afin de pouvoir comparer correctement les deux courbes prises à des puissances différentes.

Les histogrammes sont légèrement différents, l'histogramme de la transmission à 3 mW étant plus large que celui obtenu à 8 mW. L'origine de cet élargissement peut être expliquée grâce à la courbe temporelle à 3 mW. Alors que la puissance transmise à 8 mW est relativement constante, avec des fluctuations maximales de l'ordre de 10% par rapport à la valeur moyenne pendant quelques millisecondes, la puissance transmise à 3 mW présente de nombreuses fluctuations



FIGURE V.4 – Spectre de transmission autour de la longueur d'onde de résonance de la cavité de piégeage pour la mesure faite dans la figure V.3.



FIGURE V.5 – Mesure réalisée lors de l'excitation de la cavité à une longueur d'onde comprise entre la longueur d'onde de résonance à vide (cf. figure V.9). L'histogramme reprend les valeurs de transmission normalisées par rapport à la valeur maximale. Les inserts montrent la transmission enregistrée à une fréquence de  $10^4$  points par seconde.



FIGURE V.6 – Schéma explicatif pour la mesure de la transmission en régime de piégeage "en cage". Le décalage spectral maximal de la cavité en présence d'une particule est noté  $\delta \lambda_M$ , le décalage spectral le plus probable est noté  $\delta \lambda_P$  et représenté par une courbe en vert.

très larges, de plus de 30% pendant des intervalles de temps beaucoup plus longs de l'ordre de quelques dixièmes de seconde. La déviation standard du signal passe de 0.054 pour 3 mW à 0.009 pour 8 mW. Ces fluctuations plus larges représentent des "sauts" de la particule au loin du volume de piégeage central. Cet effet est attendu car le régime de fonctionnement de la cavité pour cette mesure est celui du régime en "cage", la longueur d'onde d'excitation est alors égale à la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité. La particule ressent peu de forces lorsqu'elle se situe à l'intérieur de la cavité. Le couplage de l'énergie du guide d'ondes dans la cavité ne s'effectue que lorsque la particule tente de s'échapper. À faible puissance, ces tentatives sont plus nombreuses, d'où l'élargissement de l'histogramme de la puissance transmise.

L'asymétrie de l'histogramme est une conséquence de la forme du spectre de résonance de la cavité ainsi que de la longueur d'onde utilisée. La figure V.6, qui est une version adaptée de la figure V.2, explique l'origine de cette asymétrie.

Le spectre de résonance à vide de la cavité est représenté par la courbe en pointillés, avec le minimum de puissance transmise à travers le cristal photonique centré à  $\lambda_0$ . A la suite du piégeage d'une particule, le spectre peut être décalé au maximum de  $\delta\lambda_M$ . Ce spectre limite est représenté par une courbe en gras, avec la résonance décalée à  $\lambda_0 + \delta\lambda_M$ . Comme la particule n'est pas fixe dans le piège, le décalage spectral induit n'est pas constant. L'ensemble des spectres pondérés par leur probabilité est représenté en nuances de verts : plus la couleur est sombre, plus le décalage spectral à l'origine du spectre est probable. La zone vert clair représente donc les courtes escapades de la particule au loin du centre de la cavité, tout comme les moments où la particule induit un décalage très élevé, proche de  $\delta\lambda_M$ . On peut donc voir dans la figure V.6 que si la longueur d'onde d'excitation est constante, l'asymétrie peut s'expliquer uniquement par les mouvements de la particule dans la cavité. Grâce à ce



FIGURE V.7 – Simulations Comsol de la force exercée sur la particule en fonction de la longueur d'onde d'excitation de la cavité ( $\lambda_0 + \delta \lambda$ ). Le panneau de droite représente la force pour un déplacement de la particule le long de l'axe Z. Le panneau de gauche représente la force pour un déplacement de la particule dans le plan XY, le long de l'axe  $\Gamma - K$  vers l'un des lobes du mode hexagonal. (Réalisées par Dr. U.P. Dharanipathy)

schéma, il est possible de définir une valeur de puissance transmise :  $T_P$  est la valeur de la transmission la plus probable correspondant au pic de l'histogramme de transmission. Selon la position de la particule dans la cavité, la valeur de  $T_P$  va varier en fonction du décalage induit.

La figure V.7 illustre la dépendance du décalage de la longueur d'onde de résonance en fonction de la position de la particule à l'intérieur de la cavité. En ne considérant qu'un déplacement selon l'axe Z, on voit que le maximum de la force exercée sur la particule est atteint de plus en plus proche de la position Z=0 plus la longueur d'onde d'excitation est décalée par rapport à la longueur d'onde de résonance à vide  $\lambda_0$ . Il en va de même pour les déplacements le long de l'axe X, pour lequel la force devient maximale à la limite de contact entre la particule et la paroi de la cavité creuse, mais uniquement lorsque le décalage en longueur d'onde est très élevé, ce qui indique que la particule a décalé la longueur d'onde de résonance.

La valeur  $T_P$  de la figure V.6 est donc reliée à un volume de la cavité creuse dans lequel la particule est maintenue avec le plus de probabilité. En comparant les deux histogrammes de la figure V.5, on peut remarquer que cette valeur  $T_P$  est très légèrement différente entre les deux puissances, valant 0,98 pour le piégeage à 8 mW et 0.97 pour le piégeage à 3 mW. Cette différence est due à un volume de piégeage légèrement plus loin que la surface de la cavité dans le cas à 3 mW. La particule étant maintenue à distance par les forces exercées par la paroi (forces électrostatiques principalement). Des observations similaires ont été publiées par [93] où les auteurs contrôlent la position d'une particule maintenue piégée au-dessus d'une nano-poutre. La hauteur du piégeage est contrôlée grâce à la puissance injectée dans la



FIGURE V.8 – Mesure réalisée lors de l'excitation de la cavité à une longueur d'onde comprise entre la longueur d'onde de résonance à vide et la longueur d'onde de résonance décalée par la présence de la particule (cf. V.9). L'histogramme reprend les valeurs de transmission normalisées par rapport à la valeur maximale. Les inserts montrent la transmission enregistrée à une fréquence de  $10^4$  points par seconde.

cavité de la nano-poutre.

Lorsque la longueur d'onde d'excitation de la cavité est légèrement décalée de  $\delta\lambda_i$  par rapport à la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité  $\lambda_0$ , la puissance transmise change de forme. La puissance transmise est tracée dans la figure V.8 dans le cas où la longueur d'onde d'excitation vaut  $\lambda_0 + \delta\lambda_i$ . Pour cette mesure, la longueur d'onde est décalée de 0,8 nm en plus par rapport à la longueur d'onde à vide de la cavité. L'histogramme de la transmission est normalisé par rapport à la valeur maximale de la puissance transmise.

Tout comme dans le cas précédent, on peut noter que la largeur de l'histogramme varie avec la puissance couplée dans la cavité. Plus la puissance est élevée, plus la largeur de l'histogramme est petite. Toutefois, la raison de l'élargissement de l'histogramme dans le cas d'un décalage en longueur d'onde  $\delta \lambda_i$  est différente. Premièrement, on peut voir que les courbes temporelles de la puissance transmise sont très similaires d'une puissance à l'autre. Il n'y a pas de fluctuations brusques qui peuvent durer plusieurs dizaines de secondes. Ceci peut se comprendre par le fait que la cavité ne fonctionne plus dans le régime "cage", mais plutôt dans le régime "classique". La particule reste donc dans le volume de la cavité creuse, sans que le mouvement Brownien puisse être suffisant pour la déloger assez longtemps. La puissance se couple dans la cavité lorsque la particule est présente, la force de rappel est donc exercée dès que la particule bouge légèrement. En observant les histogrammes, la forme est également différente puisqu'elle devient presque symétrique, avec une légère queue vers les valeurs plus petites. Cette forme



FIGURE V.9 – Schéma explicatif pour la mesure de la transmission en régime de piégeage "classique". Le décalage spectral maximal de la cavité en présence d'une particule est noté  $\delta \lambda_M$ , le décalage spectral le plus probable est noté  $\delta \lambda_P$  et représenté par une courbe en vert. La longueur d'onde d'excitation est représentée par la ligne rouge à  $\lambda_0 + \delta \lambda_i$ 

peut s'expliquer en regardant le schéma de la figure V.9. On voit que lorsque l'excitation se situe à une longueur d'onde  $\lambda_0 + \delta \lambda_i$ , les variations du spectre de résonance de la cavité vont donner le maximum d'amplitude. Les valeurs de l'histogramme sont comprises entre les valeurs  $T_m$  et  $T_M$ . Tout comme dans le cas précédent, la valeur  $T_P$  représente la transmission pour laquelle l'histogramme est à son pic. Cette valeur représente la transmission la plus probable, et est reliée au volume de la cavité où la particule est à l'équilibre. On voit une fois de plus que cette valeur  $T_P$  est différente entre les deux puissances. Dans ce cas, cette différence est exacerbée, avec une valeur normalisée de 0,92 pour 8 mW et 0,86 pour 3 mW.

Le dernier cas possible correspond à l'excitation de la cavité à une longueur d'onde proche de la longueur d'onde de résonance de la cavité décalée par la présence de la particule que l'on note  $\lambda_0 + \delta \lambda_M$ . La mesure correspondante est tracée dans la figure V.10, prise pour une longueur d'onde de 0,9 nm en plus par rapport à la longueur d'onde de résonance de la cavité. L'histogramme dans ce cas est inversé par rapport à celui de la figure V.5. La raison de cet inversement est illustrée sur le schéma de la figure V.11. L'excitation à cette longueur d'onde place la cavité dans la situation où le maximum de couplage se produit lorsque la particule est piégée. La puissance transmise est alors à son minimum et ne peut pas descendre plus bas. Lorsque la particule bouge, le découplage de la résonance va entraîner une augmentation de la puissance transmise, ce qui donne sa forme à l'histogramme. Contrairement au premier cas, la queue de l'histogramme ne provient pas de longs "sauts" de la particule à l'extérieur du piège. En effet, la courbe temporelle ne présente pas les fluctuations caractéristiques du premier cas (cf. figure V.5). La cavité fonctionne dans le régime de piégeage "classique", ce qui signifie que la particule ne s'éloigne que très peu du centre de la cavité. On pourrait alors s'attendre à obtenir un histogramme symétrique autour de la valeur la plus probable  $T_P$ . Une explication graphique de cette situation est représentée sur le schéma V.11.



FIGURE V.10 – Mesure réalisée lors de l'excitation de la cavité à une longueur d'onde égale à la longueur d'onde de résonance décalée par la présence de la particule (cf. V.9). L'histogramme reprend les valeurs de transmission normalisées par rapport à la valeur maximale. Les inserts montrent la transmission enregistrée à une fréquence de 10<sup>4</sup> points par seconde.



FIGURE V.11 – Schéma explicatif pour la mesure de la transmission en régime de piégeage "classique". Le décalage spectral maximal de la cavité en présence d'une particule est noté  $\delta \lambda_M$ , le décalage spectral le plus probable est noté  $\delta \lambda_P$  et représenté par une courbe en vert. La longueur d'onde d'excitation est représentée par la ligne rouge.


FIGURE V.12 – Simulations par éléments finis (COMSOL). a) Décalage de la résonance de la cavité par rapport à la longueur d'onde de résonance à vide lors du piégeage de particules de polystyrène. La distribution en taille des particules utilisées est notée  $\sigma_{250}$  et  $\sigma_{500}$  respectivement pour les particules de 250 nm et celles de 500 nm. b) Décalage de la résonance de la cavité pour des particules de 500 nm de diamètre avec un indice de réfraction entre 1.3 et 1.8. c) Décalage de la résonance de la cavité pour des particules dont le volume reste constant et égal à 0.65  $\mu m^3$ , mais dont le facteur de forme varie.

Finalement, la valeur de la puissance transmise la plus probable  $T_P$  est de nouveau une fonction de la puissance injectée. Comme dans les cas précédents, l'explication possible de ce phénomène est une position d'équilibre légèrement plus éloignée du bord de la cavité lorsque la puissance de piégeage diminue.

#### V.2.4 Mesures de taille

Comme la résonance de la cavité est sensible aux variations d'indice de réfraction et aux changements de position dans la cavité, il est possible de mesurer des caractéristiques des particules piégées. Par exemple, la taille ainsi que la dispersion en taille de solutions de nanoparticules peuvent être mesurées. L'indice de réfraction sur un même type de particule étant constant, la variation de la taille de la particule va modifier la valeur du décalage spectral induit par le piégeage de la particule dans la cavité.

Le principe de mesure repose sur le décalage spectral induit par la particule. Ce décalage est dépendant de plusieurs paramètres de la particule :

- la taille
- l'indice de réfraction du matériau constituant la particule
- la forme

Des simulations avec Comsol représentées sur la figure V.12 montrent la dépendance du décalage spectral induit avec ces différents paramètres. On constate alors que si la forme et la composition de la particule sont constantes, une petite particule piégée va décaler la résonance de la cavité d'une valeur plus faible qu'une grosse particule. Ce décalage n'est pas linéaire,



FIGURE V.13 – Signal de transmission obtenu pour le piégeage de particules de 500 nm (en rouge) et de 250 nm (en bleu) lorsque la cavité est excitée à la longueur d'onde  $\lambda_0$ . Le signal est normalisé par rapport au niveau détecté entre 0 à 2 secondes pour lequel aucune particule n'est dans le piège.

ainsi, il sera plus facile de déterminer la taille avec précision d'une particule large de 500 nm que celle d'une particule de 100 nm. De façon similaire, si deux particules ont exactement la même taille et la même forme, l'indice de réfraction peut être mesuré. Finalement, si le volume et l'indice de réfraction de la particule sont constants, on peut voir que le décalage de la résonance de la cavité ne varie pas beaucoup en fonction du facteur de forme. Il serait toutefois possible de séparer une particule sphérique d'une particule ellipsoïdale très allongée sans trop de problèmes, la précision de la mesure reste tout de même limitée. Comme ces trois paramètres (taille, indice de réfraction et forme) ont un impact sur la puissance transmise, les mesures ultérieures doivent être réalisées sur une catégorie précise de particules afin de réduire les incertitudes causées par une abondance de variables.

Intéressons-nous à la mesure de la taille des nanoparticules en supposant que leur composition soit constante (indice de réfraction similaire) et que leur forme ne s'éloigne pas trop de celle d'une sphère. Si la cavité est excitée à sa longueur d'onde de résonance à vide  $\lambda_0$ , alors la puissance transmise après couplage dans la cavité sera d'autant plus élevée lorsque la particule sera grosse. Des mesures ont été effectuées avec deux types de nano particules de polystyrène, de 500 nm et 250 nm de diamètre. Lors de ces mesures, seul l'un de ces types de particules était présent dans le canal microfluidique et toutes les particules ont été piégées dans la même cavité pour permettre les comparaisons. La puissance transmise obtenue en sortie est enregistrée à une fréquence d'échantillonnage de 1 kHz.

	500 nm	250 nm
Moyenne (normalisée)	2,26	1,80
Déviation standard	0,06	0,23
Déviation standard (nm)	24	72
Déviation standard annoncée (nm)	13	85

TABLE V.2 – Résultats des mesures de taille (diamètre) effectuées sur un échantillon de 10 particules de 500 nm et de 10 particules de 250 nm de polystyrène.

Les mesures de transmission de la figure V.13 permettent de constater la différence de signal obtenue entre le piégeage d'une particule de 500 nm et une particule de 250 nm. Afin de pouvoir comparer les différentes mesures qui ont été effectuées avec une puissance d'injection constante dans l'échantillon, les courbes de transmission sont normalisées par rapport au signal obtenu en l'absence de particule piégée. On peut donc observer que le signal reçu lors du piégeage d'une particule de 500 nm sera environ 2,26 fois supérieur à celui du niveau initial. De même, le signal reçu lors du piégeage d'une particule de 250 nm sera seulement de 1,80 fois supérieur au niveau du signal initial. Ces moyennes sont calculées pour le piégeage de 10 particules de 500 nm et de 10 particules de 250 nm. A cause de ce faible nombre de mesures, la déviation standard de la moyenne ne nous donne qu'une petite indication quant à la distribution de la taille des particules sur le petit échantillon considéré. On peut donc noter que la déviation standard pour les particules de 500 nm de diamètre est à peine de 24 nm quand la déviation standard des particules de 250 nm est de 72, soit 3 fois plus. Les données du fabricant des nanoparticules nous permettent de vérifier la distribution de la taille des particules en solution. Il a été mesuré que les particules de 500 nm de diamètre ont un diamètre relativement constant avec une déviation standard de 13 nm. Au contraire, les particules de 250 nm de diamètre ont une déviation standard beaucoup plus grande égale à 85 nm d'après le fabricant. Ces résultats sont repris dans le tableau V.2.

On obtient des déviations standards similaires aux valeurs annoncées par le fabricant. Il est évident que le nombre de mesures (10) n'est pas suffisant pour obtenir un résultat statistiquement correct, mais il est satisfaisant pour obtenir une tendance, confirmant le fait que les particules de 500 nm ont une dispersion en taille beaucoup plus faible que les particules de 250 nm.

Lors de ces mesures, il est important de vérifier que la présence d'une particule ne va pas décaler le spectre si loin dans les grandes longueurs d'onde de telle façon que la transmission reste constante et ne dépende plus du décalage spectral induit par la particule. Dans le cas de nos expériences, la valeur moyenne de la transmission normalisée pour la présence de particules de 500 nm est de 2,26. Une vérification rapide sur le spectre de transmission de la cavité obtenu avant de faire les mesures permet de s'assurer que le niveau de transmission maximal se trouve 3 fois plus haut que le niveau de transmission minimal pour lequel les mesures sont normalisées. Le mécanisme de détection n'est donc pas saturé. Néanmoins, il faudrait sans aucun doute utiliser une cavité dont le facteur de qualité est plus faible (< 1500) pour mesurer

la taille d'une particule dont l'indice de réfraction est plus élevé que du polystyrène. De même, une cavité de facteur de qualité plus élevé (>1500) serait à conseiller pour pouvoir mesurer des particules d'indice de réfraction plus faible avec cette méthode de différenciation.

## V.3 Piégeage multiple de particules de 250 nm

Jusqu'à présent, le piégeage en cavités creuses ne concernait que des particules uniques. Néanmoins, il est possible de piéger plusieurs particules dans la cavité, avec des résultats dépendant de la taille des particules. Comme le diamètre de la cavité est fixé à 700 nm environ, il est rare d'observer le piégeage de deux particules au même moment. Dans certains cas, deux particules peuvent être piégées dans une configuration peu stable comme dessinée sur la figure V.14. Dans cette figure, les zones rouges représentent les positions des lobes du mode de piégeage de la cavité. En pratique, l'une de ces particules finit par partir, entraînée par le flux dans le canal microfluidique. Cet arrangement est relativement rare. Plus généralement, lorsqu'une seconde particule de 500 nm se trouve piégée dans la cavité, elle déloge la première et prend sa place très rapidement.



FIGURE V.14 – Schéma du piégeage de deux particules de 500 nm de diamètre dans la cavité creuse.

Au contraire, les particules de 250 nm de diamètre sont suffisamment petites pour pouvoir s'arranger à plusieurs à l'intérieur de la cavité. Il est alors possible de mesurer la puissance transmise

après couplage dans la cavité afin d'obtenir quelques informations sur le piégeage de plusieurs particules de ce type, et d'observer les variations de la puissance en fonction du nombre de particules piégées.

L'arrangement des particules dans la cavité ne peut pas être observé au microscope optique par manque de résolution, ni au SEM car il faut se trouver dans un milieu aqueux pour ces expériences. En prenant une approche géométrique du problème, on peut tout de même avoir une idée au sujet de la forme de l'arrangement des particules piégées. Ces considérations géométriques sont reprises dans la figure V.15.

Il est clair d'après la figure V.15-a) que 3 nanoparticules de 250 nm de diamètre peuvent s'arranger naturellement dans la cavité, positionnés à proximité des lobes de piégeage sans même se toucher. A cause du mouvement Brownien, ces particules vont pouvoir bouger beaucoup, et même pouvoir sauter d'un potentiel de piégeage à l'autre, ce qui peut faire tourner l'ensemble du motif de façon aléatoire. L'arrivée d'une quatrième particule dans le piège est plus problématique puisque le contact entre les différentes particules devient inévitable. Il est très probable que les particules s'organisent sur plusieurs couches afin de minimiser leur énergie potentielle et restent le plus proche possible des lobes de piégeage.



FIGURE V.15 – Schéma représentant l'arrangement possible de a) 3 nanoparticules de 250 nm de diamètre, b) 4 nanoparticules de 250 nm de diamètre et c) 6 nanoparticules de 250 nm de diamètre dans une cavité creuse de 700 nm de diamètre. Vue de profil et vue de dessus. La couleur des particules représente la hauteur.

Cette situation est reprise dans la figure V.15-b). Comme précédemment, le mouvement Brownien va certainement pousser les particules qui vont passer d'un lobe de piégeage à l'autre, faisant tourner le motif de façon aléatoire. Le dernier cas décrit ici est celui de 6 particules piégées en même temps, visible dans la figure V.15-c). Ce cas ne représente que des particules piégées dans l'espace creux de la cavité. Il est certainement possible d'observer le piégeage de particules à la périphérie de la cavité, jusqu'à atteindre 12 particules éventuellement, comme dans la figure V.16.

La mesure de la puissance transmise à travers le cristal photonique est capable de nous donner une idée sur le nombre de particules piégées. D'après le même mécanisme que pour les sections précédentes, les changements d'indice de réfraction à proximité du mode de la cavité induisent des variations de la longueur d'onde de résonance, ce qui affecte la puissance transmise après le couplage dans la cavité lorsque l'excitation



FIGURE V.16 – Schéma du piégeage de 12 particules de 250 nm de diamètre dans la cavité creuse.

se fait à une longueur d'onde constante. Supposons que la longueur d'onde d'excitation soit fixée à  $\lambda_0$ , qui est la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité. Chaque nouvelle particule piégée dans la cavité va donc décaler un peu plus la résonance, de la même façon que représentée dans la figure V.17. La puissance transmise va donc augmenter de  $T_0$  à  $T_n$  avec n le nombre de particules piégées.

Dans la figure V.18, l'émission par la surface est mesurée lors du piégeage de plusieurs particules de 250 nm de diamètre en polystyrène d'affilée. La cavité est excitée à une longueur d'onde plus grande que la longueur d'onde de résonance à vide de la cavité. Ainsi, lorsqu'aucune particule n'est piégée, l'émission par la surface est quasi inexistante. La première particule piégée coupe de la lumière dans la cavité, ce qui augmente l'émission par la surface. On peut voir plusieurs "paliers", le premier après 20 secondes correspond au piégeage de la



FIGURE V.17 – Schéma représentant le spectre de transmission de la cavité autour de la résonance. La cavité est excitée à la longueur d'onde  $\lambda_0$ , la transmission dépend du nombre de particules piégées dans la cavité en passant de  $T_0$  à  $T_4$  par étape.



FIGURE V.18 – Mesure de l'émission par la surface lors du piégeage de 6 nanoparticules de 250 nm de diamètre dans la cavité.

première particule, emmenée grâce à la pince optique auxiliaire dans la cavité. A partir de ce moment, la lumière couplée dans la cavité est suffisante pour piéger automatiquement toute particule se situant à proximité, dans le champ d'action des forces optiques. La deuxième et la troisième particule sont piégées quasiment simultanément à partir de 33 secondes jusqu'à 35 secondes. Le saut de l'émission par la surface indique que le piège se rapproche de plus en plus du couplage optimal, pour lequel la longueur d'onde d'excitation est égale à la longueur d'onde décalée. Pendant quelques secondes, après le piégeage de ces 3 particules, le palier d'émission par la surface n'est pas constant et semble osciller légèrement. Il pourrait s'agir de changements de configuration des particules à l'intérieur de la cavité, de quelques rotations et autres mouvements qui modifient le couplage. La quatrième particule piégée induit un saut plus petit d'émission par la surface à la 40ème seconde. Les fluctuations de ce palier sont encore plus importantes, ce qui semble logique en considérant qu'à cet instant, les particules sont probablement en train de tenter de s'arranger comme sur la figure V.15-b). Une particule supplémentaire fait redescendre l'émission par la surface. Cette nouvelle particule induit un décalage de telle sorte que la nouvelle longueur d'onde de résonance de la cavité est supérieure à la longueur d'onde d'excitation. À la fin de l'expérience, les particules sont relâchées dans le circuit microfluidique et comptées visuellement.

Finalement, un effet intéressant peut être obtenu en sélectionnant correctement la longueur d'onde d'excitation de la cavité : il peut être possible de contrôler le nombre de particules piégées. Imaginons que la cavité soit excitée à une longueur d'onde permettant le couplage de suffisamment de puissance pour piéger un nombre donné de particules (2 par exemple) et que l'ajout d'une nouvelle particule dans la cavité décale la résonance telle que la lumière se découple de la cavité. Dans ces conditions, le nombre de particules piégées resterait constant et égal à 2, puisque l'apparition d'une nouvelle particule particule diminue la profondeur du potentiel de piégeage au point de ne pas pouvoir garder la nouvelle particule en approche. Cet effet pourrait être très intéressant pour les expériences nécessitant l'interaction entre un nombre donné d'objets, sans perturbations extérieures.

## V.4 Conclusion - Résumé

Dans ce chapitre, plusieurs expériences ont été réalisées afin d'explorer les capacités des cavités creuses en tant qu'instruments intégrables dans les laboratoires sur puce. Ainsi, les mesures de différentes caractéristiques sont démontrées en utilisant uniquement une longueur d'onde appropriée et en détectant la puissance transmise après le couplage dans la cavité. La mesure de la sensibilité de la cavité est démontrée par l'intermédiaire de la mesure du décalage de la longueur d'onde de résonance induit par la présence d'une particule connue. Cette mesure est très rapide et relativement fiable grâce à l'observation de la transmission. La connaissance de ce paramètre est très importante pour pouvoir sélectionner correctement la longueur d'onde d'excitation et se positionner dans le régime de piégeage (cage ou classique) voulu. Des informations au sujet du piégeage de la particule sont également accessibles grâce à la puissance transmise. Il est par exemple possible d'observer le confinement du mouvement dans la cavité en mesurant les fluctuations de la puissance. Les différents régimes de piégeage ont des histogrammes de transmission très identifiables, montrant que les particules piégées en régime "cage" sont beaucoup plus mobiles que celles piégées en régime "classique". L'analyse des histogrammes permet également de se rendre compte des modifications de la position d'équilibre du piège en fonction de la puissance injectée. Cet effet provient de la compétition entre les forces de piégeage et les forces de répulsion entre la particule et la surface. La taille et la distribution en taille de nanoparticules de 250 nm et 500 nm de diamètre en polystyrène sont mesurées grâce à la puissance transmise. La distribution en taille est très similaire à celle donnée par les fabricants des particules. Ce type de mesure est extrêmement intéressant pour les laboratoires sur puce, permettant de faire des analyses de tailles sans avoir besoin d'observations externes. L'indice de réfraction et la forme de particules piégées dans la cavité peuvent être mesurés d'après le même principe mais restent à réaliser. Finalement, le piégeage de plusieurs nanoparticules simultanément est observé. Les arrangements de ces nanoparticules, en particulier des nanoparticules de 250 nm de diamètre sont présentés. Les phénomènes de rétroaction permettent le contrôle du nombre de particules piégées dans la cavité, ce qui pourrait être très avantageux pour l'étude de l'interaction entre un nombre fixé de nanoparticules.

# **VI** Conclusion et perspectives

Le travail présenté dans cette thèse porte sur le piégeage de nanoparticules dans des cristaux photoniques à cavités creuses. L'étude du mouvement des particules piégées permet de déduire les forces exercées par le champ optique de la cavité sur les particules. A partir de ces forces, l'impact de différents critères sur l'efficacité du piégeage est évalué, en particulier le facteur de qualité de la cavité et la taille des particules. Pour ce faire, le montage existant a été modifié pour intégrer un dispositif de détection interférométrique. Une nouvelle couche microfluidique a été développée et fabriquée avec les échantillons de cristaux photoniques pour cette application.

**Conclusion :** Des cristaux photoniques 2D sur membrane en silicium ont été fabriqués en salle blanche à l'EPFL pour le piégeage de nanoparticules. Ces cristaux ont comme caractéristique la présence d'une cavité creuse de 700 nm de diamètre pour une résonance autour de 1550 nm de longueur d'onde. Un guide d'ondes W1 à proximité de la cavité permet le couplage de la lumière, et sa distance avec la cavité permet de modifier le facteur de qualité entre 1000 et 3000. Pour pouvoir amener les nanoparticules de 250 nm et de 500 nm de diamètre en polystyrène à proximité des cavités, une couche microfluidique est appliquée sur l'échantillon de cristaux photoniques. Cette couche microfluidique est développée spécialement pour une utilisation sur un échantillon de silicium avec une observation au microscope à immersion. Elle est composée d'une couche très fine de 20  $\mu$ m de PDMS et de 145  $\mu$ m de verre, ce qui lui donne une résistance à la pression d'injection qui lui permet de tenir jusqu'à 7 bar et plus. De plus, la couche de verre limite les aberrations sphériques ce qui est un grand avantage pour l'imagerie à haute résolution de l'échantillon à travers la microfluidique. Finalement, le PDMS flexible apporte la possibilité de fabriquer des valves péristaltiques qui servent à contrôler le flux à l'intérieur du canal microfluidique.

Les mesures de déplacement des nanoparticules piégées s'effectuent en utilisant la méthode d'interférométrie en champ focal arrière. Grâce à elle, il est possible de mesurer les déplacements nanométriques de la particule dans les trois dimensions, et de donner le spectre de

densité de puissance des déplacements des particules piégées. Dans le cas des particules de 500 nm de diamètre, le spectre de densité de puissance des déplacements le long de l'axe perpendiculaire au plan du cristal photonique est similaire à celui observé pour le piégeage de particules dans un piège optique classique. Le SDP dans le plan du cristal est malheureusement peu exploitable. Ceci vient du fait que la particule se trouve très près du bord intérieur de la cavité, son mouvement est donc restreint mécaniquement par les forces de surface. En modifiant la longueur d'onde d'excitation de la cavité, il est possible de voir que la force subie par la particule passe par deux extrema, correspondant aux deux régimes déjà observés. Le premier régime de piégeage, pour lequel l'excitation de la cavité s'effectue à la longueur d'onde de résonance à vide  $\lambda_0$ , garde la particule piégée dans un maximum d'intensité dynamique qui n'apparaît que lorsque la particule s'écarte des lobes de piégeage. Le second régime, pour lequel l'excitation de la cavité s'effectue à la longueur d'onde de résonance décalée  $\lambda_0 + \delta \lambda_n$ par la présence de la particule, garde la particule piégée dans un maximum d'intensité comme dans le cas d'une pince optique classique. De plus, l'impact du facteur de qualité est visible sur les régimes de piégeage. Ainsi, on peut voir que si la largeur spectrale de la résonance de la cavité  $\Delta \lambda$  est plus grande ou égale à  $\delta \lambda_p$ , les deux régimes de piégeage sont présents. Plus  $\Delta \lambda$  est grand devant  $\delta \lambda_p$ , plus le régime de piégeage "en cage" se fait plus rare jusqu'à disparaître totalement, ne laissant plus que le piégeage "classique". Ceci donne une limite d'utilisation de notre cavité si l'on veut travailler avec le régime de piégeage "en cage" qui est le plus intéressant du point de vue des applications biologiques. L'étude des SDP du mouvement des particules de 250 nm est plus difficile. Ceci est dû au fait que le SDP n'est plus modélisable par une simple Lorentzienne. Les SDP présentent deux pentes, une pente à haute fréquence en  $1/f^2$  usuelle. La seconde pente se trouve à basse fréquence et est une fonction de la puissance injectée. Une explication de cette seconde pente pourrait venir du mouvement de la particule, explorant les 6 lobes de piégeage avec plus ou moins de facilité en fonction de la puissance injectée. Ces mouvements devraient avoir des constantes de temps beaucoup plus longues que le mouvement brownien, expliquant leur présence à basse fréquence.

Les mesures de la puissance transmise après le couplage dans la cavité donnent de nombreuses informations sur le piégeage. Il est par exemple possible d'utiliser une mesure de transmission pour mesurer le décalage en longueur d'onde  $\delta \lambda_p$  induit par la présence de la particule, ce qui est très pratique pour connaître la longueur d'onde à sélectionner pour exciter le bon régime de piégeage. L'observation de la puissance transmise donne également des informations sur la façon dont la particule est piégée. Le piégeage "en cage" est facilement identifiable par sa transmission, laquelle montre des "sauts" de la particule que l'on ne voit pas dans le piégeage en régime "classique". L'histogramme est également capable de nous montrer que lors du piégeage à différentes puissances, la position d'équilibre du piégeage semble se trouver à différents endroits dans la cavité. Plus la puissance est élevée, plus la position d'équilibre semble se rapprocher du maximum des lobes de piégeage.

La taille de la particule est un paramètre que l'on peut mesurer avec la cavité simplement en observant la quantité de puissance transmise après le couplage. Il est possible de clairement

séparer les particules de 500 nm et les particules de 250 nm de diamètre en polystyrène. La dispersion de la taille des particules est également mesurable, ce qui peut être d'une grande utilité pour les laboratoires sur puce.

**Perspectives :** Il reste de nombreuses intéressantes expériences à faire sur la plateforme de piégeage par cristaux photoniques à cavités creuses. Les expériences réalisées jusqu'à présent sont concentrées sur l'utilisation de particules sphériques de polystyrène de 250 et 500 nm de diamètre. Il serait intéressant d'utiliser d'autres tailles de nanoparticules pour connaître les capacités de la cavité. Piéger des particules plus petites que 100 nm devrait être possible avec suffisamment de puissance injectée dans le guide. Des particules d'indices de réfraction différents peuvent également être utilisées, ainsi que des particules diélectriques et métalliques. D'autres formes de particules peuvent être testées, avec des particules ellipsoïdales, cylindriques, ou plus complexes. Il peut être également intéressant d'essayer des particules dont la surface est déformable, simulant des virus et bactéries en interaction avec les 6 lobes de piégeage. L'utilisation de la cavité pour les mesures de tailles est également à explorer. Le principe fonctionne et est facilement applicable avec la plateforme actuelle sans modifications trop importantes.

La cavité utilisée peut également être optimisée afin d'augmenter la quantité de champ hors du silicium. Grâce à l'algorithme génétique d'optimisation de M. Minkov et V. Savona, de nouvelles cavités de piégeage peuvent être imaginées plus rapidement que jamais. Avec des capacités de piégeage accrues, ces cavités pourront piéger des particules diélectriques encore plus petites.

L'un des domaines d'application du piégeage en cavités creuses est la biologie. L'une des applications les plus utile serait de pouvoir observer le piégeage de virus et de bactéries à l'intérieur de la cavité et d'imaginer un dispositif capable de mesurer le spectre Raman de l'objet ainsi piégé. De plus, la cavité peut être utilisée pour la détection de molécules présentes dans des échantillons de liquides. Une première méthode usuelle est de fonctionnaliser la surface de la cavité pour capturer les molécules présentes dans l'environnement. Les changements de puissance transmise correspondent à la présence ou non de la molécule cible.

Il est possible d'imaginer une nouvelle façon de détecter la présence de molécules dans un échantillon. On peut par exemple utiliser des nanoparticules fonctionnalisées avec des anticorps capables de se fixer sur la molécule cible. Après la fixation de plusieurs nanoparticules, la taille de l'ensemble nanoparticules/anticorps/cible maximale obtenue est suffisante pour pouvoir être piégée dans la cavité sans problèmes alors que les particules uniques ne peuvent pas rester dans le piège, la puissance utilisée étant trop faible pour leur petite taille. L'observation de la puissance transmise donne le signal de la présence ou non de la molécule ciblée. Ce type de détection pourrait servir pour identifier de nombreuses cibles avec une même cavité

### Chapitre VI. Conclusion et perspectives

dans une seule puce. Contrairement au cas où la cavité elle-même est fonctionnalisée, il est possible de nettoyer le canal et de réutiliser la cavité pour d'autres mesures.

# Bibliographie

- [1] J. J. D. Joannopoulos, S. Johnson, J. N. J. Winn, and R. R. D. Meade, *Photonic crystals : molding the flow of light*. Princeton University Press, 2008.
- [2] J.-M. Lourtioz, H. Benisty, V. Berger, J.-M. Gérard, D. Maystre, and A. Tchelnokov, *Les cristaux photoniques ou la lumière en cage*. Hermes Science, collection ed., 2003.
- [3] M. Notomi, "Manipulating light with strongly modulated photonic crystals," *Reports on Progress in Physics*, vol. 73, p. 096501, Sept. 2010.
- [4] K. Busch, G. von Freymann, S. Linden, S. Mingaleev, L. Tkeshelashvili, and M. Wegener, "Periodic nanostructures for photonics," *Physics Reports*, vol. 444, pp. 101–202, June 2007.
- [5] M. Daly, M. Sergides, and S. Nic Chormaic, "Optical trapping and manipulation of micrometer and submicrometer particles," *Laser & Photonics Reviews*, vol. 9, no. 3, pp. 309–329, 2015.
- [6] L. Novotny and B. Hecht, *Principles of Nano-Optics, 2nd Ed.* Cambridge University Press, 2012.
- [7] K. Berg-Sø rensen and H. Flyvbjerg, "Power spectrum analysis for optical tweezers," *Review of Scientific Instruments*, vol. 75, no. 3, pp. 594–612, 2004.
- [8] K. Berg-Sø rensen, E. J. Peterman, T. Weber, C. F. Schmidt, and H. Flyvbjerg, "Power spectrum analysis for optical tweezers . II : Laser wavelength dependence of parasitic filtering , and how to achieve high bandwidth," *Review of scientific instruments*, vol. 063106, 2006.
- [9] K. C. Neuman and S. M. Block, "Optical trapping," *Review of Scientific Instruments*, vol. 75, no. 9, pp. 2787–2809, 2004.
- [10] F. Maurizio, *Developing luminescent Brownian probes for near-field investigations of the intracellular environment*. PhD thesis, EPFL, 2013.
- [11] W. Tape and L. Cowley, "http://www.atoptics.co.uk/halo/crystals.htm," 2015.
- [12] S. Kinoshita, S. Yoshioka, and K. Kawagoe, "Mechanisms of structural colour in the Morpho butterfly : cooperation of regularity and irregularity in an iridescent scale.," *Proceedings. Biological sciences / The Royal Society*, vol. 269, no. 1499, pp. 1417–1421, 2002.

- [13] S. Kinoshita, Structural colors in the realm of nature. World Scientific, 2008.
- [14] C. V. Raman, "The Origin of Colours in the Plumage of Birds," *Proc. Indian Acad. Sci. A*, pp. 1–7, 1934.
- [15] H. Durrer and W. Villiger, "Schillerfarben Von Euchroma Gigantea (L.)" (Coleoptera: Buprestidae)" Elektronenmikroskopische Untersuchung der Elytra," *Int. J. Insect Morpho. & Embryol.*, vol. 1, no. 3, pp. 233–240, 1972.
- [16] C. Greenewalt, Hummingbirds. Dover Publications, 1960.
- [17] G. Lippmann, "Sur la théorie de la photographie des couleurs simples et composées par la méthode interférentielle," *J. Phys. Theor. Appl.*, vol. 3, no. 3, pp. 97–107, 1894.
- [18] G. I. N. Waterhouse and M. R. Waterland, "Opal and inverse opal photonic crystals : Fabrication and characterization," *Polyhedron*, vol. 26, no. 2, pp. 356–368, 2007.
- [19] E. Yablonovitch and K. Leung, "Hope for photonic bandgaps," *Nature*, vol. 351, p. 278, 1991.
- [20] Y. a. Vlasov, M. O'Boyle, H. F. Hamann, and S. J. McNab, "Active control of slow light on a chip with photonic crystal waveguides.," *Nature*, vol. 438, pp. 65–9, Nov. 2005.
- [21] Y. Zhao, H.-W. Zhao, X.-Y. Zhang, B. Yuan, and S. Zhang, "New mechanisms of slow light and their applications," *Optics & Laser Technology*, vol. 41, pp. 517–525, July 2009.
- [22] V. Zabelin, Numerical Investigations of Two-Dimensional Photonic Crystal Optical Properties, Design and Analysis of Photonic Crystal Based Structures. PhD thesis, EPFL, 2009.
- [23] L. C. Andreani and D. Gerace, "Photonic-crystal slabs with a triangular lattice of triangular holes investigated using a guided-mode expansion method," *Physical Review B -Condensed Matter and Materials Physics*, vol. 73, no. 23, pp. 1–16, 2006.
- [24] B. E. Saleh and M. C. Teich, Fundamentals of Photonics. Wiley, 2001.
- [25] E. Purcell, "Spontaneous emission probabilities at radio frequencies," *Physical Review*, vol. 69, no. 11, p. 681, 1946.
- [26] K. Vahala, Optical microcavities, vol. 424. World Scientific Pub Co Inc, Aug. 2004.
- [27] R. M. Stevenson, R. J. Young, P. Atkinson, K. Cooper, D. a. Ritchie, and a. J. Shields, "A semiconductor source of triggered entangled photon pairs," *Nature*, vol. 439, no. 7073, pp. 179–182, 2006.
- [28] B. Lounis and M. Orrit, "Single-photon sources," *Reports on Progress in Physics*, vol. 68, pp. 1129–1179, 2005.
- [29] P. Lodahl, a. Floris van Driel, I. S. Nikolaev, A. Irman, K. Overgaag, D. Vanmaekelbergh, and W. L. Vos, "Controlling the dynamics of spontaneous emission from quantum dots by photonic crystals," *Nature*, vol. 430, no. 7000, pp. 654–657, 2004.
- [30] V. R. Almeida, Q. Xu, C. a. Barrios, and M. Lipson, "Guiding and confining light in void nanostructure.," *Optics letters*, vol. 29, pp. 1209–11, June 2004.

- [31] J. Jágerská, Dispersion Properties of Photonic Crystals and Silicon Nanostructures Investigated by Fourier-Space Imaging. PhD thesis, EPFL, 2011.
- [32] J. Jágerská, H. Zhang, Z. Diao, N. Le Thomas, and R. Houdré, "Refractive index sensing with an air-slot photonic crystal nanocavity.," *Optics letters*, vol. 35, pp. 2523–5, Aug. 2010.
- [33] J. E. Baker, R. Sriram, and B. L. Miller, "Two-dimensional photonic crystals for sensitive microscale chemical and biochemical sensing," *Lab Chip*, vol. 15, no. 4, pp. 971–990, 2015.
- [34] S. Noda, a. Chutinan, and M. Imada, "Trapping and emission of photons by a single defect in a photonic bandgap structure," *Nature*, vol. 407, no. 6804, pp. 608–10, 2000.
- [35] M. R. Lee and P. M. Fauchet, "Nanoscale microcavity sensor for single particle detection.," *Optics letters*, vol. 32, pp. 3284–6, Nov. 2007.
- [36] P. N. Lebedev, H. a. Lorentz, and E. Cohn, "Experimental Examination of Light Pressure," *Annalen der Physik*, vol. 6, no. Received, p. 433, 1901.
- [37] A. Ashkin, J. Dziedzic, J. Bjorkholm, and S. Chu, "Observation of a single-beam gradient force optical trap for dielectric particles," *Optics letters*, vol. 22, pp. 816–8, June 1986.
- [38] A. Ashkin, "Optical trapping and manipulation of single cells using infrared laser beams," *Nature*, 1987.
- [39] A. Ashkin and J. Dziedzic, "Optical trapping and manipulation of viruses and bacteria," *Science*, vol. 235, no. 4795, pp. 1517–1520, 1987.
- [40] a. Ashkin, "Forces of a single-beam gradient laser trap on a dielectric sphere in the ray optics regime," *Biophysical Journal*, vol. 61, pp. 569–582, Feb. 1992.
- [41] a. Ashkin, "Optical trapping and manipulation of neutral particles using lasers.," *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, vol. 94, no. 10, pp. 4853–4860, 1997.
- [42] J. Curtis, B. Koss, and D. Grier, "Dynamic holographic optical tweezers," *Optics Communications*, vol. 207, no. June, pp. 169–175, 2002.
- [43] M. E. J. Friese, H. Rubinsztein-Dunlop, J. Gold, P. Hagberg, and D. Hanstorp, "Optically driven micromachine elements," *Applied Physics Letters*, vol. 78, no. 4, pp. 547–549, 2001.
- [44] E. a. Abbondanzieri, W. J. Greenleaf, J. W. Shaevitz, R. Landick, and S. M. Block, "Direct observation of base-pair stepping by RNA polymerase.," *Nature*, vol. 438, no. 7067, pp. 460–465, 2005.
- [45] D. Petrov, "Optical trapping," 2010.
- [46] P. S. Dittrich and A. Manz, "Lab-on-a-chip : microfluidics in drug discovery," *Nature reviews. Drug discovery*, vol. 5, no. 3, pp. 210–218, 2006.
- [47] S. K. Sia and G. M. Whitesides, "Microfluidic devices fabricated in poly(dimethylsiloxane) for biological studies," *Electrophoresis*, vol. 24, no. 21, pp. 3563–3576, 2003.

- [48] R. W. Applegate, D. W. M. Marr, J. Squier, and S. W. Graves, "Particle size limits when using optical trapping and deflection of particles for sorting using diode laser bars.," *Optics express*, vol. 17, no. 19, pp. 16731–16738, 2009.
- [49] K. Svoboda and S. M. Block, "Biological applications of optical forces.," *Annual review of biophysics and biomolecular structure*, vol. 23, pp. 247–285, 1994.
- [50] R. M. Simmons, J. T. Finer, S. Chu, and J. a. Spudich, "Quantitative measurements of force and displacement using an optical trap.," *Biophysical journal*, vol. 70, no. 4, pp. 1813–1822, 1996.
- [51] K. Visscher and S. M. Block, "Versatile optical traps with feedback control.," *Methods in enzymology*, vol. 298, pp. 460–489, 1998.
- [52] G.E.Uhlenbeck and L. Ornstein, "On the Theory of the Brownian Motion," *Physical Review*, vol. 36, pp. 823–841, 1930.
- [53] M. C. Wang and G.E.Uhlenbeck, "On the Théory of the Brownian Motion II," *Reviews of Modern Physics*, vol. 17, pp. 323–341, 1945.
- [54] R. M. Howard, *Principles of Random Signal Analysis and Low Noise Design : The Power Spectral Density and Its Applications.* Wiley, 2002.
- [55] D. Müller, D. R. Klopfenstein, and R. G. Ulbrich, "Differential interferometric particle tracking on the subnanometer- and submillisecond-scale," *Optics Express*, vol. 21, no. 6, pp. 2775–2783, 2013.
- [56] M. Jahnel, M. Behrndt, A. Jannasch, E. Schäffer, and S. W. Grill, "Measuring the complete force field of an optical trap," *Optics Letters*, vol. 36, no. 7, pp. 1260–1262, 2011.
- [57] P. Bartlett and S. Henderson, "Three-dimensional force calibration of a single-beam optical gradient trap," *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 14, no. 33, pp. 7757– 7768, 2002.
- [58] M. Capitanio, G. Romano, R. Ballerini, M. Giuntini, F. S. Pavone, D. Dunlap, and L. Finzi, "Calibration of optical tweezers with differential interference contrast signals," *Review of Scientific Instruments*, vol. 73, no. 4, p. 1687, 2002.
- [59] M. W. Allersma, F. Gittes, M. J. DeCastro, R. J. Stewart, and C. F. Schmidt, "Two-Dimensional Tracking of ncd Motility by Back Focal Plane Interferometry," *Biophysical Journal*, vol. 74, no. 2, pp. 1074–1085, 1998.
- [60] A. Farré, F. Marsà, and M. Montes-usategui, "Optimized back-focal-plane interferometry directly measures forces of optically trapped particles," *Optics Express*, vol. 20, no. 11, pp. 1443–1454, 2012.
- [61] A. Pralle, M. Prummer, E.-L. Florin, E. H. K. Stelzer, and J. K. H. Hörber, "Threedimensional position tracking for optical tweezers by forward scattered light.," *Microscopy Research and Technique*, vol. 44, pp. 378–386, 1999.
- [62] D. Erickson, X. Serey, Y.-F. Chen, and S. Mandal, "Nanomanipulation using near field photonics.," *Lab on a chip*, vol. 11, no. 6, pp. 995–1009, 2011.

- [63] M. Moskovits, "Surface-Enhanced spectroscopy," *Reviews of Modern Physics*, no. July, 1985.
- [64] D. Duval, A. B. González-Guerrero, S. Dante, J. Osmond, R. Monge, L. J. Fernández, K. E. Zinoviev, C. Domínguez, and L. M. Lechuga, "Nanophotonic lab-on-a-chip platforms including novel bimodal interferometers, microfluidics and grating couplers," *Lab on a Chip*, vol. 12, no. 11, p. 1987, 2012.
- [65] K. Grujic, O. Hellesø, J. Hole, and J. Wilkinson, "Sorting of polystyrene microspheres using a Y-branched optical waveguide.," *Optics express*, vol. 13, no. 1, pp. 1–7, 2005.
- [66] M. C. Frawley, I. Gusachenko, V. G. Truong, M. Sergides, and S. N. Chormaic, "Selective particle trapping and optical binding in the evanescent field of an optical nanofiber," *Optic Express*, vol. 22, no. 13, pp. 16322–16334, 2014.
- [67] A. Goban, K. S. Choi, D. J. Alton, D. Ding, C. Lacroûte, M. Pototschnig, T. Thiele, N. P. Stern, and H. J. Kimble, "Demonstration of a state-insensitive, compensated nanofiber trap," *Physical Review Letters*, vol. 109, no. 3, pp. 1–5, 2012.
- [68] A. H. J. Yang and D. Erickson, "Stability analysis of optofluidic transport on solid-core waveguiding structures.," *Nanotechnology*, vol. 19, no. 4, p. 045704, 2008.
- [69] L. Ng, B. Luff, M. Zervas, and J. Wilkinson, "Propulsion of gold nanoparticles on optical waveguides," *Optics communications*, vol. 208, no. July, pp. 117–124, 2002.
- [70] B. S. Schmidt, A. H. Yang, D. Erickson, and M. Lipson, "Optofluidic trapping and transport on solid core waveguides within a microfluidic device.," *Optics express*, vol. 15, pp. 14322–34, Oct. 2007.
- [71] M. Soltani, J. Lin, R. a. Forties, J. T. Inman, S. N. Saraf, R. M. Fulbright, M. Lipson, and M. D. Wang, "Nanophotonic trapping for precise manipulation of biomolecular arrays.," *Nature nanotechnology*, vol. 9, no. 6, pp. 448–52, 2014.
- [72] L.-C. Hsu, T.-C. Chen, Y.-T. Yang, C.-Y. Huang, D.-W. Shen, Y.-T. Chen, and M.-C. M. Lee, "Manipulation of micro-particles through optical interference patterns generated by integrated photonic devices.," *Lab on a chip*, vol. 13, no. 6, pp. 1151–5, 2013.
- [73] C. Xu, H. Lei, Y. Zhang, and B. Li, "Backward transport of nanoparticles in fluidic flow," *Optics Express*, vol. 20, no. 3, p. 1930, 2012.
- [74] P. I. Lø vhaugen, B. S. Ahluwalia, T. R. Huser, and O. G. Hellesø, "Serial Raman spectroscopy of particles trapped on a waveguide," *Optics Express*, vol. 21, no. 3, pp. 3436–3440, 2013.
- [75] L. Kong, C. Lee, C. M. Earhart, B. Cordovez, and J. W. Chan, "A nanotweezer system for evanescent wave excited surface enhanced Raman spectroscopy (SERS) of single nanoparticles," *Optics Express*, vol. 23, no. 5, p. 6793, 2015.
- [76] S. Lin, E. Schonbrun, and K. Crozier, "Optical manipulation with planar silicon microring resonators," *Nano letters*, pp. 2408–2411, 2010.
- [77] P. A. Anderson, B. S. Schmidt, and M. Lipson, "High confinement in silicon slot waveguides with sharp bends.," *Optics express*, vol. 14, no. 20, pp. 9197–9202, 2006.

- [78] A. H. J. Yang, T. Lerdsuchatawanich, and D. Erickson, "Forces and transport velocities for a particle in a slot waveguide," *Nano Letters*, vol. 9, no. 3, pp. 1182–1188, 2009.
- [79] A. H. J. Yang, S. D. Moore, B. S. Schmidt, M. Klug, M. Lipson, and D. Erickson, "Optical manipulation of nanoparticles and biomolecules in sub-wavelength slot waveguides.," *Nature*, vol. 457, pp. 71–5, Jan. 2009.
- [80] Y. Luo, M. Chamanzar, A. Apuzzo, R. Salas-Montiel, K. N. Nguyen, S. Blaize, and A. Adibi, "On-Chip Hybrid Photonic-Plasmonic Light Concentrator for Nanofocusing in an Integrated Silicon Photonics Platform," *Nano Letters*, 2015.
- [81] P.-T. Lin, H.-Y. Chu, T.-W. Lu, and P.-T. Lee, "Trapping particles using waveguide-coupled gold bowtie plasmonic tweezers," *Lab Chip*, vol. 14, no. 24, pp. 4647–4652, 2014.
- [82] A. El Eter, N. M. Hameed, F. I. Baida, R. Salut, C. Filiatre, D. Nedeljkovic, E. Atie, S. Bole, and T. Grosjean, "Fiber-integrated optical nano-tweezer based on a bowtie-aperture nano-antenna at the apex of a SNOM tip," *Optics Express*, vol. 22, no. 8, p. 10072, 2014.
- [83] A. Kotnala, D. DePaoli, and R. Gordon, "Sensing nanoparticles using a double nanohole optical trap.," *Lab on a chip*, vol. 13, no. 20, pp. 4142–6, 2013.
- [84] J. Berthelot, S. S. Aćimović, M. L. Juan, M. P. Kreuzer, J. Renger, and R. Quidant, "Threedimensional manipulation with scanning near-field optical nanotweezers.," *Nature Nanotechnol.*, vol. 9, no. 4, pp. 295–9, 2014.
- [85] A. A. Balushi and R. Gordon, "Label-Free Free-Solution Single-Molecule Protein -Small Molecule Interaction Observed by Double-Nanohole Plasmonic Trapping," ACS *Photonics*, vol. 1, no. 1, pp. 389–393, 2014.
- [86] A. Kotnala and R. Gordon, "Quantification of high-efficiency trapping of nanoparticles in a double nanohole optical tweezer," *Nano Letters*, vol. 14, no. 2, pp. 853–856, 2014.
- [87] A. Kotnala, D. DePaoli, and R. Gordon, "Sensing nanoparticles using a double nanohole optical trap.," *Lab on a chip*, vol. 13, no. 20, pp. 4142–6, 2013.
- [88] A. Zehtabi-Oskuie, H. Jiang, B. R. Cyr, D. W. Rennehan, A. A. Al-Balushi, and R. Gordon, "Double nanohole optical trapping : dynamics and protein-antibody co-trapping.," *Lab* on a chip, vol. 13, no. 13, pp. 2563–8, 2013.
- [89] Y. Pang and R. Gordon, "Optical Trapping of 12 nm Dielectric Spheres Using Double-Nanoholes in a Gold Film," *Nano letters*, vol. 11, pp. 3763–3767, 2011.
- [90] Y. Pang and R. Gordon, "Optical Trapping of a Single Protein," *Nano Letters*, vol. 12, pp. 402–406, 2011.
- [91] C. Chen, M. L. Juan, Y. Li, G. Maes, G. Borghs, P. Van Dorpe, and R. Quidant, "Enhanced optical trapping and arrangement of nano-objects in a plasmonic nanocavity.," *Nano letters*, vol. 12, pp. 125–32, Jan. 2012.
- [92] L. Neumeier, R. Quidant, and D. E. Chang, "Theory of self-induced back-action optical trapping in nanophotonic systems," *Arxiv*, 2015.
- [93] P. Schein, P. Kang, D. O'Dell, and D. Erickson, "Nanophotonic Force Microscopy: Characterizing Particle-Surface Interactions Using Near-Field Photonics," *Nano Letters*, vol. 15, no. 2, pp. 1414–1420, 2015.

- [94] S. Lin and K. B. Crozier, "Trapping-assisted sensing of particles and proteins using on-chip optical microcavities," *ACS Nano*, vol. 7, no. 2, pp. 1725–1730, 2013.
- [95] S. Lin, W. Zhu, Y. Jin, and K. B. Crozier, "Surface Enhanced Raman Scattering with Ag Nanoparticles Optically Trapped by a Photonic Crystal Cavity.," *Nano Lett.*, vol. 13, no. 2, pp. 559–63, 2013.
- [96] C. Renaut, B. Cluzel, J. Dellinger, L. Lalouat, E. Picard, D. Peyrade, E. Hadji, and F. D. Fornel, "On chip shapeable optical tweezers," *Scientific Report*, pp. 22–25, 2013.
- [97] C. Renaut, J. Dellinger, B. Cluzel, T. Honegger, D. Peyrade, E. Picard, F. De Fornel, and E. Hadji, "Assembly of microparticles by optical trapping with a photonic crystal nanocavity," *Applied Physics Letters*, vol. 100, no. 10, pp. 1–4, 2012.
- [98] T. van Leest and J. Caro, "Cavity-enhanced optical trapping of bacteria using a silicon photonic crystal.," *Lab on a chip*, vol. 13, no. 22, pp. 4358–65, 2013.
- [99] E. Jaquay, L. Javier, C. A. Mejia, and M. L. Povinelli, "Light-Assisted, Templated Self-Assembly Using a Photonic-Crystal Slab," *Nano Letters*, 2013.
- [100] E. Jaquay, L. J. Martínez, N. Huang, C. a. Mejia, D. Sarkar, and M. L. Povinelli, "Lightassisted, templated self-assembly of gold nanoparticle chains.," *Nano letters*, vol. 14, no. 9, pp. 5184–8, 2014.
- [101] L. Milord, E. Gerelli, C. Jamois, a. Harouri, C. Chevalier, P. Viktorovitch, X. Letartre, and T. Benyattou, "Engineering of slow Bloch modes for optical trapping," *Applied Physics Letters*, vol. 106, no. 12, p. 121110, 2015.
- [102] P. Jing, J. Wu, and L. Y. Lin, "Patterned Optical Trapping with Two-Dimensional Photonic Crystals," ACS Photonics, vol. 1, no. 1, pp. 398–402, 2013.
- [103] S. H. Mirsadeghi and J. F. Young, "Ultrasensitive Diagnostic Analysis of Au Nanoparticles Optically Trapped in Silicon Photonic Circuits at Sub-Milliwatt Powers.," *Nano letters*, 2014.
- [104] S. Lin, J. Hu, L. Kimerling, and K. Crozier, "Design of nanoslotted photonic crystal waveguide cavities for single nanoparticle trapping and detection.," *Optics letters*, vol. 34, no. 21, pp. 3451–3453, 2009.
- [105] N. Descharmes, U. P. Dharanipathy, Z. Diao, M. Tonin, and R. Houdré, "Single particle detection, manipulation and analysis with resonant optical trapping in photonic crystals.," *Lab on a chip*, vol. 13, pp. 3268–74, Aug. 2013.
- [106] N. Descharmes, U. P. Dharanipathy, Z. Diao, M. Tonin, and R. Houdré, "Observation of Backaction and Self-Induced Trapping in a Planar Hollow Photonic Crystal Cavity," *Physical Review Letters*, vol. 110, p. 123601, Mar. 2013.
- [107] N. Descharmes, *Resonant optical trapping in microfluidic-integrated hollow photonic crystal cavities*. PhD thesis, EPFL, 2013.
- [108] M. Minkov and V. Savona, "Automated optimization of photonic crystal slab cavities.," *Scientific reports*, vol. 4, p. 5124, 2014.

- [109] U. P. Dharanipathy, M. Minkov, M. Tonin, V. Savona, and R. Houdre, "High-Q silicon photonic crystal cavity for enhanced optical nonlinearities," *Applied Physics Letters*, vol. 101101, 2014.
- [110] U. P. Dharanipathy, on the Investigation of Light-Matter Interactions in Slab Photonic *Crystal Cavities.* PhD thesis, EPFL, 2014.
- [111] Z. Diao, Investigation of 2D Photonic Crystals and Their Applications on Terahertz Quantum Cascade Lasers, Optical Trapping and Sensing. PhD thesis, EPFL, 2013.
- [112] S. Wolf and R. N. Tauber, "Aluminum thin films and physical vapor deposition in VLSI," *Silicon processing for the VLSI era vol 1 : Process technology*, vol. 1, pp. 335–373, 1986.
- [113] J. N. Helbert, Handbook of VLSI Microlithography. Noye Publications, 2001.
- [114] E. Berthier, E. W. K. Young, and D. Beebe, "Engineers are from PDMS-land, Biologists are from Polystyrenia," *Lab on a Chip*, vol. 12, no. 7, p. 1224, 2012.
- [115] H. Becker, "Mind the gap !," Lab on a chip, vol. 10, no. 3, pp. 271–273, 2010.
- [116] H. Becker and L. E. Locascio, "Polymer microfluidic devices," *Talanta*, vol. 56, no. 2, pp. 267–287, 2002.
- [117] A. a. Epshteyn, S. Maher, A. J. Taylor, A. B. Holton, J. T. Borenstein, and J. D. Cuiffi, "Membrane-integrated microfluidic device for high-resolution live cell imaging," *Biomicrofluidics*, vol. 5, no. 4, pp. 1–6, 2011.
- [118] M. A. Unger, H.-P. Chou, T. Thorsen, A. Scherer, and S. R. Quake, "Monolithic Microfabricated Valves and Pumps by Multilayer Soft Lithography," *Science*, vol. 288, no. April, pp. 113–116, 2000.
- [119] F. Schneider, J. Draheim, R. Kamberger, and U. Wallrabe, "Process and material properties of polydimethylsiloxane (PDMS) for Optical MEMS," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 151, no. 2, pp. 95–99, 2009.
- [120] A. Werber and H. Zappe, "Tunable microfluidic microlenses.," *Applied optics*, vol. 44, no. 16, pp. 3238–3245, 2005.
- [121] J. C. Mcdonald, D. C. Duffy, J. R. Anderson, and D. T. Chiu, "Review Fabrication of microfluidic systems in poly (dimethylsiloxane)," *Electrophoresis*, vol. 21, pp. 27–40, 2000.
- [122] J. Ou, T. Glawdel, C. L. Ren, and J. Pawliszyn, "Fabrication of a hybrid PDMS/SU-8/quartz microfluidic chip for enhancing UV absorption whole-channel imaging detection sensitivity and application for isoelectric focusing of proteins," *Lab on a Chip*, vol. 9, no. 13, p. 1926, 2009.
- [123] R. Mukhopadhyay, "When PDMS isn't the best," *American Chemical Society Analytical Chemestry*, pp. 3249–3253, 2007.
- [124] Y. Shechtman, L. E. Weiss, A. S. Backer, S. J. Sahl, and W. E. Moerner, "Precise 3D scan-free multiple-particle tracking over large axial ranges with Tetrapod point spread functions," *Nano Letters*, vol. 15, pp. 4194–4199, 2015.

- [125] A. Rohrbach and E. H. K. Stelzer, "Three-dimensional position detection of optically trapped dielectric particles," *Journal of Applied Physics*, vol. 91, no. 8, pp. 5474–5488, 2002.
- [126] C. Markos, K. Vlachos, and G. Kakarantzas, "Guiding and thermal properties of a hybrid polymer-infused photonic crystal fiber," *Optical Materials Express*, vol. 2, no. 7, pp. 929– 941, 2012.
- [127] O. Sano, "Mobility of a small sphere in a viscous fluid confined in a rigid circular cylinder of finite length," 1987.
- [128] H. B. Eral, J. M. Oh, D. van den Ende, F. Mugele, and M. H. G. Duits, "Anisotropic and hindered diffusion of colloidal particles in a closed cylinder.," *Langmuir*, vol. 26, no. 22, pp. 16722–9, 2010.
- [129] R. R. Brau, P. B. Tarsa, J. M. Ferrer, P. Lee, and M. J. Lang, "Interlaced optical forcefluorescence measurements for single molecule biophysics.," *Biophysical journal*, vol. 91, no. 3, pp. 1069–1077, 2006.
- [130] M. C. Williams, "Optical Tweezers : Measuring Piconewton Forces," Single Molecule Techniques, Biophysics Textbook Online, no. 1, pp. 1–14, 2002.
- [131] T. Yoshie, L. Tang, and S. Y. Su, "Optical microcavity: Sensing down to single molecules and atoms," *Sensors*, vol. 11, no. 2, pp. 1972–1991, 2011.

## Remerciements

Ces quatre années de thèses de doctorat auront été particulièrement agréables, grâce à de nombreuses personnes qui m'ont aidé et soutenu. Je tiens à remercier tout d'abord mon Directeur de thèse, le Professeur Romuald Houdré pour m'avoir accepté dans le groupe et m'avoir donné ma chance. Romuald a toujours été très accessible pour parler des résultats au laboratoire avec un oeil critique et beaucoup de rigueur scientifique. Qui plus est, j'espère avoir un jour sa capacité à identifier les petits détails qui peuvent transformer une suggestion en une excellente idée. Romuald m'a également transmis sa passion pour la nature et les grands espaces, en m'encourageant à apprendre à faire du ski et de la randonnée en montagne. Je lui suis également très reconnaissant de m'avoir permis de découvrir le monde grâce aux conférences. Moi qui n'avais jamais été au-delà d'une cinquantaine de kilomètres de la frontière française avant, j'ai ainsi eu le plaisir de découvrir les joies du voyage, de Vancouver à Shanghai en passant par Erice pour des moments inoubliables.

Comme le groupe est au final une vraie petite famille, je veux également remercier les "anciens" : Nicolas, Peru, Zhaolu, et les "nouveaux" : Mohamed et Rita avec qui j'ai eu l'immense plaisir de travailler ces dernières années. C'est toujours mieux de pouvoir travailler avec des amis pour garder la motivation nécessaire, en particulier quand les expériences ou la fabrication ne fonctionnent pas correctement. Encore une fois, un grand merci tout particulièrement à Nicolas avec qui j'ai beaucoup appris en optique, en microfluidique et sur la montagne. Je me rappellerai de la quantité de temps passée à répéter les étapes de fabrication et de laboratoire pour au final avoir fait cet incroyable chemin. Cela valait le coup! Merci également à Peru pour sa bonne humeur et nos discussions au sujet de l'Inde, des films, de la philosophie, et beaucoup d'autre choses! Merci à Zhaolu pour nous avoir fourni des échantillons de qualité avant de m'enseigner l'art "zen" de la fabrication en salle blanche. Merci également à Mohamed pour les discussions et conseils au sujet de la fabrication. Merci à Rita pour le temps passé en salle blanche et au laboratoire qui m'a été vraiment utile pour me changer les idées lors de l'écriture de ma thèse. Merci aussi pour ses conseils de cuisine! Je remercie également tout le monde pour les sorties de ski de groupe auxquelles j'ai participé et celles que j'ai organisées. Il n'y a rien de tel pour renforcer l'esprit d'équipe dans le laboratoire !

Un grand merci à toutes les personnes avec qui j'ai eu le plaisir de collaborer, en particulier le Professeur László Forró, Sylvia Jeney et Flavio pour les nombreuses aides et discussions sur le piégeage optique et sur les méthodes de détection du mouvement de particules piégées.

#### Remerciements

Je n'aurais pas pu aller bien loin sans elles. Merci aussi au Professeur Vincenzo Savonna et à Momchil pour les cavités optimisées qui nous permettront d'avoir des pièges encore plus puissants dans le futur!

Merci également à toute l'équipe technique qui m'a aidé de nombreuses fois, que ce soit en salle blanche ou au laboratoire : Nicolas Leiser, Damien et Yoan Trolliet, ainsi que Roger Rochat et François Morier-Genoud. Ils m'ont permis de travailler dans un parfait environnement avec des instruments parfois capricieux, mais jamais pendant très longtemps. Merci aux secrétaires pour leur patience et leur aide : Laurence et Claire-Lyse lorsque j'étais au LOEQ, Cathy Buchs pour l'école doctorale, et Pauline et Nadja pour le secrétariat du LASPE.

Merci à tous mes amis, en particulier Kaja, Jana et Pawel que j'ai pu rencontrer pendant mon temps libre à Lausanne, principalement pendant des week-ends de ski, et toujours dans la bonne humeur.

Finalement, je tiens à remercier de tout mon coeur mes parents qui, durant toutes ces années passées loin d'eux, m'ont offert un soutien moral remarquable sans lequel je ne serais sans doute pas arrivé où je suis maintenant.

Lausanne, 13 Décembre 2015

M.T.

# **Mario Tonin**

Date de naissance :	17 novembre 1988
Adresse :	Av. d'Epenex, 11 1024 Ecublens SUISSE
Courriel :	mario.tonin.59@gmail.com mario.tonin@protonmail.ch
LinkedIn :	ch.linkedin.com/in/toninmario
Tel.	+41 78 62 96408



- Ingénieur en optique et nano photonique
- Expérience de travail en laboratoire en recherche et développement
- Anglais courant, bases d'allemand

### Diplômes

Doctorat en Photonique	École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse	2015
Diplôme d'ingénieur	Télécom Physique Strasbourg, France	2011
Master nanophotonique	Université de Strasbourg, France	2011

## **Expérience Professionnelle**

#### Assistant / Doctorant

École Polytechnique Fédérale de Lausanne

Intégration de pinces optiques dans des structures à cristaux photoniques

#### Ingénieur stagiaire

Amplitude Systèmes (Bordeaux)

- Optimisation et fiabilisation de modules de conversion de fréquences pour lasers femtosecondes
- Modélisation de phénomènes optique non-linéraires

#### Stagiaire

Institut de Sciences Photoniques (ICFO Barcelone)

• Étude de l'évolution de la charge électrique de cellules vivantes dans un microscope à force photonique

#### Stagiaire

Institut de Physique et de Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS)Spectroscopie ultra-rapide de nouvelles molécules pour la photovoltaïque par méthode pompe-sonde

### Compétences

#### Langues

- Français : langue maternelle
- Anglais : niveau C2, bilingue

- Allemand : niveau A2/B2
- Chinois : niveau HSK1

## 149

## Octobre 2011 | Décembre 2015

## Mars 2011 | Août 2011

## Mai 2010 | Août 2010

## Juin 2009 | Juillet 2009

### **Compétences (Suite)**

#### Informatique

- Bureautique : Word, Excel, Powerpoint, Outlook, Latex
- OS : Windows, Mac, Linux
- MATLAB, COMSOL Multiphysics, LABVIEW, IGOR PRO, Code V, programmation en C, C++, Python

#### Liste de Publications

- M. Tonin, F.M. Mor, L. Forró, S. Jeney and R. Houdré (2015) En attente d'acceptation
- M. Tonin, N. Descharmes, R. Houdré, Lab on a Chip, acceptée fin-décembre 2015
- U.P. Dharanipathy, M. Minkov, M. Tonin, V. Savona and R. Houdré, *Applied Physics Letters*, 105, 101101 (2014)
- N. Descharmes, U.P. Dharanipathy, Z. Diao, M. Tonin and R. Houdré, *Physical Review Letters*, 110, 123601 (2013)
- N. Descharmes, U.P. Dharanipathy, Z. Diao, M. Tonin and R. Houdré, Lab on a Chip, 13, 3268-3274 (2013)
- Y. Zaouter, M. Hanna, F. Morin, M. Tonin, R. Maleck, C. Hönninger, P. Georges, and E. Mottay, *Conference on Lasers and Electro-Optics 2012*, paper CTu3M.3 (2012)
- M. Tonin, S. Bálint, P. Mestres, I.A. Martinez and D. Petrov, Applied Physics Letters, 97, 203704 (2010)

## Liste de Conférences

- CLEO 2015, *Munich (présentation)*: M. Tonin, F.M. Mor, N. Descharmes, U. Dharanipathy, L. Forró, S. Jeney and R. Houdré
- OSA Optical Trapping Applications 2015, Vancouver (présentation): M. Tonin, F.M. Mor, N. Descharmes, U. Dharanipathy, L. Forró, S. Jeney and R. Houdré
- PECS XI 2014, *Shanghai (Poster)*: **M. Tonin**, F.M. Mor, N. Descharmes, U. Dharanipathy, L. Forró, S. Jeney and R. Houdré

#### Activités Extra-professionnelles et Autres

- Permis de conduire B
- Sports : Montagne, natation
- Electronique amateur (réparations et projets personnels)
- Photographie et astrophotographie (Club d'astronomie Caudrésien)