

N° d'ordre : 41738

THESE DE DOCTORAT

Présentée à

L'UNIVERSITE DE LILLE 1

Ecole Doctorale Régionale Sciences Pour l'Ingénieur Lille Nord-de-France



pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN SCIENCES

Dans la spécialité

Micro et Nano Technologies, Acoustique et Télécommunications

par

**Hind BAKLI**

**DEVELOPPEMENT D'UNE PLATE-FORME DE  
MICROSCOPIE CHAMP-PROCHE HYPERFREQUENCE  
PAR INTERFEROMETRIE**

Soutenue le 28 mai 2015

Prof. Elodie RICHALOT	Rapporteur	Université Paris-Est Marne-la-Vallée
Prof. Fabien NDAGIJIMANA	Rapporteur	Université de Grenoble
Prof. Didier DECOSTER	Examineur	Université de Lille1
Dr. Olivier MEYER	Examineur	Université de Pierre et Marie Curie
Prof. Tuami LASRI	Directeur de thèse	Université de Lille 1
Dr. Kamel HADDADI	Co-encadrant	Université de Lille 1



## REMERCIEMENTS

En tout premier lieu, je remercie le bon Dieu, tout puissant, de m'avoir donné la force et le courage pour dépasser toutes les difficultés afin d'aboutir ce travail.

Je souhaite remercier Mr Lionel BUCHAILLOT, directeur de l'Institut d'Électronique, de Micro-électronique et de Nanotechnologie de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

A Mr. Didier DECOSTER, Professeur à l'Université de Lille 1. Merci pour l'honneur que vous me faites de présider cette thèse, veuillez trouver ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

Je souhaite remercier mon directeur de thèse, M. Tuami LASRI, Professeur à l'Université de Lille 1 et directeur de l'école doctorale SPI de Lille 1 pour m'avoir accueilli au sein de son équipe. Je lui suis également reconnaissante pour le temps conséquent qu'il m'a accordé, ses qualités pédagogiques et scientifiques.

J'adresse mes remerciements à mon co-encadrant de thèse, Mr. Kamel HADDADI, Maître de conférences à l'université de Lille 1, pour son aide, pour ses conseils avisés et son écoute qui ont été prépondérants pour la bonne réussite de cette thèse.

Je voudrais remercier les rapporteurs de cette thèse Mme. Elodie RICHALOT, Professeure à l'université Paris-Est Marne-la-Vallée, et Mr. Fabien NDAGIJIMANA, Professeur à l'université de Grenoble, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail.

J'associe à ces remerciements à Mr. Olivier MEYER, Maître de conférences à l'université de Pierre et Marie Curie, pour avoir accepté d'examiner mon travail.

Je désire en outre remercier tous les membres du groupe MITEC de l'IEMN pour leur sympathie et leur amitié. J'ai eu beaucoup de plaisir à travailler avec eux.

Je désire grandement remercier mes amis, Nadine, Ewa, Di, Wei et Amina avec qui j'ai partagé ces années de thèse.

Je dédie ce travail à mes parents et mes sœurs qui ont toujours cru en moi et encourager pour réussir dans mes études.

Mes remerciements vont à mon mari qui a tout fait pour m'aider, qui m'a soutenu et surtout supporté dans tout ce que j'ai entrepris.

A ma petite fille chérie Lea, je sais qu'elle sera fière de sa maman.

Une pensée pour terminer ces remerciements à ma sœur Fifi qui n'est plus là mais qui aurait été très fière de moi...

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
------------------------------------	----------

## CHAPITRE I

### ETAT DE L'ART SUR LA MICROSCOPIE CHAMP PROCHE HYPERFREQUENCE

<b>I.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>6</b>
-------------------------------	----------

<b>I.2 HISTORIQUE ET PRINCIPE DE MESURE .....</b>	<b>7</b>
---	----------

<b>I.3 SONDES POUR LA MICROSCOPIE CHAMP PROCHE HYPERFREQUENCE ...</b>	<b>9</b>
---	----------

I.3.1 Introduction.....	9
-------------------------	---

I.3.2 Généralités .....	9
-------------------------	---

I.3.3 Sondes champ proche basées sur des ondes évanescentes.....	10
--	----

I.3.4 Sondes champ proche basées sur des ondes propagatives .....	13
---	----

I.3.5 Méthodes pour le traitement de l'interaction onde-matière en microscopie hyperfréquence .....	13
---	----

I.3.5.1 Modélisation par éléments localisés de l'interaction sonde-échantillon ..	14
---	----

I.3.5.2 Théorie des perturbations .....	15
---	----

I.3.5.3 Outils de simulation.....	16
-----------------------------------	----

I.3.6 Conclusion .....	17
------------------------	----

<b>I.4 SYSTEMES DE MESURE HYPERFREQUENCES.....</b>	<b>18</b>
--	-----------

I.4.1 Introduction.....	18
-------------------------	----

I.4.2 Systèmes scalaires.....	18
-------------------------------	----

I.4.2.1 Les détecteurs de puissance.....	18
--	----

I.4.2.1.1 Pont bolométrique .....	18
-----------------------------------	----

I.4.2.1.2 Les détecteurs à diodes .....	19
---	----

I.4.2.2 Analyseur de réseaux scalaire .....	20
---	----

I.4.3 Systèmes vectoriels .....	20
---------------------------------	----

I.4.3.1 Analyseur de réseaux vectoriel.....	20
---	----

I.4.3.2 Amplificateur à verrouillage de phase (lock-in amplifier).....	22
--	----

I.4.3.3 Systèmes multi-port.....	24
----------------------------------	----

I.4.4 Conclusion .....	26
------------------------	----

<b>I.5 PLATES-FORMES DE MICROSCOPIE .....</b>	<b>27</b>
---	-----------

I.5.1 Introduction.....	27
-------------------------	----

I.5.2 Déplacement latéral .....	28
I.5.3 Déplacement en Z .....	28
I.5.4 Contrôle, acquisition, et traitements de données .....	30
I.5.5 Conditions environnementales .....	30
I.5.6 Exemples de plates-formes .....	31
I.5.7 Conclusion .....	35
<b>I.6 CONCLUSION .....</b>	<b>36</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>38</b>

## **CHAPITRE II MICROSCOPIE CHAMP-PROCHE HYPERFREQUENCE PAR INTERFEROMETRIE**

<b>II.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>47</b>
<b>II.2 PROBLEMATIQUE DE LA MESURE HAUTE IMPEDANCE .....</b>	<b>48</b>
<b>II.3 TECHNIQUE INTERFEROMETRIQUE.....</b>	<b>50</b>
II.3.1 Introduction .....	50
II.3.2 Principe de la technique interférométrique.....	50
II.3.3 Configuration de mesure en réflexion .....	53
II.3.4 Configuration de mesure en transmission .....	63
II.3.5 Conclusion .....	68
<b>II.4 DEVELOPPEMENT DE PLATES-FORMES DE MICROSCOPIE CHAMP- PROCHE PAR INTERFEROMETRIE .....</b>	<b>68</b>
II.4.1 Introduction .....	68
II.4.2 Configurations des plates-formes de microscopie champ-proche.....	68
II.4.3 Systèmes de mesure vectoriels .....	71
II.4.4 Tuner d'impédances .....	74
II.4.5 Sondes évanescentes.....	79
II.4.6 Plates-formes de microscopie champ proche développées.....	82
II.4.7 Conclusion .....	83
<b>II.5 CONCLUSION.....</b>	<b>84</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>85</b>

## CHAPITRE III APPLICATIONS A LA CARACTERISATION DIELECTRIQUE LOCALE

<b>III.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>90</b>
<b>III.2 TECHNIQUE EN SONDE COAXIALE OUVERTE ASSOCIEE A L'INTERFEROMETRE EN TRANSMISSION .....</b>	<b>92</b>
III.2.1 Introduction .....	92
III.2.2 Limitations de la technique par sonde coaxiale ouverte.....	92
III.2.3 Analyse théorique.....	94
III.2.4 Mise en œuvre du système de mesure .....	98
III.2.5 Conclusion.....	103
<b>III.3 MICROSCOPES MICRO-ONDES CHAMP PROCHE BASES SUR LA TECHNIQUE INTERFEROMETRIQUE.....</b>	<b>104</b>
III.3.1 Introduction .....	104
III.3.2 Microscope champ proche basé sur la technique interférométrique en réflexion	104
III.3.2.1 Introduction.....	104
III.3.2.2 Procédure d'annulation du coefficient de réflexion.....	105
III.3.2.3 Etude de la sensibilité du microscope.....	107
III.3.2.4 Modélisation de l'interaction sonde-échantillon.....	110
III.3.2.5 Caractérisation de milieux liquides.....	115
III.3.2.5.1 Caractérisation des solutions de NaCl .....	116
III.3.2.5.1.1 Analyse théorique .....	116
III.3.2.5.1.2 Validation expérimentale .....	118
III.3.2.5.2 Caractérisation des solutions de glucose .....	120
III.3.2.6 Conclusion .....	122
III.3.3 Sensibilité de mesure du microscope champ proche basé sur la technique interférométrique en transmission .....	123
III.3.4 Conclusion.....	125
<b>III.4 MICROSCOPE MICRO-ONDE BASE SUR DEUX SONDES CHAMP PROCHE .....</b>	<b>126</b>
III.4.1 Introduction .....	126

---

III.4.2 Analyse électromagnétique de la technique de microscopie basée sur l'association de deux sondes champ proche .....	126
III.4.2.1 Etude de la sensibilité de mesure .....	127
III.4.2.2 Etude de l'influence des dimensions des pointes des sondes d'émission et de réception .....	129
III.4.2.3 Etude de l'influence des dimensions du matériau sous test.....	131
III.4.2.4 Etude de l'influence de la position du matériau par rapport aux sondes d'émission et de réception.....	132
III.4.2.5 Etude de l'influence des propriétés électromagnétiques du matériau..	133
III.4.3 Mise en œuvre du microscope micro-onde basé sur deux sondes champ proche	138
III.4.4 Caractérisation locale de matériaux solides .....	139
III.4.5 Conclusion.....	142
<b>III.5 CONCLUSION .....</b>	<b>143</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>145</b>
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>149</b>

# Table des Figures

Figure I-1 : Sondes champ proche basées sur des ondes évanescentes [ANL 07].....	11
Figure I-2 : Sondes champ proche basées sur des ondes propagatives [ANL 07] .....	13
Figure I-3 : Pont bolométrique .....	19
Figure I-4 : Schéma de base de la mesure des différents signaux pour l'analyseur de réseaux scalaire.....	20
Figure I-5: Schéma de base de la mesure des différents signaux pour l'analyseur de réseaux vectoriel.....	21
Figure I-6 : Schéma de principe d'un analyseur de réseaux vectoriel.....	22
Figure I-7 : Diagramme de fonctionnement de l'amplificateur à verrouillage de phase [SR830].....	23
Figure I-8 : Microscope champ proche développé par Haddadi <i>et al</i> [HAD 13].....	25
Figure I-9 : Schéma général d'un microscope champ proche.....	27
Figure I-10 : Microscope micro-onde champ proche assisté par un système de contrôle de distance STM développé par Imtiaz <i>et al</i> [IMT 03].....	32
Figure I-11 : Microscope micro-onde champ proche développé par Karbassi <i>et al</i> [KAR 08]	33
Figure I-12 : Microscope micro-onde champ proche développé par Wang <i>et al</i> [WAN 10_a] .....	34
Figure II-1 : Variation du coefficient de réflexion $\Gamma$ pour une impédance $Z$ purement réelle..	48
Figure II-2 : Configuration de mesure de l'analyseur de réseaux pour la mesure de coefficients de réflexion .....	51
Figure II-3 : Configuration de mesure de l'analyseur de réseaux modifié pour la mesure de coefficients de réflexion de dispositifs hautes impédances.....	52
Figure II-4 : Configuration du système de mesure interférométrique en réflexion.....	53
Figure II-5 : Modèle de calibrage un port. ....	55
Figure II-6 : Représentation graphique du coefficient de réflexion $\Gamma$ .....	57
Figure II-7 : Schéma ADS <sup>TM</sup> de l'interféromètre en réflexion considérant une impédance de $100\text{ K}\Omega$ comme dispositif sous test.....	59
Figure II-8 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de l'isolation.....	59
Figure II-9 : Variation de l'atténuation et de $\Gamma_{\text{REF}}$ en fonction de l'isolation du diviseur de puissance. ....	60

Figure II-10 : Variation du module du coefficient de réflexion mesuré $\Gamma$ en fonction de l'adaptation $S_{11}$ du diviseur .....	62
Figure II-11 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de l'adaptation $S_{22}$ du diviseur de puissance .....	62
Figure II-12 : Configuration du système de mesure interférométrique en transmission.....	64
Figure II-13 : Configuration du système de mesure interférométrique en transmission basé sur l'utilisation de deux diviseurs de puissance.....	66
Figure II-14 : Configuration du microscope micro-onde champ proche basé sur la technique interférométrique en réflexion.....	69
Figure II-15 : Configuration du microscope micro-onde champ proche basé sur la technique interférométrique en transmission.....	70
Figure II-16 : Photo de l'analyseur de réseaux Rohde&Schwarz ZVL6 [ROH 08].....	71
Figure II-17 : Photo de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].....	72
Figure II-18 : Précision de mesure en réflexion de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].....	73
Figure II-19 : Précision de mesure en transmission de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].....	73
Figure II-20 : Variation du coefficient de transmission en fonction de la fréquence intermédiaire (IF) - $F = 2.5$ GHz. ....	74
Figure II-21 : Configuration du tuner d'impédances.....	75
Figure II-22 : Photo de ligne à retard Colby Instruments PDL-200A.....	75
Figure II-23 : Adaptation et pertes d'insertion de la ligne à retard Colby Instruments PDL-200A pour le retard minimal de 0 ps.....	76
Figure II-24 : Adaptation et pertes d'insertion de la ligne à retard Colby Instruments PDL-200A pour le retard maximal de 625 ps.....	76
Figure II-25 : Photo de l'atténuateur ATM AF074H-10-28.....	77
Figure II-26 : Adaptation de l'atténuateur ATM AF074H-10-28 en position zéro.....	77
Figure II-27 : Pertes d'insertion de l'atténuateur ATM AF074H-10-28 en position zéro.....	77
Figure II-28 : Photo de l'atténuateur Radiall R419133.....	78
Figure II-29 : Adaptation de l'atténuateur Radiall R419133 .....	78
Figure II-30 : Pertes d'insertion de l'atténuateur Radiall R419133 .....	79

Figure II-31 : Photographie de la sonde champ proche évanescente avec la pointe de 260 $\mu\text{m}$ .....	79
Figure II-32 : Simulation HFSS Ansys <sup>TM</sup> de la distribution et de la variation du module du champ électrique en fonction des distances en profondeur $d$ et latérale $D$ par rapport à la pointe - $F= 4 \text{ GHz}$ .....	81
Figure II-33 : Photographie de la sonde champ proche évanescente avec la pointe de 2 $\mu\text{m}$ ..	81
Figure II-34 : Photographie du microscope champ proche basé sur l'interféromètre en réflexion. ....	82
Figure II-35 : Photographie du microscope champ proche basé sur l'interféromètre en transmission.....	83
Figure III-1 : Principe de caractérisation diélectrique par sonde coaxiale ouverte.....	93
Figure III-2 : Banc de caractérisation Agilent Technologies 85070 [AGI 12]. ....	93
Figure III-3 : Evolution fréquentielle de la permittivité complexe $\epsilon$ des différentes solutions 'eau + NaCl' .....	96
Figure III-4 : Photographie de la sonde coaxiale terminée par une ouverture de 2.985 mm ...	97
Figure III-5 : Mesure du module du coefficient de réflexion à vide et pour les différentes concentrations de NaCl 1- 6 GHz .....	98
Figure III-6 : Photographie du banc de test interférométrique.....	99
Figure III-7 : Spectres du coefficient de transmission mesurés $T$ pour les différentes concentrations de NaCl - Procédure d'annulation à 2 GHz.. ....	100
Figure III-8 : Variation des modules du coefficient de réflexion et de transmission en fonction de la concentration de NaCl - 2 GHz. ....	101
Figure III-9 : Spectres du coefficient de transmission mesurés $T$ pour les différentes concentrations de NaCl - Procédure d'annulation à 5.9 GHz.. ....	102
Figure III-10 : Variation des modules du coefficient de réflexion et de transmission en fonction de la concentration du NaCl - 5.9 GHz.....	103
Figure III-11 : Coefficient de réflexion mesuré - $F=2 \text{ GHz}$ .....	105
Figure III-12 : Coefficient de réflexion mesuré - $F=4 \text{ GHz}$ .....	106
Figure III-13 : Coefficient de réflexion mesuré - $F=5.9 \text{ GHz}$ .....	106
Figure III-14 : Module du coefficient de réflexion mesuré $\Gamma$ en fonction de la séparation sonde-échantillon - $F= 4 \text{ GHz}$ .....	109
Figure III-15 : Circuit équivalent représentant l'interaction sonde-échantillon.....	110

Figure III-16 : Coefficient de réflexion $\Gamma$ en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique - F= 4 GHz.....	112
Figure III-17 : Coefficient de réflexion $\Gamma_s$ en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique - F= 4 GHz.....	113
Figure III-18 : Capacité de couplage $C_c$ en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique - F= 4 GHz.....	114
Figure III-19 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de la séparation sonde-liquide sous test (ici eau dé-ionisée) - F= 2.45 GHz. ....	115
Figure III-20 : Simulation électromagnétique du module du champ électrique à 2.45 GHz..	117
Figure III-21 : Spectres du module du coefficient de réflexion mesurés pour les différentes concentrations de NaCl. ....	118
Figure III-22 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de la concentration de NaCl - F= 2.45 GHz.. ....	119
Figure III-23 : Variation du module du coefficient de réflexion mesuré en fonction de faibles concentrations de NaCl - F = 2.45 GHz .....	120
Figure III-24: Spectres du module du coefficient de réflexion mesurés pour différentes concentrations de glucose.....	121
Figure III-25 : Variation du module du coefficient de réflexion mesuré en fonction de la concentration du glucose - F = 2.4501 GHz.....	122
Figure III-26 : Spectres des modules et des phases du coefficient de transmission mesurés pour différentes séparations sonde-échantillon - F= 2.5 GHz.....	124
Figure III-27 : Variation du module du coefficient de transmission mesuré à la fréquence F= 2.5 GHz et de la phase du coefficient de transmission mesurée à la fréquence $F_1 = 2.48$ GHz en fonction de la séparation $h$ .....	125
Figure III-28 : Photographie de la sonde champ proche d'émission.....	127
Figure III-29 : Simulation HFSS Ansys <sup>TM</sup> du coefficient de transmission en fonction de la séparation entre les deux sondes - F = 2.45 GHz .....	127
Figure III-30 : Simulation HFSS Ansys <sup>TM</sup> du coefficient de transmission 1- 6 GHz.....	128
Figure III-31 : Variation du module du coefficient de transmission à vide et en présence du matériau en fonction de la longueur des pointes des sondes d'émission et de réception F = 2.45 GHz... ..	129
Figure III-32 : Variation du module du coefficient de transmission lorsque la surface de la sonde de réception représente n fois la surface de la sonde d'émission - F = 2.45 GHz .....	130

Figure III-33 : Cartographie du champ électrique en absence de matériau pour différentes surfaces de la pointe de la sonde de réception - F = 2.45 GHz.....	130
Figure III-34 : Variation du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de l'épaisseur du matériau sous test - F = 2.45 GHz.....	131
Figure III-35 : Variation du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de la surface du substrat - F = 2.45 GHz.....	132
Figure III-36 : Variation du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de la position du substrat - F = 2.45 GHz.....	133
Figure III-37 : Simulation HFSS Ansys <sup>TM</sup> du coefficient de transmission en fonction de la partie réelle de la permittivité diélectrique - F = 2.45 GHz... ..	134
Figure III-38 : Simulation HFSS Ansys <sup>TM</sup> du coefficient de transmission en fonction de la tangente de pertes pour un substrat de $\epsilon' = 5$ - F = 2.45 GHz... ..	135
Figure III-39 : Cartographie des champs électriques en présence du substrat de Duroïd 5870 ( $\epsilon_r = 2.33 - j0.0028$ ) - F = 2.45 GHz.....	136
Figure III-40 : Cartographie des champs électriques en présence du substrat de Duroïd 6010.8 ( $\epsilon_r = 10.8 - j0.0248$ ) - F = 2.45 GHz.....	136
Figure III-41 : Simulation HFSS Ansys <sup>TM</sup> du module du coefficient de transmission à vide et en présence du Duroïd 5870 ( $\epsilon_r = 2.33 - j0.0028$ ) et du Duroïd 6010.8 ( $\epsilon_r = 10.8 - j0.0248$ ) - 1-6 GHz.....	137
Figure III-42 : Montage expérimental du microscope micro-onde basé sur deux sondes champ proche- 1-6 GHz.....	138
Figure III-43 : Mesure du coefficient de transmission à vide 1-6 GHz... ..	139
Figure III-44 : Mesure du module et de la phase du coefficient de transmission à vide et en présence du Duroïd 6010.8- 1-6 GHz .....	140
Figure III-45: Comparaison du module et de la phase du coefficient de transmission mesurés (carrés) aux données simulées pour les différents substrats. Relevés normalisés par rapport au polyéthylène naphthalate 1-6 GHz.....	141

# Liste des Tableaux

Tableau II-1 : Variation de l'atténuation réajustée et du module du coefficient de réflexion simulé $\Gamma$ .....	61
Tableau II-2 : Précision de mesure de l'analyseur de réseaux Rohde & Schwarz ZVL6 .....	71
Tableau III-1 : Caractéristiques électriques de la sonde du kit Agilent Technologies 85070 [AGI 12]. ....	94
Tableau III-2 : Paramètres de Cole-Cole pour les différentes concentrations de NaCl... ..	95
Tableau III-3 : Paramètres d'intérêt extraits de la mesure du coefficient de réflexion .....	107
Tableau III-4 : Coefficients de calibrage déterminés à 4 GHz.....	111
Tableau III-5 : Paramètres de Cole-Cole et permittivité diélectrique pour les différentes solutions de NaCl.. ..	116
Tableau III-6 : Module du coefficient de réflexion simulé, théorique et mesuré pour les différentes concentrations - $F= 2.45$ GHz... ..	119

## INTRODUCTION GENERALE

Depuis toujours l'homme cherche à comprendre le monde qui l'entoure. Cette course vers la compréhension de la vie et des propriétés de la matière s'est vue brusquement accélérée avec l'avènement de l'instrument scientifique devenu incontournable dans de très nombreux champs scientifiques, le microscope. Depuis des siècles maintenant des efforts considérables et continus sont faits pour concevoir et réaliser des systèmes qui permettraient de "voir" l'infiniment petit. Le moteur principal des différentes recherches dans ce domaine a été incontestablement la volonté d'augmenter sans cesse le pouvoir de résolution des instruments développés. Ainsi, différents types de microscopes ont échelonné cette période de développement d'outils permettant l'observation et la compréhension à des échelles toujours plus petites (microscopie optique, électronique, à force atomique...). Les images proposées par ces dispositifs n'ont cessé de gagner en qualité. La mise à disposition de ces outils à la communauté scientifique a permis des avancées remarquables dans des domaines très variés comme la biologie, la médecine, la chimie ou plus proches de nous aujourd'hui dans les nanosciences au sens large.

Ainsi, différents types de microscopes ont été développés dans un domaine de longueurs d'ondes très étendu, dans ce travail nous nous intéressons essentiellement à la microscopie hyperfréquence champ proche. Autrement dit à une microscopie qui met en jeu des fréquences de l'ordre de quelques giga Hertz et qui met en œuvre des ondes évanescentes. Le microscope champ proche est principalement basé sur l'utilisation d'une sonde champ proche de dimension beaucoup plus petite que la longueur d'onde d'opération du microscope. Les champs évanescents créés autour de la pointe de la sonde interagissent localement avec l'échantillon sous test disposé à une distance de l'ordre de la dimension de la pointe de la sonde. Les limites de résolution ne sont alors plus fixées par la longueur d'onde des signaux hyperfréquences exploités, mais principalement par la géométrie de la sonde. Du côté de l'appareillage associé à ce type de sonde champ proche, on trouve pratiquement exclusivement l'analyseur de réseaux vectoriel. Dans ce type de caractérisation, associant donc un analyseur de réseaux et une sonde champ proche, la limitation majeure réside dans la faible sensibilité de mesure inhérente au contraste d'impédances entre l'analyseur et la sonde. En effet, la nature haute impédance des sondes champ proche induit une désadaptation importante avec l'impédance  $50\Omega$  des analyseurs de réseaux conventionnels qui impacte de façon significative la sensibilité de ce type de système de mesure.

Dans ce travail de thèse nous nous proposons donc d'apporter des solutions à cette problématique liée à la désadaptation d'impédance entre l'appareil de mesure et la sonde champ proche afin de profiter pleinement des potentialités des techniques de microscopie champ proche hyperfréquence.

Le document est organisé autour de trois chapitres. Dans un premier chapitre, en nous appuyant sur un bref état de l'art de la microscopie champ proche, nous donnons quelques généralités sur ce type de caractérisation. Puis, après avoir détaillé le principe de mesure retenu, nous développons les aspects 'sondes' ainsi que les méthodes associées pour traiter l'interaction sonde-matériau. Du point de vue instrumental, nous présentons brièvement les systèmes de mesure hyperfréquences. Les techniques utilisées pour le contrôle du déplacement latéral et du déplacement en altitude sont également abordées. Les conditions environnementales susceptibles d'affecter les mesures sont brièvement discutées. Finalement, nous donnons quelques exemples de plates-formes de microscopie champ-proche.

Dans le deuxième chapitre, nous nous intéressons au développement de techniques de microscopie champ-proche hyperfréquence permettant de lever le verrou induisant une faible sensibilité des plates-formes actuelles. Afin de préciser le contexte de ces travaux, la problématique de la mesure haute impédance en gamme de fréquences micro-ondes est décrite en préalable. En réponse aux exigences citées précédemment, une méthode interférométrique est alors introduite et formalisée. Nous montrons ainsi que l'exploitation conjointe de méthodes de mesures hyperfréquences, de procédés de microscopie champ proche et de techniques interférométriques doit permettre d'entrevoir des caractérisations hyperfréquences à haut pouvoir de résolution spatiale sur une large gamme de fréquences. Basée sur cette étude, deux architectures de plates-formes de microscopie champ-proche sont proposées.

La première structure dite '*en réflexion*' consiste en un réseau d'adaptation interférométrique hyperfréquence et accordable sur une large gamme de fréquences. Ce dispositif inséré entre le système de mesure et la sonde champ proche permet donc d'accroître la sensibilité de mesure en réflexion. La seconde structure dite '*en transmission*' s'affranchit de la limitation liée aux mesures en réflexion en séparant les voies d'injection et de collection des signaux hyperfréquences. Les avantages résident dans la précision de mesure en transmission des systèmes de mesure traditionnels bien meilleure que pour une configuration en réflexion. Cette deuxième architecture offre surtout la possibilité d'insérer un amplificateur en aval de la

mesure afin d'accroître davantage la sensibilité de mesure. Pour ces deux architectures, la gamme de fréquences d'opération et la résolution spatiale dépendent uniquement des limitations imposées par les composants génériques constitutifs de ces systèmes. Aussi, nous proposons différentes plates-formes de microscopie champ proche reposant pour l'essentiel sur des composants du commerce présentant des caractéristiques à l'état de l'art notamment pour la fonction interférométrie. Les configurations retenues permettent, en figeant la partie hyperfréquence et en déplaçant l'échantillon sous la sonde, d'offrir une stabilité mécanique optimale. Des sondes dites '*verticales*' qui permettent de focaliser l'interaction des champs électromagnétiques uniquement entre l'apex de la sonde et l'échantillon sous test en réduisant de manière drastique les effets parasites rencontrés dans les sondes de type cantilever sont conçues et fabriquées. Dans ce chapitre, sont en fait proposés de nouveaux outils qui offrent la possibilité de mesures hyperfréquences vectorielles de type point-à-point, de scanning 1D ou d'imagerie 2D sur des courses centimétriques jusque 20 GHz avec des résolutions spatiales micrométriques.

Dans le dernier chapitre, la disponibilité des différents outils de microscopie nous permet d'envisager de manière plus réaliste l'utilisation des techniques hyperfréquences pour des applications à haute sensibilité de mesure. Les domaines d'applications de ces techniques sont très nombreux. Aussi, plutôt que d'aborder de manière générale les possibilités de mise en œuvre dans des thématiques extrêmement variées, nous avons choisi quelques exemples particuliers qui peuvent servir d'éléments de base pour une démonstration des possibilités offertes par ce type de procédés. Différents développements accompagnés d'études des phénomènes de propagation dans les milieux sous investigation au moyen du logiciel de simulation électromagnétique HFSS Ansys<sup>TM</sup> sont alors décrits.

En particulier, la capacité de couplage entre la sonde champ proche et un échantillon métallique est déterminée expérimentalement en fonction de la séparation sonde-échantillon. Ces données supportées par la mise en œuvre de méthodologies de calibrage spécifiques à l'instrumentation développée permettent d'obtenir des mesures quantitatives de capacités autour de 5 fF. Nous examinons aussi, en particulier, les potentialités procurées par la technique interférométrique pour la mesure en milieu liquide en technique coaxiale et microscopie champ-proche. Des solutions préparées à base d'eau dé-ionisée et de différentes concentrations de chlorure de sodium et de glucose sont caractérisées dans la gamme de fréquences de 2 à 6 GHz. Le choix de ces techniques est principalement motivé par des

avantages tels que le faible volume d'investigation ( $144 \text{ mm}^3$ ) et une bonne sensibilité de mesure. Un microscope champ proche basé sur l'association de l'interféromètre en transmission et d'une sonde champ proche est également mis en œuvre dans la gamme de fréquences de 2 à 18 GHz. Cette solution complètement automatisée présente des avantages tels que le fonctionnement en transmission assurant ainsi une bonne sensibilité et précision de mesure et une meilleure résolution spatiale sur une large gamme de fréquences. Finalement, un microscope champ proche basé sur l'utilisation de deux sondes champ proche (l'une pour l'émission et l'autre pour la réception) est mis en œuvre dans la gamme de fréquences de 1 à 6 GHz. Dans cette approche, le champ évanescent est transmis à travers l'échantillon sous test placé entre les deux sondes. Le coefficient de transmission est alors mesuré à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel. Les matériaux qui servent à l'établissement des caractéristiques de la technique proposée sont des matériaux diélectriques planaires solides et souples.

**CHAPITRE I**  
**ETAT DE L'ART SUR LA MICROSCOPIE**  
**CHAMP PROCHE HYPERFREQUENCE**

## I.1 INTRODUCTION

La microscopie champ proche hyperfréquence se présente aujourd'hui comme un outil incontournable pour l'établissement de la cartographie et la caractérisation électromagnétique locale de matériaux [ANL 07, IMT 05, HAD 12, GRA 14, IMT 14, GOL 02, FRI 14, GAL 14, TAI 14]. Cette méthode de caractérisation est principalement basée sur l'utilisation d'une sonde champ-proche de dimensions beaucoup plus petites que la longueur d'onde d'utilisation. Pour ce type de sondes, les champs évanescents créés à l'apex de la sonde interagissent localement avec l'échantillon sous test. En effet, ces champs étant essentiellement concentrés autour de la pointe, l'interaction est très localisée et la résolution spatiale résultante est de l'ordre de la dimension de la pointe. Cette résolution spatiale dépend également de la distance entre la sonde et l'échantillon et des propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test. Les variations de distribution de champs électromagnétiques causées par la présence de l'échantillon sont mesurées par un dispositif hyperfréquence.

Dans ce premier chapitre du manuscrit, un historique sur le développement de la microscopie champ-proche est proposé. Le principe de mesure ainsi que les différentes sondes qui ont été développées et les méthodes d'analyse qui les accompagnent pour le traitement de l'interaction sonde-matière sont présentés. Ces méthodes permettent d'établir la relation entre les quantités mesurées et les propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test.

Dans la deuxième partie de ce chapitre nous nous intéressons particulièrement aux systèmes de détection hyperfréquence associés aux sondes de mesure. Nous distinguons les systèmes de mesure scalaires et les systèmes de mesure vectoriels, ces derniers donnent accès à une information plus riche en permettant la mesure de la phase des signaux.

Dans la troisième partie, nous nous intéressons aux plates-formes de microscopie. Nous présentons les aspects liés au contrôle du déplacement latéral et en profondeur de la sonde champ proche mais aussi la partie relative à l'acquisition et au traitement des données. Enfin, nous montrons comment les conditions environnementales, telles que la température, l'humidité et les bruits mécaniques et électriques, peuvent aussi affecter les mesures en microscopie champ proche.

## I.2 HISTORIQUE ET PRINCIPE DE MESURE

La résolution d'imagerie d'un instrument de mesure basé sur l'utilisation d'ondes électromagnétiques qui se propagent sur une distance supérieure à la longueur d'onde  $\lambda$  (champ lointain) est égale à  $\lambda/2$  (limite d'Abbe) [ABB 73]. Synge en 1928 [SYN 28] avance l'idée qu'en scannant une petite ouverture sur un écran opaque au voisinage d'un échantillon, il devient possible de surpasser la limite de diffraction. En 1944, Hans Bethe développe le modèle de diffraction du rayonnement électromagnétique à travers une petite ouverture dans une cavité [BET 44]. Basé sur l'idée de Synge et la théorie de Bethe, Frait en 1959 [FRA 59] puis Soohoo en 1962 [SOO 62] valident expérimentalement la technique de microscopie champ-proche. Frait développe un microscope micro-onde à résonance ferromagnétique. Une ouverture de l'ordre de 500  $\mu\text{m}$  est réalisée sur l'une des faces minces d'une cavité métallique opérant à une longueur d'onde de 3 cm (soit à une fréquence de 10 GHz). Lorsqu'un échantillon est scanné sous la cavité, les variations des propriétés magnétiques locales de l'échantillon sont sensiblement détectées. Soohoo, avec une configuration similaire à celle de Frait, démontre des résultats analogues à 5.5 GHz avec une résolution de 25  $\mu\text{m}$ . Signalons que des travaux semblables ont été publiés sur des matériaux magnétiques et ferromagnétiques [LOF 95, LOF 99]. En 1965, Bryant et Gunn [BRY 65] introduisent l'utilisation d'un guide coaxial pour localiser les champs micro-ondes. En particulier, ils mesurent à l'aide d'une ligne de transmission dont le conducteur intérieur est inférieur à un diamètre de 1 mm les contrastes de résistivité de films semi-conducteurs dans la gamme de 0.1 à 100  $\Omega\cdot\text{cm}$  avec une précision meilleure que 0.5  $\Omega\cdot\text{cm}$  et une résolution spatiale de l'ordre du millimètre.

La première démonstration expérimentale de l'idée de Synge est principalement attribuée à Ash et Nicholls. En 1972, un résonateur quasi-optique hémisphérique permet la mesure de contrastes de permittivités avec une résolution de l'ordre de  $\lambda/60$  [ASH 72]. Le microscope développé par Ash et Nicholls est basé sur la même configuration que Synge, un échantillon est scanné sous une sonde terminée par une ouverture de l'ordre de 1.5 mm. Ce microscope présente notamment une bonne sensibilité pour la détection de contraste de couches minces de métaux déposées sur des substrats diélectriques mais également pour la mesure de contrastes de permittivité de l'ordre de 10 % sur des matériaux diélectriques.

L'utilisation de guides d'ondes avec ouverture opérant sous la longueur d'onde de coupure a incité le développement de la microscopie champ proche [POH 84, GOL 96\_a,

GOL 96\_b, GOL 02]. Fee en 1989 utilise, quant à lui, une ligne de transmission pour laquelle le conducteur intérieur de diamètre égal à 500  $\mu\text{m}$  est effilé pour former une pointe de diamètre de 60  $\mu\text{m}$  [FEE 89]. À la fréquence de 2.5 GHz, des imageries hyperfréquences de lignes de cuivre avec une résolution de 30 $\mu\text{m}$  ( $\lambda/4000$ ) sont démontrées. Néanmoins ce type de sonde présente un inconvénient majeur. En effet, afin d'assurer une bonne résolution spatiale, la dimension de l'apex de la sonde doit être réduite. Par conséquent, l'intensité du champ rayonné de l'apex diminue, ce qui entraîne une diminution de la sensibilité de mesure [BET 44, WEI 96].

Dans la suite de ce paragraphe, les différentes sondes qui ont été développées pour la microscopie champ proche sont décrites.

## I.3 SONDES POUR LA MICROSCOPIE CHAMP PROCHE HYPERFREQUENCE

### I.3.1 Introduction

Un microscope micro-onde champ proche est généralement constitué d'une sonde de dimension très inférieure à la longueur d'onde de propagation [WEB 14, HAD 14, TAL 14, COR 14]. Cette 'pointe' est placée à proximité de l'échantillon afin que l'interaction avec ce dernier, très localisée, soit maximale. La sonde champ proche est généralement connectée à un système de détection utilisé pour mesurer les variations dues aux propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test. Les quantités mesurées sont ensuite traitées par modélisation ou simulation pour retrouver les propriétés électromagnétiques de l'échantillon.

### I.3.2 Généralités

La microscopie champ proche est principalement basée sur l'utilisation des champs proches (on parle d'ondes évanescentes). En fait, la théorie des antennes permet de distinguer trois zones de rayonnement : zone champ proche, zone intermédiaire et la zone du champ lointain.

La zone du champ lointain est définie comme  $D \ll \lambda \ll r$  où  $r$  représente la distance par rapport à la source,  $\lambda$  est la longueur d'onde de propagation dans l'air et  $D$  est la dimension de l'antenne. Dans cette zone l'onde se propage suivant le vecteur d'onde  $k_0 = \omega/c$  où  $\omega$  est la vitesse angulaire de la source et  $c$  est la vitesse de la lumière. Le rapport des modules du champ électrique et magnétique représente l'impédance du vide et est égal à  $Z_v$  ( $Z_v = 120\pi \Omega$ ). Les champs sont en phase et perpendiculaires à la direction de propagation et décroissent en  $1/r$ .

Dans la zone champ proche définie comme  $D \ll r \ll \lambda$ , la structure des champs est plus compliquée. Cependant, la distribution de ces champs dépend fortement de la géométrie de l'antenne. Dans ce cas, le rapport des modules des champs électriques et magnétique est beaucoup plus grand ou beaucoup plus faible que  $Z_v$  et les champs s'atténuent en  $1/r^2$ .

Les champs qui s'atténuent exponentiellement en fonction de la distance et qui ne sont pas affectés par le phénomène de dissipation sont appelés les champs évanescents. Ces

champs sont créés comme le résultat de la diffraction des ondes électromagnétiques dans des géométries telles que, des guides d'onde qui opèrent sous la longueur d'onde de coupure, une ouverture sub-longueur d'onde dans une cavité, une réflexion interne totale (employée en microscopie optique en champ proche) [SYN 28] ou encore des lentilles d'indice de réfraction négatif [PEN 00]. Ces ondes caractérisées par un vecteur d'onde imaginaire, ne transportent pas d'énergie et décroissent exponentiellement en fonction de  $D$ , où  $D$  représente la dimension de la sonde (pointe, ouverture) [ANL 07, JAC 99].

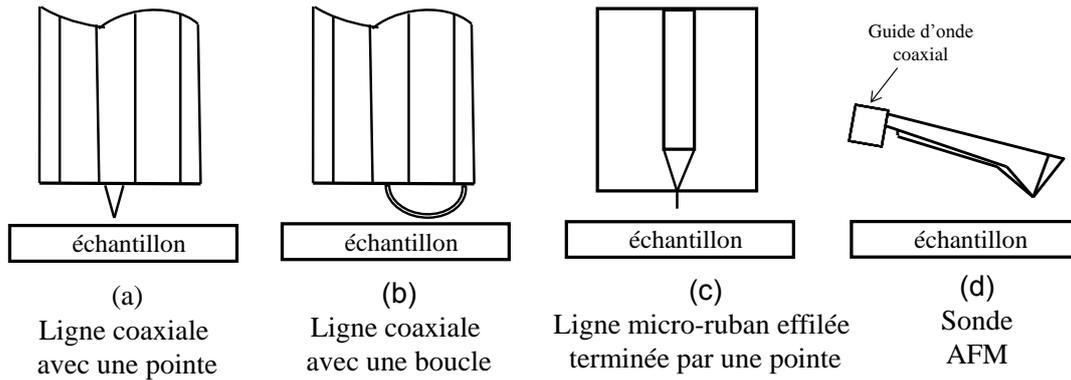
La réponse électromagnétique d'un microscope champ proche dépend fondamentalement de la capacité des champs proches ou évanescents à emmagasiner de l'énergie réactive électrique ou magnétique à proximité de la pointe du microscope. Quand un échantillon est présent à proximité de cette pointe, cette énergie change, ce qui influence par conséquent la réponse électromagnétique du système de détection du microscope.

Pour créer une zone champ proche ou évanescente autour de l'échantillon, la dimension de la pointe de la sonde doit être beaucoup plus petite que la longueur d'onde. Elle doit, en outre, satisfaire la condition suivante :  $|k_s|D \ll 1$ , où  $k_s = \omega(\epsilon_0\epsilon_s\mu_0\mu_s)^{1/2}$  est le nombre d'onde complexe dans le matériau sous test.  $\omega$  représente la pulsation,  $\epsilon_0$  et  $\mu_0$  la permittivité diélectrique et la perméabilité du vide,  $\epsilon_s$  et  $\mu_s$  la permittivité diélectrique et la perméabilité magnétique du matériau sous test. Dans ce cas l'interaction sonde-échantillon est considérée comme un nuage électrique ou magnétique pénétrant dans l'échantillon. Du fait de la caractéristique statique du champ proche, la taille de ce nuage est de l'ordre de la dimension de la sonde ( $D$ ). Par conséquent, la résolution latérale et en profondeur du microscope champ proche sont définies principalement par la dimension de la pointe.

Au cours du développement des microscopes champ proche, différentes sondes ont été proposées dans la littérature. Ces sondes peuvent être classées en deux grandes catégories : celles basées sur des ondes propagatives et celles basées sur les ondes évanescentes.

### **I.3.3 Sondes champ proche basées sur des ondes évanescentes**

Sur la figure I-1 nous présentons les principales sondes champ-proche basées sur des ondes évanescentes [ANL 07].



**Figure I-1 : Sondes champ proche basées sur des ondes évanescentes [ANL 07].**

La sonde ayant connu le plus grand attrait de la part de la communauté scientifique est la pointe métallique constituée par une extension du conducteur central, au-delà du plan d'ouverture d'une ligne coaxiale ouverte [Figure I.1(a)] [GAO 97, STE 99, HYU 00, KLE 06]. Dans cette configuration, les champs proches électriques qui sont créés autour de la pointe sont couplés à l'échantillon sous test. Cette sonde qui présente une impédance de bout élevée en regard de l'impédance standard  $50 \Omega$  des instruments de test traditionnels est alors généralement associée à un résonateur (basé sur des éléments distribués ou localisés) afin d'améliorer la sensibilité de mesure. Quand un échantillon est scanné à proximité de cette pointe, la permittivité diélectrique de l'échantillon sous test affecte la fréquence de résonance et le coefficient de qualité du résonateur. Du fait de la concentration des champs électriques autour de la pointe, la résolution spatiale de ce type de sonde est de l'ordre de la plus petite dimension de la pointe [GAO 98]. Cette résolution dépend aussi de la séparation entre la sonde et l'échantillon et des propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test. Steinhauer et al ont démontré que lorsque la permittivité de l'échantillon sous test augmente, les champs sont plus concentrés dans l'échantillon sous test et décroissent plus rapidement en fonction de la distance par rapport à la pointe, et par conséquent la résolution spatiale est meilleure [STE 00]. Ce type de sondes a été utilisé pour mesurer les propriétés de différents types de matériaux et ce, pour diverses applications. Par exemple, Imtiaz a mesuré les pertes ohmiques de films métalliques minces [IMT 05] et aussi caractérisé différents types de matériaux (diélectrique, semi-conducteur et métallique) [IMT 07]. Steinhauer réalise l'imagerie de la permittivité et de l'accordabilité de matériaux et de films minces avec une résolution micronique [STE 99]. Des dispositifs basés sur des semi-conducteurs ont été aussi investigués [KLE 03]. Park caractérise des solutions préparées à base d'eau et de différentes concentrations de chlorure de sodium [PAR 05]. Tselev mesure les propriétés diélectriques de matériaux à haute permittivité ( $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ ) à différentes fréquences dans la gamme de 1.3

à 17.4 GHz [TSE 07]. Basée sur la même configuration que la sonde coaxiale ouverte, Gao propose une sonde coaxiale avec une pointe blindée. Le blindage a pour intérêt de minimiser l'effet des champs lointains qui sont présents autour de la pointe et par conséquent améliore la résolution spatiale. Pour le blindage, un disque en saphir dont la surface extérieure est couverte d'une couche métallique et présentant une ouverture comparable à la dimension de la pointe est utilisé. Une résolution spatiale de 100 nm ( $\lambda/10^6$ ) est ainsi démontrée [GAO 97, GAO 98]. Gao caractérise avec cette sonde des matériaux réalisés par synthèse combinatoire [GAO 05].

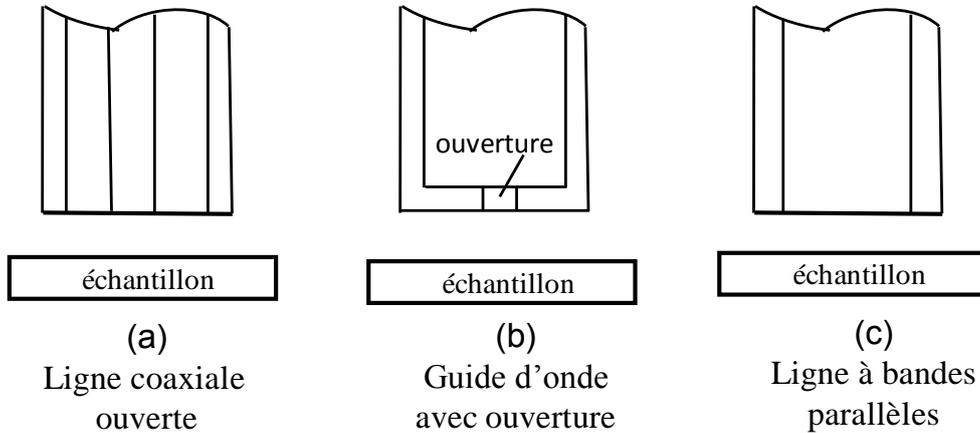
La sonde coaxiale ouverte peut être aussi terminée par une boucle conductrice qui s'étend du conducteur intérieur jusqu'au conducteur extérieur pour constituer une sonde champ-proche magnétique [Figure I.1(b)]. Dans ce cas, des champs évanescents magnétiques sont créés autour de cette boucle. Lee obtient avec ce type de sonde une résolution de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$  lors de la mesure des propriétés magnétiques d'échantillons paramagnétiques et ferromagnétiques [LEE 00].

La figure I.1(c) représente une structure de propagation planaire (ligne micro-ruban) effilée à son extrémité pour constituer la sonde champ proche. Tabib-Azar démontre, en greffant une pointe au bout de la ligne de transmission, l'utilisation de ce type de sonde pour la caractérisation de matériaux diélectriques [TAB 99\_a, TAB 99\_b, TAB 99\_c, TAB 00, TAB\_02]. A l'aide d'une boucle conductrice terminant la ligne de transmission, il démontre un principe similaire pour l'étude de matériaux magnétiques [TAB 93]. La résolution spatiale de ce type de sonde dépend de la permittivité du substrat de la ligne micro-ruban, du couplage entre le résonateur et la ligne de transmission ainsi que de la géométrie de la pointe. Le contrôle de tous ces paramètres permet d'améliorer la résolution spatiale.

La figure I.1(d) représente une sonde AFM hyperfréquence. Cette sonde qui est usuellement utilisée en microscopie à force atomique (Atomic Force Microscopy) a été intégrée aux techniques micro-ondes. Dans ce cas, la pointe AFM est utilisée comme une source micro-onde [TAB 04, HUM 12]. Néanmoins, l'inconvénient majeur de ce type de sonde réside dans le manque de sensibilité attribuée à la capacité parasite présente entre le levier et l'échantillon. Afin de minimiser cette capacité parasite et par conséquent améliorer la précision de mesure, des techniques d'adaptation d'impédances ont été mises au point [KAR 08].

### I.3.4 Sondes champ proche basées sur des ondes propagatives

En figure I-2 nous donnons les principales sondes champ proche basées sur des ondes propagatives [ANL 07].



**Figure I-2 : Sondes champ proche basées sur des ondes propagatives [ANL 07].**

Dans la figure I.2(a), la sonde est constituée d'une ligne de transmission coaxiale ouverte. Ce type de sonde est démontré par Cho en 1996 [CHO 96], puis par Steinhauer en 1997 [STE 97]. La résolution spatiale de ce type de sonde est approximativement de l'ordre de la taille de l'ouverture.

La figure I.2(b) représente un guide d'onde avec une ouverture. La résolution spatiale pour ce type de sonde est de l'ordre de la dimension de l'ouverture [POH 84, GOL 96\_a, GOL 96\_b, GOL 02].

La figure I.2(c) représente une ligne à bandes parallèles. Cette sonde est développée par Talanov en 2006 [TAL 06]. La configuration du champ proche est similaire à celle de la ligne coaxiale ouverte. La résolution spatiale de ce type de sonde est approximativement de l'ordre de la taille de l'ouverture.

### I.3.5 Méthodes pour le traitement de l'interaction onde-matière en microscopie hyperfréquence

Quand un échantillon au-dessous d'une sonde champ proche est scanné, ses propriétés électromagnétiques telles que la permittivité et la perméabilité complexes affectent les paramètres du système de détection tels que le coefficient de réflexion et/ou de transmission à une fréquence test donnée, ou encore le coefficient de qualité et la fréquence de résonance

dans le cas de mesures dans un domaine spectral. La modélisation de l'interaction entre la sonde et l'échantillon a alors pour but de déterminer la relation entre les propriétés électromagnétiques de l'échantillon et les paramètres mesurés par le système de détection [ANL 07].

### I.3.5.1 Modélisation par éléments localisés de l'interaction sonde-échantillon

La pointe champ proche peut être considérée comme un dipôle linéaire passif (antenne par exemple) qui est connecté à un système de détection tel qu'une ligne de transmission, un oscillateur LC, etc....

Les ondes existantes dans la zone champ proche ne transportant pas d'énergie et ayant la capacité d'emmagasiner de l'énergie réactive, la pointe champ proche peut être vue par le système de détection comme étant une réactance  $X_t$ . Si l'échantillon et/ou la pointe de la sonde présentent des pertes, une partie de cette énergie est dissipée et l'impédance gagne par conséquence une partie résistive  $R_t$ . De ce fait, l'interaction sonde échantillon peut être décrite par une impédance  $Z_t = R_t + j X_t$ . Généralement,  $Z_t$ , dépend de la géométrie de la pointe, des propriétés électromagnétiques de l'échantillon et de la distance entre la sonde et l'échantillon. Le théorème de Poynting permet d'écrire la relation suivante pour la réactance de la pointe champ proche :

$$X_t = \frac{4\omega}{|I_i|^2} \int_v (w_m - w_e) d^3x \quad (\text{I.1})$$

Où  $I_i$  et  $V_i$  sont le courant et la tension à l'entrée de la pointe ( $V_i = Z_t I_i$ ),  $w_m = B \cdot H^*/4$  et  $w_e = E \cdot D^*/4$  sont respectivement les densités d'énergie magnétique et électrique ( $B$  et  $H$  représentent respectivement l'induction et le champ magnétique,  $D$  et  $E$  représentent respectivement l'induction et le champ électrique). L'intégrale est calculée dans le volume  $v$  qui entoure la sonde et l'échantillon. L'impédance de la pointe est considérée comme étant électrique ou magnétique en fonction du type de l'énergie qui est emmagasinée dans les champs (magnétique ou électrique). La partie résistive de l'impédance de la pointe qui représente les pertes par conduction (effet Joule) et l'absorption électrique et magnétique au niveau de la pointe et/ou de l'échantillon est donnée par l'équation suivante :

$$R_t = \frac{\omega}{|I_i|^2} \int_v \left( \frac{\sigma}{\omega} |E|^2 + \varepsilon_0 \varepsilon_s'' |E|^2 + \mu_0 \mu_s'' |H|^2 \right) d^3x \quad (\text{I.2})$$

Dans le cas d'une zone champ proche ( $|k_s|D \ll 1$ ,  $k_s = \omega(\varepsilon_0 \varepsilon_s \mu_0 \mu_s)^{1/2}$ ) et du fait du caractère statique des ondes champ proche, le volume  $v$  est de l'ordre de la dimension de la

pointe D. En considérant un échantillon homogène et après intégration des équations I.1 et I.2, l'impédance champ proche devient :

$$Z_s \approx 1/j\omega\varepsilon_0\varepsilon_s D \quad (\text{I.3})$$

L'équation de  $Z_s$  représente l'impédance d'un condensateur. A partir de cette relation, on peut calculer l'impédance champ proche dans le cas des différents types de matériaux :

- Diélectrique : dans le cas d'un échantillon diélectrique qui présente de faibles pertes  $\varepsilon_s = \varepsilon'(1 - jtg\delta)$ ,  $tg\delta \ll 1$ , l'impédance champ proche est :

$$Z_s = \frac{tg\delta}{\omega\varepsilon_0\varepsilon'D} - j\frac{1}{\omega\varepsilon_0\varepsilon'D} \quad (\text{I.4})$$

On remarque que l'impédance champ proche dépend de la partie réelle et de la partie imaginaire (pertes) de la permittivité diélectrique de l'échantillon.

- Semi-conducteur : en régime micro-onde, les parties réelle et imaginaire de la permittivité sont approximativement égales  $\varepsilon' \sim \varepsilon'' = 1/\varepsilon_0\omega\rho$  ( $\rho$  représente la résistivité du semi-conducteur), l'impédance champ proche est donc :

$$Z_s = \frac{1}{D/\rho + j\omega\varepsilon_0\varepsilon'D} \quad (\text{I.5})$$

- Métal : la permittivité relative d'un métal est  $\varepsilon_s = \varepsilon_m \approx -j/\varepsilon_0\omega\rho$ , l'impédance champ proche dans ce cas représente la résistance continue et égale à :

$$Z_s = \rho/D \quad (\text{I.6})$$

### I.3.5.2 Théorie des perturbations

La théorie des perturbations [POZ 98] peut être appliquée pour calculer les variations de la fréquence de résonance (F) et du coefficient de qualité (Q) dues à l'interaction de la sonde avec l'échantillon sous test. Par exemple, dans le cas où l'échantillon sous test est un matériau diélectrique homogène et à faibles pertes de permittivité  $\varepsilon = \varepsilon'(1 - jtg(\delta))$ , la théorie des perturbations permet d'écrire :

$$\frac{\Delta F}{F} \cong -(\varepsilon' - 1) \frac{\varepsilon_0}{4W} \int_{V_s} E_1 E_2 dV \quad (\text{I.7})$$

$$\Delta\left(\frac{1}{Q}\right) = -\text{tg}(\delta) \frac{2\varepsilon'}{\varepsilon'-1} \frac{\Delta F}{F} \quad (\text{I.8})$$

où  $E_1$  et  $E_2$  représentent respectivement les champs électriques calculés dans le cas où l'échantillon sous test considéré est un substrat de permittivité  $\varepsilon$  et dans le cas où l'échantillon sous test est l'air ( $\varepsilon_{air} = 1$ ).  $W$  représente l'énergie totale emmagasinée à l'intérieur du résonateur, et  $V_s$  le volume du substrat.

$E_1$  et  $E_2$  peuvent être calculés de différentes façons. L'une des méthodes est d'utiliser l'approximation électrostatique qui est valable pour des distances qui sont beaucoup plus petites que la longueur d'onde d'opération, puis d'utiliser les solutions de l'équation de Poisson pour retrouver le champ électrique. Une autre façon est d'utiliser la décomposition optique de Fourier des champs en considérant par exemple la sonde comme une sphère au-dessus d'un plan [GAO 05], ou encore comme un dipôle électrique au-dessus d'une interface [IMT 06] et calculer directement  $\frac{\Delta F}{F}$  par intégration du vecteur de Poynting.

### I.3.5.3 Outils de simulation

Différents logiciels de simulation électromagnétique peuvent être utilisés en microscopie champ proche. Ces logiciels peuvent être basés sur l'analyse par éléments finis comme HFSS Ansys<sup>TM</sup> (High Frequency Structure Simulator) ou encore Comsol<sup>TM</sup> Multiphysics, CST<sup>TM</sup> (Computer Simulation Technology)...etc.

Aux cours de nos travaux, nous avons principalement utilisé le logiciel de simulation HFSS Ansys<sup>TM</sup>. Ce logiciel représente un outil très performant pour la simulation 3D du champ électromagnétique. Il utilise soit la méthode des éléments finis soit la méthode répandue des équations intégrales. Le solveur le plus approprié est sélectionné en fonction du type de simulation à effectuer. Avec HFSS Ansys<sup>TM</sup> il est possible d'extraire les paramètres de la matrice de diffusion (paramètres S, Y, Z) et de visualiser en trois dimensions les champs électromagnétiques (champ proche et champ lointain). Il est nécessaire de préciser la géométrie, les propriétés des matériaux, l'excitation (ports de mesure), les conditions aux limites, la fréquence et la précision souhaitée sur les paramètres S. HFSS Ansys<sup>TM</sup> génère automatiquement un maillage adapté et le plus approprié pour résoudre le problème.

En particulier, ce logiciel nous permet de calculer la distribution du champ électromagnétique autour de la sonde champ proche et d'étudier dans une large bande de

fréquences les variations des paramètres  $S$  lorsqu'un échantillon sous test est placé à proximité de la sonde.

### **I.3.6 Conclusion**

Un microscope champ proche hyperfréquence est essentiellement constitué d'une sonde de dimension sub-longueur d'onde et d'un système de mesure. Du fait de la concentration des champs proches autour de la sonde, la résolution spatiale du microscope est de l'ordre de la dimension de la sonde. Ces sondes champ proche sont basées sur des guides d'ondes terminés par des ouvertures. Des lignes de transmission coaxiales ou micro-ruban terminées par des pointes électrique ou magnétique ont également été développées. Ces sondes qui présentent une impédance très élevée (pointe électrique) ou très faibles (pointe magnétique) en comparaison de l'impédance des systèmes de mesure ont été usuellement associées à des résonateurs pour améliorer la sensibilité de mesure. Cependant, l'utilisation de ces structures résonantes limite sévèrement la bande de fréquences d'opération. La majorité des microscopes champ proche opèrent donc à une fréquence donnée ou dans une bande de fréquences étroite.

## I.4 SYSTEMES DE MESURE HYPERFREQUENCES

### I.4.1 Introduction

Afin d'alimenter la sonde, un signal hyperfréquence doit être généré. Puis après interaction avec le matériau sous test le signal doit être récupéré et traité pour remonter aux quantités d'intérêt. Pour cela, la sonde champ proche est généralement connectée à un système hyperfréquence capable de mesurer le coefficient de réflexion et/ou de transmission, le décalage de la fréquence de résonance et/ou du coefficient de qualité. Ces systèmes de mesure peuvent être classés en deux grands groupes. Le premier concerne les systèmes de mesure scalaires qui permettent de mesurer la puissance du signal reçu à l'aide d'une diode, d'un bolomètre ou encore d'un analyseur de réseaux scalaire. La deuxième famille regroupe les systèmes de mesure vectoriels (acquisition du module et de la phase). Ces derniers peuvent être divisés en deux catégories : les systèmes hétérodynes tel que l'analyseur de réseaux vectoriel (VNA pour Vector Network Analyzer) et les systèmes multi-ports basés sur un principe homodyne. Dans la suite de ce paragraphe, ces différents systèmes de mesures sont décrits.

### I.4.2 Systèmes scalaires

#### I.4.2.1 Les détecteurs de puissance

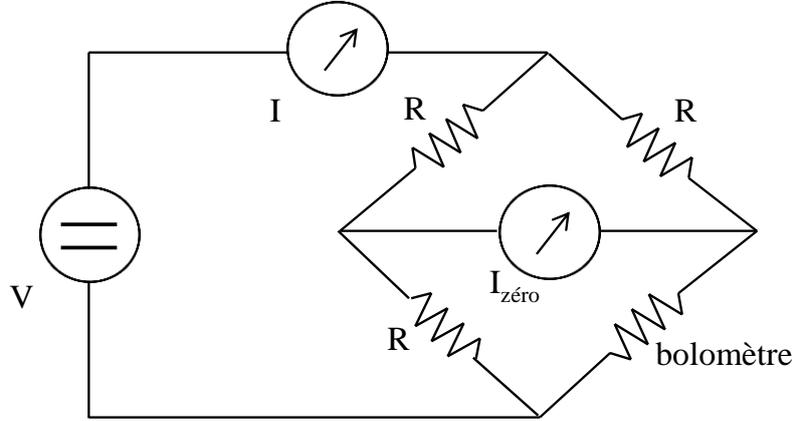
##### I.4.2.1.1 Pont bolométrique

Un pont bolométrique est utilisé pour la mesure de puissances RF. Il est basé sur l'utilisation de résistances à coefficient de température négatif composées de semi-conducteurs appelées thermistances.

La figure I.3 représente le schéma d'un pont bolométrique. Un courant continu est appliqué afin que la thermistance prenne une valeur convenable pour le circuit RF (pour qu'elle soit adaptée par exemple). Quand un signal RF vient alimenter le circuit, le pont n'est plus en équilibre. Le courant continu va alors diminuer pour que le pont puisse retourner à son équilibre. Cette variation de puissance continue est facile à mesurer. La variation de la puissance RF sera alors déduite par la formule suivante :

$$\eta P_{RF} = \Delta P_{DC} = \frac{R}{4} (I^2 - I'^2) \quad (I.9)$$

Où  $\eta$  représente le rendement de conversion et est égal au rapport de la puissance RF convertie en puissance DC à la puissance RF totale.  $R$  représente une résistance connue,  $I$  et  $I'$  représentent respectivement le courant total requis pour équilibrer le pont avant et après application de la puissance RF.



**Figure I-3 : Pont bolométrique.**

#### I.4.2.1.2 Les détecteurs à diodes

La relation entre le courant traversant une diode et la tension appliquée est donnée par la relation suivante :

$$i = I_s \left( \exp\left(\frac{eV}{\eta kT}\right) - 1 \right) \quad (\text{I.10})$$

Où  $I_s$  représente le courant de saturation,  $e$  la charge électronique,  $\eta$  le facteur de correction,  $k$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température.

Pour des petites tensions  $v = V_0 \cos \omega t$ , l'équation I.10 après développement devient :

$$i = I_s \left( \frac{V_0}{V_t} \cos \omega t + \frac{1}{4} \left( \frac{V_0}{V_t} \right)^2 (1 + \cos 2\omega t) + \dots \right) \quad (\text{I.11})$$

On obtient alors une composante de courant directement proportionnelle à la puissance RF :

$$I = \frac{I_s}{4} \left( \frac{V_0}{V_t} \right)^2 \propto P_{RF} \quad (\text{I.12})$$

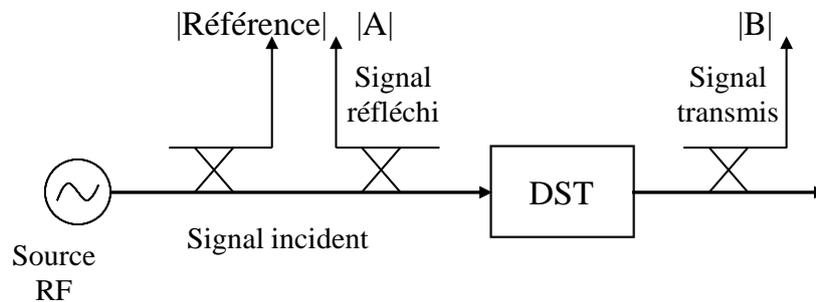
Quand la puissance augmente, cette loi de proportionnalité n'est plus valable. Le détecteur suit alors une loi dite linéaire.<sup>2</sup>

Le seuil de détection est donné par le bruit et peut être diminué en utilisant des diodes non polarisées ou en modulant le signal RF avec un signal basse fréquence et en filtrant le signal démodulé en bande étroite [WIL 00].

#### I.4.2.2 Analyseur de réseaux scalaire

L'analyseur de réseaux scalaire est un système hyperfréquence qui permet de mesurer les réponses des signaux direct, réfléchi et transmis en module seulement.

La figure I-4 montre le schéma de prélèvement des différents signaux lors de la caractérisation d'un dispositif sous test (DST).



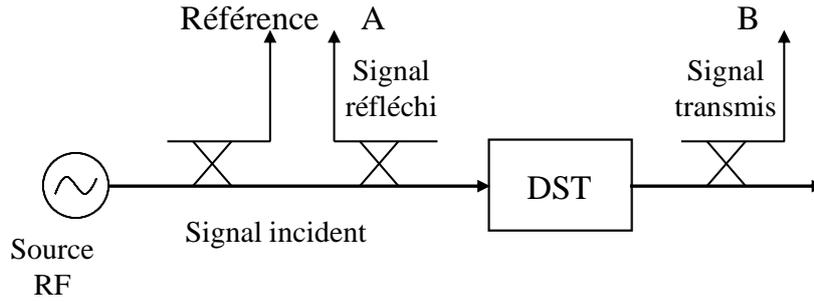
**Figure I-4 : Schéma de base de la mesure des différents signaux pour l'analyseur de réseaux scalaire.**

Une partie du signal RF est prélevée à l'aide d'un coupleur. Cette partie servira ensuite de référence (R), l'autre partie est envoyée au DST. Une partie est réfléchi par le DST et l'autre est transmise. Les signaux |A| et |B| seront prélevés respectivement des signaux réfléchi et transmis.

### I.4.3 Systèmes vectoriels

#### I.4.3.1 Analyseur de réseaux vectoriel

Le principal appareil de mesure en hyperfréquence est l'analyseur de réseaux vectoriel. Ce système est utilisé pour déterminer le coefficient de réflexion d'un dipôle ou les paramètres  $S$  d'un quadripôle. La figure I-5 montre le schéma de prélèvement des différents signaux.



**Figure I-5 : Schéma de base de la mesure des différents signaux pour l'analyseur de réseaux vectoriel.**

Une partie du signal RF est prélevée à l'aide d'un coupleur. Cette partie servira ensuite de référence (R), l'autre partie est envoyée au DST. Une partie est réfléchiée par le DST et l'autre est transmise. Les signaux A et B seront prélevés respectivement des signaux réfléchi et transmis.

Les paramètres  $S$  du DST sont alors calculés à partir de ces signaux par les formules suivantes :

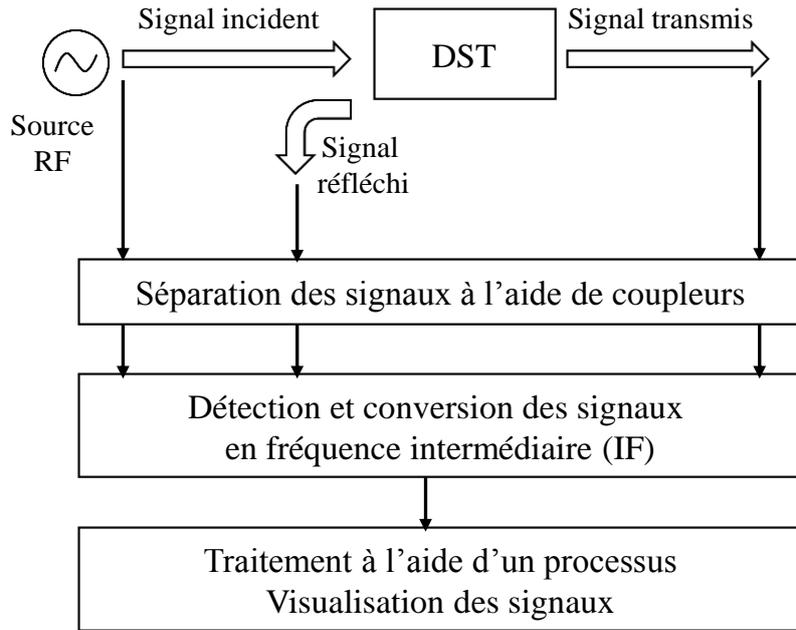
$$S_{11} = \frac{A}{R} \quad (\text{I.13})$$

$$S_{21} = \frac{B}{R} \quad (\text{I.14})$$

$S_{11}$  représente le coefficient de réflexion mesuré par le VNA. Souvent ce coefficient de réflexion est appelé gamma avec :

$$\Gamma = \frac{Z_{DST} - Z_0}{Z_{DST} + Z_0} \quad (\text{I.15})$$

La figure I.6 résume les étapes d'acquisition et de traitement des signaux de ce type d'architecture.

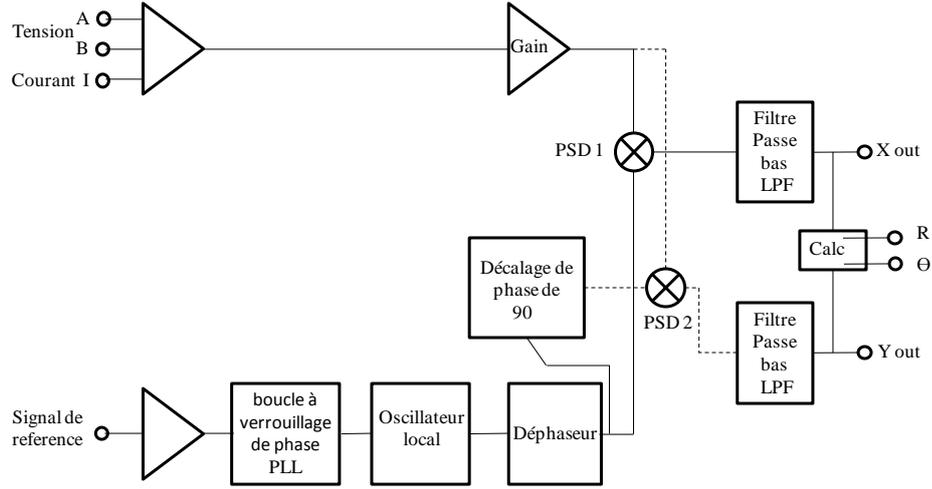


**Figure I-6 : Schéma de principe d'un analyseur de réseaux vectoriel.**

Après séparation des différents signaux RF à l'aide de coupleurs, ceux-ci sont convertis en fréquence intermédiaire (en anglais Intermediate Frequency, IF) au moyen d'un mélangeur et d'un oscillateur local. Ils sont ensuite échantillonnés et numérisés et enfin traités dans un processeur.

#### **I.4.3.2 Amplificateur à verrouillage de phase (lock-in amplifier)**

L'amplificateur à verrouillage de phase est utilisé pour détecter et mesurer les faibles signaux alternatifs avec des amplitudes de l'ordre du nano volt. Un amplificateur à verrouillage de phase (Figure I.7) est généralement constitué d'une boucle à verrouillage de phase (PLL pour Phase Locked Loop en anglais), d'un oscillateur local et de deux détecteurs de phase (PSD pour Phase Sensitive Detector en anglais). Les détecteurs de phase sont utilisés pour mélanger le signal mesuré avec un signal de référence afin de ramener le signal à la fréquence de référence. La PLL est utilisée pour asservir la fréquence interne de l'oscillateur à la fréquence du signal de référence.



**Figure I-7 : Diagramme de fonctionnement de l'amplificateur à verrouillage de phase [SR830].**

Si on considère un signal d'entrée  $V_0(t)$  et un signal de référence  $V_{ref}(t)$  :

$$V_0(t) = V_0 \sin(\omega_0 t + \theta_0) \quad (I.16)$$

$$V_{ref}(t) = V_{ref} \sin(\omega_{ref} t + \theta_{ref}) \quad (I.17)$$

Le signal à la sortie du détecteur de phase 1 est le produit de ces deux signaux :

$$V_{PSD1} = V_0(t) \times V_{ref}(t) \quad (I.18)$$

$$V_{PSD1} = V_0 V_{ref} \sin(\omega_0 t + \theta_0) \sin(\omega_{ref} t + \theta_{ref}) \quad (I.19)$$

$$V_{PSD1} = \frac{1}{2} V_0 V_{ref} \cos((\omega_0 - \omega_{ref}) + \theta_0 - \theta_{ref}) - \frac{1}{2} V_0 V_{ref} \cos((\omega_0 + \omega_{ref}) + \theta_0 + \theta_{ref}) \quad (I.20)$$

Si un filtre passe bas est connecté à la sortie du PSD, les composantes alternatifs du signal résultant seront éliminées. Si encore  $\omega_0 = \omega_{ref}$  on a alors :

$$V_{PSD1} = \frac{1}{2} V_0 V_{ref} \cos(\theta_0 - \theta_{ref}) \sim V_0 \cos(\theta_0 - \theta_{ref}) \quad (I.21)$$

Le signal de sortie du filtre passe bas est alors un signal continu qui est proportionnel à l'amplitude du signal  $V_0$ .

Pour mesurer simultanément le module et la phase du signal il suffit de rajouter un deuxième PSD qui va multiplier le signal d'entrée avec le signal de référence de l'oscillateur déphasé de  $90^\circ$ . La sortie du filtre passe bas sera alors :

$$V_{PSD2} = \frac{1}{2}V_0V_{réf}\sin(\theta_0 - \theta_{réf}) \sim V_0\sin(\theta_0 - \theta_{réf}) \quad (I.22)$$

Si on considère les deux sorties  $X = V_0\cos(\theta_0 - \theta_{réf})$  et  $Y = V_0\sin(\theta_0 - \theta_{réf})$ , l'amplitude et la phase du signal de sortie s'écrivent alors :

$$R = \sqrt{X^2 + Y^2} = V_0 \quad (I.23)$$

$$\theta = \theta_0 - \theta_{réf} = \tan^{-1}(Y - X) \quad (I.24)$$

### I.4.3.3 Systèmes multi-port

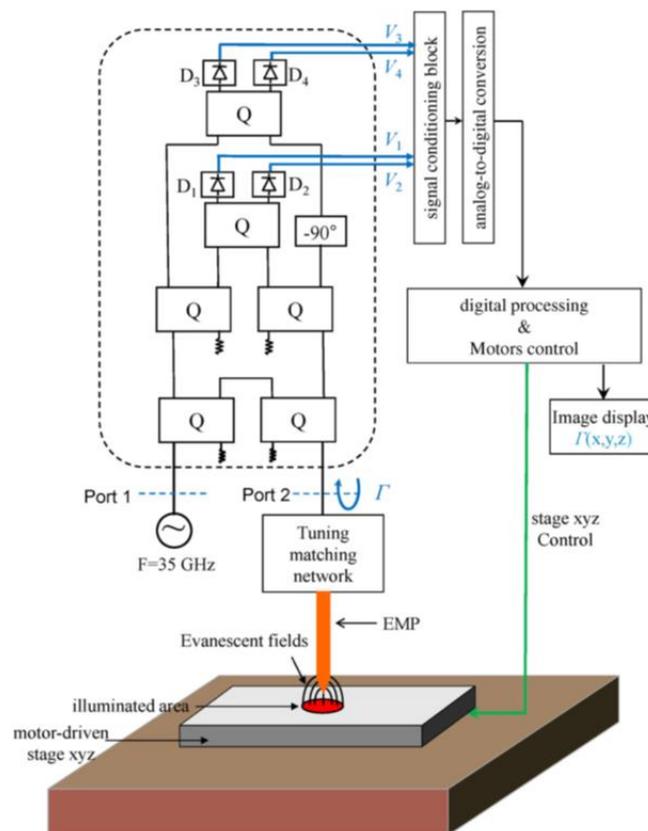
Le réflectomètre multi-port est un dispositif qui permet de mesurer des impédances complexes. Cette technique a été introduite en 1977 par Engen [ENG 77\_a, ENG 77\_b]. Du fait de sa simplicité et du faible coût qu'elle engendre, cette technique représente une alternative à l'analyseur de réseaux conventionnel.

Différentes technologies ont été proposées lors du développement des réflectomètres six-ports (SPR pour Six Port Reflectometer en anglais). Les SPR classiques qui sont basés sur une technologie de lignes plaquées se composent principalement de coupleurs [ENG\_77b]. La principale limitation de ces systèmes réside dans la faible bande de fréquences d'utilisation limitée à celle des coupleurs. Des structures basées sur des guides d'ondes ont aussi été proposées [HOE 77, SOM 82, ABO 93]. Ces structures présentent une bande de fréquences plus importante que celle des SPR réalisés en lignes plaquées.

D'autres systèmes basés sur une technologie planaire ont été proposés. On peut citer les réflectomètres utilisant trois lignes couplées [DEE 83], les réflectomètres utilisant une jonction cinq-port [HAN 83] ou six-port [YEO\_92, CHE\_05] ou encore des réflectomètres à base de coupleurs directifs [HUA 05]. D'autres SPR basés sur des éléments localisés ou semi localisés [RIB 83, WIE\_97], ou encore des réflectomètres entièrement intégrés [BIL 90, SOL 92] ont été développés.

Dans le groupe MITEC de l'IEMN, on s'intéresse depuis quelques années au développement de microscopes champ proche basé sur l'association de sondes champ proche et de systèmes multi-ports [WAN 09, WAN 10\_a, WAN 10\_b, HAD 12].

La figure I.8 représente le microscope champ proche développé par Haddadi *et al* [HAD 13]. Le système est basé sur l'association d'un réflectomètre six-ports et d'une sonde évanescente opérant à 35 GHz. Le réflectomètre six-ports est un circuit linéaire passif constitué de six coupleurs hybrides 3 dB-90°, un déphaseur de 90°, quatre charges adaptées et quatre détecteurs à diodes ( $D_1$  à  $D_4$ ). Ces diodes sont utilisées pour mesurer les quatre tensions  $V_1$  à  $V_4$  qui permettront ensuite de calculer le coefficient de réflexion  $\Gamma$  au niveau du plan d'accès du DST.



**Figure I-8 : Microscope champ proche développé par Haddadi *et al* [HAD 13].**

Avec ce système, l'imagerie hyperfréquence de structures micrométriques réalisées par dépôt d'or sur un substrat de silicium avec une résolution spatiale de  $\lambda/860$  a été démontrée.

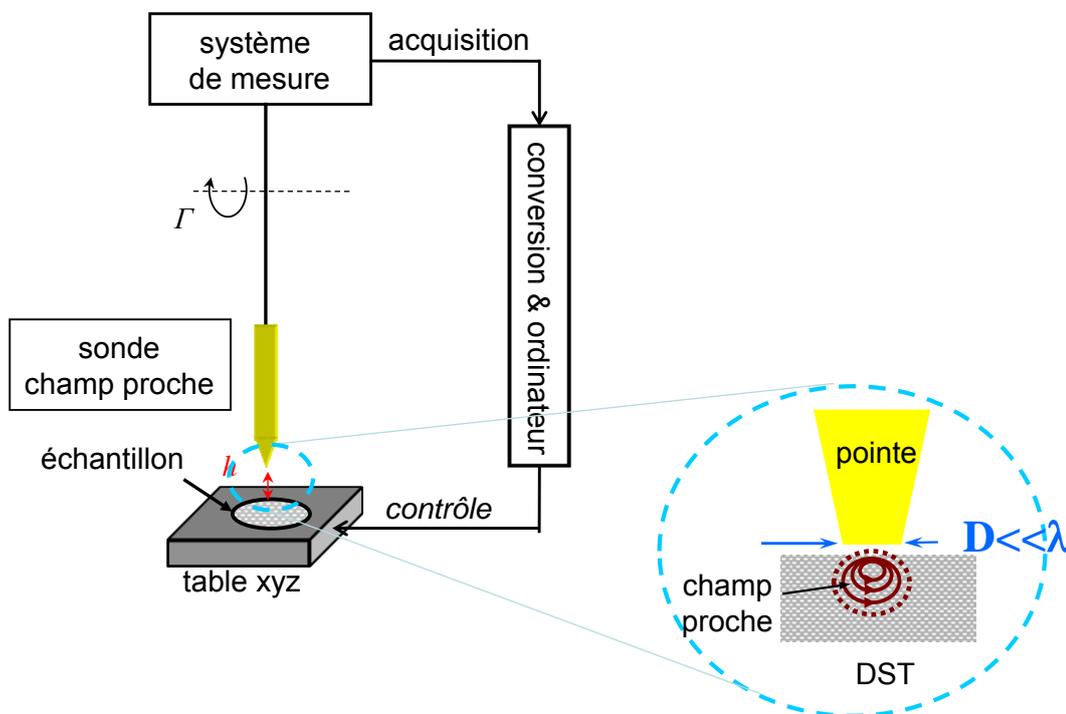
#### **1.4.4 Conclusion**

Dans cette partie nous avons présenté les principaux systèmes de mesure hyperfréquences. Ces systèmes peuvent être scalaires tels que les détecteurs de puissance et l'analyseur de réseaux scalaire ou vectoriels tels que l'amplificateur à verrouillage de phase et l'analyseur de réseaux vectoriel. L'analyseur de réseaux vectoriel constitue aujourd'hui l'instrument le plus utilisé dans le domaine hyperfréquences car il permet de mesurer les paramètres  $S$  d'un dispositif sous test sur une très large bande de fréquences. Néanmoins, à côté de cet instrument de choix pour la mesure en laboratoire, des alternatives construites autour de la technique multi-port se sont développées ces dernières années. Ces systèmes se sont avérés comme des options tout à fait intéressantes dans le cas d'applications spécifiques ciblées [HAD 12, HAD 13].

## I.5 PLATES-FORMES DE MICROSCOPIE

### I.5.1 Introduction

Comme nous l'avons déjà signalé, le microscope champ proche est principalement constitué d'une sonde champ proche et d'un système de mesure hyperfréquence. Ce système doit permettre, selon la configuration de mesure, la détermination des variations du coefficient de réflexion et/ou de transmission, du décalage de la fréquence de résonance et/ou la variation du facteur de qualité lorsqu'un échantillon est présent à proximité de la sonde. La figure I.9 représente un schéma général du microscope champ-proche.



**Figure I-9 : Schéma général d'un microscope champ proche.**

Notons, que le microscope développé par Haddadi *et al* (Fig. I-8, [HAD 13]) correspond à ce principe général, le système de mesure est dans ce cas le dispositif micro-onde développé dans le groupe MITEC.

Dans cette dernière partie de ce chapitre, nous nous intéressons plus particulièrement aux méthodes de contrôle du déplacement latéral et du déplacement en  $Z$  utilisées en microscopie champ proche. En effet, la précision sur le contrôle de la distance entre la sonde et l'échantillon sous test est très importante pour garantir la résolution et la précision de mesure. Nous nous attachons également à préciser l'influence des conditions

environnementales sur les mesures en microscopie champ proche. Trois exemples de plates-formes de microscopie champ proche développées respectivement par le groupe de recherche de Anlage en 2003, Agilent Technologies, et le groupe MITEC de l'IEMN sont décrits.

### **I.5.2 Déplacement latéral**

En microscopie champ-proche, il existe deux manières de scanner un échantillon sous test. La première façon est de maintenir l'échantillon sous test fixe et de déplacer la sonde dans le plan X Y. Ce type de contrôle est utilisé par exemple dans le cas d'un microscope à effet tunnel ou encore lors de la mise en œuvre d'un microscope à force atomique. La seconde façon de faire est de maintenir la sonde fixe et de déplacer l'échantillon sous test déposé sur une table de positionnement contrôlée via un ordinateur. Le déplacement est assuré par des actionneurs présentant des résolutions de positionnement qui peuvent atteindre le nanomètre.

### **I.5.3 Déplacement en Z**

L'un des avantages du microscope champ proche réside dans le fait que la mesure peut être effectuée sans contact avec l'échantillon. Néanmoins, afin de garantir une bonne précision de mesure, l'échantillon sous test doit être placé et maintenu à une distance fixe inférieure à la dimension de l'apex de la sonde pour une interaction maximale. Une boucle de rétroaction est généralement utilisée pour le contrôle de la distance qui peut se faire de différentes manières (force de cisaillement, force atomique, courant tunnel). Dans la suite de ce paragraphe, nous présentons chacune de ces méthodes de contrôle de distance.

Dans le cas du contrôle par la force de cisaillement (shear force en anglais) la sonde est conçue de manière à osciller mécaniquement à une fréquence de résonance. Quand un échantillon se trouve à proximité de cette sonde, l'amplitude de ces oscillations diminue. Ceci est dû aux variations des forces de Van der Waals (forces d'attraction ou de répulsion entre les atomes de la pointe et les atomes surfaciques de l'échantillon) et des forces capillaires (les forces qui régissent l'interaction entre un liquide et une surface). L'amplitude d'oscillation est ensuite contrôlée via une boucle de rétroaction généralement un amplificateur à verrouillage de phase ou de tension afin de maintenir la distance sonde-échantillon constante.

Le microscope développé par Talanov *et al* [TAL 06] est basé sur la même méthode de force de cisaillement pour le contrôle de la distance. Une sonde résonante est associée à un oscillateur pour produire les oscillations nécessaires. Pour contrôler l'amplitude d'oscillation de la sonde, un faisceau laser éclaire la sonde puis le signal réfléchi et collecté par un photo

détecteur. L'avantage de cette technique est le fait qu'il n'existe pas d'interférences entre les champs proches et le faisceau laser.

Un diapason (tuning fork en anglais) en quartz peut aussi être attaché à la pointe d'une sonde résonante pour permettre le contrôle de la distance par la force de cisaillement [KIM 03\_a, KIM 05]. Un amplificateur à verrouillage de phase est utilisé pour fournir le signal au diapason et pour contrôler l'atténuation de l'amplitude de vibration.

La technique de force de cisaillement est aussi utilisée en microscopie optique champ proche (SNOM pour Scanning Near Field Optical Microscopy) [BET 92].

En microscopie à force atomique (AFM), les mêmes forces que celles utilisées dans la méthode de force de cisaillement (forces d'attraction ou de répulsion entre les atomes de la pointe et les atomes surfaciques de l'échantillon) sont exploitées. L'AFM permet donc de balayer la surface d'un échantillon grâce à une pointe très fine, positionnée à l'extrémité libre d'un micro-levier flexible, pouvant se déplacer dans toutes les directions de l'espace grâce à un tube piézoélectrique. Le contrôle des flexions du micro levier permet de maintenir une distance constante entre la pointe et l'échantillon sous test. Cette mesure peut être effectuée de différentes façons, la plus courante étant la mesure via la réflexion d'un faisceau laser. La pointe est alors montée sur un levier réfléchissant pour permettre au rayon laser de se réfléchir sur le levier. Si un échantillon est présent à proximité de la pointe, le levier s'infléchi et le rayon laser est dévié. Cette déviation peut être mesurée en utilisant une photodiode.

En microscopie à effet tunnel (STM), le courant résultant du passage d'électrons entre la pointe conductrice et la surface d'un échantillon conducteur par effet tunnel (les électrons libres du métal sortent un peu de la surface) est mesuré. Avec un système de positionnement de grande précision (réalisé à l'aide de piézoélectriques), on vient scanner l'échantillon sous test. Une boucle de rétroaction est utilisée pour maintenir le courant constant (courant tunnel) afin de maintenir une séparation sonde-échantillon constante.

La distance sonde-échantillon peut être contrôlée par la réponse de la sonde et du résonateur. Ceci est possible si la réponse de la sonde en fonction de la distance est indépendante de la réponse que l'on veut mesurer. Par exemple il a été montré [DUE 99, KIM 03\_b] que le décalage de fréquence de résonance mesuré est pratiquement le même pour tous les matériaux dont la conductivité est supérieure à 50  $\mu\text{S}$  (bons conducteurs). Les résistances surfaciques de ces matériaux ont été alors mesurées en investiguant les variations du coefficient de qualité. La fréquence de résonance ne varie pas dans ce cas en fonction des

résistances surfaciques. Les variations de la fréquence de résonance permettaient de maintenir la séparation sonde-échantillon constante.

#### **I.5.4 Contrôle, acquisition, et traitements de données**

Lorsqu'une sonde champ-proche balaie la surface d'un échantillon, la quantité mesurée (tension, courant, coefficient de réflexion et/ou de transmission, fréquence de résonance et/ou coefficient de qualité) est traitée pour remonter à la cartographie et/ou aux propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test. L'acquisition de ces données peut se faire à l'aide d'un ordinateur et d'un système électronique d'asservissement (circuit feedback). Ce système va assurer la régulation de la position en X Y Z de la sonde par rapport à l'échantillon. Pour cela un convertisseur analogique numérique est utilisé pour convertir le signal mesuré en données numériques. Ces données sont envoyées à un processeur (Digital Signal Processor ou DSP) chargé de la régulation où elles vont subir les traitements nécessaires. Le résultat est ensuite envoyé à un convertisseur numérique/analogique. La sortie de ce dernier commande la céramique piézoélectrique z. Le même processeur permet de contrôler les tensions envoyées sur les céramiques x et y (par l'intermédiaire de convertisseurs numériques/analogiques) et transmet à un ordinateur les coordonnées z calculées par le programme de régulation et/ou les quantités mesurées en fonction des coordonnées x, y. Cet ordinateur traite les données qu'il reçoit à l'aide d'un logiciel pour reconstituer l'image qui met en forme la cartographie ou pour retrouver la propriété électrique que l'on veut mesurer en fonction de la position de la sonde par rapport à la surface de l'échantillon sous test [SAL 99].

#### **I.5.5 Conditions environnementales**

Les conditions environnementales locales peuvent affecter d'une façon considérable les mesures en microscopie champ proche. Aussi, le contrôle de la température, de l'humidité ou encore des bruits électriques et mécaniques est nécessaires pour une bonne précision de mesure.

La variation de la température peut influencer directement la variation de la fréquence de résonance et du coefficient de qualité. Quand la température augmente, la longueur d'un résonateur augmente et la fréquence de résonance diminue. Une variation de fréquence de résonance de 109.7 KHz a été par exemple mesurée pour une variation de température de 10°C [BAR 10].

L'humidité peut aussi affecter les quantités mesurées. Par exemple si une petite couche d'eau se forme sur la pointe, celle-ci va modifier considérablement la distribution électromagnétique des champs au voisinage de la pointe.

Les bruits électriques peuvent aussi affecter les mesures en microscopie champ proche. Le contrôle de la fréquence intermédiaire (IFBW pour intermediate frequency bandwidth en anglais) d'un VNA peut diminuer le bruit électrique. Si un autre système de mesure est utilisé tel qu'un amplificateur à verrouillage, ce bruit deviendra plus important.

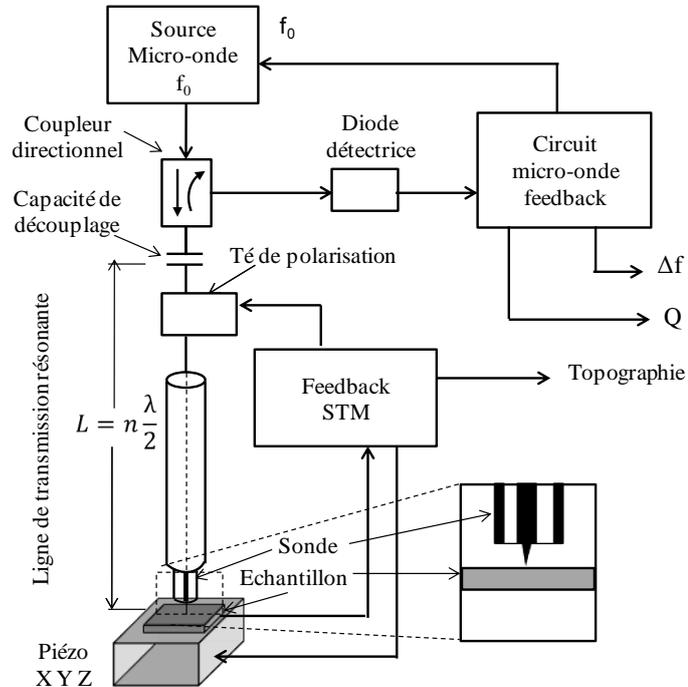
Les bruits mécaniques ou les vibrations affectent directement la distance entre la pointe et l'échantillon, et par conséquent la quantité mesurée par le microscope. Pour diminuer ce bruit, la pointe peut être utilisée en mode 'contact'. Cependant, cette méthode peut endommager la pointe et/ou l'échantillon sous test. Les bruits mécaniques peuvent aussi parvenir du système de positionnement.

### **I.5.6 Exemples de plates-formes**

Les laboratoires de recherche académiques et industriels s'intéressent de plus en plus au développement de microscopes champ proche hyperfréquences compte tenu du large spectre d'applications possibles (caractérisation de matériaux, imagerie, applications biomédicales, analyses chimiques, etc...). Dans cette partie trois exemples de plates-formes de microscopes champ proche sont présentés. La plateforme développée par Imtiaz *et al* dans le groupe de recherche d'Anlage, la plate-forme d'Agilent Technologies développée par Karbassi *et al* et le microscope développé par Wang *et al* dans le groupe MITEC de L'IEMN.

La figure I-10 représente la configuration du microscope micro-onde champ proche développé par Imtiaz *et al* en 2003 [IMT 03]. Ce système est constitué d'une ligne de transmission coaxiale résonnante de longueur  $L$  (demi-longueur d'onde). Cette ligne est connectée d'un côté à une sonde coaxiale ouverte terminée par une pointe et de l'autre, la ligne est faiblement couplée à une source micro-onde via une capacité de découplage. Quand un échantillon est scanné à proximité de la sonde, la fréquence de résonance et le coefficient de qualité de la ligne coaxiale ouverte subissent des variations. Celles-ci sont mesurées à l'aide d'un système de rétroaction (feedback) connecté au résonateur au travers d'un coupleur directionnel et une diode détectrice.

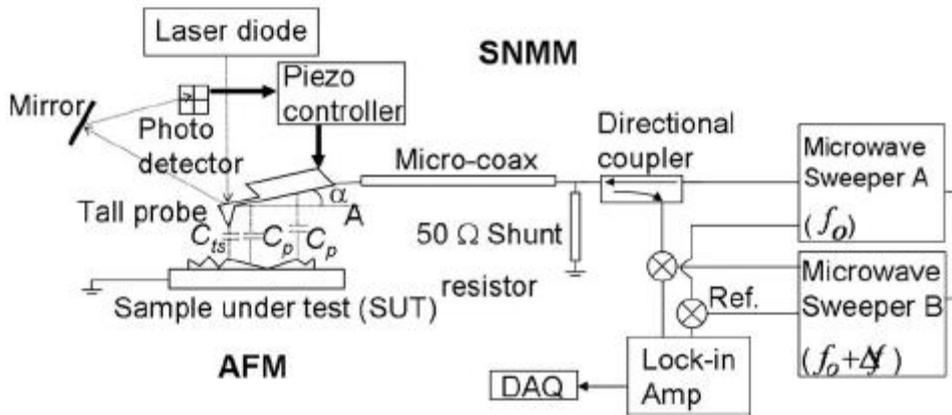
Un té de polarisation est utilisé pour assurer d'une part la connexion à un système de feedback STM et d'autre part le couplage alternatif à la source micro-onde et à la boucle de rétroaction. L'échantillon sous test est monté sur table piézoélectrique XYZ. Le système de feedback STM est utilisé pour maintenir la séparation sonde-échantillon constante en contrôlant le courant STM.



**Figure I-10 : Microscope micro-onde champ proche assisté par un système de contrôle de distance STM développé par Imtiaz *et al* [IMT 03].**

Le circuit micro-onde feedback permet de ramener la fréquence de la source micro-onde à la fréquence de résonance  $f_0$  de la ligne de transmission. Pour cela, la tension de sortie de la diode est envoyée à un amplificateur à verrouillage référencé à une fréquence de 3 MHz. La tension de sortie de ce système est proportionnelle au décalage de fréquence de résonance. Pour déterminer le coefficient de qualité  $Q$  du résonateur, un deuxième amplificateur à verrouillage référencé à  $2f_{FM}$  est ajouté. Le signal de sortie  $V_{2f_{FM}}$  est relié à  $Q$ .

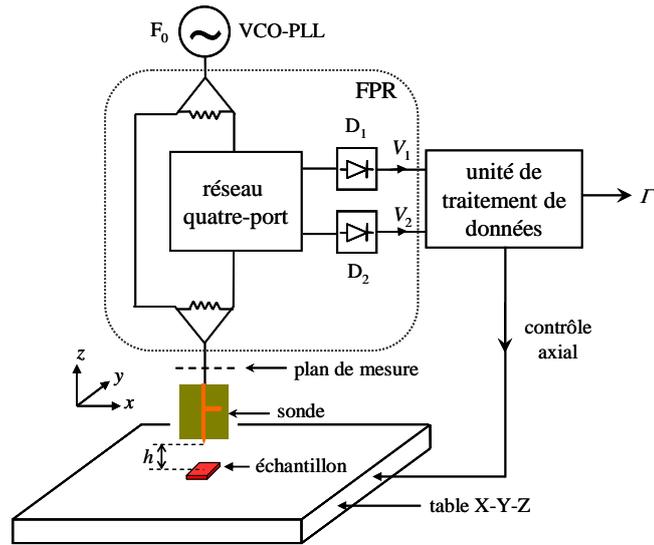
La figure I-11 représente la configuration du microscope développé par Karbassi *et al* en 2008 [KAR 08].



**Figure I-11 : Microscope micro-onde champ proche développ  par Karbassi *et al* [KAR 08].**

Le syst me de mesure micro-onde mont  sur la t te de l'AFM a  t  con u et fabriqu  par Agilent Technologies<sup>TM</sup>. Ce syst me de mesure emploie un r flectom tre conventionnel (i.e. coupleur du VNA) pour mesurer les variations d'imp dances entre la pointe AFM et l' chantillon. La pointe AFM pr sente une imp dance  lev e, compar e   50  $\Omega$ , aussi pour am liorer la sensibilit  de mesure du r flectom tre, une ligne coaxiale r sonante demi-longueur d'onde et une r sistance 50  $\Omega$  shunt e   la masse sont ins r es entre le syst me de mesure et la sonde. Le principe r side dans la mesure de l'imp dance de bout du cantilever AFM en contact avec le mat riau sous investigation. Cette imp dance est mesur e   l'aide d'un analyseur de r seaux   une fr quence proche de la r sonance du r sonateur. La sonde utilis e est une sonde AFM du commerce, constitu e d'une pointe en tungst ne mont e sur un levier en acier inoxydable. Le signal r fl chi, d livr  au coupleur directionnel est converti   travers un m langeur et envoy    l'entr e d'un amplificateur de verrouillage r f renc  au signal de r f rence d'un balayeur micro-onde. Des informations telles que la r sistivit , la constante di lectrique, ou le niveau de dopage dans le cas des semi-conducteurs sont accessibles par cette technique.

Le troisi me exemple de plate-forme est le microscope champ proche micro-onde d velopp  au sein du groupe MITEC   l'IEMN par Wang *et al* [WAN 10\_a]. Ce microscope pr sent  sur la figure I-12, associe un r flectom tre quatre-port (Four Port Reflectometer, FPR), une sonde micro-ruban et un r seau d'adaptation simple stub.



**Figure I-12 : Microscope micro-onde champ proche développé par Wang *et al* [WAN 10\_a].**

La sonde micro-onde champ proche est conçue à l'aide d'une ligne micro-ruban  $50 \Omega$ , qui a été effilée à son extrémité à une largeur d'environ  $60 \mu\text{m}$ , associée à un réseau d'adaptation 'simple-stub'. Compte tenu de la nature haute impédance de la sonde champ proche, une adaptation à  $50 \Omega$  est nécessaire pour améliorer la sensibilité de mesure. Pour augmenter d'avantage la résolution spatiale, le substrat de la ligne a été détourné autour de la section effilée. Un FPR est utilisé dans cette configuration pour la mesure du coefficient de réflexion [HAD 08]. Ce réflectomètre est constitué de six diviseurs de Wilkinson, un déphaseur de  $90^\circ$  et de deux détecteurs ( $D_1$  et  $D_2$ ). Les tensions  $V_1$  et  $V_2$  mesurées par les détecteurs sont utilisées pour le calcul du coefficient de réflexion au niveau du plan d'accès du port de mesure du dispositif sous test. Le banc de mesure comprend aussi une source externe contrôlée par une tension (oscillateur de type VCO-PLL, pour Voltage Control Oscillator-Phase Locked Loop en anglais), qui génère le signal hyperfréquence à la fréquence de résonance de la sonde micro-ruban (fixée par le stub d'adaptation). Une unité de traitement de données a été développée pour contrôler la position de l'échantillon, enregistrer les tensions de sortie des détecteurs et calculer le coefficient de réflexion complexe  $\Gamma$  correspondant. L'ensemble des codes de programmation ont été implémentés dans l'environnement C++. Le microscope développé par Wang *et al* est faible coût et présente l'avantage d'un fonctionnement en temps réel. Des résolutions très inférieures à la longueur d'onde ( $\sim \lambda/2000$ ) ont été obtenues.

Une technique d'imagerie a par exemple été proposée pour la détection et la localisation de défauts sur différents substrats au moyen de ce microscope [WAN 10\_a].

### **I.5.7 Conclusion**

Dans cette partie, nous avons présenté le principe général d'un microscope champ proche principalement basé sur l'association d'une sonde champ proche et d'un système de mesure hyperfréquence. Nous avons aussi décrit brièvement les différentes méthodes utilisées pour le contrôle de la distance sonde-échantillon (force de cisaillement, force atomique, courant tunnel) et pour le contrôle, l'acquisition, et le traitement des données en microscopie champ proche.

Nous avons vu aussi que les conditions environnementales peuvent influencer les mesures en microscopie champ proche.

En conclusion, les caractéristiques nécessaires à la réalisation de mesures précises en microscopie champ proche sont une température et une humidité stables, un système de positionnement précis et des systèmes de mesure faibles bruits (mécaniques et électriques) .

Enfin, trois exemples de plates-formes de microscopie champ proche développées par Imtiaz *et al*, Karbassi *et al* avec Agilent Technologies et Wang *et al* dans le groupe MITEC de l'IEMN ont été présentés.

## I.6 CONCLUSION

Dans ce premier chapitre, nous avons présenté un historique sur le développement des microscopes champ proche. Ces systèmes qui offrent une résolution sub-longueur d'onde sont particulièrement adaptés à la caractérisation locale de matériaux, soit pour de la cartographie ou pour la détermination de propriétés électromagnétiques.

Nous avons présenté le principe de mesure du microscope champ proche basé sur l'utilisation d'une sonde champ proche et d'un système de détection. Les principales méthodes pour le traitement de l'interaction entre la sonde et la matière ainsi que les systèmes de mesures hyperfréquences ont aussi été décrits. Nous avons vu que ces derniers peuvent être scalaires ou vectoriels. Les différentes méthodes pour le contrôle du déplacement latéral et en profondeur ont été aussi présentées. Nous avons aussi rappelé que les conditions environnementales avaient un impact sur la précision de mesure en microscopie champ proche. Il est donc important de travailler à une température et à un taux d'humidité stables et de minimiser au maximum les bruits électriques et mécaniques du système. Trois exemples de plates-formes assez représentatifs des avancées en microscopie champ proche (Groupe de Anlage, Agilent Technologies et le groupe MITEC) ont également été présentés.

Du fait de la haute impédance que présente la sonde champ proche, comparativement aux appareils de mesure (impédance de 50 Ohms), nous avons vu que celle-ci a été usuellement associée à une structure résonante pour adapter son impédance à celle des systèmes de mesure en vue de l'amélioration de la sensibilité de mesure. Cependant, un inconvénient majeur de ces structures résonantes est la limitation sévère de la bande de fréquences qu'elles engendrent. Il est donc évident qu'il faut faire un compromis entre la sensibilité de mesure et la bande de fréquences d'utilisation. Nous avons vu aussi que la majorité des travaux qui ont été réalisés visaient à améliorer la résolution spatiale et la sensibilité de mesure sans pour autant se préoccuper beaucoup de la bande de fréquences d'utilisation. Or, on note que les propriétés électromagnétiques des matériaux peuvent varier considérablement en fonction de la fréquence et qu'il serait donc intéressant de pouvoir les examiner sur une bande de fréquences relativement large. De ce fait, dans le cadre de nos travaux de recherche un des objectifs est la réalisation de dispositifs autorisant des mesures avec de bonnes résolutions spatiales associées à une bonne sensibilité et pouvant opérer sur une large gamme de fréquences. Particulièrement, une technique interférométrique originale a été développée pour adapter l'impédance de la sonde champ proche à 50  $\Omega$  sur une large

gamme de fréquences. Les principaux résultats de ces études sont exposés dans le chapitre suivant.

## BIBLIOGRAPHIE

- [ABB 73] E. ABBE  
 “Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung”  
 Archiv für Mikroskopische Anatomie, vol. 9, pp. 413-418, 1873.
- [ABO 93] S. ABOUCHAHINE, B. HUYART, E. BERGEAULT and L. JALLET  
 “Millimetric Network Analyzer using a Single Six-Port Reflectometer”  
 Electronics letters, vol. 29, pp. 256-258, 1993.
- [ANL 07] S. M. ANLAGE, V. V. TANALOV, A. R. SCHWARTZ  
 “Principles of Near Field Microwave Microscopy”  
 Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the  
 Nanoscale, Eds. New York: Springer Science, pp. 215-253, 2007.
- [ASH 72] E. A. ASH and G. NICHOLLS  
 “Super-Resolution Aperture Scanning Microscope”  
 Nature, vol. 237, pp. 510, 1972.
- [BAR 10] D. J. BARKER  
 “Evaluation of Microwave Microscopy for Dielectric Characterization”  
 A thesis submitted to the University of Birmingham for the degree of Doctor of  
 Philosophy, 2010.
- [BET 44] H. A. BETHE  
 “Theory of Diffraction by Small Holes”  
 Physical Review, vol. 66, pp. 163, 1944.
- [BET 92] A. BETZIG, P.L. FINN and J. S. WEINER  
 “Combined Shear Force and Near-Field Scanning Optical Microscopy”  
 Applied Physics Letters, vol. 60, pp. 2484, 1992.
- [BIL 90] V. BILIK, V. RAFFAJ and J. BESEK  
 “A New Extremely Wideband Lumped Six-Port Reflectometer”  
 Proceedings of the 20th European Microwave Conference, pp. 1473-1478, 1990.
- [BRY 65] C. A. BRYANT and J. B. GUNN  
 “Noncontact Technique for the Local Measurement of Semiconductor Resistivity”  
 Review of Scientific Instrument, vol. 36, pp. 1614, 1965.
- [CHE 05] Y. CHEN, J. J. YAO and S. P. YEO  
 “Improving Design of Symmetrical Six-Port Microstrip Coupler”  
 Progres in Electromagnetics Research Symposium, Hamgzhou, China, 2005.
- [CHO 96] Y. CHO, A. KIRIHARA and T. SAEKI  
 “Scanning Nonlinear Dielectric Microscope”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 67, pp. 2297, 1996.

- [COR 14]** R. CORTES, V. COELLOA, R. ARRIAGAB and N. ELIZONDOB  
 “Collection Mode Near-Field Scanning Microwave Microscopy”  
 Optic- International Journal for Light and Electron Optics, vol. 125, issue 10, pp. 2400-2404, 2014.
- [DEE 83]** N. EL-DEEB  
 “The Calibration and Performance of a Micro Strip Reflectometer”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 31, pp. 509-514, 1983.
- [DUE 99]** F. DUEWER, C. GAO, I. TAKEUCHI and X.-D. XIANG  
 “Tip-Sample Distance Feedback Control in a Scanning Evanescent Microwave Microscope”  
 Applied Physics Letters, vol. 74, pp. 2696, 1999.
- [ENG 77\_a]** G. F. ENGEN  
 “The Six-Port Reflectmeter : an Alternative Network Analyzer”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 25, pp. 1075-1079, 1977.
- [ENG 77\_b]** G. F. ENGEN  
 “An Improved Circuit for Implementing the Six-Port Technique of Microwave Measurements”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 25, pp. 1080-1083, 1977.
- [FEE 89]** M. FEE, T. CHU and T. W. HANS  
 “Scanning Electromagnetic Transmission Line Microscope with Sub-Wavelength Resolution”  
 Optics Communications, vol. 69, pp. 219, 1989.
- [FRA 59]** Z. FRAIT  
 “The Use of High-Frequency Modulation in Studying Ferromagnetic Resonance”  
 Czechoslovak Journal of Physics, vol. 9, pp. 403-404, 1959.
- [FRI 14]** S. FRIEDMAN and O. AMSTER  
 “Imaging and Quantification of Electrical Properties at the Nanoscale using Scanning Microwave Impedance Microscopy (SMIM)”  
 Bulletin of the American Physical Society, vol. 59, n° 1, 2014.
- [GAL 14]** M. A. GALIN, E. V. DEMIDOV and A. N. REZNIK  
 “Determination of the Sheet Resistance of Semiconductor Films via Near-Field Microwave Microscopy”  
 Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, vol. 8, issue 3, pp. 477-483, 2014.
- [GAO 97]** C. GAO, T. WEI, F.DUEWER, Y. LU and X. D. XIANG  
 “High Spatial Resolution Quantitative Microwave Impedance Microscopy by Scanning Near-Field Microscope”  
 Applied Physics Letters, vol. 71, pp. 1872, 1997.

- [GAO 98]** C. GAO and X. D. XIANG  
 “Quantitative Microwave Near-Field Microscopy of Dielectric Properties”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 69, pp. 3846, 1998.
- [GAO 05]** C. GAO, B.HU, I. TAKEUCHI, K. S. CHANG, X. D. XIANG and G. WANG  
 “Quantitative Scanning Evanescent Microwave Microscopy and its Applications in  
 Characterization of Functional Materials Libraries”  
 Measurement Science and Technology, vol. 16, pp. 248-260, 2005.
- [GOL 96\_a]** M. GOLOSOVSKY and D. DAVIDOV  
 “Novel Millimeter-Wave Near-Field Resistivity Microscope”  
 Applied Physics Letters, vol. 68, pp. 1579-1581, 1996.
- [GOL 96\_b]** M. GOLOSOVSKY, A. GALKIN and D. DAVIDOV  
 “High-Spatial Resolution Resistivity Mapping of Large-Area YBCO Films by a Near-  
 Field Millimeter-Wave Microscope”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 44, n° 7, pp. 1390-  
 1392, 1996.
- [GOL 02]** M. GOLOSOVSKY, E. MANIV, D. DAVIDOV and A. Frenkel  
 “Near-Field of a Scanning Aperture Microwave Probe”  
 IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 51, n° 5, pp. 1090-  
 1096, 2002.
- [GRA 14]** G. GRAMS, M. KASPER, L. FUMAGALLI, G. GOMILA, P. HINTERDORFER  
 and F. KIENBERGER  
 “Calibrated Complex Impedance and Permittivity Measurements with Scanning  
 Microwave Microscopy”  
 Nanotechnology, vol. 25, pp. 145703, 2014.
- [HAD 08]** K. HADDADI, MM. WANG, K. NOURI, D. GLAY and T. LASRI  
 “Calibration and Performance of Two New Ultra-Wideband Four-Port-Based  
 Systems”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 56, n° 12, pp. 3137-  
 3142, 2008.
- [HAD 12]** K. HADDADI and T. LASRI  
 “60-GHz Near-Field Six-Port Microscope using a Scanning Slit Probe for Subsurface  
 Sensing”  
 IEEE Sensors Journal, vol. 12, n° 8, pp. 2575-2576, 2012.
- [HAD 13]** K. HADDADI and T. LASRI  
 “Six-Port-Based Compact and Low-Cost Near-Field 35GHz Microscopy Platform for  
 Non-Destructive Evaluation”  
 NDT&E International Journal, vol. 55, pp. 102-108, 2013.
- [HAD 14]** K. HADDADI and T. LASRI  
 “Interferometer-Based Microwave Microscopy Operating in Transmission Mode”  
 IEEE Sensors Journal, vol. 14, issue 7, pp. 2226-2227, 2014

- [HAN 83]** E. R. B. HANSSON and G. P. RIBLET  
 “An Ideal Six-Port Network Consisting of a Matched Reciprocal Lossless Five-Port and a Perfect Directional Coupler”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 31, pp. 284-288, 1983.
- [HOE 77]** C. A. HOER  
 “A Network Analyzer Incorporating Two Six-Port Reflectometers”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 25, pp. 987-993, 1977.
- [HUA 05]** J. HUANG, Q. HAO, J. SHE and Z. FENG  
 “A Six-Port Coupler with High Directivity for VSWR Measurement”  
 Asia-Pacific Microwave Conference Proceedings, vol. 4, 2005.
- [HUM 12]** I. HUMER, H. P. HUBER, F. KIENBERGER, J. DANZBERGER and J. MOLINER  
 “Phase and Amplitude Sensitive Microwave microscopy/Spectroscopy on Metal-Oxide-Semiconductor Systems”  
 Journal of Applied Physics, vol. 111, pp. 074313, 2012.
- [HYU 00]** S. HYUN, J. H. LEE, S. S. KIM, K. CHAR, S. J. PARK, J. SOK and E. H. LEE  
 “Anisotropic Tuning Behavior in Epitaxial Ba<sub>0.5</sub>sr<sub>0.5</sub>tio<sub>3</sub> Thin Films”  
 Applied Physics Letters, vol. 77, pp. 3084, 2000.
- [IMT 03]** A. IMTIAZ and S. M. ANLAGE  
 “A Novel STM-Assisted Microwave Microscope with Capacitance and Loss Imaging Capability”  
 Ultramicroscopy, vol. 94, pp. 209, 2003.
- [IMT 05]** A. IMTIAZ, M. POLLAK, S. M. ANLAGE, J. D. BARRY and J. MELNGAILIS  
 “Near-field Microwave Microscopy on Nanometer Length Scales”  
 Journal of Applied Physics, vol. 97, pp. 044302, 2005.
- [IMT 06]** A. IMTIAZ and S. M. ANLAGE  
 “Effect of Tip Geometry on Contrast and Spatial Resolution of the Near-Field Microwave Microscope”  
 Journal of Applied Physics, vol. 100, pp. 044304, 2006.
- [IMT 07]** A. IMIAZ, T. BALDWIN, H. T. NEMBACH, T. M. WALLIS, and P. KABOS  
 “Near-Field Microwave Microscope Measurements to Characterize Bulk Material Properties”  
 Applied Physics Letters, vol. 90, pp. 243105, 2007.
- [IMT 14]** A. IMTIAZ, T.M. WALLIS and P. KABOS  
 “Near-Field Scanning Microwave Microscopy: An Emerging Research Tool for Nanoscale Metrology”  
 IEEE Microwave Magazine, vol. 15, issue 1, pp. 52-64, 2014
- [JAC 99]** J. D. JACKSON  
 “Classical Electrodynamics”

3rd Edition, Wiley, New York, 1999.

- [KAR 08]** A. KARBASSI, D. RUF, A. D. BETTERMANN, C. A. PAULSON, D. W. VANDER WEIDE, H. TANBAKUCHI and R. STANCLIFF  
 “Quantitative Scanning Near-Field Microwave Microscopy for Thin Film Dielectric Constant Measurement”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 79, pp. 094706, 2008.
- [KIM 03\_a]** M. S. KIM, S. KIM, J. KIM, K. LEE, B. FREIDMAN, J. T. KIM and J. LEE  
 “Tip-Sample Distance Control for Near-Field Scanning Microwave Microscopes”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 74, pp. 3675, 2003.
- [KIM 03\_b]** A. KIM, J. KIM, S. HYUN, S. S. KIM, T. KIM and K. CHAR  
 “Surface Following Scanning in a Scanning Microwave Microscope”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 74, pp. 3164, 2003.
- [KIM 05]** S. KIM, H. YOO and J. LEE  
 “Distance Control for a Near Field Scanning Microwave Microscope in Liquid using a Quartz Tuning Fork”  
 Applied Physics Letters, vol. 86, pp. 153506, 2005.
- [KLE 03]** R. A. KLEISMIT and M. K. KAZIMIERCZUK  
 “Evanescent Microwave Microscopy of Thermally-Damaged Charge Coupled devices”  
 Electrical Insulation Conference and Electrical Manufacturing & Coil Winding Conference, pp. 485, 2003.
- [KLE 06]** R. A. KLEISMIT, M. K. KAZIMIERCZUK and G. KOZLOWSKI  
 “Sensitivity and Resolution of Evanescent Microwave Microscope”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 54, pp. 639, 2006.
- [LEE 00]** S. C. LEE, C. P. VLAHACOS, B. J. FEENSTRA, A. SCHWARTZ, D. E. STEINHAUER, F. C. WELLSTOOD and S. M. ANALAGE  
 “Magnetic Permeability Imaging of Metals with a Scanning Near-Field Microwave Microscope”  
 Applied Physics Letters, vol. 77, pp. 4404, 2000.
- [LOF 95]** S. E. LOFLAND, S. M. BHAGAT, H. L. JU, G. C. XIONG, T. VENKATESAN and R. L. GREENE  
 “Ferromagnetic Resonance and Magnetic Homogeneity in a Giant-Magnetoresistance Material  $La_{\frac{2}{3}}Ba_{\frac{1}{3}}MnO_3$ ”  
 Physical Review B, vol. 52, pp. 15058, 1995.
- [LOF 99]** S. E. LOFLAND, S. M. BHAGAT, Q. Q. SHU, M. C. ROBSON and R. RAMESH  
 “Magnetic Imaging of Perovskite Thin Films by Ferromagnetic Resonance Microscopy— $La_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ ”  
 Applied Physics Letters, vol. 75, pp. 1947, 1999.

- [PAR 05]** J. PARK, S. HYUN, A. KIM, and K. CHAR  
 "Observation of Biological Samples using a Scanning Microwave Microscope"  
 Ultramicroscopy, vol. 102, pp. 101, 2005.
- [PEN 00]** J. B. PENDRY  
 "Negative Refraction Makes a Perfect Lens"  
 Review of Scientific Instruments, vol. 85, pp. 3966-3969, 2000.
- [POH 84]** D. W. POHL, W. DENK and M. LANZ  
 "Optical Stethoscopy: Image Recording with Resolution  $\lambda/20$ "  
 Applied Physics Letters, vol. 44, pp. 651, 1984.
- [POZ 98]** D. M. POZAR  
 "Microwave Engineering"  
 John Wiley & Sons, 1998.
- [RIB 83]** G. P. RIBLET  
 "Internally and Externally Matched Lumped Element Symmetrical 5 Ports"  
 Proceedings on the 13th European Microwave Conference, pp. 344-347, 1983.
- [SAL 99]** F. SALVAN and F. THIBAUDAU  
 "Microscopie à Sonde Locale"  
 Edition Techniques Ingénieur, pp. 895, 1999.
- [SOL 92]** M. N. SOLOMON, P. S. WEITZMAN, C. P. MCCLAY and H. M. CRONSON  
 "A Monolithic Six-Port Module"  
 IEEE Microwave and Guided Wave Letters, vol. 2, pp. 334-336, 1992.
- [SOM 82]** P. I. SOMLO and J. D. HUNTER  
 "A Six-Port Reflectometer and its Complete Characterization by Convenient Calibration Procedures"  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 30, pp. 186-192, 1982.
- [SOO 62]** R. F. SOOHOO  
 "A Microwave Magnetic Microscope"  
 Journal of Applied Physics, vol. 33, pp. 1276, 1962.
- [SR830]** SR830 DSP Lock-In-Amplifier, Operating manual and programming reference, Stanford Research Systems.
- [STE 97]** D. E. STEINHAEUER, C. P. VLAHACOS, S. K. DUTTA, F. C. WELLSTOOD and S. M. ANLAGE  
 "Surface Resistance Imaging with a Scanning Near Field Microwave Microscope",  
 Applied Physics Letters, vol. 71, pp. 1736, 1997.
- [STE 99]** D. E. STEINHAEUER, C. P. VLAHACOS, F. C. WELLSTOOD, S. M. ANLAGE, C. CANEDY, R. RAMESH, A. STANISHEVSKY and J. MELNGAILIS  
 "Imaging of Microwave Permittivity, Tunability, and Damage Recovery In (Ba,Sr)TiO<sub>3</sub> Thin Films"

- Applied Physics Letters, vol. 75, pp. 3180, 1999.
- [STE 00]** D. E. STEINHAUER, C. P. VLAHACOS, F. C. WELLSTOOD, S. M. ANLAGE, C. CANEDY, R. RAMESH, A. STANISHEVSKY and J. MELNGAILIS.  
 “Quantitative Imaging of Dielectric Permittivity and Tunability with a Near-Field Scanning Microwave Microscope”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 71, pp. 2751, 2000.
- [SYN 28]** E. H. SYNGE  
 “A Suggested Method for Extending Microscopic Resolution into the Ultra-Microscopic Region”  
 Philosophical Magazine, vol. 6, pp. 356, 1928.
- [TAB 93]** M. TABIB-AZAR, N. S .SHOEMAKER and S. HARRIS  
 “Non-Destructive Characterization of Materials by Evanescent Microwaves”  
 Measurement Science and Technology, vol. 4, pp. 583-590, 1993.
- [TAB 99\_a]** M. TABIB-AZAR, R. CIOCAN, G. PONCHAK and S. R. LECLAIR  
 “Transient Thermography using Evanescent Microwave Microscope”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 70, pp. 3387, 1999.
- [TAB 99\_b]** M. TABIB-AZAR, D. P. SU, A. POHAR, S. R. LECLAIR and G. PONCHAK  
 “Nondestructive Super Resolution Imaging of Defects and No Uniformities in Metals, Semiconductors, Dielectrics, Composites, and Plants Using Evanescent Microwaves”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 70, pp. 2783-2792, 1999.
- [TAB 99\_c]** M. TABIB-AZAR, D. P. SU, A. POHAR, S. R. LECLAIR and G. PONCHAK  
 “0.4 mm Spatial Resolution with 1 GHz ( $\lambda= 30$  cm) Evanescent Microwave Probe”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 70, pp. 1725, 1999.
- [TAB 04]** M. TABIB-AZAR and Y. WANG  
 “Design and Fabrication of Scanning Near-Field Microwave Probes Compatible with Atomic Force Microscopy to Image Embedded Nanostructures”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 52, pp. 971-979, 2004.
- [TAI 14]** T. TAIL, B. G. GHAMSARI and S. M. ANLAGE  
 “Modeling the Nanoscale Linear Response of Superconducting Thin Films Measured by a Scanning Probe Microwave Microscope”  
 Journal of Applied physics, vol. 115, pp. 203908, 2014.
- [TAL 06]** V. V. TALANOV, A. SCHERZ, R. L. MORELAND and A. R. SCHWARTZ  
 “A Near Field Scanned Microwave Probe for Spatially Localized Electrical Metrology”  
 Applied Physics Letters, vol. 88, pp. 134106, 2006.
- [TAL 14]** V. V. TALANOV, N. M. LETTSOME, V. BORZENETS, N. GAGLILOLO, A. B. CAWTHORNE and A. OROZCO  
 “A Scanning SQUID Microscope with 200 MHz Bandwidth”

Superconductor Science and Technology, vol. 27, n° 4, pp. 044032, 2014.

- [TSE 07]** A. TSELEV, Z. MA, J. MELNGAILIS and S. M. ANLAGE  
 “Broadband Dielectric Microwave Microscopy on Micron Length Scales”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 78, pp. 044701, 2007.
- [WAN 09]** MM. WANG, K. HADDADI, O. BENZAIM, D. GLAY and T. LASRI  
 “Six-port Based Near-Field Millimeter-Wave Microscope using a Slit Scanning Probe”  
 4th IEEE International Conference on Electromagnetic Near-Field Characterization & Imaging (ICONIC 2009), Taipei, Taiwan, 2009.
- [WAN 10\_a]** MM. WANG  
 “Conception et Réalisation de Microscopes Champ Proche en Bandes de Fréquences Micro-Ondes et Millimétriques”  
 Thèse de Docteur de l’Université, Lille, 2010.
- [WAN 10\_b]** MM. WANG, K. HADDADI, D. GLAY and T. LASRI  
 “Compact Near-Field Microwave Microscope based on the Multi-Port Technique”  
 40th European microwave week, CNIT, Paris, France, 2010.
- [WEB 14]** J. C. WEBER, P. T. BLANCHARD, A. W. SANDERS, A. IMTIAZ, T. M. WALLIS, K. J. COAKLEY, K. A. BERTNESS, P. KABOS, N. A. SANFORD and V. M. BRIGHT  
 “Gallium Nitride Nanowire Probe for Near-Field Scanning Microwave Microscopy”  
 Applied Physics Letters, vol. 104, pp. 023113, 2014.
- [WEI 96]** T. WEI and X. D. XIANG  
 “Scanning Tip Microwave Near-Field Microscope”  
 Applied Physics Letters, vol. 68, pp. 3506, 1996.
- [WIE 97]** F. WIEDMAN, B. HUYART, E. BERGEAULT and L. JALLET  
 “New Structure for a Six-Port Reflectometer in Monolithic Microwave Integrated-Circuit Technology ”  
 IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 46, pp. 527-530, 1997.
- [WIL 00]** R. M. WILLSON, S. U. PANDEY, R. BELLWIED, R. BEUTTENMULLER, A. DREES, P. KUCZEWSKI, W. LEONHART, D. LYNN, R. SOJA and J. TAKAHASHI  
 “Novel Applications of PIN-Photodiodes in Relativistic Heavy Ion Collisions”  
 IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 47, pp. 851-853, 2000.
- [YEO 92]** S. P. YEO  
 “Analysis of Symmetrical Six-Port Junction when Configured as a Six-Port Reflectometer”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 4, pp. 193-197, 1992.

**CHAPITRE II**  
**MICROSCOPIE CHAMP-PROCHE**  
**HYPERFREQUENCE PAR INTERFEROMETRIE**

## II.1 INTRODUCTION

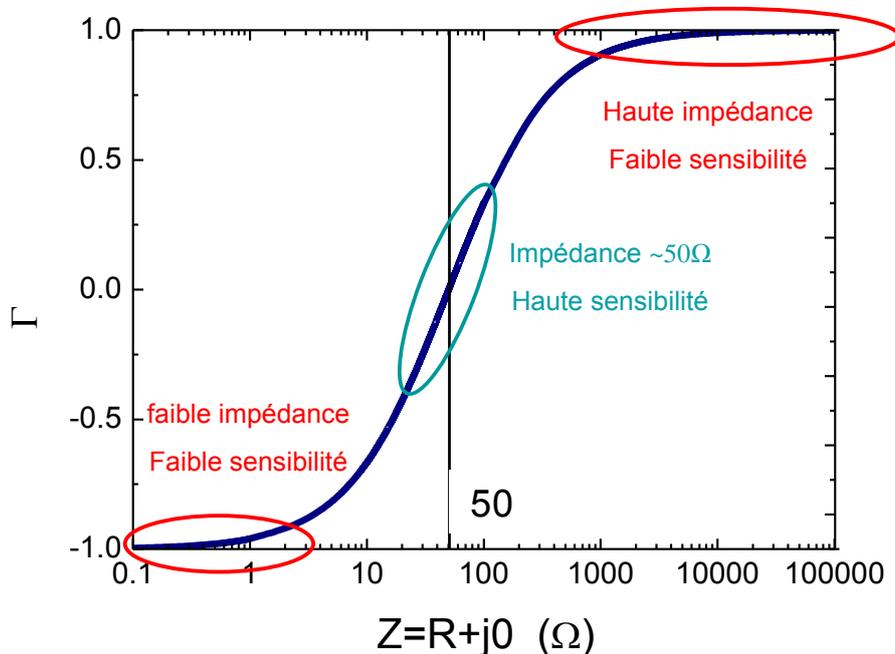
Les techniques de microscopie champ proche basées sur l'utilisation d'ondes évanescentes bien qu'elles procurent des résolutions spatiales élevées doivent généralement être associées à des réseaux d'adaptation d'impédance pour en améliorer la sensibilité de mesure. Néanmoins, le recours à ces structures résonantes limite sévèrement la bande de fréquences d'utilisation. De plus, ces méthodes mettent généralement en œuvre des résonateurs externes présentant de forts facteurs de qualité à vide qui chutent en présence de matériaux à pertes diélectriques. Il existe donc un compromis fort entre résolution spatiale, sensibilité de mesure et gamme de fréquences de fonctionnement.

Au cours du développement de la microscopie champ proche, les travaux de recherche se sont plutôt focalisés sur l'amélioration de la résolution spatiale et de la sensibilité de mesure sans pour autant se préoccuper beaucoup de la bande de fréquences d'utilisation [KLE 06, TAL 09, WAN 10, FAB 11, HAD 11]. On peut néanmoins noter quelques études visant à étendre la bande de fréquences d'opération. En particulier, des techniques basées sur des structures résonantes variables permettent une amélioration de la sensibilité par un ajustement du résonateur sur une large bande de fréquences [GOL 96, KIM 03, HSI 11, WEB 12, GRA 13]. Il faut cependant préciser que ce type d'approches n'offre que très peu de contrôle sur le choix des fréquences et du facteur de qualité de la structure résonante.

Aussi, l'objectif des travaux de recherche présentés dans ce mémoire est le développement d'une instrumentation originale qui garantit à la fois de très bonnes résolution et sensibilité de mesure sur une large gamme de fréquences. Afin de préciser le contexte de ces travaux, la problématique de la mesure haute impédance en hyperfréquences est d'abord exposée. Pour répondre à cette problématique, une approche originale basée sur une technique interférométrique est alors développée. La méthode repose sur un réseau d'adaptation, basé sur une technique d'interférométrie, placé entre la sonde et l'instrument de mesure (d'impédance caractéristique  $50 \Omega$ ). En s'appuyant sur cette approche, une plate-forme de microscopie champ proche est proposée et mise en œuvre.

## II.2 PROBLEMATIQUE DE LA MESURE HAUTE IMPEDANCE

Les microscopes hyperfréquences à pointe utilisent généralement des sondes dites évanescentes. Ces dernières sont obtenues en réduisant les dimensions de leur apex afin d'éliminer le mode de propagation fondamental de l'onde [KLE 06, TAB 04, IMT 05]. Au voisinage de l'apex de la sonde ne demeurent alors que les champs électriques évanescents à très fort pouvoir de résolution spatiale. Cette réduction de taille s'accompagne néanmoins d'une augmentation de l'impédance locale de l'apex de la sonde pouvant excéder la dizaine de  $k\Omega$ . D'un point de vue métrologique, les systèmes de mesure conventionnels tels que les analyseurs de réseaux automatiques ne permettent pas de mesurer de telles impédances avec précision. En effet, ces systèmes de mesure présentent une impédance caractéristique standard de  $50 \Omega$ , donc très éloignée des impédances des sondes rencontrées en microscopie champ-proche. Cette problématique de désadaptation d'impédance est illustrée sur la figure II.1 où est représenté le module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  d'une charge purement résistive mesurée par un analyseur de réseaux ( $\Gamma = \frac{Z-Z_0}{Z+Z_0}$ , où  $Z_0$  est l'impédance de référence du système de mesure, soit  $50 \Omega$ ).



**Figure II-1 : Variation du coefficient de réflexion  $\Gamma$  pour une impédance  $Z$  purement réelle.**

D'après ce graphe, on constate que la sensibilité est évidemment maximale pour la mesure d'impédances dont la valeur est proche de  $50 \Omega$  (impédance de référence de l'analyseur). Pour les impédances qui s'écartent considérablement de cette valeur (faibles ou fortes impédances) l'analyseur de réseaux devient très peu sensible aux variations du coefficient de réflexion.

Une des solutions qui peut être apportée pour résoudre ce problème de désadaptation d'impédances repose sur l'utilisation de structures résonantes pour adapter l'impédance de la sonde champ proche à l'accès  $50\Omega$  de l'analyseur de réseaux. Néanmoins, une première limitation liée à l'emploi de ce type de réseaux d'adaptation est une bande de fréquences d'opération réduite. Le deuxième inconvénient majeur réside dans le fait que l'adaptation d'impédances est réalisée usuellement à vide (sans présence de l'échantillon). Ainsi, ces résonateurs présentent des coefficients de qualité à vide importants qui chutent en présence d'un matériau à pertes. Par conséquent, ces techniques ne permettent pas de mesurer précisément les variations d'impédances liées à un faible contraste diélectrique. Ce type de situations se rencontre par exemple dans le cas de la caractérisation de milieux biologiques. Ainsi, plusieurs applications telles que par exemple la microscopie champ-proche en milieu aqueux sont confrontées à cette difficulté [LEE 08, KIM 05]. Si la sonde est adaptée dans l'air et qu'on veuille mesurer, par exemple, des variations de concentrations dans une solution liquide. Lorsque la sonde est immergée dans le liquide de concentration  $C_0$ , la valeur du coefficient de qualité diminue fortement par rapport à celle relevée pour le coefficient de qualité dans l'air et il sera difficile de mesurer une faible variation de concentration par rapport à  $C_0$ . Si par contre la sonde est adaptée dans le liquide de concentration  $C_0$  plutôt que dans l'air, il devient alors possible de mesurer avec précision cette variation.

Dans le paragraphe suivant, une technique interférométrique originale est proposée afin de s'affranchir de l'emploi de structures résonantes et par conséquent de garantir une bonne sensibilité de mesure sur une large gamme de fréquences.

## II.3 TECHNIQUE INTERFEROMETRIQUE

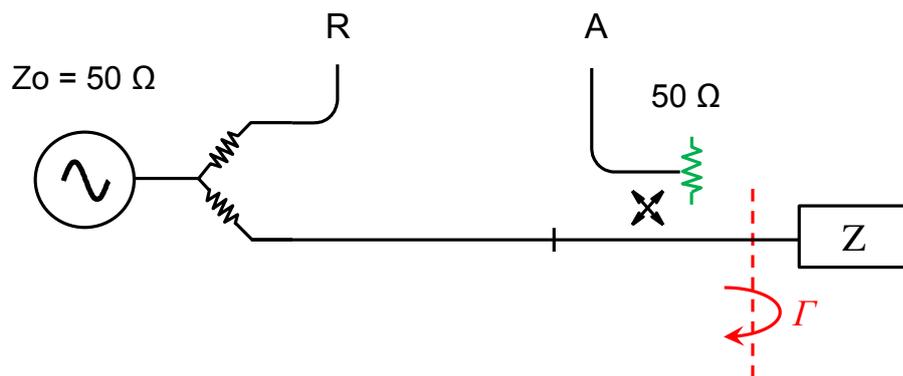
### II.3.1 Introduction

Dans cette partie du manuscrit, le principe de la technique interférométrique est exposé puis dans un second temps les architectures de systèmes basés sur cette méthode sont décrites.

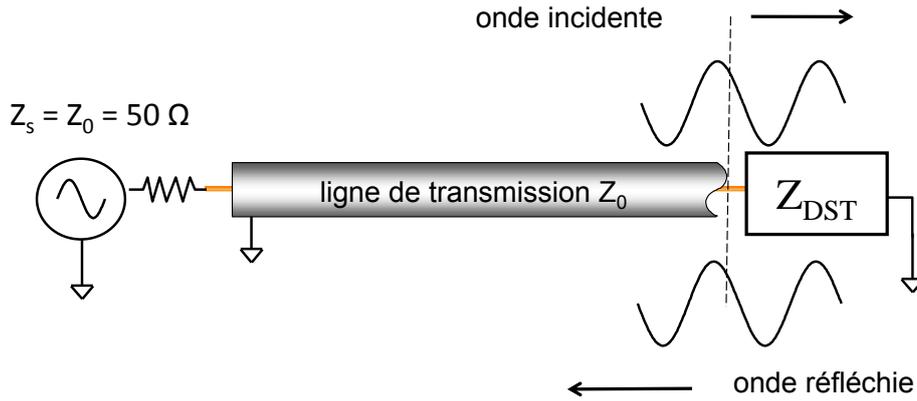
### II.3.2 Principe de la technique interférométrique

La technique développée pour la caractérisation de dispositifs haute impédance à partir d'une solution basée sur un principe d'interférométrie est détaillée ci-après. Celle-ci s'appuie sur une modification de l'architecture traditionnelle de l'analyseur de réseaux pour y intégrer la solution interférométrique.

La configuration de mesure, simplifiée, de l'analyseur de réseaux pour la mesure en réflexion est illustrée en figure II-2(a) [AGI 14]. Le principe de mesure repose sur la séparation des signaux de référence (R) et réfléchi (A) par le dispositif sous test (DST) à l'aide d'un diviseur de puissance et d'un coupleur directif à quatre voies, d'impédances internes  $Z_0$  de  $50\Omega$ . En particulier, le coupleur directif est un réflectomètre permettant d'injecter le signal incident sur le DST par la voie directe et de récupérer le signal réfléchi par celui-ci par la voie couplée. Signalons qu'une voie du coupleur directif est fermée sur une charge  $50\Omega$ .



(a) Architecture simplifiée de l'analyseur de réseaux.



(b) Schéma électrique équivalent.

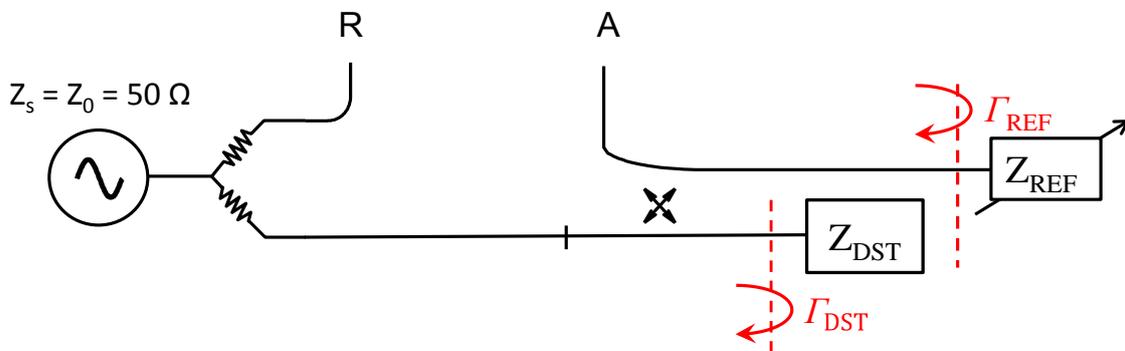
Figure II-2 : Configuration de mesure de l'analyseur de réseaux pour la mesure de coefficients de réflexion.

Compte tenu de la nature haute impédance de la charge ( $Z \gg Z_0$ ), l'onde incidente sur le DST est quasiment entièrement réfléchie (Figure II-2(b)). Ainsi, le coefficient de réflexion  $\Gamma_{DST}$  mesuré par l'analyseur de réseaux est voisin de l'unité :

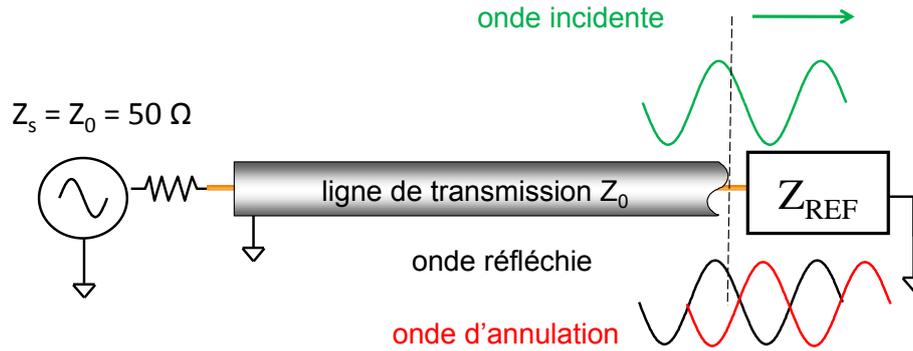
$$\Gamma_{DST} = \frac{A}{R} = \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} \approx 1 \quad (\text{II-1})$$

La configuration de mesure conventionnelle s'avère donc inadaptée à la caractérisation de dispositifs présentant de fortes impédances.

La méthode interférométrique proposée dans la suite de cette étude consiste à remplacer la charge  $50\Omega$ , qui ferme la quatrième voie du coupleur directif, par un tuner d'impédances comme l'illustre la figure II-3(a).



(a) Architecture modifiée de l'analyseur de réseaux.



(b) Schéma électrique équivalent.

**Figure II-3 : Configuration de mesure de l'analyseur de réseaux modifié pour la mesure de coefficients de réflexion de dispositifs hautes impédances.**

La méthode consiste alors à ajuster le tuner d'impédances en module et en phase (coefficient de réflexion  $\Gamma_{REF}$ ) de telle manière à générer une onde dite d'annulation qui interfère avec l'onde réfléchie par le DST. Cette onde, obtenue pour une impédance de référence  $Z_{REF}$  du tuner (Figure II-3(b)), permet donc une interférence destructive. L'idée générale est en fait d'annuler le signal mesuré sur la voie de réflexion (A) pour bénéficier de la sensibilité maximale de l'analyseur de réseaux pour la mesure d'impédances autour de  $Z_{REF}$ . Par conséquent le coefficient de réflexion mesuré est autour de 0. Cette technique permet en fait un 'recentrage' sur l'abaque de Smith en déplaçant le coefficient de réflexion de l'extérieur de l'abaque vers le centre.

$$\Gamma = \frac{A}{R} \approx 0 \quad (\text{II-2})$$

Après cette phase d'annulation de l'onde, si un dispositif sous test présentant une impédance autour de  $Z_{REF}$  est connecté sur le port de mesure, le coefficient de réflexion  $\Gamma$  correspondant est alors donné par :

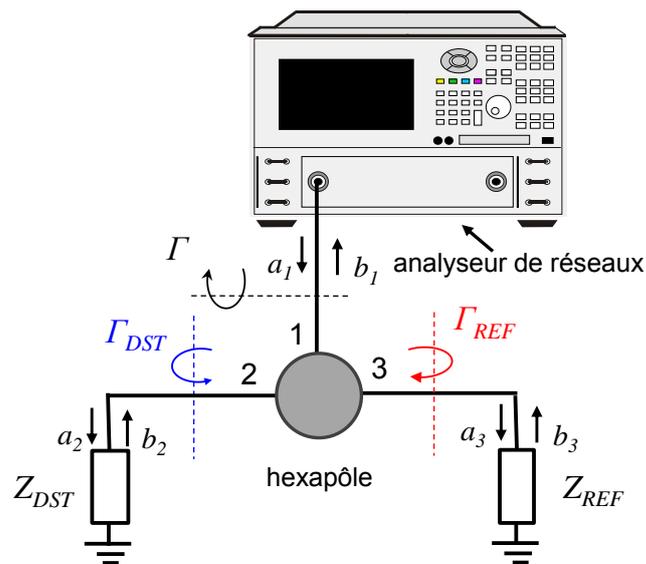
$$\Gamma = \Gamma_{DST} - \Gamma_{REF} \quad (\text{II-3})$$

Dans ce cas, le coefficient de réflexion  $\Gamma$ , représente la distance complexe entre les coefficients de réflexion  $\Gamma_{REF}$  et  $\Gamma_{DST}$ .

Dans le but de mettre en œuvre la technique présentée dans ce paragraphe, nous proposons dans la suite de ce manuscrit deux architectures, dites respectivement *en réflexion* et *en transmission* basées sur l'utilisation d'un analyseur de réseaux conventionnel associé à des composants hyperfréquences externes permettant d'appliquer la technique d'interférométrie.

### II.3.3 Configuration de mesure en réflexion

Dans cette partie, nous décrivons une architecture de système basée sur la méthode interférométrique décrite au paragraphe précédent. Bien qu'il soit tout à fait envisageable de modifier matériellement l'architecture d'un analyseur de réseaux commercial, une solution alternative consiste à adjoindre à l'analyseur, en externe, un hexapôle connecté sur le port 1 (port de mesure en réflexion) (Figure II-4). Dans cette configuration, les ports de sorties 2 et 3 de l'hexapôle sont connectés respectivement au dispositif sous test ( $Z_{DST}$ ) et au tuner d'impédances ( $Z_{REF}$ ).



**Figure II-4 : Configuration du système de mesure interférométrique en réflexion.**

Dans la suite de cette étude, nous établissons le modèle de calibration permettant d'exprimer la grandeur mesurée  $\Gamma$  en fonction du paramètre d'intérêt  $\Gamma_{DST}$ . C'est, à partir de cette modélisation et du protocole de calibration associé que le coefficient de réflexion du dispositif sous test est extrait de la mesure.

Les ondes incidentes et émergentes aux ports 1, 2 et 3 sont reliées aux paramètres  $S_{ij}$  de l'hexapôle par les équations suivantes :

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 + S_{13}a_3$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 + S_{23}a_3 \quad (\text{II-4})$$

$$b_3 = S_{31}a_1 + S_{32}a_2 + S_{33}a_3.$$

De plus, comme les ports 2 et 3 de l'hexapôle sont connectés respectivement aux dispositifs sous test et de référence de coefficients de réflexion  $\Gamma_{DST}$  et  $\Gamma_{REF}$  on peut donc ajouter deux informations supplémentaires traduites par les équations :

$$a_2 = \Gamma_{DST}b_2 \quad (\text{II-5})$$

$$a_3 = \Gamma_{REF}b_3 \quad (\text{II-6})$$

Les six variables  $a_i$  et  $b_i$  ( $i = 1, 2, 3$ ) sont donc reliées par cinq relations linéaires que constituent les équations (II-4) à (II-6). Il est donc possible d'exprimer les ondes  $a_1$  et  $b_1$  en fonction des paramètres  $S_{ij}$  ( $i = 1, 2, 3$  et  $j = 1, 2, 3$ ) de l'hexapôle ainsi que de  $\Gamma_{DST}$  et  $\Gamma_{REF}$ . A partir de ces relations, nous dérivons donc le coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré par le VNA par

$$\Gamma = \frac{b_1}{a_1} = \alpha_1 + \frac{\alpha_2 \Gamma_{DST}}{\alpha_3 - \alpha_4 \Gamma_{DST}} \quad (\text{II-7})$$

Avec

$$\alpha_1 = S_{11} + \frac{S_{13}S_{31}}{\alpha_0} \quad \text{et} \quad \alpha_0 = \frac{1}{\Gamma_{REF}} - S_{33} \quad (\text{II-8})$$

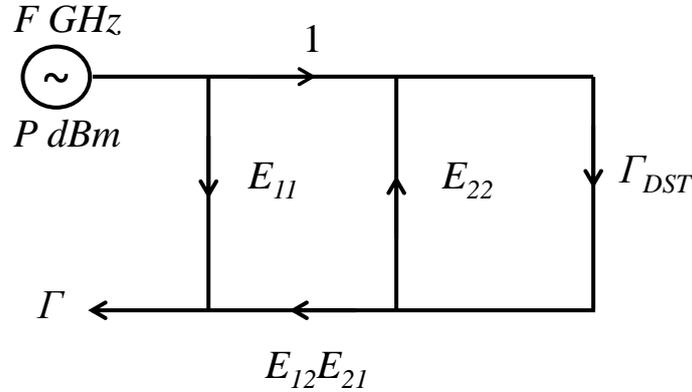
$$\alpha_2 = [S_{12}S_{21}\alpha_0^2 + S_{12}S_{23}S_{31}\alpha_0 + S_{13}S_{32}S_{21}\alpha_0 + S_{13}S_{32}S_{23}S_{31}]\Gamma_{REF} \quad (\text{II-9})$$

$$\alpha_3 = (1 - S_{33}\Gamma_{REF})\alpha_0 \quad (\text{II-10})$$

$$\alpha_4 = (S_{22} - S_{22}S_{33}\Gamma_{REF} + S_{23}S_{32}\Gamma_{REF})\alpha_0 \quad (\text{II-11})$$

La relation (II-7) permet de faire le lien, au travers de la connaissance des quatre paramètres complexes  $\alpha_i$  ( $i = 1, \dots, 4$ ), entre le coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré par l'analyseur de réseaux vectoriel et le coefficient de réflexion du dispositif sous test  $\Gamma_{DST}$ . Le modèle de

calibrage physique classiquement utilisé permet également de faire ce lien [Figure (II-5)] [AGI 14].



**Figure II-5 : Modèle de calibrage un port.**

Sur ce graphe de fluence,  $\Gamma$  représente le coefficient de réflexion effectivement mesuré (entaché d'erreurs) tandis que  $\Gamma_{DST}$  est le coefficient de réflexion réellement présenté par la charge. Les grandeurs  $E_{11}$ ,  $E_{22}$  et  $E_{12}E_{21}$  indiquent respectivement l'erreur de directivité, l'erreur d'adaptation de la source et l'erreur de réponse en fréquence [AGI 14].

A partir de ce graphe et par utilisation de la règle de MASON [HAD 07], nous déduisons la relation qui lie  $\Gamma$  et  $\Gamma_{DST}$ .

$$\Gamma = E_{11} + \frac{E_{12}E_{21}\Gamma_{DST}}{1 - E_{22}\Gamma_{DST}} \quad (\text{II-12})$$

Par identification des relations (II-7) et (II-12), les coefficients de calibrage sont donnés par

$$\begin{aligned} E_{11} &= \alpha_1 \\ E_{22} &= \alpha_4 / \alpha_3 \\ E_{12}E_{21} &= \alpha_2 / \alpha_3 \end{aligned} \quad (\text{II-13})$$

Après inversion de l'équation (II-12), on obtient le coefficient de réflexion  $\Gamma_{DST}$  présenté par la charge :

$$\Gamma_{DST} = \frac{\Gamma - E_{11}}{E_{12}E_{21} - E_{11}E_{22} + E_{22}\Gamma} \quad (\text{II-14})$$

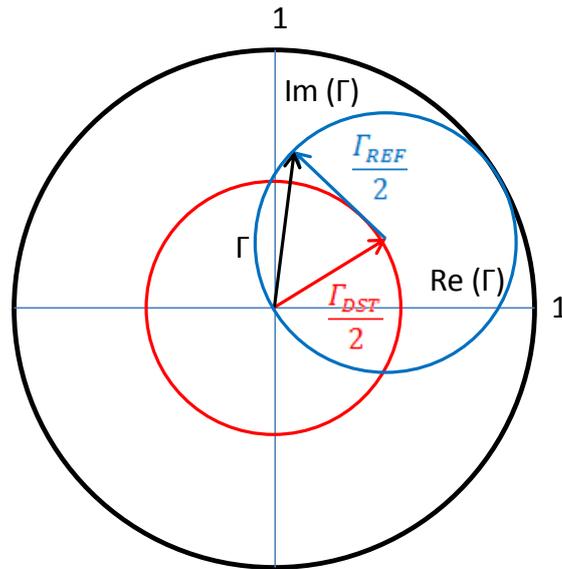
La relation (II-14) permet ainsi d'exprimer le coefficient de réflexion du DST haute impédance en fonction du coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré par l'analyseur de réseaux vectoriel ainsi que des trois coefficients de calibrage. Ces derniers dépendent théoriquement des paramètres  $S_{ij}$  de l'hexapôle ainsi que du coefficient de réflexion  $\Gamma_{REF}$  du tuner d'impédances. En particulier, nous rappelons que la valeur de  $\Gamma_{REF}$  est choisie de telle manière à annuler  $\Gamma_{DST}$ . Signalons à cet effet que les adaptations ( $S_{ii}$  pour  $i = 1, 2, 3$ ) et l'isolation ( $S_{32}$ ) de l'hexapôle vont conditionner la valeur de  $\Gamma_{REF}$ . Nous proposons donc dans la suite de cette étude d'évaluer l'impact des imperfections de l'hexapôle sur la procédure d'annulation de l'onde. A cet effet, nous considérons en premier lieu le cas particulier d'un diviseur de puissance parfait, décrit par la matrice S suivante :

$$S = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II-15})$$

Le coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré théoriquement par l'analyseur de réseaux est donné par :

$$\Gamma = \frac{b_1}{a_1} = \frac{1}{2} (\Gamma_{REF} + \Gamma_{DST}) \quad (\text{II-16})$$

En considérant le cas particulier d'une charge correspondant à un circuit ouvert ( $|\Gamma_{DST}| = 1$ ), la représentation graphique de  $\Gamma$  dans le plan complexe lorsque la phase de  $\Gamma_{REF}$  varie continuellement est donnée en figure II-6.



**Figure II-6 : Représentation graphique du coefficient de réflexion  $\Gamma$ .**

Comme le montre la figure II-6, le coefficient de réflexion mesuré  $\Gamma$  mesuré par l'analyseur de réseaux représente les points du cercle de rayon  $\frac{1}{2}$  avec le centre à  $\Gamma_{DST}/2$ . A partir de cette figure, on peut constater que le module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  varie entre 0 et 1 en fonction de la phase et le module du coefficient de réflexion  $\Gamma_{REF}$ . A partir de ces considérations, on peut remarquer qu'il est possible d'annuler le coefficient de réflexion mesuré dans le but d'amener l'impédance du DST au centre de l'abaque de Smith et bénéficier ainsi de la sensibilité maximale de l'analyseur de réseaux.

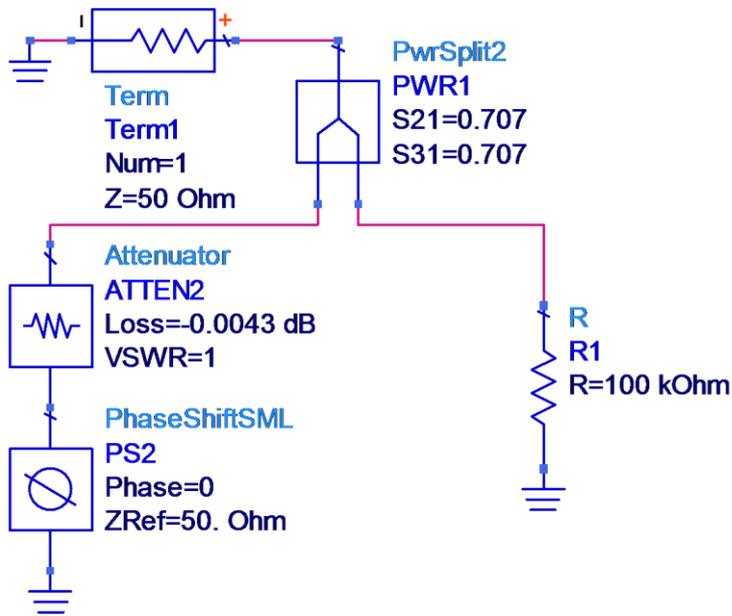
Deux exemples d'illustration sont donnés dans la suite de cette étude. Le premier concerne un dipôle résistif et le deuxième un dipôle réactif représenté par une capacité.

Si l'on considère pour le premier exemple un dispositif sous test d'impédance  $100 \text{ K}\Omega$ , le coefficient de réflexion mesuré par le VNA dans ce cas est de  $0.9990004998$ . Afin d'annuler le coefficient de réflexion mesuré en utilisant le système de mesure interférométrique représenté sur la figure II-4 ( $\Gamma = \frac{1}{2}(\Gamma_{REF} + \Gamma_{DST})$ ), il faut que  $\Gamma_{REF} = -\Gamma_{DST} = -0.9990004998$ .  $\Gamma_{REF}$  doit évidemment présenter le même module que  $\Gamma_{DST}$  et un déphasage de  $\pi$ .

Considérons maintenant le cas d'un dipôle réactif telle une capacité de 10 fF. Le coefficient de réflexion  $\Gamma_{DST}$  mesuré par le VNA à une fréquence de 1 GHz présente un module unitaire et un déphasage de  $-0.359998816^\circ$ .

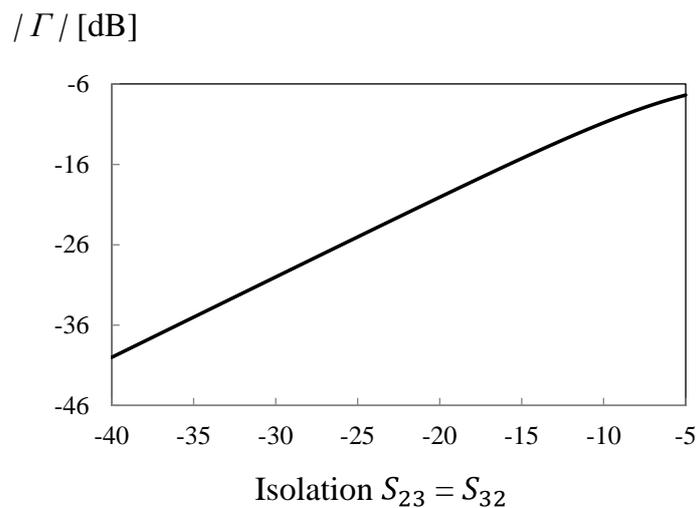
Afin d'annuler le coefficient de réflexion ( $\Gamma = \frac{1}{2}(\Gamma_{REF} + \Gamma_{DST})$ ), il faut que  $\Gamma_{REF}$  ait donc un module de 1 et une phase  $\varphi = (-0.359998816 + 180 + 2n180)^\circ$ .

D'après ces exemples, il apparaît qu'il est tout à fait envisageable d'*amener* des impédances élevées au centre de l'abaque de Smith pour bénéficier de la sensibilité maximale de l'instrument de mesure. Cependant, ces deux exemples d'illustration sommaires considèrent le cas particulier d'un hexapôle parfait. Afin d'étudier l'influence de l'adaptation et de l'isolation des ports du diviseur de puissance sur la procédure d'annulation, nous avons utilisé le logiciel de simulation Agilent Advanced Design System (ADS<sup>TM</sup>). La figure II-7 représente le schéma ADS<sup>TM</sup> de l'interféromètre en réflexion en considérant un diviseur de puissance parfait et une impédance de 100 K $\Omega$  comme dispositif sous test haute impédance. L'impédance de référence est représentée par un atténuateur en série avec un déphaseur terminé par un court-circuit. Dans ce cas, pour pouvoir annuler le coefficient de réflexion  $\Gamma$  les valeurs de l'atténuation et du déphasage sont respectivement égales à  $\sqrt{0.9990004998}$  et à  $0^\circ$  puisque  $\Gamma_{REF} = -\Gamma_{DST} = -0.9990004998$  ( $\Gamma_{REF}$  présente le même module que  $\Gamma_{DST}$  et un déphasage de  $\pi$  introduit par le court-circuit utilisé).



**Figure II-7 : Schéma ADS™ de l'interféromètre en réflexion en considérant une impédance de 100 KΩ comme dispositif sous test.**

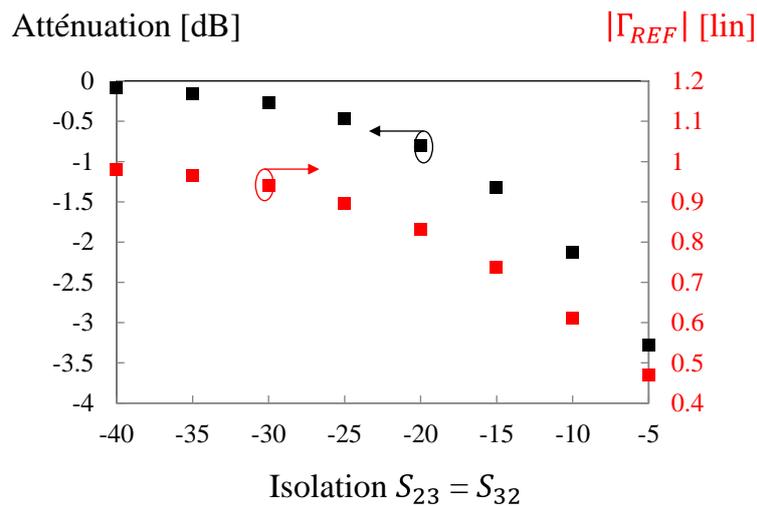
La figure II-8 représente la variation du module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré lorsque l'isolation  $S_{23}=S_{32}$  varie de -40 à -5 dB avec un pas de 1 dB. On note que les valeurs de l'atténuation et du déphasage calculées pour annuler le coefficient de réflexion  $\Gamma$  dans le cas d'un hexapôle parfait restent fixes et sont égales à  $\sqrt{0.9990004998}$  et à  $0^\circ$ .



**Figure II-8 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de l'isolation.**

Les signaux ‘parasites’ traversant la voie isolée du diviseur de puissance impactent de manière significative le niveau du module du coefficient de réflexion  $\Gamma$ . En particulier, pour des niveaux d’annulation bas (autour de -100 dB), le coefficient de réflexion mesuré correspond quasiment à la valeur de l’isolation. En effet, le signal d’intérêt devient dans ce cas précis négligeable devant le niveau des signaux parasites.

Notons que les diviseurs de puissance conventionnels présentent des niveaux d’isolation compris entre -10 et -40 dB. Par conséquent, il est nécessaire de prendre en compte l’isolation dans le processus d’annulation du signal mesuré par l’analyseur de réseaux. Dans l’exemple présent, afin d’annuler le coefficient de réflexion mesuré, les valeurs de l’atténuation sont réajustées par un paramétrage sur ADS pour chaque valeur d’isolation allant de -40 à -5 dB. Les variations de l’atténuation et de  $\Gamma_{REF}$  en fonction de l’isolation du diviseur de puissance sont représentées sur la figure II-9. Le déphasage du tuner est égal à  $180^\circ$ .



**Figure II-9 : Variation de l’atténuation et de  $\Gamma_{REF}$  en fonction de l’isolation du diviseur de puissance.**

D’après cette figure, on remarque que lorsque l’isolation varie de -40 à -5 dB, l’atténuation varie de -0.09 dB à -3.28 dB et que  $\Gamma_{REF}$  varie de 0.98 à 0.47.

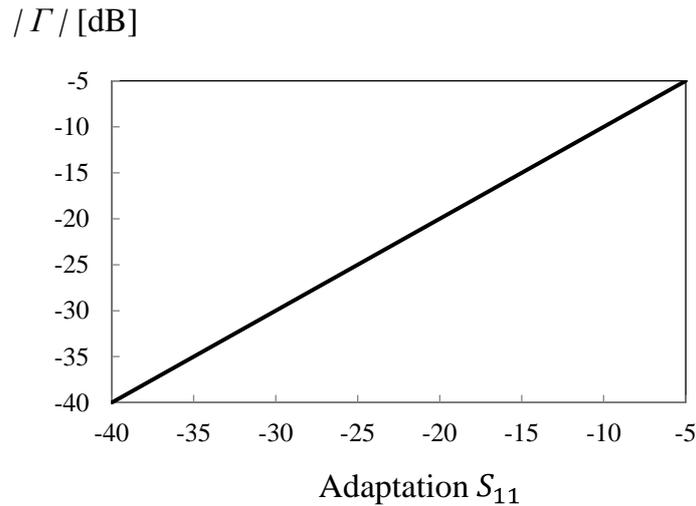
Le tableau II-1 représente les valeurs réajustées de l’atténuation et du module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  simulé pour les différentes valeurs de l’isolation.

Isolation (dB)	-40	-35	-30	-25	-20	-15	-10	-5
Atténuation (dB)	-0.09	-0.16	-0.27	-0.47	-0.8	-1.32	-2.13	-3.28
$ \Gamma $	$2.99 \cdot 10^{-5}$	$4.64 \cdot 10^{-4}$	$4.84 \cdot 10^{-5}$	$3.7 \cdot 10^{-4}$	$5.22 \cdot 10^{-4}$	$5.3 \cdot 10^{-4}$	$1.17 \cdot 10^{-4}$	$5.03 \cdot 10^{-4}$

**Tableau II-1 : Variation de l'atténuation réajustée et du module du coefficient de réflexion simulé  $\Gamma$ .**

D'après ce tableau, nous notons qu'il est tout à fait envisageable d'éliminer les signaux résiduels induits par l'isolation au travers d'un réajustement de la valeur du module du coefficient de réflexion du tuner d'impédance. Ces simulations nous indiquent également que le pas de contrôle du tuner d'impédance (en module et en phase) va conditionner les performances du dispositif en termes de niveau d'annulation du coefficient de réflexion et donc de sensibilité de mesure.

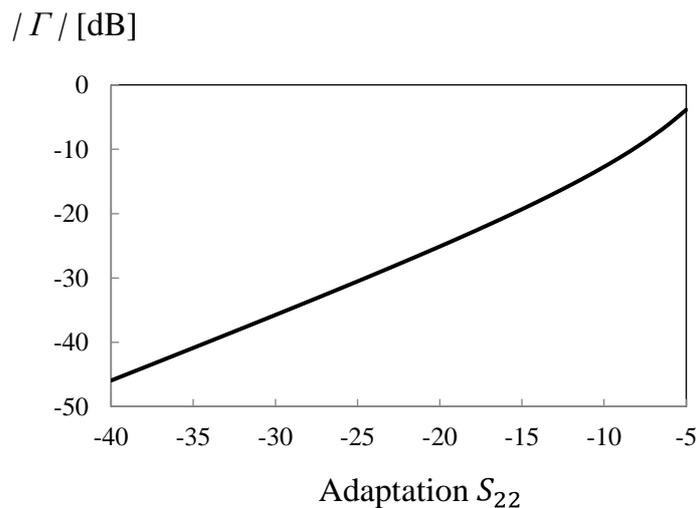
Nous nous intéressons dans la suite à l'influence des désadaptations des ports de mesure du diviseur de puissance. Nous considérons dans un premier temps une désadaptation du port du diviseur de puissance connecté à l'analyseur de réseaux. La figure II-10 représente la variation du module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  mesuré lorsque l'adaptation  $S_{11}$  du port 1 du diviseur de puissance (Figure II-10) varie de -40 à -5 dB avec un pas de 1 dB.



**Figure II-10 : Variation du module du coefficient de réflexion mesuré  $\Gamma$  en fonction de l'adaptation  $S_{11}$  du diviseur.**

Le module du coefficient de réflexion ainsi simulé correspond à la valeur de l'adaptation  $S_{11}$  du port 1 du diviseur de puissance.

Pour le dernier scénario, le port de mesure connecté au dispositif haute impédance est désadapté. La figure II-11 représente alors la variation du module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  simulé lorsque l'adaptation  $S_{22}$  du port 2 du diviseur de puissance (Figure II-7) varie de -40 à -5 dB avec un pas de 1 dB.



**Figure II-11 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de l'adaptation  $S_{22}$  du diviseur de puissance.**

D'après cette figure, on remarque que le module du coefficient de réflexion dépend de la valeur de l'adaptation  $S_{22}$  du port 2 du diviseur de puissance. Lorsque l'adaptation varie de -40 à -5 dB, le module du coefficient de réflexion varie d'environ -46 à -4 dB.

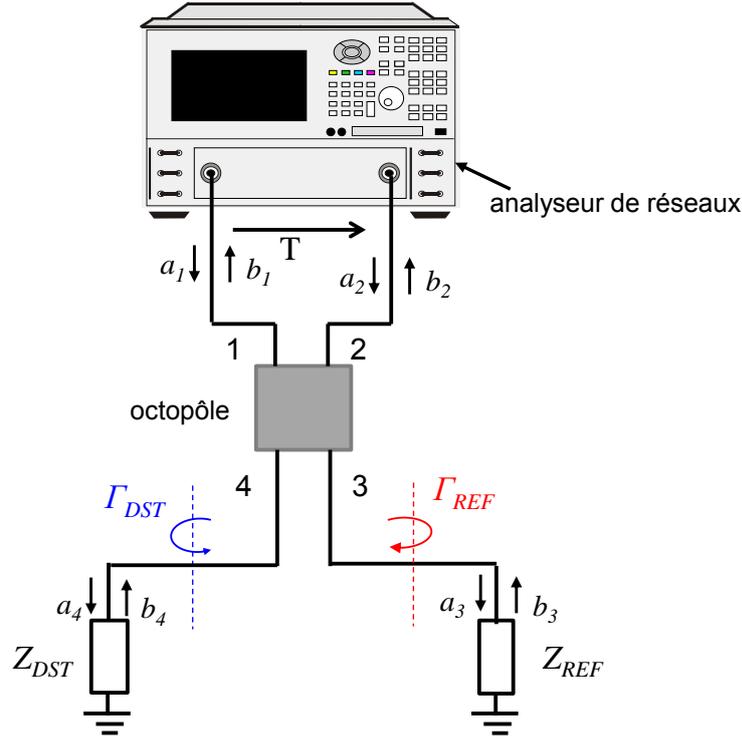
D'après ces résultats, on note que l'adaptation et l'isolation des ports du diviseur de puissance peuvent nettement influencer la procédure d'annulation. Par conséquent, afin d'assurer un meilleur niveau d'annulation et donc une meilleure sensibilité de mesure, il est important d'utiliser un hexapôle avec de bonnes caractéristiques (adaptation et isolation).

Après avoir présenté la configuration de mesure de l'interféromètre en réflexion, une deuxième configuration dite en transmission est présentée dans la suite.

### II.3.4 Configuration de mesure en transmission

Une architecture basée sur l'utilisation d'un octopôle externe est proposée dans ce paragraphe (Figure II-12). Contrairement à la configuration présentée précédemment, la topologie proposée ici permet de séparer les signaux incident et réfléchi par le DST. Cette architecture présente deux avantages majeurs : 1) le signal réfléchi par le DST est mesuré dans une configuration de transmission (utilisation des 2 ports de l'analyseur), pour laquelle les analyseurs de réseaux vectoriels présentent des précisions de mesure bien au-delà des mesures en réflexion [ROH 08], 2) la topologie retenue permet d'insérer un amplificateur faible bruit en amont du port de mesure en transmission afin d'augmenter la sensibilité pour la mesure de faibles contrastes d'impédances.

Les deux ports de mesure de l'analyseur de réseaux sont connectés directement aux ports d'entrée de l'octopôle (Figure II-12). Les deux ports de sortie de l'octopôle sont connectés respectivement au dispositif sous test d'impédance  $Z_{DST}$  et au dispositif de référence d'impédance  $Z_{REF}$ . De la même façon que dans le cas de la configuration en réflexion, les coefficients de réflexion présentés par le dispositif sous test et par le dispositif de référence sont respectivement notés  $\Gamma_{DST}$  et  $\Gamma_{REF}$ .



**Figure II-12: Configuration du système de mesure interférométrique en transmission.**

Les ondes incidentes et émergentes sur le l'octopôle sont reliées aux paramètres  $S_{ij}$  de l'octopôle par les relations suivantes

$$\begin{aligned}
 b_1 &= S_{11}a_1 + S_{12}a_2 + S_{13}a_3 + S_{14}a_4 \\
 b_2 &= S_{21}a_1 + S_{22}a_2 + S_{23}a_3 + S_{24}a_4 \\
 b_3 &= S_{31}a_1 + S_{32}a_2 + S_{33}a_3 + S_{34}a_4 \\
 b_4 &= S_{41}a_1 + S_{42}a_2 + S_{43}a_3 + S_{44}a_4.
 \end{aligned}
 \tag{II-17}$$

De plus, comme les ports 4 et 3 de l'octopôle sont connectés respectivement aux dispositifs sous test et de référence (coefficients de réflexion  $\Gamma_{DST}$  et  $\Gamma_{REF}$ ), on peut donc ajouter deux informations supplémentaires données par les équations:

$$a_4 = \Gamma_{DST}b_4 \tag{II-18}$$

$$a_3 = \Gamma_{REF}b_3 \tag{II-19}$$

Aucun signal n'est injecté au port 2 (port de mesure en transmission) de l'analyseur de réseaux, on ajoute alors une troisième information traduite par l'équation :

$$a_2 = 0 \quad (\text{II-20})$$

Les huit variables  $a_i$  et  $b_i$  ( $i = 1, 2, 3, 4$ ) sont donc reliées par sept relations linéaires que constituent les équations (II-17) à (II-20). Il est donc possible d'exprimer les ondes  $a_1$  et  $b_2$  en fonction des paramètres  $S_{ij}$  ( $i = 1, 2, 3, 4$  et  $j = 1, 2, 3, 4$ ) de l'octopôle ainsi que de  $\Gamma_{DST}$  et  $\Gamma_{REF}$ . Le coefficient de transmission  $T$  mesuré par le VNA qui en découle est donné par la relation suivante :

$$T = \frac{b_2}{a_1} = \alpha_0 + \frac{\alpha_1 + \alpha_2 \Gamma_{DST} + \alpha_3 \Gamma_{DST}^2}{\alpha_4 + \alpha_5 \Gamma_{DST} + \alpha_6 \Gamma_{DST}^2} \quad (\text{II-21})$$

avec

$$\alpha_0 = S_{21} \quad (\text{II-22})$$

$$\alpha_1 = S_{23} S_{31} \Gamma_{REF} \quad (\text{II-23})$$

$$\alpha_2 = (S_{23} S_{34} S_{41} - 2S_{23} S_{31} S_{44} + S_{31} S_{24} S_{43} - S_{24} S_{41} S_{33}) \Gamma_{REF} + S_{24} S_{41} \quad (\text{II-24})$$

$$\alpha_3 = (S_{23} S_{44}^2 S_{31} - S_{23} S_{44} S_{34} S_{41} + S_{24} S_{44} S_{33} S_{41} - S_{24} S_{41} S_{34} S_{43} - S_{24} S_{43} S_{31} S_{44} + S_{24} S_{43} S_{34} S_{41}) \Gamma_{REF} - S_{24} S_{41} S_{44} \quad (\text{II-25})$$

$$\alpha_4 = 1 - S_{33} \Gamma_{REF} \quad (\text{II-26})$$

$$\alpha_5 = (S_{33} S_{44} - S_{43} S_{34} + S_{44} S_{33}) \Gamma_{REF} - 2S_{44} \quad (\text{II-27})$$

$$\alpha_6 = (-S_{33} S_{44}^2 - S_{44} S_{43} S_{34}) \Gamma_{REF} + S_{44}^2 \quad (\text{II-28})$$

Les sept coefficients  $\alpha_i$  ( $i = 0, 1, \dots, 6$ ) contenus dans l'expression liant  $\Gamma_{DST}$  et  $T$  dépendent théoriquement des paramètres  $S_{ij}$  de l'octopôle ainsi que du coefficient de réflexion  $\Gamma_{REF}$  du tuner d'impédance. Signalons à cet effet que les adaptations ( $S_{ii}$  pour  $i = 1, 2, 3, 4$ ) et les isolations ( $S_{21}, S_{43}$ ) de l'octopôle vont conditionner la valeur de  $\Gamma_{REF}$ .

Si l'on considère le cas particulier d'un octopôle correspondant à un couleur hybride 3 dB-90° parfait, celui-ci est décrit par la matrice  $S$  suivante (conformément aux numéros retenus en figure II-11) :

$$S = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 & -j \\ 0 & 0 & 1 & -j \\ 1 & 1 & 0 & 0 \\ -j & -j & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II-29})$$

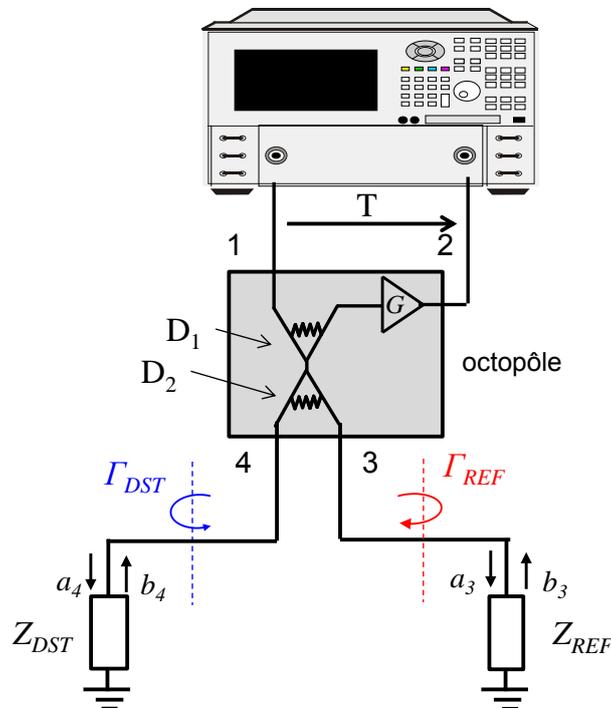
Dans ce cas, le coefficient de transmission mesuré devient :

$$T = \frac{b_2}{a_1} = \frac{1}{2} (\Gamma_{REF} - \Gamma_{DST}) \quad (\text{II-30})$$

Par conséquent, le coefficient de réflexion du dispositif sous test est donné par:

$$\Gamma_{DST} = \Gamma_{REF} - 2T \quad (\text{II-31})$$

Afin de diminuer l'incertitude de mesure de l'analyseur de réseaux et d'améliorer par conséquent d'avantage la sensibilité de mesure, une deuxième configuration en transmission est proposée. Dans ce cas, le coupleur est remplacé par deux diviseurs de puissance montés en tête bêche comme le montre la figure II-13 [BAK 13\_a].



**Figure II-13: Configuration du système de mesure interférométrique en transmission basé sur l'utilisation de deux diviseurs de puissance.**

Dans cette configuration, le signal hyperfréquence est délivré par le port 1 (port de mesure en réflexion) de l'analyseur de réseaux pour alimenter un accès du premier diviseur de puissance  $D_1$ . A la sortie de  $D_1$ , le signal est divisé en deux au moyen du second diviseur de puissance  $D_2$  pour alimenter les ports connectés au dispositif sous test et au dispositif de référence. Les signaux réfléchis (coefficients de réflexion  $\Gamma_{DST}$  et  $\Gamma_{REF}$ ) traversent de nouveaux  $D_2$  et  $D_1$  avant d'être amplifiés puis injectés sur le port 2 (port de mesure en transmission) de l'analyseur de réseaux.

Si l'on considère le cas particulier d'un octopôle correspondant à deux diviseurs de puissance et un amplificateur (de gain  $G$ ) parfaits, celui-ci est alors décrit par la matrice  $S$  suivante (suivant les numéros de ports de la figure II-13) :

$$S = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & G & G \\ 1 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{II-32})$$

Dans ce cas, le coefficient de transmission mesuré devient :

$$T = \frac{G}{4} (\Gamma_{DST} + \Gamma_{REF}) \quad (\text{II-33})$$

Par conséquent, le coefficient de réflexion du dispositif sous test après inversion de l'équation II.33 est donné par

$$\Gamma_{DST} = \frac{4T}{G} - \Gamma_{REF} \quad (\text{II-34})$$

L'utilisation d'un amplificateur faible bruit (de gain  $G$ ) en aval de la chaîne interférométrique permet de diminuer l'incertitude de mesure de l'analyseur de réseaux [RAN 07, LEW 08, RAN 10, RAN 11]. Si on suppose que le coefficient de transmission est mesuré avec une incertitude  $\Delta T$ , une erreur  $\Delta \Gamma_{DST}$  est alors engendrée sur le coefficient de réflexion  $\Gamma_{DST}$ :

$$\Gamma_{DST} + \Delta \Gamma_{DST} = \frac{4}{G} (T + \Delta T) - \Gamma_{REF} \quad (\text{II-35})$$

Après soustraction des équations (II.34) et (II.35), on obtient la valeur de l'incertitude sur le coefficient de réflexion d'intérêt  $\Gamma_{DST}$  :

$$\Delta\Gamma_{DST} = \frac{4\Delta T}{G} \quad (\text{II-36})$$

Cette dernière équation montre clairement qu'après amplification, l'incertitude de mesure de l'analyseur de réseaux est réduite d'un facteur  $\frac{G}{4}$ . Ce qui permet d'améliorer la précision de mesure sur le coefficient de réflexion du dispositif sous test.

### II.3.5 Conclusion

Dans cette partie, le principe de la technique interférométrique a été décrit. La technique proposée permet d'adapter des hautes impédances à l'impédance de référence 50 Ohms des appareils de mesure conventionnels et par conséquent de les mesurer avec une bonne sensibilité sur une large gamme de fréquences. La bande de fréquences d'opération est fixée par les caractéristiques de l'analyseur de réseaux et des composants hyperfréquences externes qui ont été utilisés. La mise en œuvre d'un microscope champ proche micro-onde basé sur la technique interférométrique est présentée dans la suite de ce manuscrit.

## II.4 DEVELOPPEMENT DE PLATES-FORMES DE MICROSCOPIE CHAMP-PROCHE PAR INTERFEROMETRIE

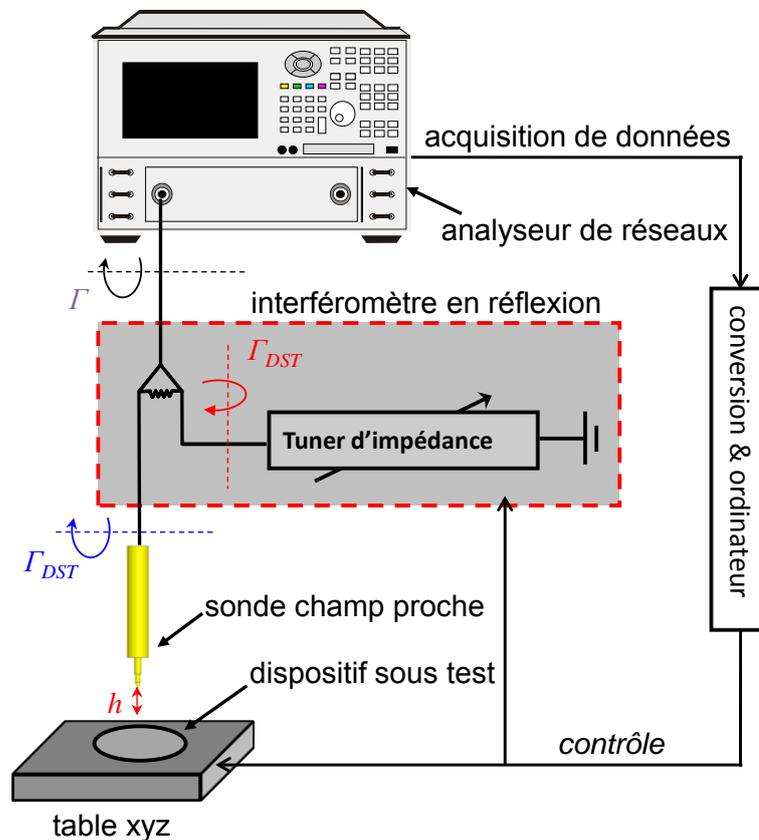
### II.4.1 Introduction

Cette partie du chapitre est dédiée à la présentation de l'implémentation de plates-formes de microscopie selon les techniques décrites au paragraphe précédent. Les deux configurations de mesure, basées sur la technique interférométrique en réflexion et en transmission, sont considérées. En particulier, les différents éléments constituant les plates-formes développées sont décrits et leurs performances évaluées. En effet, de leurs caractéristiques dépend la qualité des plates-formes proposées.

### II.4.2 Configurations des plates-formes de microscopie champ-proche

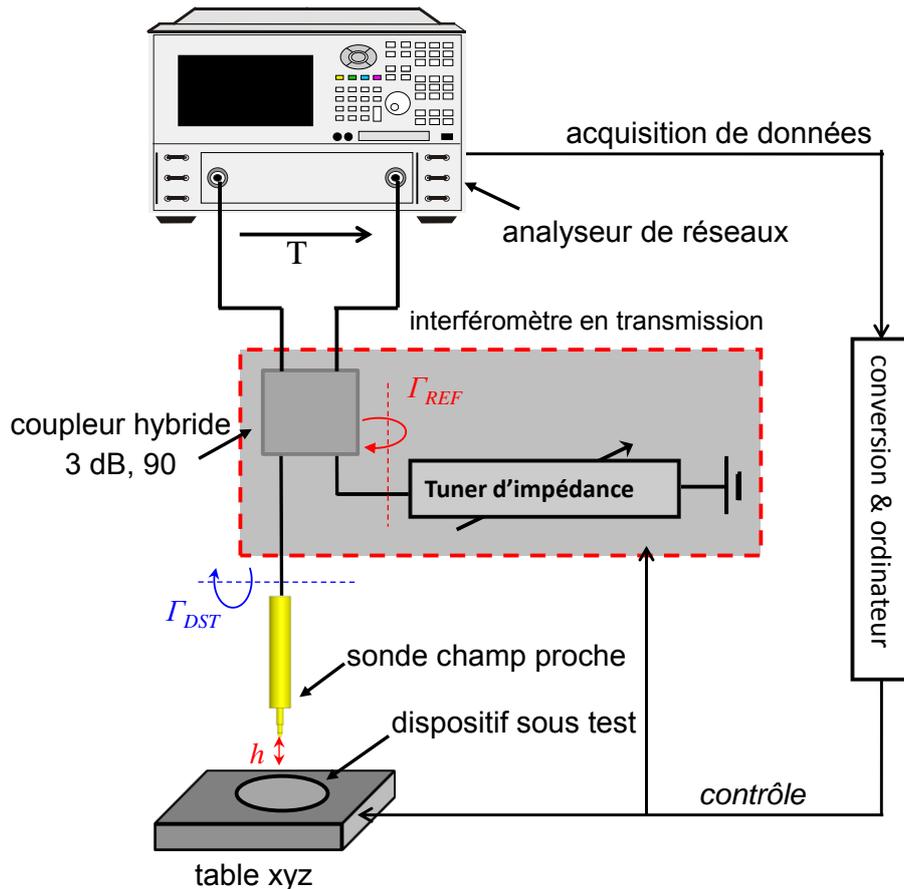
La figure II-14 présente la configuration du microscope micro-onde champ proche opérant en mode de réflexion selon le principe illustré en figure II.4. Ce microscope est basé sur l'association d'un analyseur de réseaux, d'une sonde champ proche évanescente et d'un interféromètre opérant dans une configuration en réflexion [BAK 13\_b]. Ce dernier est constitué d'un diviseur de puissance et d'un tuner d'impédances. Une table x-y-z est utilisée pour déplacer avec précision l'échantillon sous test. Un système de contrôle, d'acquisition et

de traitement des données est également développé pour contrôler la position de l'échantillon et pour gérer la mesure des paramètres de réflexion et de transmission du matériau sous test.



**Figure II-14 : Configuration du microscope micro-onde champ proche basé sur la technique interférométrique en réflexion.**

En figure II-15 nous présentons le microscope micro-onde champ proche opérant en mode de transmission. Celui-ci se différencie du précédent, opérant en mode réflexion, par l'interféromètre qui le constitue qui travaille en transmission. Dans cette configuration l'interféromètre est réalisé à partir d'un coupleur 3dB-90° et d'un tuner d'impédances. On retrouve également un analyseur de réseau pour la production du signal hyperfréquence et la mesure du paramètre de transmission sur la bande de fréquences d'opération, ainsi qu'une sonde champ proche évanescente. La table x-y-z et le système de contrôle, d'acquisition et de traitement des données complètent, comme pour la version précédente, la plate-forme.



**Figure II-15 : Configuration du microscope micro-onde champ proche basé sur la technique interférométrique en transmission.**

Pour les deux configurations (réflexion et transmission), nous choisissons de garder la partie hyperfréquence fixe et de déplacer l'échantillon sous la sonde de mesure. L'objectif est d'éliminer les erreurs dues aux bruits mécaniques (vibrations et mouvements des câbles ainsi que des composants hyperfréquences). Pour cela, le matériau sous test est disposé sur une table de positionnement x-y-z du commerce qui offre une précision de déplacement sur les trois axes d'environ  $\pm 1 \mu\text{m}$ . Enfin comme indiqué précédemment, une unité de traitement de données a été développée pour contrôler la position de l'échantillon et pour gérer la mesure des paramètres de réflexion et de transmission du matériau sous test.

Dans la suite de cette section dédiée à la description des plates-formes nous présentons les principaux éléments constitutifs de celles-ci, à savoir l'appareil de mesure hyperfréquence, le tuner d'impédances et la sonde champ proche.

### II.4.3 Systèmes de mesure vectoriels

Le choix qui a été fait lors de cette étude est de retenir comme système de mesure vectoriel, dans un premier temps, l'appareil de mesure classiquement utilisé dans le domaine microonde à savoir un analyseur de réseaux. En effet, comme nous l'avons vu au chapitre précédent, bien qu'il existe des solutions alternatives à cet équipement nous avons fait le choix dans cette étape de développement de garder cet appareil de mesure. Deux analyseurs de réseaux commerciaux ont été utilisés, le premier est le Rohde & Schwarz ZVL6 et le second le PNA-X N5242A d'Agilent Technologies.

Pour ce qui concerne le Rohde & Schwarz, il permet la mesure des paramètres de réflexion et de transmission de 9KHz à 6 GHz avec une dynamique de mesure pouvant atteindre 100 dB pour une fréquence intermédiaire (IF) de 100 Hz.

La figure II-16 montre une photographie de l'analyseur de réseaux Rohde & Schwarz ZVL6 [ROH 08].



**Figure II-16 : Photo de l'analyseur de réseaux Rohde & Schwarz ZVL6 [ROH 08].**

Le tableau II-2 montre la précision de mesure donnée par le constructeur [ROH 08].

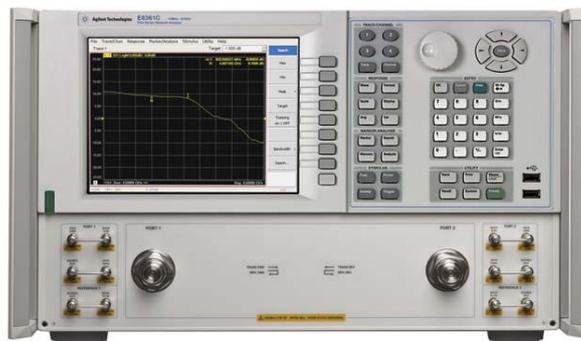
Précision de mesure en réflexion	max	$ \Gamma  < 3 \text{ dB et } \arg(\Gamma) < 20^\circ$
	Min	$ \Gamma  < 0.4 \text{ dB et } \arg(\Gamma) < 3^\circ$
Précision de mesure en transmission	Max	$ T  < 0.3 \text{ dB et } \arg(T) < 3^\circ$
	Min	$ T  < 0.2 \text{ dB et } \arg(T) < 2^\circ$

**Tableau II-2 : Précision de mesure de l'analyseur de réseaux Rohde & Schwarz ZVL6.**

D'après ce tableau, on note une précision de mesure minimale en réflexion inférieure à 0.4 dB en module et à 3° en phase et une précision de mesure minimale en transmission inférieure à 0.2 dB en module et à 2° en phase.

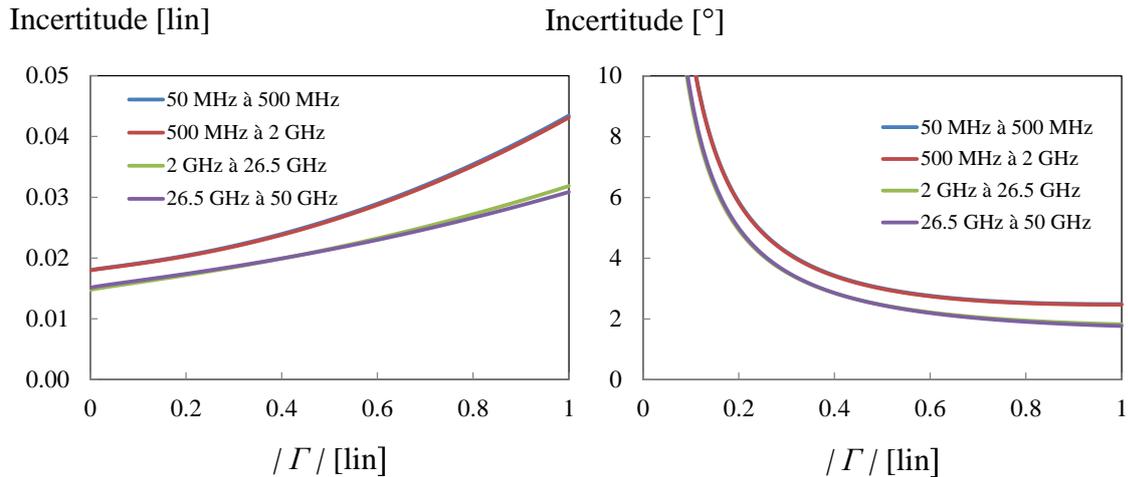
Le deuxième instrument, un analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies, permet la mesure des paramètres de réflexion et de transmission de 10 MHz à 26.5 GHz avec une dynamique meilleure que 110 dB pour une fréquence intermédiaire (IF) de 10 Hz.

La figure II-17 montre la photographie de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].

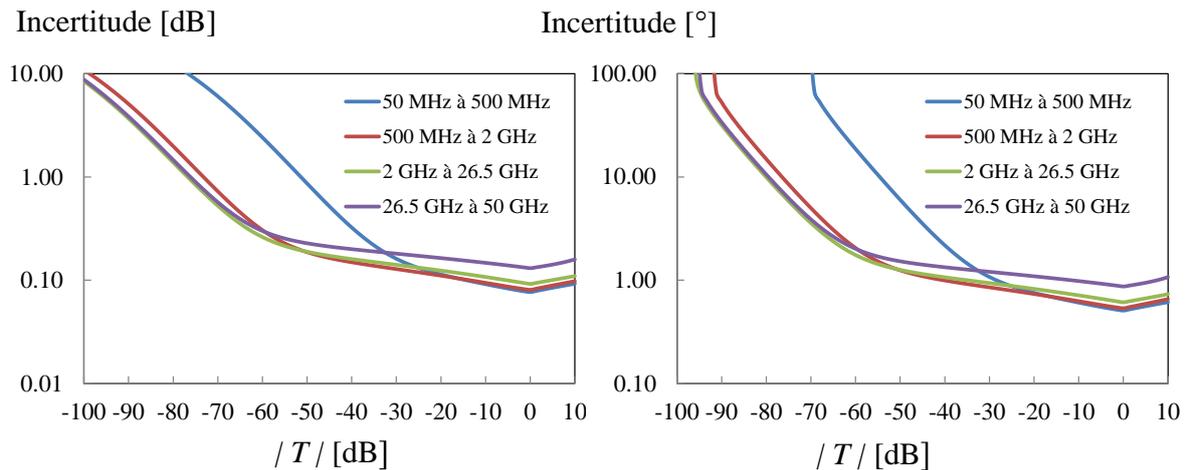


**Figure II-17 : Photo de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].**

Les figures II-18 et II-19 représentent respectivement la précision de mesure en réflexion et en transmission de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A en utilisant le kit de calibration 85058B.



**Figure II-18 : Précision de mesure en réflexion de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].**

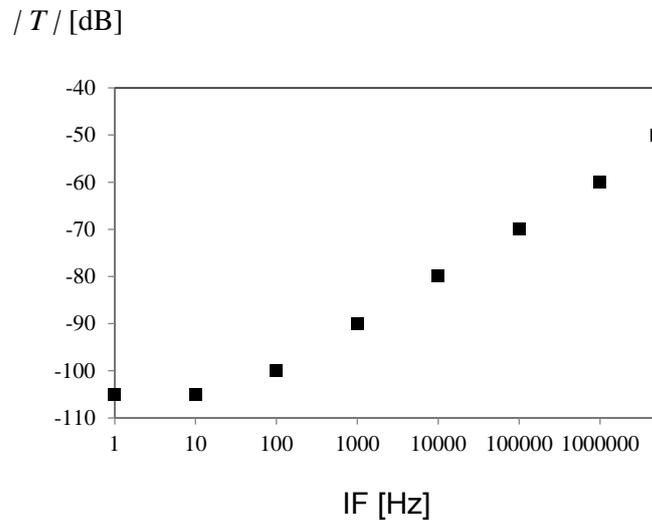


**Figure II-19 : Précision de mesure en transmission de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A d'Agilent Technologies [AGI 14].**

D'après ces graphes, on note une précision de mesure minimale en réflexion de 0.015 en module et de  $2^\circ$  en phase et une précision de mesure minimale en transmission inférieure à 0.1 dB en module et à  $1^\circ$  en phase.

Nous avons également étudié l'influence de la fréquence intermédiaire IFBW sur le seuil de sensibilité de l'analyseur de réseaux PNA-X N5242A. Pour cela nous avons connecté deux charges adaptées sur les ports de mesure du VNA puis nous avons mesuré le module du coefficient transmission en fonction de l'IF. La figure II-20 représente la valeur du module du

coefficient de transmission en fonction de l'IF. Signalons que la valeur mesurée est quasiment constante sur la bande de fréquences d'opération du VNA.



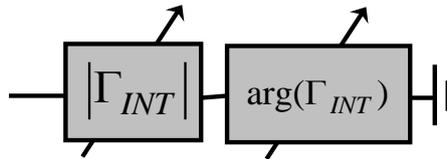
**Figure II-20 : Variation du coefficient de transmission en fonction de la fréquence intermédiaire (IF) - F = 2.5 GHz.**

Cette figure confirme que la précision de mesure dépend bien de la valeur de l'IF et que la valeur minimale du coefficient de transmission est atteinte lorsque la fréquence intermédiaire est la plus basse possible (1 Hz). Notons également que ces mesures sont conformes à celles issues de la documentation constructeur de l'instrument basée sur une méthode différente consistant à éteindre les sources hyperfréquences et à enregistrer les signaux mesurés sur les récepteurs [AGI 14].

#### II.4.4 Tuner d'impédances

Le tuner d'impédance est un élément essentiel du banc de mesure car il est à la base de la méthode d'annulation. En particulier, les performances de mesure en termes de sensibilité sont conditionnées quasiment uniquement par les caractéristiques du tuner d'impédances. Pour s'affranchir du bruit rencontré dans les déphaseurs ou atténuateurs actifs, nous avons opté pour une solution entièrement passive. Néanmoins, pour garantir un contrôle fin et automatisé de l'impédance, nous avons porté notre choix sur des solutions matérielles 'mécaniquement variables' et commandées électroniquement par moteur. La figure II-21 représente le tuner d'impédances utilisé. Ce dernier est constitué d'un atténuateur variable et d'un déphaseur variable terminé par un court-circuit. La variation de l'atténuation et de la

phase du déphaseur permet de générer l'onde d'annulation de module et de phase adéquats. Comme déjà précisé, le tuner d'impédances développé est complètement passif et continuellement variable. Ces caractéristiques vont nous permettre de fixer la fréquence désirée et d'assurer le meilleur niveau d'annulation (jusqu'au bruit du VNA fixé par l'IF) et par conséquent assurer un meilleur coefficient de qualité.



**Figure II-21 : Configuration du tuner d'impédances.**

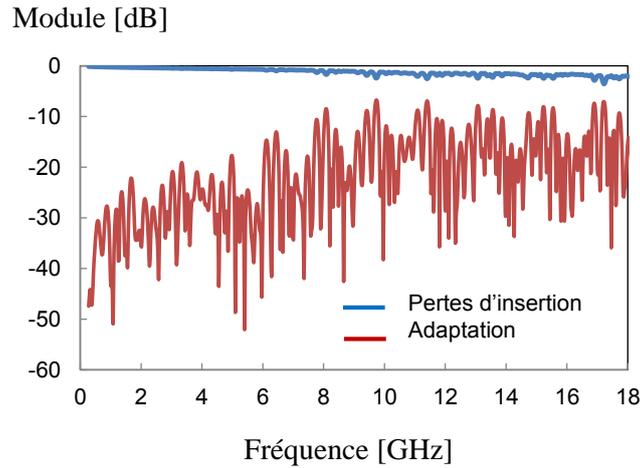
Deux architectures de tuner ont été proposées dans nos travaux. Un tuner d'impédance mécanique constitué d'un atténuateur variable mécaniquement de type Radiall R419133 et d'une ligne à retard variable électriquement haute résolution et programmable de type Colby Instruments PDL-200A Series terminée par un court-circuit.

La deuxième configuration est un tuner d'impédances électronique. Ce dernier est constitué d'un atténuateur, variable électroniquement, motorisé de type ATM AF074H-10-28 et de la même ligne à retard, Colby Instruments PDL-200A terminée par un court-circuit (Figure II-22). Les retards disponibles avec cette ligne vont de 0 à 625 ps pour des fréquences allant du dc à 18 GHz. La résolution du retard est de 0.5 ps, le pas de contrôle pour la phase est par exemple de  $0.36^\circ$  à 2 GHz. La PDL présente une précision absolue de 0,1%.

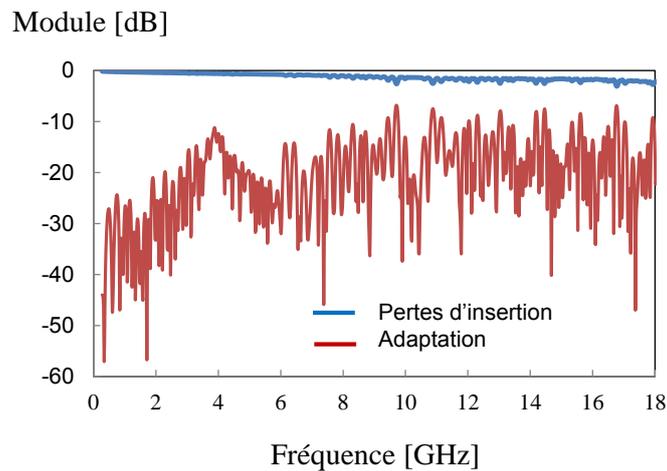


**Figure II-22 : Photo de ligne à retard Colby Instruments PDL-200A.**

L'adaptation et les pertes d'insertion de la ligne à retard pour les retards minimal et maximal (0 et 625 ps) sont représentées respectivement sur les figures II-23 et II-24.



**Figure II-23 : Adaptation et pertes d'insertion de la ligne à retard Colby Instruments PDL-200A pour le retard minimal de 0 ps.**



**Figure II-24 : Adaptation et pertes d'insertion de la ligne à retard Colby Instruments PDL-200A pour le retard maximal de 625 ps.**

D'après ces graphes, on note que l'adaptation de la ligne à retard varie entre -60 et -6 dB et que les pertes d'insertion varient entre 0 et 3 dB dans la bande de fréquences de 0 à 18 GHz.

La possibilité offerte par cette ligne d'une variation fine du retard de façon programmable permet un ajustement fin de la phase du tuner.

Signalons également qu'un atténuateur passif et variable (Radiall R419133) est inséré en amont de la sonde de mesure afin d'équilibrer les pertes du tuner d'impédances (ligne à retard et atténuateur).

La bande de fréquences de l'atténuateur ATM AF074H-10-28 (Figure II-25) est de 2 à 18 GHz. L'adaptation et les pertes d'insertion en position zéro (atténuation minimale) sont représentées respectivement sur les figures II-26 et la figure II-27.



Figure II-25 : Photo de l'atténuateur ATM AF074H-10-28.

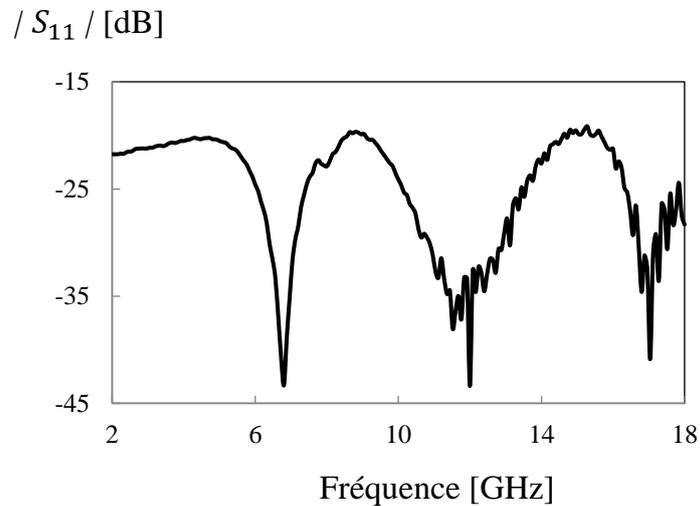


Figure II-26 : Adaptation de l'atténuateur ATM AF074H-10-28 en position zéro.

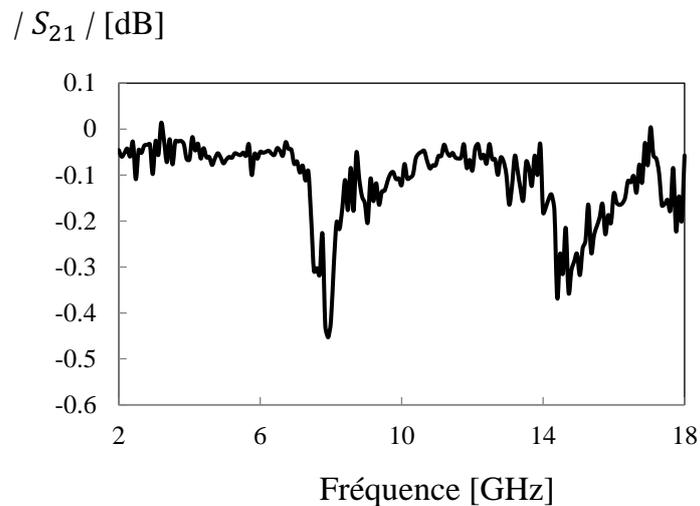


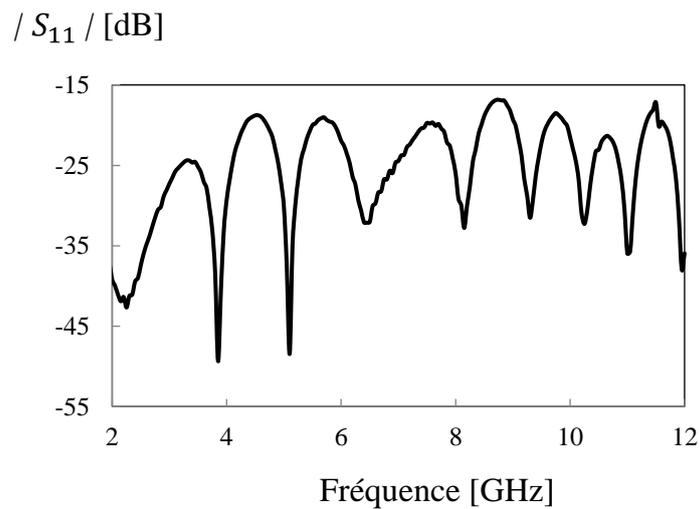
Figure II-27 : Pertes d'insertion de l'atténuateur ATM AF074H-10-28 en position zéro.

D'après ces graphes, on note que l'adaptation de l'atténuateur varie entre -45 et -20 dB et les pertes d'insertion varient entre 0 et 0.45 dB dans la bande de fréquences de 2 à 18 GHz.

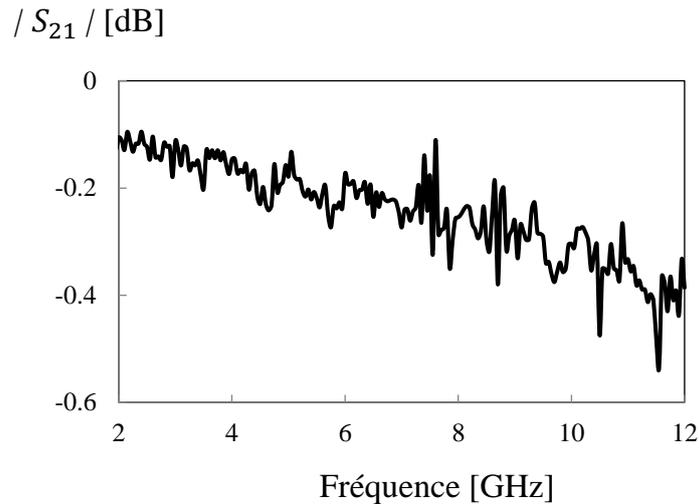
Enfin, l'atténuateur ajouté en vue d'équilibrer les pertes du tuner est lui aussi caractérisé. La bande de fréquences de cet atténuateur, Radiall R419133 (Figure II-28), est de 2 à 12.4 GHz. L'adaptation et les pertes d'insertion sont représentées respectivement sur la figure II-29 et la figure II-30.



**Figure II-28 : Photo de l'atténuateur Radiall R419133.**



**Figure II-29 : Adaptation de l'atténuateur Radiall R419133.**



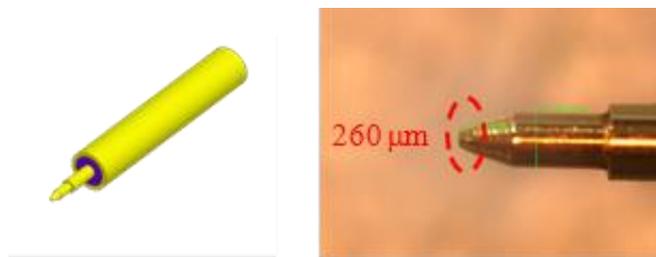
**Figure II-30 : Pertes d'insertion de l'atténuateur Radial R419133.**

Après avoir présenté le système de mesure et le tuner d'impédances mis en œuvre dans les dispositifs ainsi que les résultats de caractérisation de ces systèmes, nous présentons le dernier élément qui entre dans la constitution du banc de mesure, la sonde évanescente.

#### II.4.5 Sondes évanescentes

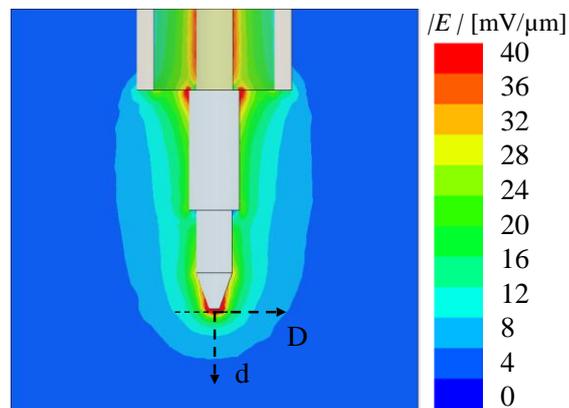
Dans les études qui ont été menées, deux sondes évanescentes basées sur des structures coaxiales ouvertes, se terminant par une pointe de dimension beaucoup plus faible que la longueur d'onde d'utilisation, ont été exploitées.

La première sonde champ proche est une sonde coaxiale ouverte en téflon de longueur 44 cm (diamètre extérieur = 2950  $\mu\text{m}$ , diamètre intérieur = 900  $\mu\text{m}$ ) avec une taille d'apex de 260  $\mu\text{m}$  de diamètre qui s'étend du conducteur intérieur (Figure II-31).

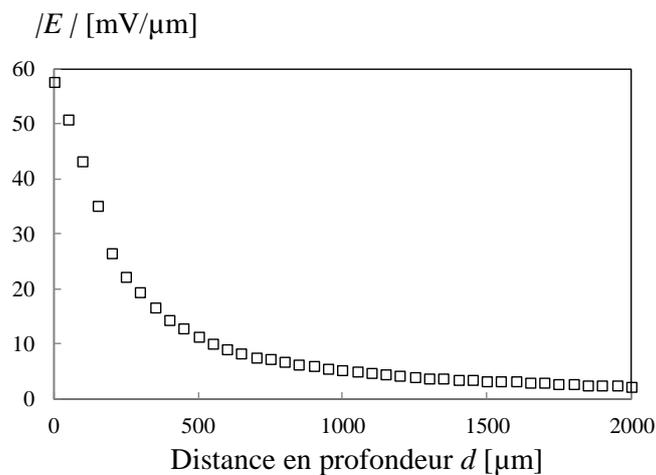


**Figure II-31 : Photographie de la sonde champ proche évanescente avec la pointe de 260  $\mu\text{m}$ .**

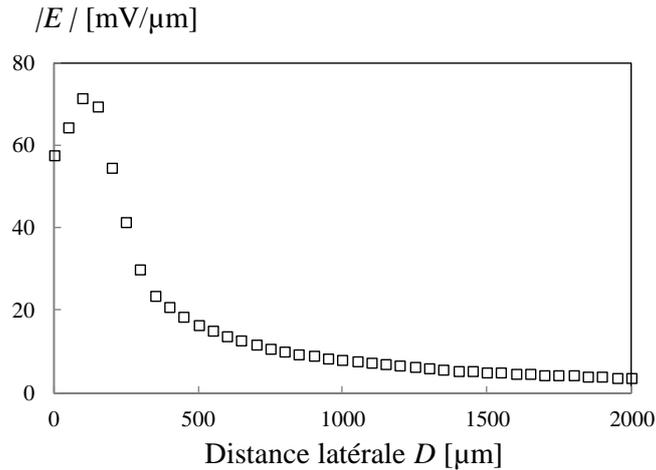
Afin d'étudier la résolution spatiale de la sonde champ proche, nous simulons sur HFSS Ansys<sup>TM</sup> la distribution du champ électrique à proximité de la sonde en espace libre (Figure II-32). D'après la figure II-32 (a) qui représente la cartographie du module du champ électrique à 4 GHz, on confirme bien que les champs électriques sont concentrés autour de la pointe de la sonde. À partir de la figure II-32 (b), on note une variation exponentielle du module du champ électrique en fonction de la distance en profondeur  $d$  par rapport à la pointe. La résolution en profondeur est de l'ordre de la dimension de la pointe. Selon la figure II-32 (c), on note également une variation exponentielle du module du champ électrique en fonction de la distance latérale  $D$ . La résolution latérale est de l'ordre de la dimension de la pointe. On note aussi une bonne sensibilité de mesure dans la zone champ proche définie par la taille de la pointe [ANL 07, TSE 07, IMT 07, HAD 12, HAD 13].



(a) Cartographie du module du champ électrique - F= 4GHz.



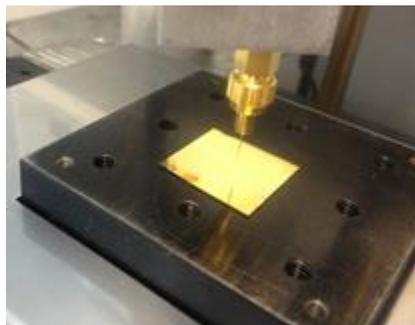
(b) Variation du module du champ électrique en fonction de la distance en profondeur par rapport à la sonde  $d$  - F= 4GHz.



(c) Variation du module du champ électrique en fonction de la distance latérale  $D$  -  $F=4\text{GHz}$ .

**Figure II-32 : Simulation HFSS Ansys<sup>TM</sup> de la distribution et de la variation du module du champ électrique en fonction des distances en profondeur  $d$  et latérale  $D$  par rapport à la pointe -  $F=4\text{GHz}$ .**

La deuxième sonde champ proche (Figure II-33) est une sonde coaxiale en tungstène de 1.4 cm de longueur présentant une pointe de 2  $\mu\text{m}$  de diamètre (la résolution théorique est de  $\lambda_0/150000$  à 1 GHz). Comme pour la sonde précédente, la résolution spatiale est de l'ordre de la dimension de la pointe (2  $\mu\text{m}$ ).

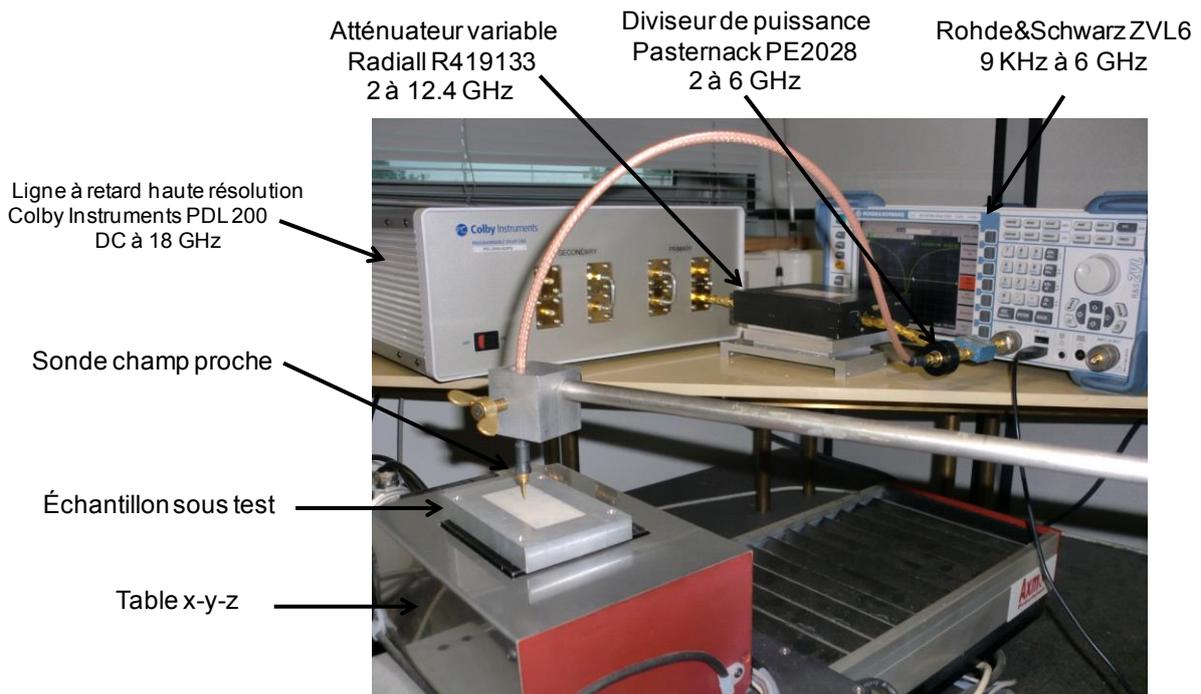


**Figure II-33 : Photographie de la sonde champ proche évanescente avec la pointe de 2  $\mu\text{m}$ .**

Après avoir présenté les systèmes de mesure vectoriels, le tuner d'impédance et les sondes champ proche, deux plates-formes de microscopie champ proche sont présentées dans la suite de ce chapitre.

### II.4.6 Plates-formes de microscopie champ proche développées

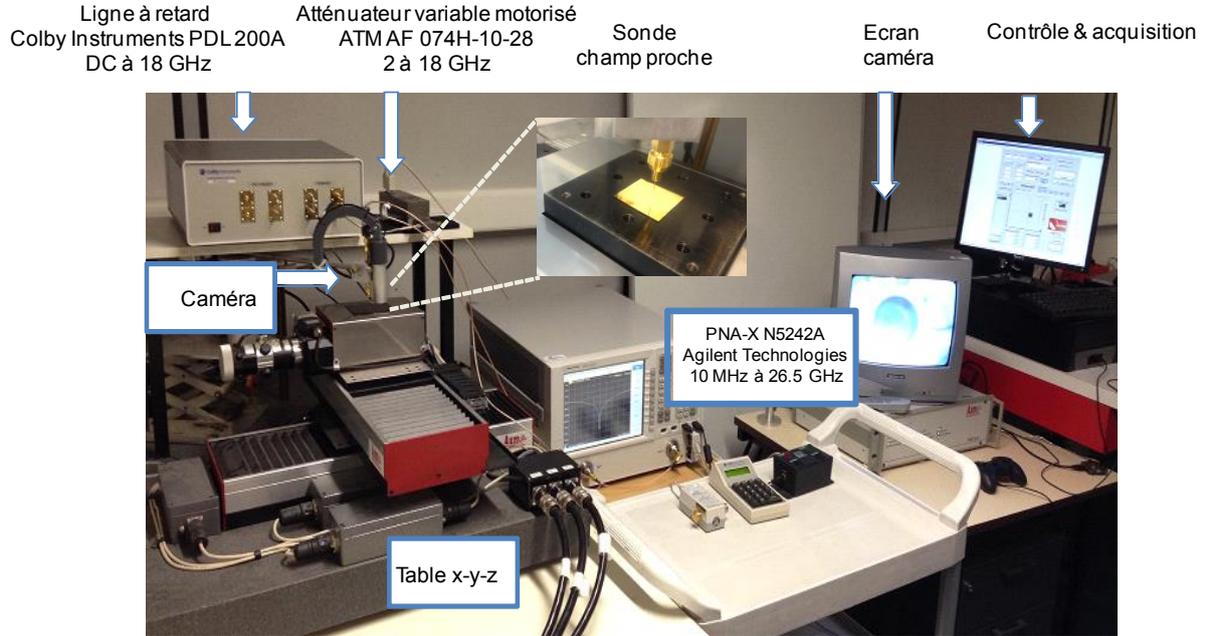
L'association des éléments présentés précédemment est la base des différents types de microscopes micro-ondes développés. Ainsi, la figure II-34 présente la photo du banc de mesure du microscope micro-onde champ proche basé sur l'interféromètre en réflexion [BAK 13\_b, BAK 14]. Ce système inclut un diviseur de Wilkinson (Pasternack PE2028) dont l'un des ports de sortie est connecté à un atténuateur variable mécaniquement de type Radiall R419213 relié à son tour à la sonde champ proche dont la pointe présente un diamètre de 260  $\mu\text{m}$ . Le deuxième port de sortie du diviseur est quant à lui relié à un tuner d'impédances constitué de la ligne à retard (Colby Instruments PDL-200A Series) et de l'atténuateur variable mécaniquement (Radiall R419133). Enfin, un analyseur de réseaux conventionnel de type Rohde & Schwarz ZVL6 est utilisé pour mesurer le coefficient de réflexion. La table de déplacement x-y-z et la partie interface avec l'utilisateur viennent compléter le banc.



**Figure II-34 : Photographie du microscope champ proche basé sur l'interféromètre en réflexion.**

En figure II-35 nous donnons la photographie du microscope champ proche basé sur la technique interférométrique en transmission. Celui-ci comporte un coupleur hybride 3 dB, 90° de type Anaren 00163 dont l'un des ports de sortie est connecté à l'atténuateur variable mécaniquement (Radiall R419213) relié à son tour à la sonde champ proche dont la pointe est de diamètre 2  $\mu\text{m}$ . Le deuxième port de sortie du coupleur est relié à un tuner d'impédances

constitué de la ligne à retard haute résolution programmable (Colby Instruments PDL-200A Series) et de l'atténuateur variable motorisé (ATM AF074H-10-28). Enfin le PNA-X (PNA-X N5242A d'Agilent Technologies) est utilisé pour mesurer le coefficient de transmission.



**Figure II-35 : Photographie du microscope champ proche basé sur l'interféromètre en transmission.**

Le microscope champ proche en réflexion opère dans une bande de fréquences de 2 à 6 GHz et présente une résolution spatiale de 260  $\mu\text{m}$  tandis que le microscope champ proche en transmission opère dans la bande de fréquences de 2 à 18 GHz et présente une résolution spatiale de 2  $\mu\text{m}$ . La résolution des microscopes développés peut être améliorée en développant des sondes qui présentent des pointes de dimensions plus petites. La bande de fréquences peut être également élargie en utilisant des composants micro-ondes qui opèrent dans des bandes de fréquences plus larges.

#### II.4.7 Conclusion

Les configurations des microscopes champ proche basés sur les techniques interférométriques en réflexion et en transmission ont été exposées dans cette partie. Les performances des deux systèmes développés ont aussi été présentées, en particulier en termes de bande de fréquences d'opération et de résolution spatiale.

## II.5 CONCLUSION

Dans ce deuxième chapitre, nous nous sommes intéressés à lever le verrou scientifique principal inhérent aux méthodes de microscopie champ-proche basées sur les micro-ondes, à savoir la désadaptation d'impédance entre la sonde et l'instrument de mesure (en général un analyseur de réseaux). En effet, l'impédance des sondes de mesure (quelques  $k\Omega$ ) est beaucoup plus élevée que celle des systèmes de mesure conventionnels (généralement  $50\Omega$ ).

Afin de surpasser cette limitation, une technique interférométrique originale a été développée. La méthode repose sur un réseau d'adaptation, basé sur une technique d'interférométrie, placé entre la sonde et l'instrument de mesure. Cette technique permet en quelque sorte d'amener l'impédance du dispositif sous test à  $50\Omega$  (impédance caractéristique des appareils de mesure) et d'améliorer par conséquent la sensibilité de mesure.

Basée sur cette approche, deux plates-formes de microscopie champ proche ont été développées, leur mise en œuvre fait l'objet du chapitre suivant.

## BIBLIOGRAPHIE

- [AGI 14] Agilent 2-Port and 4-Port PNA-X Network Analyzer, Data Sheet and Technical Specifications, April 2014.
- [ANL 07] S. M. ANLAGE, V. V. TANALOV and A. R. SCHWARTZ  
 “Principles of Near Field Microwave Microscopy”  
 Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale, Eds. New York: Springer Science, pp. 215-253, 2007.
- [BAK 13\_a] H. BAKLI, M. MOUTAOUKIL, K. HADDADI et T. LASRI  
 “Technique Interférométrique pour la Caractérisation Diélectrique en Milieu Liquide par Ligne Coaxiale Ouverte”  
 Colloque International Telecom 2013 & 8ème Journées Franco-Magrébines des Micro-ondes et leurs Applications, JFMMA 2013, pp. 1-4, Marrakech, Maroc, 2013.
- [BAK 13\_b] H. BAKLI, K. HADDADI and T. LASRI  
 “Interferometric Technique for Scanning Near-Field Microwave Microscopy Applications”  
 5<sup>th</sup> International Instrumentation and Measurement Technology Conference, I<sup>2</sup>MTC 2013, pp. 1-5, Minneapolis, USA, May 2013.
- [BAK 14] H. BAKLI, K. HADDADI and T. LASRI  
 “Interferometric Technique for Scanning Near-Field Microwave Microscopy Applications”  
 IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 63, issue 05, pp. 1281-1286, 2014.
- [FAB 11] S. FABIANI, D. MENCARELLI, A. DI DONATO, T. MONTI, G. VENANZONI, A MORINI, T. ROZZI, and M. FARINA  
 “Broadband Scanning Microwave Microscopy Investigation of Graphene”  
 Procedure IEEE MTT-S International Microwave Symposium, pp. 1-4, 2011.
- [GAO 99] C. GAO, F. DUEWER and X. D. XIANG  
 “Quantitative Microwave Evanescent Microscopy”  
 Applied Physics Letters, vol. 75, n° 19, pp. 3005, 1999.
- [GOL 96] M. GOLOSOVSKY, A. GALKIN and D. DAVIDOV  
 “High-Spatial Resolution Resistivity Mapping of Large-Area YBCO Films by a Near-Field Millimeter-Wave Microscope”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 44, n° 7, pp. 1390-1392, 1996.
- [GRA 13] S. E. DE GRAAF, A. V. DANILOV, A. ADAMYAN and S. E. KUBATKIN  
 “A Near-Field Scanning Microwave Microscope Based on a Superconducting Resonator for Low Power Measurements”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 84, n° 2, pp. 023706, 2013.

- [HAD 07]** K. HADDADI  
 “Systèmes à Base de Six-port en Gammes Micro-onde et Millimétrique et Techniques de Calibrage Associées: Application à l’Analyse de Réseaux, aux Télécommunications et Contrôle Non Destructif”  
 Thèse de Docteur de l’université, Lille, Décembre 2007.
- [HAD 11]** K. HADDADI, D. GLAY and T. LASRI  
 “A 60 GHz Scanning Near-Field Microscope with High Spatial Resolution Sub-Surface Imaging”  
 IEEE Microwave Wireless Components Letters, vol. 21, n° 11, pp. 625-627, 2011.
- [HAD 12]** K. HADDADI, H. BAKLI and T. LASRI  
 “Microwave Liquid Sensing based on Interferometry”  
 IEEE Microwave Wireless Components Letters, vol. 22, n° 10, pp. 542-544, 2012.
- [HAD 13]** K. HADDADI and T. LASRI  
 “Six-Port-based Compact and Low-Cost Near-field 35GHz Microscopy Platform for Non-Destructive Evaluation”  
 NDT&E International Journal, vol. 55, pp. 102-108, 2013.
- [HSI 11]** S. N. HSIEH, T. H. CHU and M.T. CHEN  
 “Scanning Near-Field Microwave Microscope using a Rectangular Waveguide Probe with Different Resonant Modes of Cavity”  
 Procedure Asia-Pacific Microwave Conference, APMC 2011, pp. 1402-1405, Melbourne, Australia, December 2011.
- [IMT 05]** A. IMTIAZ, M. POLLAK, S.M. ANLAGE, J. D. BARRY and J. MELNGAILIS  
 “Near-Field Microwave Microscopy on Nanometer Length Scales”  
 Journal of Applied Physics, vol. 97, pp. 044302, 2005.
- [IMT 07]** A. IMTIAZ, T. BALDWIN, H. T. NEMBACH, T. M. WALLIS and P. KABOS  
 “Near-field Microwave Microscope Measurements to Characterize Bulk Material Properties”  
 Applied Physics Letters, vol. 90, pp. 243105, 2007.
- [KIM 03]** M. S. KIM, S. KIM, J. KIM, K. LEE, B. FREIDMAN, J. T. KIM and J. LEE  
 “Tip-Sample Distance Control for Near-Field Scanning Microwave Microscopes”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 74, pp. 3675, 2003.
- [KIM 05]** S. KIM, H. YOO, K. LEE, B. FRIEDMAN, M. A. GASPAR and R. LEVICKY  
 “Distance Control for a Near-Field Microscope in Liquid using a Quartz Tuning Fork”  
 Applied Physics Letters, vol. 86, n° 15, pp. 1-3, 2005.
- [KLE 06]** R. A. KLEISMIT, M. K. KAZIMIERCZUK and G. KOZLOWSKI  
 “Sensitivity and Resolution of Evanescent Microwave Microscope”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 54, n° 2, pp. 639-647, 2006.

- [LEE 08]** K. LEE, A. BABAJANYAN, C. KIM, S. KIM and B. FRIEDMAN  
 “Glucose Aqueous Solution Sensing by a Near-Field Microwave Microscope”  
 Sensors and Actuators A: Physical, vol. 148, pp. 28-32, 2008.
- [LEW 08]** A. LEWANDOWSKI, D. LEGOLVAN, R. A. GINLEY, T. M. WALLIS, A. IMTIAZ and P. KABOS,  
 “Wideband Measurement of Extreme Impedances with a Multistate Reflectometer”  
 Procedure 72nd ARFTG Conference, Portland, OR, pp. 45-49, 2008.
- [RAN 07]** M. RANDUS and K. HOFFMANN  
 “A Simple Method for Extreme Impedances Measurement”  
 Procedure 70th ARFTG Conference, Tempe, AZ, pp. 46-50, 2007.
- [RAN 10]** M. RANDUS and K. HOFFMANN  
 “A Novel Method for Direct Impedance Measurement in Microwave and mm-Wave Bands”  
 Procedure 75th ARFTG Conference, Anaheim, CA, pp. 83-87, 2010.
- [RAN 11]** M. RANDUS and K. HOFFMANN  
 “A Method for Direct Impedance Measurement in Microwave and Millimeter-Wave Bands”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 59, n° 8, pp. 2123-2130, 2011.
- [ROH 08]** Rohde & Schwarz ZVL Vector Network Analyzer specifications, Version 06.00, December 2008.
- [TAB 04]** M. TABIB-AZAR and Y. WANG  
 “Design and Fabrication of Scanning Near-Field Microwave Probes Compatible with Atomic Force Microscopy to Image Embedded Nanostructures”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 52, pp. 971-979, 2004.
- [TAL 09]** V.V. TALANOV and A.R. SCHWARTZ  
 “Near-field Scanning Microwave Microscope for Interline Capacitance Characterization of Nanoelectronics Interconnect”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 57, n° 5, pp. 1224-1229, May 2009.
- [TSE 07]** A. TSELEV and S. M. ANLAGE  
 “Broadband Dielectric Microwave Microscopy on Micron Length Scales”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 78, pp. 044701, 2007.
- [WAN 10]** MM. WANG, K. HADDADI, D. GLAY and T. LASRI  
 “Compact Near-Field Microwave Microscope based on the Multi-Port Technique”  
 40th European Microwave Week, CNIT, Paris, France, 2010.
- [WEB 12]** J. C. WEBER, J. B. SCHLAGER, N. A. SANFORD, A. IMTIAZ, T. M. WALLIS, L. M. MANSFIELD, K. J. COAKLEY, K. A. BERTNESS, P. KABOS and V. M. BRIGHT

“A Near-Field Scanning Microwave Microscope for Characterization of Inhomogeneous Photovoltaics”  
Review of Scientific Instruments, vol. 83, n° 8, pp. 083702, 2012.

**CHAPITRE III**  
**APPLICATION A LA CARACTERISATION**  
**DIELECTRIQUE LOCALE**

### III.1 INTRODUCTION

Après la présentation des différents outils de microscopie réalisés au cours de ce travail de thèse, nous abordons dans cette dernière partie du manuscrit leur mise en œuvre pour des caractérisations électromagnétiques locales à haute sensibilité dans une large gamme de fréquences. Rappelons que l'objet de ce travail est de lever simultanément deux verrous que sont la résolution spatiale (par microscopie) et la résolution électrique (par interférométrie).

Dans un premier temps, plutôt que de s'attaquer directement aux deux verrous simultanément, on propose de lever le verrou lié à la résolution électrique dans le contexte d'une technique de caractérisation très répandue. Nous avons choisi de reprendre la technique en sonde coaxiale ouverte et de l'associer à l'interféromètre en transmission afin d'améliorer la précision et la sensibilité de mesure. Cette technique principalement basée sur l'utilisation d'une ligne de transmission coaxiale terminée par une ouverture et d'un analyseur de réseaux permet d'effectuer des mesures non destructives sur une large gamme de fréquences. Cependant, du fait de la nature haute impédance de la sonde, peu adaptée à celle des analyseurs de réseaux standards ( $50 \Omega$ ), cette méthode souffre d'un manque de sensibilité et de précision de mesure. Ces dernières pourront être considérablement améliorées par l'adjonction d'un interféromètre en transmission. Le principe de mesure et les limitations de la technique en sonde coaxiale ouverte sont alors présentés dans une première étape. Le système de mesure est ensuite mis en œuvre pour la mesure de faibles contrastes d'impédances dans la gamme de fréquences de 2 à 6 GHz. Une étude expérimentale autour de la détection et de l'évaluation de faibles concentrations de chlorure de sodium (NaCl) en milieu aqueux est alors exposée afin de démontrer la pertinence de l'approche proposée. A l'issue de cette étude, on peut donc embrayer sur la partie microscopie par interférométrie où l'on s'intéressera maintenant à l'amélioration simultanée des résolutions spatiale et électrique.

Dans une deuxième partie, un microscope champ proche basé sur l'association de l'interféromètre en réflexion et d'une sonde champ proche (dimension de la pointe =  $260 \mu\text{m}$ ) est mis en œuvre dans la gamme de fréquences de 2 à 6 GHz. Dans un premier temps, la validation expérimentale de la procédure d'annulation mise en œuvre dans la technique interférométrique en réflexion est réalisée à différentes fréquences. La sensibilité de mesure du microscope champ proche est ensuite étudiée. Un modèle de calibrage est proposé pour

relier le coefficient de réflexion mesuré aux propriétés locales de l'échantillon sous test. Le problème inverse est alors résolu afin de retrouver les propriétés locales de l'échantillon à partir du modèle de calibrage. En particulier, un modèle électrique basé sur des éléments localisés R-L-C est proposé pour représenter l'interaction entre la sonde champ proche et l'échantillon sous test. Afin de démontrer le principe de la technique de calibrage proposée, la capacité de couplage entre la sonde champ proche et un échantillon métallique est déterminée expérimentalement. Une étude expérimentale autour de la détection et de l'évaluation de concentrations de glucose et de NaCl en milieux aqueux à 2.45 GHz est enfin présentée afin de démontrer l'efficacité de la technique proposée.

Dans cette même partie, nous présentons également les résultats obtenus au moyen d'un microscope champ proche en transmission dans la gamme de fréquences de 2 à 18 GHz. Les caractérisations sont menées au moyen d'une plateforme complètement automatisée basée sur l'association de l'interféromètre en transmission, d'une sonde champ proche (dimension de la pointe = 2  $\mu\text{m}$ ) et d'un analyseur de réseaux. La sensibilité de mesure est alors étudiée.

Finalement, une étude prospective reposant sur le développement d'un microscope champ proche basé sur l'utilisation de deux sondes champ proche, l'une pour l'émission et l'autre pour la réception, est mis en œuvre dans la gamme de fréquences de 1 à 6 GHz. Le champ évanescent transmis à travers l'échantillon sous test placé entre les deux sondes permet une caractérisation fine de celui-ci. Ce type d'approche permet de garantir une bonne sensibilité de mesure sur une large gamme de fréquences tout en bénéficiant de la résolution spatiale élevée des sondes champ proche. Dans un premier temps, des simulations électromagnétiques sont proposées pour situer les performances de la technique développée. La sensibilité de mesure de ce microscope est également étudiée. L'influence des dimensions des pointes des sondes d'émission et de réception et du matériau sous test, de la position du matériau par rapport aux sondes d'émission et de réception et des propriétés électromagnétiques du matériau sous test est aussi étudiée. Finalement, le dispositif expérimental est mis en œuvre pour la caractérisation diélectrique de matériaux solides planaires.

## III.2 TECHNIQUE EN SONDE COAXIALE OUVERTE ASSOCIEE A L'INTERFEROMETRE EN TRANSMISSION

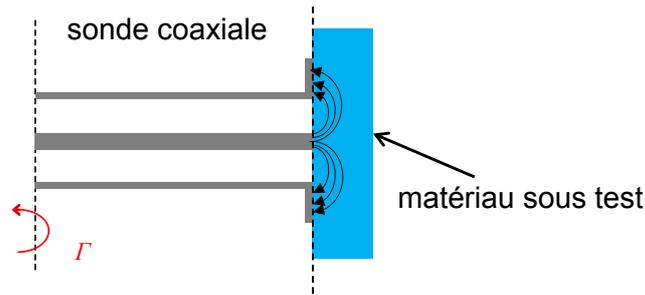
### III.2.1 Introduction

Les méthodes de caractérisation basées sur l'utilisation de sondes coaxiales ouvertes opérant en réflexion répondent particulièrement bien aux besoins exprimés par les applications biomédicales et agroalimentaires [KIM 12]. En effet, ces méthodes sont les plus utilisées dès lors que l'échantillon à caractériser n'est pas de nature solide (liquide, poudre). Les matériaux solides peuvent également être caractérisés par ce type de technique. Parmi les avantages répertoriés, nous pouvons citer le fait que ces techniques donnent la possibilité d'effectuer des mesures non destructives sur une large gamme de fréquences [POP 05, AGI 12]. Cependant du fait de la nature haute impédance des sondes, peu adaptées à l'impédance des analyseurs de réseaux standards qui est de  $50 \Omega$ , ces méthodes souffrent d'un manque de sensibilité et de précision sur la mesure des paramètres à déterminer [HAD 09, AFS 86].

Dans cette étude, afin d'améliorer la sensibilité et la précision de mesure, la méthode de mesure par sonde coaxiale ouverte est associée à la technique interférométrique en transmission. Le principe et les limitations de la technique en sonde coaxiale ouverte sont présentés dans un premier temps. Le système de mesure basé sur l'association d'un analyseur de réseaux, de l'interféromètre et de la sonde coaxiale ouverte est mis en œuvre pour la mesure de faibles contrastes d'impédances. Une étude expérimentale autour de la détection et de l'évaluation de faibles concentrations de chlorure de sodium en milieu aqueux est exposée afin de démontrer la pertinence de l'approche proposée.

### III.2.2 Limitations de la technique par sonde coaxiale ouverte

Afin de montrer l'intérêt de l'association de l'interféromètre à la technique en sonde coaxiale ouverte, les limitations de cette dernière sont discutées dans cette partie du manuscrit. La technique en sonde coaxiale ouverte (Figure III-1) consiste à utiliser une ligne de transmission coaxiale terminée par une ouverture immergée dans un liquide ou placée en contact franc avec un solide [AGI 06]. Les champs électriques qui se referment au bout de la sonde vont interagir avec l'échantillon sous test. Un analyseur de réseaux vectoriel est usuellement utilisé pour mesurer les variations du coefficient de réflexion  $\Gamma$  affecté par les propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test.



**Figure III-1: Principe de caractérisation diélectrique par sonde coaxiale ouverte.**

Ces méthodes de caractérisation ont été largement décrites dans la littérature [ATH 82, ZAJ 08, KAR 06, GRE 06, HAG 03]. Les avantages de ces techniques résident dans leur large gamme de fréquences de fonctionnement, leur simplicité d'utilisation ainsi que le caractère non-destructif des procédés. Cependant, ces méthodes pèchent par une relative faible précision de mesure.

A titre d'illustration, la figure III-2 représente le kit de mesure diélectrique en milieu liquide commercialisé par la société Agilent Technologies [AGI 12]. Ce dernier se compose d'une sonde de mesure coaxiale associée à un analyseur de réseaux. Cet équipement permet d'extraire la permittivité diélectrique complexe d'un liquide ou d'un matériau solide dans la bande de fréquences allant de 200 MHz à 50 GHz. La technique consiste simplement à immerger la sonde dans le liquide, ou la mettre au contact du matériau solide, et à mesurer la réponse fréquentielle du coefficient de réflexion. Un modèle analytique permet ensuite de calculer la permittivité diélectrique à partir du coefficient de réflexion.



**Figure III-2: Banc de caractérisation Agilent Technologies 85070 [AGI 12].**

Les principales caractéristiques électriques de ce banc de caractérisation sont résumées dans le tableau suivant. On note que d’après le tableau, ce banc de mesure est destiné à la caractérisation des liquides mais on rappelle que ce dernier peut être également utilisé pour la caractérisation des solides.

	Sonde 1	Sonde 2	Sonde 3
<b>Bande de fréquences</b>	500 MHz à 50 GHz	500 MHz à 50 GHz	200 MHz à 20 GHz avec l’analyseur de réseaux 10 MHz à 3 GHz avec l’analyseur d’impédance E4991A avec l’option 10
<b>Gamme de températures</b>	-40 à +200 °C	-0 à +125 °C	-40 à +200 °C
<b>Longueur immergeable</b>	140 mm	200 mm	35 mm
<b>Taille de l’échantillon</b>	Insertion minimale 5 mm et 1 mm autour de la pointe de la sonde	Insertion minimale 5 mm et 5 mm autour de la pointe de la sonde	Diamètre > 20 mm Epaisseur > $\frac{20}{(\sqrt{\epsilon_r})mm}$ Taille de granule < 0.3 mm
<b>Valeur attendue</b>	$\epsilon_r'$ maximal recommandé <100 Tangente de perte minimale recommandée >0.05 Non recommandé pour les matériaux faibles pertes (tangente de perte <0.5) avec $\epsilon' > 5$	$\epsilon_r'$ maximal recommandé <100 Tangente de perte minimale recommandée >0.05 Non recommandé pour les matériaux faibles pertes (tangente de perte <0.5) avec $\epsilon' > 5$	$\epsilon_r'$ maximal recommandé <100 Tangente de perte minimale recommandée >0.05 Non recommandé pour les matériaux faibles pertes (tangente de perte <0.5) avec $\epsilon' > 5$
<b>Précision</b>	Constante diélectrique $\epsilon_r' = \epsilon_r' \pm 0.05 \epsilon_r^* $ , $\epsilon_r'' = \epsilon_r'' \pm 0.05 \epsilon_r^* $	Constante diélectrique $\epsilon_r' = \epsilon_r' \pm 0.05 \epsilon_r^* $ , $\epsilon_r'' = \epsilon_r'' \pm 0.05 \epsilon_r^* $	Constante diélectrique $\epsilon_r' = \epsilon_r' \pm 0.05 \epsilon_r^* $ , $\epsilon_r'' = \epsilon_r'' \pm 0.05 \epsilon_r^* $

**Tableau III-1 : Caractéristiques électriques de la sonde du kit Agilent Technologies 85070 [AGI 12].**

La dernière ligne de ce tableau montre clairement les limitations en termes de précision de mesure. On note ainsi que l’erreur de mesure avoisine  $\pm 5\%$  du module de la permittivité complexe du matériau à caractériser. Les liquides présentant des valeurs de permittivités relativement élevées, cet appareillage s’avère peu adapté pour la mesure de faibles contrastes diélectriques en milieu liquide.

### III.2.3 Analyse théorique

Dans le but d’acquérir une bonne compréhension des facteurs limitant la sensibilité de mesure, nous nous intéressons à la caractérisation diélectrique de solutions aqueuses préparées à base d’eau dé-ionisée et de NaCl. Les concentrations de NaCl considérées sont relativement faibles et vont de 0 à 9 mg/ml. Le choix du NaCl est justifié par son rôle fondamental dans une multitude de procédés chimiques et biologiques. Par conséquent, la mesure précise de la concentration de NaCl est très importante pour l’étude des propriétés locales des échantillons.

Nous établissons d'abord l'évolution fréquentielle à température ambiante (autour de 25 °C) de la permittivité diélectrique des différentes solutions de NaCl. Les permittivités sont calculées à l'aide du modèle de Cole-Cole

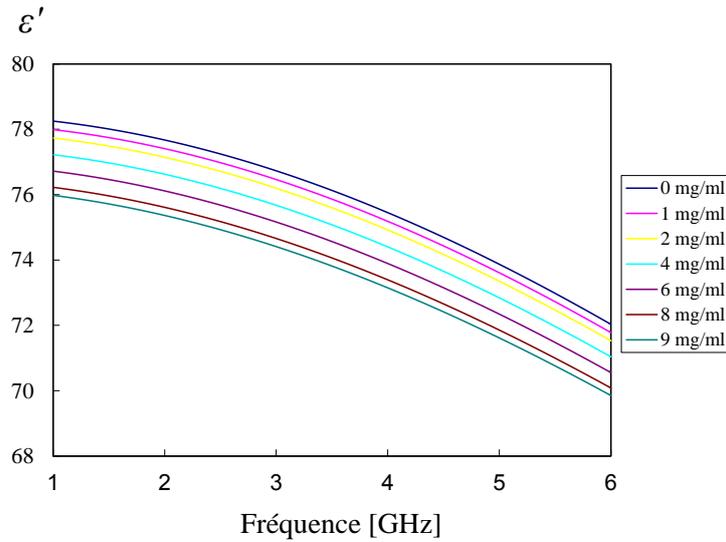
$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' + \frac{\sigma_i}{j\omega\varepsilon_0} = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 - (j\omega\tau)^{(1-\alpha)}} + \frac{\sigma_i}{j\omega\varepsilon_0} \quad (\text{III.1})$$

où  $\varepsilon_s$  et  $\varepsilon_\infty$  représentent respectivement la limite de la permittivité aux basses et hautes fréquences,  $\tau$  est le temps de relaxation,  $\sigma_i$  est la conductivité ionique,  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide et  $\alpha$  est le paramètre de distribution. Ces paramètres sont calculés des relations empiriques dérivées de la littérature [PEY 07]. Dans le tableau III-2, les paramètres de Cole-Cole et la permittivité diélectrique obtenus à la température de 25 °C pour les concentrations allant de 0 à 9 mg/ml sont représentés.  $\varepsilon_\infty = 5.085$ .

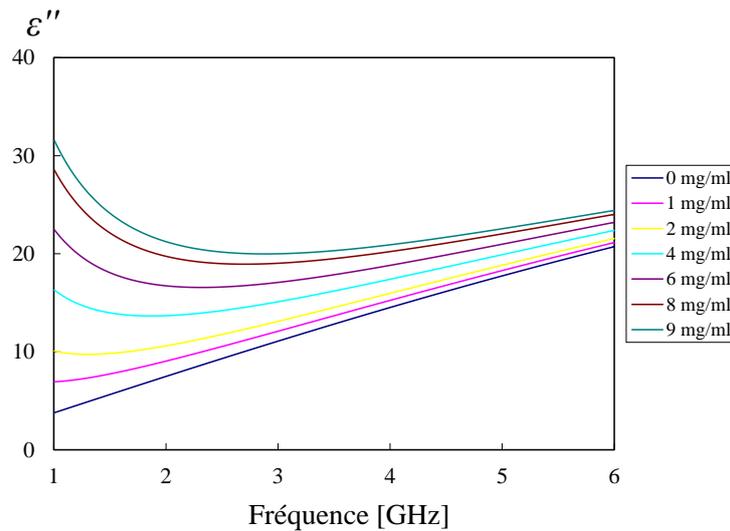
Concentration [mg/ml]	$\varepsilon_s$	$\tau$ [ps]	$\alpha$	$\sigma_i$ [S/m]
0	78.446	8.210	0	0
1	78.194	8.190	0.0013	0.175
2	77.943	8.170	0.0025	0.349
4	77.446	8.130	0.0049	0.694
6	76.955	8.091	0.0071	1.035
8	76.471	8.053	0.0093	1.373
9	76.231	8.034	0.0103	1.540

**Tableau III-2: Paramètres de Cole-Cole pour les différentes concentrations de NaCl.**

A partir de ces données, nous traçons l'évolution fréquentielle des parties réelle et imaginaire de la permittivité complexe pour les différentes solutions (eau + NaCl) dans la bande de fréquences 1-6 GHz (Figure III-3).



(a) Partie réelle de la permittivité complexe.



(b) Partie imaginaire de la permittivité complexe.

**Figure III-3: Evolution fréquentielle de la permittivité complexe  $\epsilon$  des différentes solutions 'eau + NaCl'.**

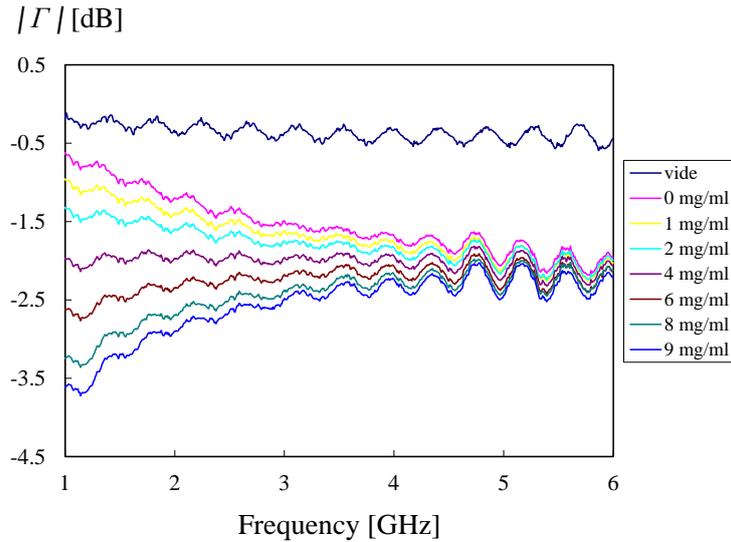
D'après ces graphes, lorsque la concentration de NaCl augmente, nous notons une légère diminution de la valeur de la constante diélectrique  $\epsilon'$  sur la bande de fréquences considérée. Par contre, l'ajout de NaCl dans la solution d'eau dé-ionisée impacte beaucoup plus les pertes diélectriques. En particulier, une forte augmentation de la valeur de la partie imaginaire  $\epsilon''$  de la permittivité est observée pour les fréquences les plus basses. La valeur de

la conductivité ionique (dernière colonne du tableau III-2) étant quasiment proportionnelle à la concentration de NaCl est à l'origine de ce phénomène. Les pertes ioniques étant inversement proportionnelles à la fréquence d'excitation, nous observons des variations de pertes diélectriques qui diminuent avec l'augmentation de la fréquence. Ces évolutions fréquentielles nous confirment qu'il paraît tout à fait envisageable de mesurer ce type de variations de concentrations de NaCl par une méthode en ligne coaxiale ouverte pour les fréquences les plus basses. Néanmoins, étant donné que l'erreur de mesure avoisine  $\pm 5\%$  du module de la permittivité complexe du matériau à caractériser (tableau III-1), ce type de méthode ne permet pas une caractérisation fine à plus hautes fréquences ( $> 4$  GHz) compte tenu des faibles contrastes de permittivités observés.

Afin d'illustrer les limitations de la technique de la sonde coaxiale conventionnelle, nous mesurons à l'aide d'un analyseur de réseaux de type Rhode&schwarz ZVL6 et d'une sonde coaxiale en téflon terminée par une ouverture de  $2985 \mu\text{m}$  et présentant une longueur de 27 cm (Figure III-4), les variations des modules du coefficient de réflexion entre 1 et 6 GHz à vide et lorsque la sonde est immergée à  $100 \mu\text{m}$  dans diverses solutions aqueuses (Figure III-5). Les solutions sont contenues dans des récipients qui présentent une surface de  $8 \times 8 \text{ mm}^2$  et une hauteur de 6 mm (volume égal à  $384 \text{ mm}^3$ ).



**Figure III-4 : Photographie de la sonde coaxiale terminée par une ouverture de 2.985 mm .**



**Figure III-5: Mesure du module du coefficient de réflexion à vide et pour les différentes concentrations de NaCl 1- 6 GHz.**

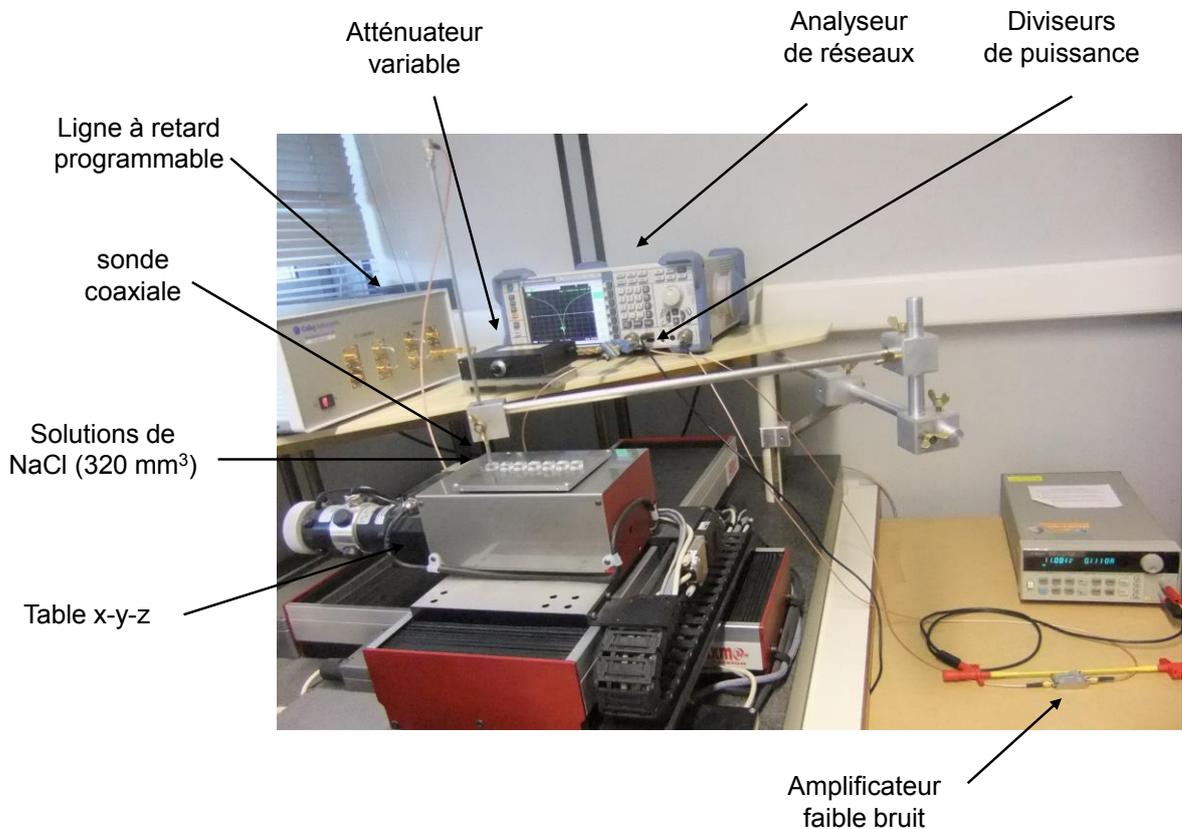
D'après ce graphique, nous notons que les variations du module du coefficient de réflexion deviennent relativement faibles lorsque la fréquence augmente. Ainsi, pour les fréquences supérieures à 4 GHz la méthode classique s'avère inadaptée pour caractériser avec précision ce type de liquides.

Dans la suite de cette étude, la méthode de caractérisation en ligne coaxiale ouverte est donc associée à la technique interférométrique pour pallier ces limitations. En effet, les méthodes interférométriques décrites dans le chapitre II du manuscrit permettant de mesurer avec précision de faibles variations d'impédances autour d'une impédance de référence, celles-ci s'avèrent donc particulièrement adaptées pour répondre à la problématique de la caractérisation de faibles contrastes diélectriques en milieu liquide.

### III.2.4 Mise en œuvre du système de mesure

La méthode proposée repose sur le banc de test interférométrique en transmission donné en figure III-6 [BAK 13\_a]. L'instrumentation se compose d'un analyseur de réseaux (Rhode&schwarz ZVL6) opérant dans la bande de fréquences 50MHz-6 GHz, de deux diviseurs de Wilkinson (Pasternack PE2028), d'un tuner d'impédance constitué d'un atténuateur variable mécaniquement (Radiall R419133) et d'un déphaseur variable électroniquement (Colby Instruments PDL-200A Series), d'un amplificateur faible bruit (ABL1800-11-2630) et d'une sonde coaxiale terminée par une ouverture (Figure III-4). Le

gain de l'amplificateur est fixé à 26 dB. La puissance du signal hyperfréquence est fixée à -20 dBm et la fréquence intermédiaire de l'analyseur de réseaux à 10 Hz.

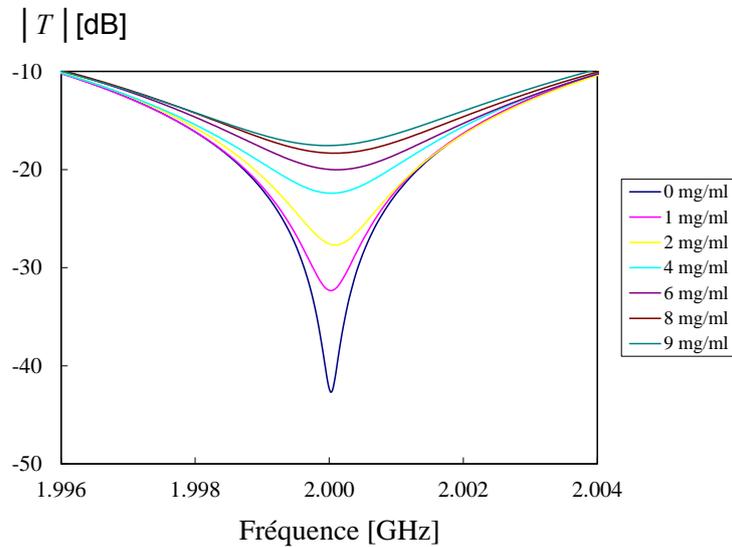


**Figure III-6: Photographie du banc de test interférométrique.**

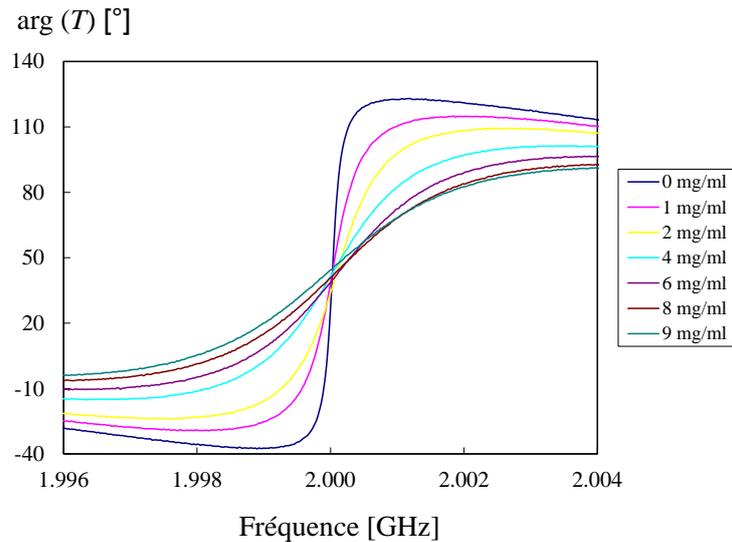
Nous mettons ensuite en œuvre le système interférométrique représenté sur la figure III-6 pour différentes fréquences test dans la gamme 2-6 GHz. La limite supérieure de cette bande de fréquences est imposée par la bande de fréquences d'opération de l'analyseur de réseaux et la limite basse est imposée par la bande de fréquences d'opération des diviseurs de puissance et de l'atténuateur utilisés dans le montage expérimental. Afin d'illustrer l'intérêt de la méthode, nous décrivons les résultats obtenus aux deux fréquences limites de la bande de fréquences d'investigation. Nous rappelons que, d'après la figure III-5, la mesure directe par sonde coaxiale ouverte permet de distinguer aisément les réponses fréquentielles du coefficient de réflexion à 2 GHz mais s'avère pratiquement inopérante à 6 GHz.

La figure III-7 montre les spectres du coefficient de transmission  $T$  mesurés autour de 2 GHz (fréquences basses de la bande de fréquences d'intérêt). Dans cette configuration, la

procédure d'annulation est réalisée à 100  $\mu\text{m}$  dans l'eau dé-ionisée, à 2 GHz. Le coefficient de qualité est fixé à 10000.



(a) Spectres des modules du coefficient de transmission  $T$ .

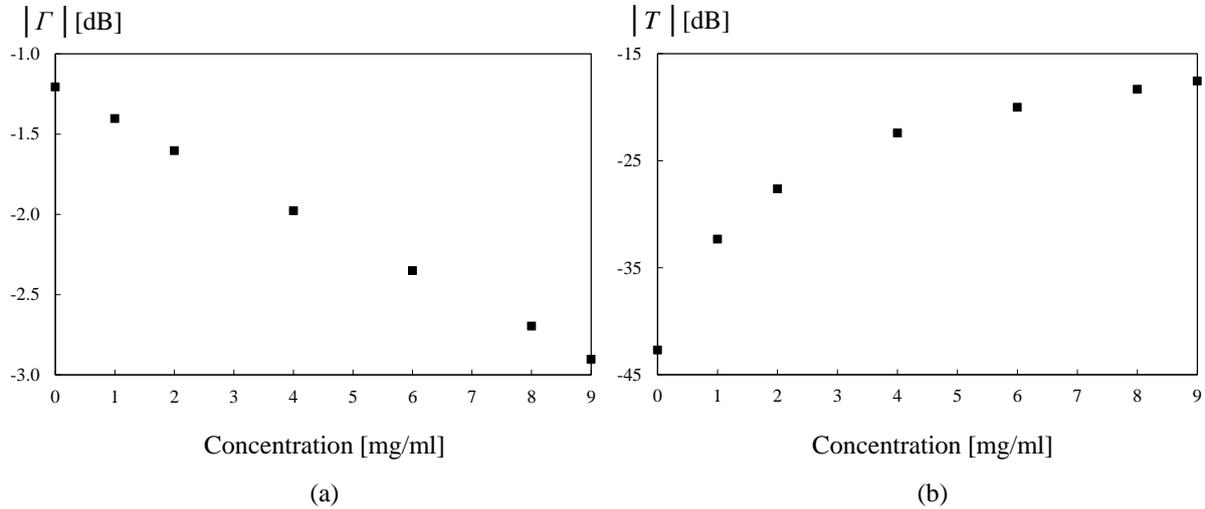


(b) Spectres des phases du coefficient de transmission  $T$ .

**Figure III-7 : Spectres du coefficient de transmission  $T$  mesurés pour les différentes concentrations de NaCl – Procédure d'annulation à 2 GHz.**

On remarque que lorsque la concentration augmente, le module du coefficient de transmission augmente et la phase est décalée à gauche ou à droite par rapport à la fréquence d'annulation.

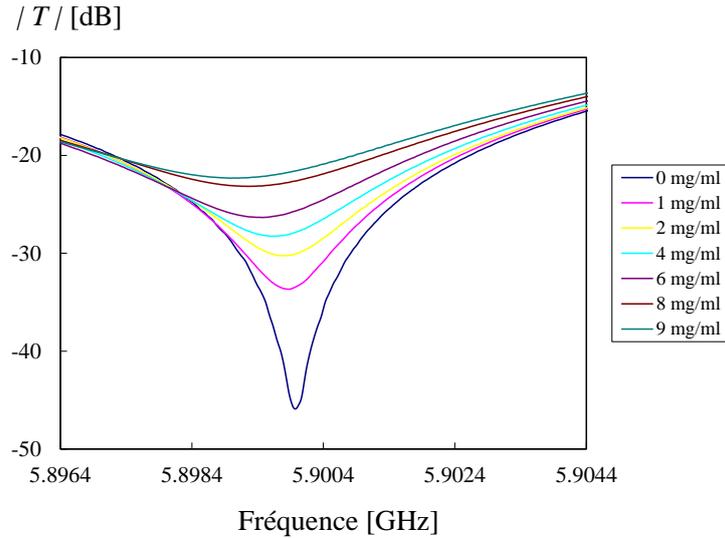
Dans la figure III-8, on représente à 2 GHz, en fonction de la concentration de NaCl, la variation du module du coefficient de réflexion mesuré par la technique classique (analyseur + sonde coaxiale ouverte) et celle du coefficient de transmission mesuré par le système interférométrique développé (analyseur + interféromètre + sonde).



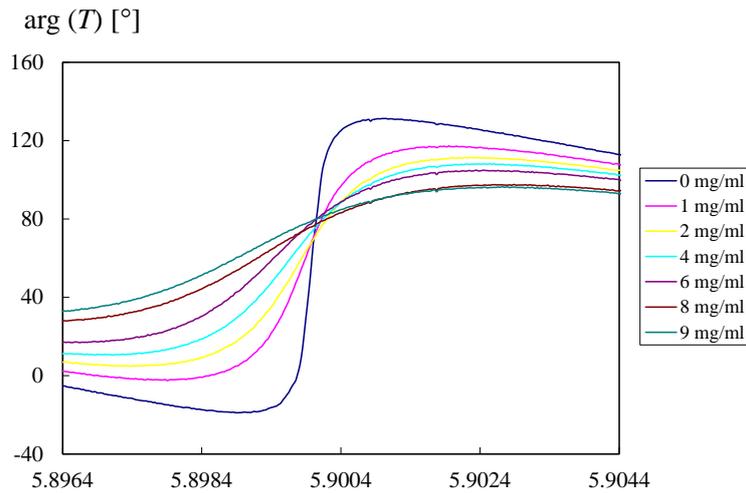
**Figure III-8 : Variation des modules du coefficient de réflexion et de transmission en fonction de la concentration de NaCl - 2 GHz. (a) Mesure par la technique en sonde coaxiale ouverte conventionnelle. (b) Mesure par le système interférométrique en transmission.**

D'après cette figure, on remarque que les variations du coefficient de transmission mesuré par le système interférométrique sont bien plus importantes que celles du coefficient de réflexion mesuré par la technique classique. Une variation d'environ 30 dB sur le module du coefficient de transmission est constatée pour une variation de concentration de NaCl allant de 0 à 9 mg/ml quand celle du coefficient de réflexion est de l'ordre de 2 dB seulement.

Dans la figure III-9, les spectres du coefficient de transmission  $T$  en module et en phase mesurés autour de 5.9 GHz (limite supérieure de la bande de fréquences d'intérêt) sont représentés. La procédure d'annulation est réalisée à 100  $\mu\text{m}$  dans l'eau dé-ionisée. Le coefficient de qualité est fixé à 21500.



(a) Spectres des modules du coefficient de transmission  $T$ .



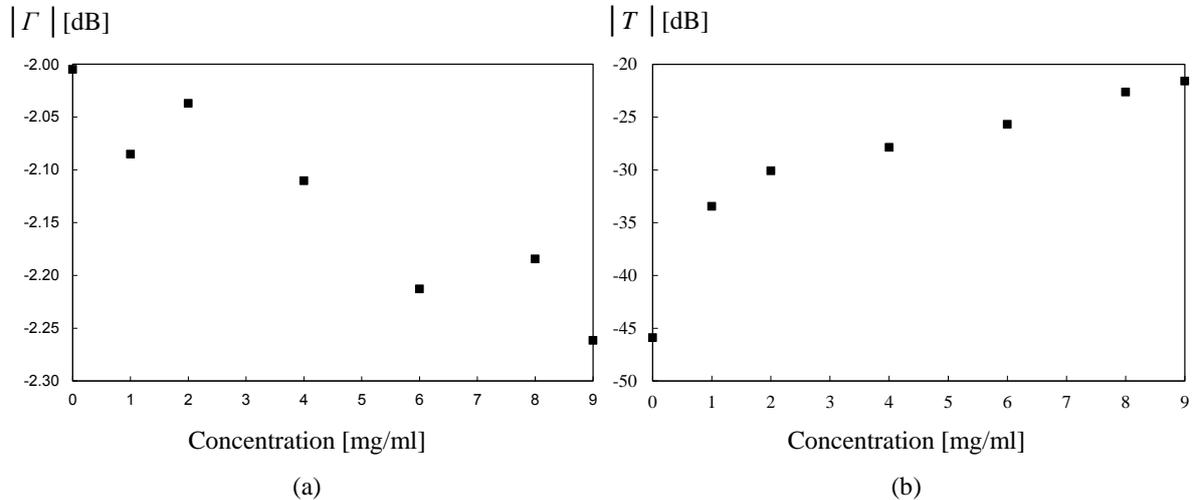
(b) Spectres des phases du coefficient de transmission  $T$ .

**Figure III-9 : Spectres du coefficient de transmission mesurés  $T$  pour les différentes concentrations de NaCl - Procédure d'annulation à 5.9 GHz.**

On remarque que lorsque la concentration augmente, le module du coefficient de transmission augmente et la phase est décalée à gauche ou à droite par rapport à la fréquence d'annulation.

Comme pour la fréquence basse d'intérêt (2 GHz), nous donnons en figure III-10 la variation du module du coefficient de réflexion mesuré par la technique conventionnelle

(analyseur + sonde coaxiale ouverte) et celle du coefficient de transmission mesuré par le système interférométrique proposé (analyseur + interféromètre + sonde) en fonction de la concentration de NaCl, à 5.9 GHz.



**Figure III-10 : Variation des modules du coefficient de réflexion et de transmission en fonction de la concentration de NaCl - 5.9 GHz. (a) Mesure par la technique en sonde coaxiale ouverte conventionnelle. (b) Mesure par le système interférométrique.**

Contrairement à la mesure par la sonde coaxiale conventionnelle, très peu sensible, la technique proposée permet la détection de faibles variations de NaCl avec de bonnes sensibilité et précision de mesure. Alors que la mesure du coefficient de réflexion est très peu sensible (quelques dixièmes de dB), on mesure environ 25 dB de variation sur le module du coefficient de transmission pour une variation de concentration du NaCl allant de 0 à 9 mg/ml.

### III.2.5 Conclusion

Un système basé sur l'association de la technique interférométrique en transmission et d'une sonde coaxiale terminée par une ouverture est proposé pour la caractérisation diélectrique en milieux liquides. La mise en œuvre de cette technique nous a permis de caractériser des solutions aqueuses présentant de faibles variations de concentrations de NaCl. En particulier, nous avons montré que cette méthode pouvait s'affranchir des problèmes de sensibilité observés lors de la mise en œuvre de la technique classique à des fréquences supérieures à quelques gigahertz. Ainsi, des sensibilités de mesure autour de 4,2 dB/(mg/ml) et 2,8 dB/(mg/ml) sont relevée respectivement aux fréquences de 2 GHz et de 5.9 GHz pour la détection de NaCl dans la gamme de concentrations de 1 à 9 mg/ml. Le système développé

présente ainsi de très bonnes sensibilité et précision de mesure et peut opérer sur une large gamme de fréquences.

### **III.3 MICROSCOPES MICRO-ONDES CHAMP PROCHE BASES SUR LA TECHNIQUE INTERFEROMETRIQUE**

#### **III.3.1 Introduction**

Dans ce volet du mémoire, les deux interféromètres qui ont été présentés au chapitre 2 (interféromètres en réflexion et transmission) sont donc associés à des sondes champ proche pour réaliser un microscope. Le microscope champ proche basé sur l'interféromètre en réflexion et la sonde champ proche avec la pointe de 260  $\mu\text{m}$  est présenté dans un premier temps. Puis, la sensibilité de mesure du microscope champ proche basé sur l'interféromètre en transmission et la sonde champ proche de 2  $\mu\text{m}$  est étudiée.

#### **III.3.2 Microscope champ proche basé sur la technique interférométrique en réflexion**

##### **III.3.2.1 Introduction**

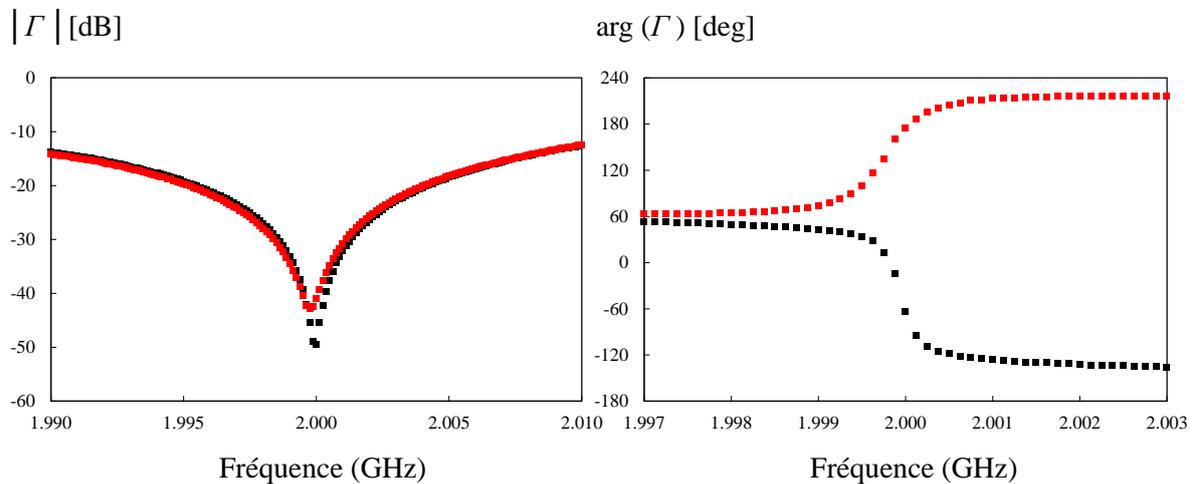
Dans cette partie du manuscrit, le microscope champ proche basé sur l'association de l'interféromètre en réflexion et de la sonde champ proche évanescente avec la pointe de 260  $\mu\text{m}$  est mis en œuvre. Dans un premier temps, la validation expérimentale de la procédure d'annulation de la technique interférométrique en réflexion est réalisée à différentes fréquences. La sensibilité de mesure de ce microscope champ proche est aussi étudiée.

Un modèle de calibrage est ensuite proposé pour exprimer le coefficient de réflexion mesuré en fonction des propriétés locales de l'échantillon sous test. Cette technique de calibrage est basée sur un modèle de type SOL (Short-Open-Load). Le problème inverse est alors résolu afin de retrouver les propriétés locales de l'échantillon à partir du modèle de calibrage. En particulier, un modèle électrique basé sur des éléments localisés R-L-C est proposé pour représenter l'interaction entre la sonde champ proche et le l'échantillon sous test. Afin de démontrer le principe de la technique de calibrage proposée, la capacité de couplage entre la sonde champ proche et un échantillon métallique est déterminée expérimentalement.

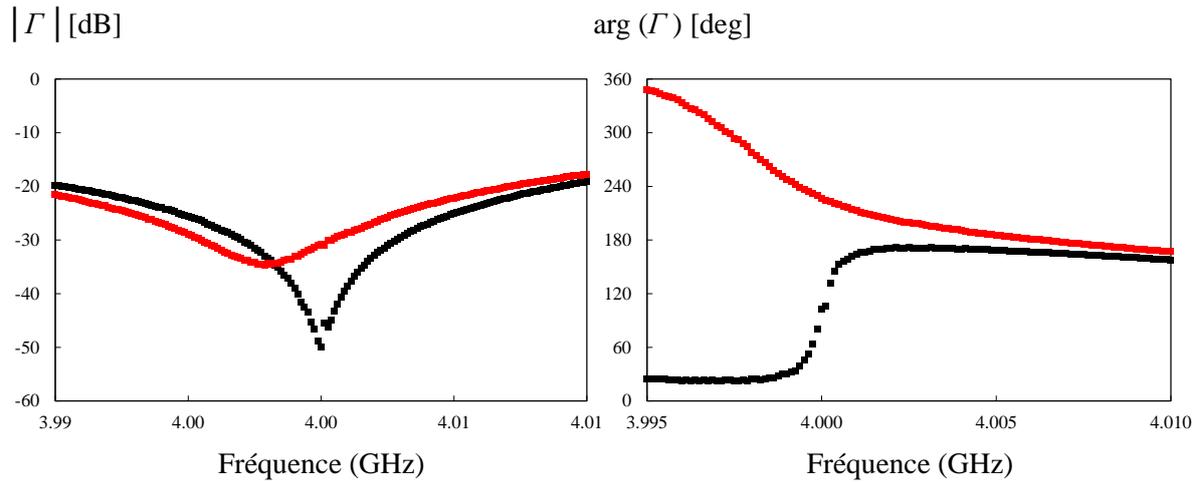
Enfin, afin de démontrer l'intérêt de la technique proposée, une étude expérimentale autour de la détection et de l'évaluation de concentrations de NaCl et de glucose en milieux aqueux à 2.45 GHz est également présentée.

### III.3.2.2 Procédure d'annulation du coefficient de réflexion

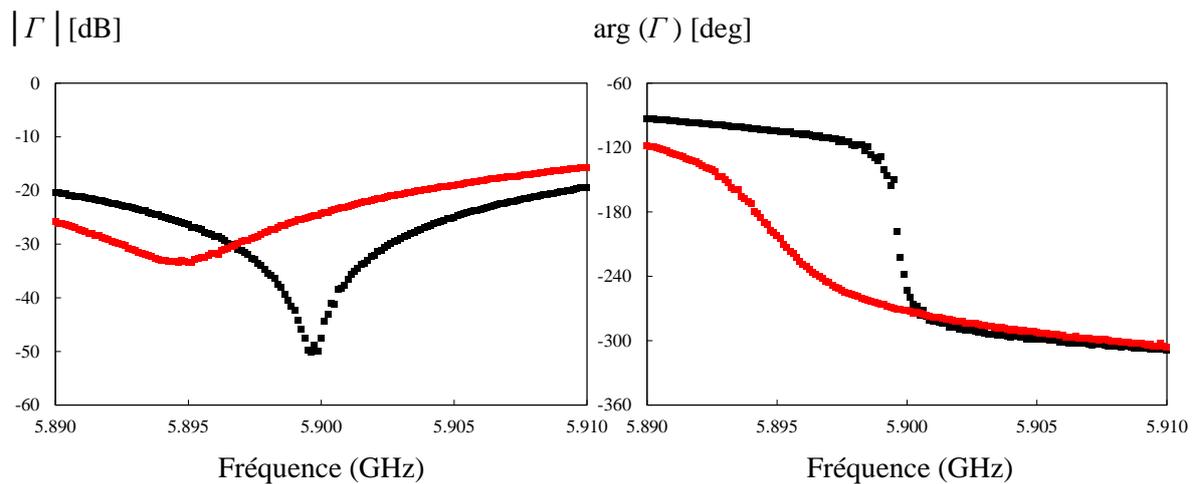
Afin de vérifier les potentialités de la technique proposée, une expérience basique consiste à réaliser la procédure d'annulation à une fréquence particulière en utilisant la plateforme présentée dans le chapitre 2 (Figure II.34). Nous avons sélectionné trois fréquences de test différentes 2, 4 et 5.9 GHz qui représentent en fait la limite inférieure, le centre et la limite supérieure de la bande de fréquences de travail. Dans cette configuration, la sonde est adaptée à la fréquence d'intérêt en espace libre (coefficient de réflexion autour de -50 dB à chaque fréquence et coefficient de qualité de 5333 à 2 GHz, 8000 à 4 GHz et 9493 à 5.9 GHz). Le module du coefficient de réflexion est ensuite mesuré dans le cas où la sonde est en espace libre et dans le cas où un plan métallique est mis au contact de la sonde champ proche (pointe de 260  $\mu\text{m}$  de diamètre), à 2 GHz (Figure III-11), à 4 GHz (Figure III-12) et à 5.9 GHz (Figure III-13). Toutes les mesures sont réalisées à température ambiante autour de 20 °C.



**Figure III-11 : Coefficient de réflexion mesuré - F=2 GHz. ( ■ sonde en espace libre  
 ■ sonde en contact du plan métallique).**



**Figure III-12 : Coefficient de réflexion mesuré - F=4 GHz. ( ■ sonde en espace libre  
 ■ sonde en contact du plan métallique).**



**Figure III-13 : Coefficient de réflexion mesuré - F=5.9 GHz. ( ■ sonde en espace libre  
 ■ sonde en contact du plan métallique).**

D'abord d'un point de vue qualitatif, nous retrouvons pour les trois fréquences considérées un pic d'adaptation autour de -50 dB pour la configuration en espace libre. Nous notons également, pour les trois cas, un décalage du pic vers les basses fréquences ainsi qu'un évasement plus prononcé et une profondeur moindre de celui-ci pour les mesures au contact d'un plan métallique. Les résultats de l'étude quantitative associée à ces mesures sont reportés quant à eux dans le tableau III-3. Les paramètres d'intérêts calculés à partir des réponses du module du coefficient de réflexion pour les trois fréquences choisies sont donnés dans le tableau. Dans la première colonne la fréquence d'annulation correspond à la fréquence où la

procédure d’annulation est réalisée (adaptation en espace libre). La deuxième colonne représente le coefficient de qualité d’annulation calculé à -3 dB. Dans la troisième colonne, nous présentons le module du coefficient de réflexion à la fréquence d’annulation. Dans la quatrième, cinquième et sixième colonne, nous donnons respectivement la fréquence, le coefficient de qualité et le module du coefficient de réflexion mesurés en présence du plan métallique. Enfin, dans les deux dernières colonnes, nous donnons également la variation des modules et des phases du coefficient de réflexion mesurés en espace libre et en présence du plan métallique à chaque fréquence d’annulation.

$F_{\text{annulation}}$ [GHz]	$Q_{\text{annulation}}$	$ \Gamma _{\text{annulation}}$ [dB]	$F_{\text{métal}}$ [GHz]	$Q_{\text{métal}}$	$ \Gamma _{\text{métal}}$ [dB]	$\Delta \Gamma $ @ $F_{\text{annulation}}$	$\Delta\Phi$ @ $F_{\text{annulation}}$
2	5333	-49.51	1.9998	3999	-42.82	-8.5	120.8
4	8000	-49.99	3.9979	1184.6	-34.76	-19.17	124
5.8996	9439	-50.18	5.8951	1473	-33.45	-25.23	72.2

**Tableau III-3 : Paramètres d’intérêt extraits de la mesure du coefficient de réflexion.**

D’après le tableau III-3, on note des variations importantes aussi bien pour le coefficient de qualité que pour le module et la phase du coefficient de réflexion pour les trois fréquences de test. La sensibilité de mesure pour le module du coefficient de réflexion ( $\Delta|\Gamma|$  @ $F_{\text{annulation}}$ ) augmente lorsque la fréquence de travail est plus grande. On note que dans notre étude on s’intéresse plutôt à la variation du module et de la phase du coefficient de réflexion à la fréquence d’annulation qu’à la variation du coefficient de qualité.

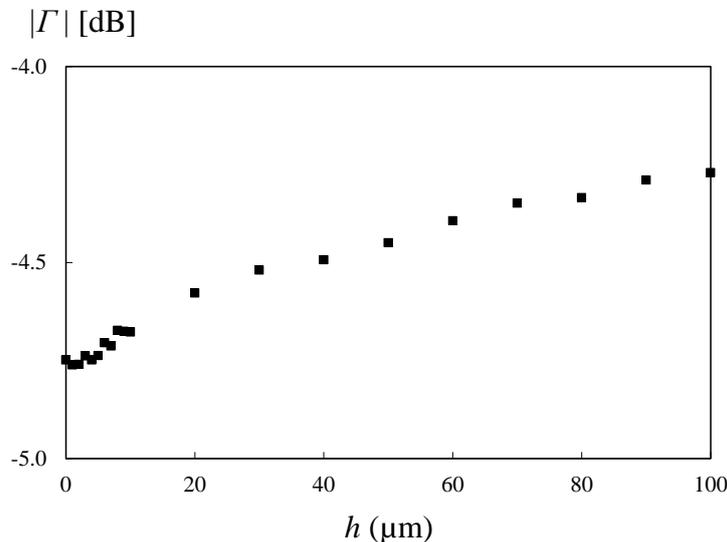
### III.3.2.3 Etude de la sensibilité du microscope

L’avantage majeur de la technique proposée est la possibilité d’ajuster la fréquence de résonance et le coefficient de qualité à la distance désirée de l’échantillon sous test. En effet, les techniques classiques utilisent des résonateurs conventionnels présentant de forts facteurs de qualité à vide mais ces derniers chutent en présence de l’échantillon sous test. La technique interférométrique proposée donne la possibilité, quant à elle, de réadapter la sonde en présence de l’échantillon sous test afin d’assurer le meilleur couplage électromagnétique [BAK 13\_b].

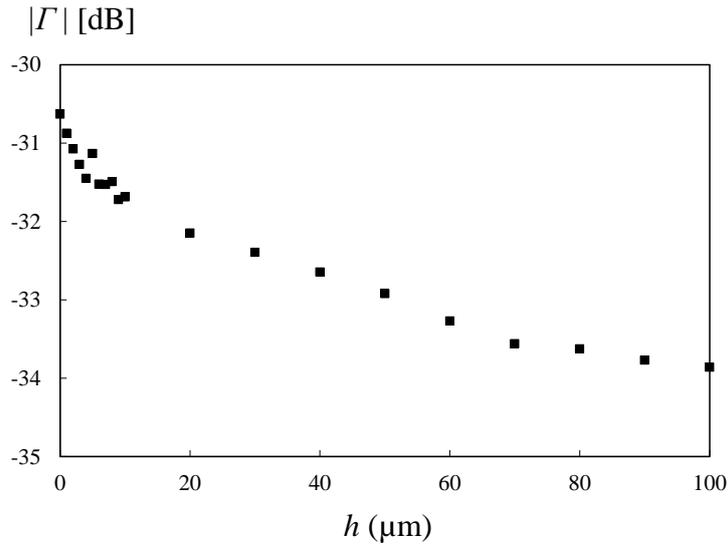
Afin d’étudier plus finement encore la sensibilité de mesure du microscope champ proche basé sur l’interféromètre en réflexion (figure II.34), la variation du coefficient de réflexion est mesurée à la fréquence de 4 GHz (fréquence centrale de la bande d’intérêt)

lorsqu'un plan métallique est déplacé du contact de la pointe à une distance de 100  $\mu\text{m}$  de celle-ci. La figure III-14 représente la variation du module du coefficient de réflexion en fonction de la distance à la plaque.

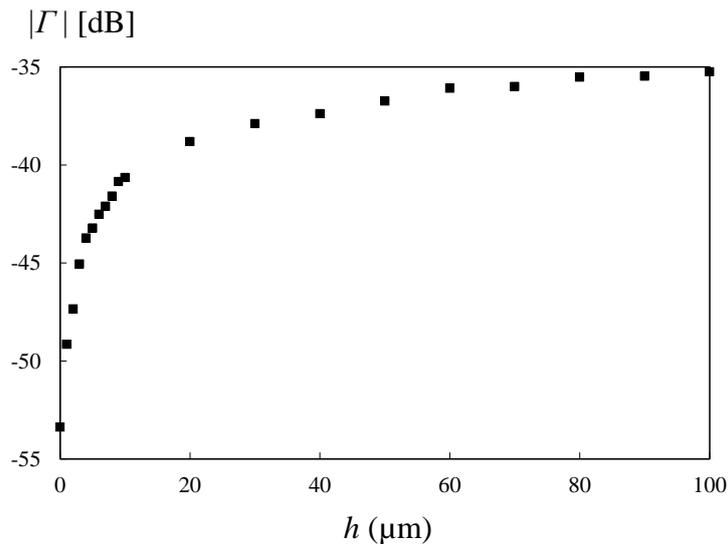
Dans la première configuration (Figure III-14 (a)), la sonde (pointe de diamètre 260  $\mu\text{m}$ ) est connectée directement au port de mesure en réflexion de l'analyseur de réseaux (un seul port du VNA est utilisé). Dans ce cas, on note une variation du module du coefficient de réflexion inférieure à 1 dB. Comme nous l'avons déjà évoqué, l'analyseur de réseaux est peu sensible à la mesure des faibles variations d'impédance autour de la haute impédance de la sonde champ proche. Dans la deuxième configuration, la sonde est connectée à l'interféromètre. L'adaptation est réalisée en espace libre à la fréquence de 4 GHz (Figure III-14 (b)). Dans ce cas, une variation autour de 3.5 dB est relevée. Dans cette configuration, la sensibilité de mesure est comparable à celle offerte par les microscopes micro-onde basés sur l'utilisation des résonateurs conventionnels [KIM O5]. Dans la dernière configuration (Figure III-14 (c)), la sonde est adaptée à 4 GHz lorsqu'elle est au contact du plan métallique. Dans ce cas, on remarque que lorsque la séparation varie de  $h = 0 \mu\text{m}$  à  $h = 100 \mu\text{m}$ , le module du coefficient de réflexion  $\Gamma$  augmente de -53 dB à -35 dB (soit une variation de 18 dB).



(a) Sonde connectée directement au VNA.



**(b) Sonde adaptée à travers l'interféromètre en espace libre.**



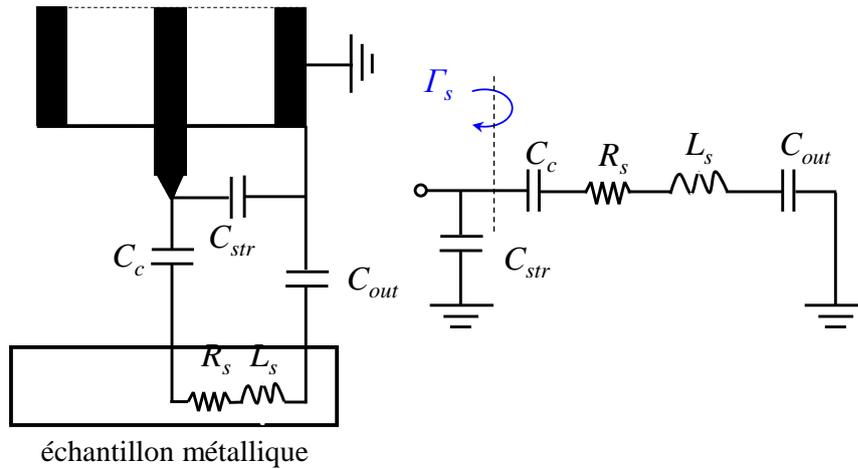
**(c) Sonde adaptée à travers l'interféromètre en contact du plan métallique.**

**Figure III-14 : Module du coefficient de réflexion mesuré  $\Gamma$  en fonction de la séparation sonde-échantillon - F= 4 GHz.**

A partir de ces résultats, nous pouvons conclure qu'adapter la sonde en présence de l'échantillon sous test peut améliorer significativement la sensibilité de mesure. Afin de bénéficier de la meilleure sensibilité de mesure, la séparation entre la sonde et l'échantillon doit être maintenue la plus faible possible (de préférence dans la zone champ proche définie principalement par la plus petite dimension de la sonde).

### III.3.2.4 Modélisation de l'interaction sonde-échantillon

Du fait de la petite dimension de la sonde (260  $\mu\text{m}$ ) comparativement à la longueur d'onde d'opération (7,5 cm à la fréquence de 4 GHz), l'approximation du régime électrique statique peut être appliquée pour représenter l'interaction entre la sonde champ proche et l'échantillon sous test [IMT 07, TSE 07, ANL 07]. Dans la figure III-15, le circuit équivalent à éléments localisés représente ainsi l'interaction sonde-échantillon dans le cas où l'échantillon est un plan conducteur [BAK 14].



**Figure III-15 : Circuit équivalent représentant l'interaction sonde-échantillon.**

L'échantillon sous test est couplé à la sonde au travers de la capacité de couplage  $C_c$ . Cette capacité dépend principalement de la séparation sonde-échantillon et de la géométrie de l'apex de la sonde. La résistance  $R_s$  représente l'énergie dissipée dans l'échantillon métallique.  $L_s$  représente l'inductance de l'échantillon métallique. Cette inductance peut être négligée en régime hautes fréquences. La capacité entre l'échantillon et le conducteur extérieur de la sonde coaxiale  $C_{out}$  peut être ignorée du fait que  $C_{out} \gg C_c$  (la surface du conducteur extérieur est beaucoup plus grande que celle du conducteur intérieur). La capacité entre la pointe et le conducteur extérieur de la sonde coaxiale ouverte est représenté par la capacité parasite  $C_{str}$ .

Si l'impédance complexe  $Z_s$  représente l'interaction entre la sonde et l'échantillon métallique, alors le coefficient de réflexion dans le plan de l'apex de la sonde est donné par

$$\Gamma_s = \frac{Z_s - Z_0}{Z_s + Z_0} = \frac{\frac{1}{jC_c\omega} - Z_0}{\frac{1}{jC_c\omega} + Z_0} \quad (\text{III.2})$$

où,  $Z_0$  représente l'impédance de référence (50  $\Omega$ ).

Un modèle de calibrage de type « un port » est développé pour faire le lien entre le coefficient de réflexion champ proche mesuré et les propriétés de l'échantillon. Ce modèle basé sur la méthode de calibrage SOL (Short-Open-Load) permet d'écrire l'équation suivante :

$$\Gamma = E_{11} + \frac{E_{12}E_{21}\Gamma_s}{1-E_{22}\Gamma_s} \quad (\text{III.3})$$

où  $\Gamma$  est le coefficient de réflexion mesuré et  $E_{11}$ ,  $E_{22}$ ,  $E_{12}E_{21}$  représentent les coefficients de calibrage. Pour trouver ces termes de calibrage complexes, trois charges standards connues  $C_{c1}$ ,  $C_{c2}$ ,  $C_{c3}$  sont utilisées. Les coefficients de réflexion  $\Gamma_1$ ,  $\Gamma_2$  and  $\Gamma_3$  qui correspondent aux trois charges de calibrage sont utilisés pour résoudre le système d'équations (III-3) et ainsi retrouver les termes de calibrage. Le coefficient de réflexion au niveau de l'échantillon  $\Gamma_s$ , est alors retrouvé après inversion de l'équation (III.3).

Afin de calculer la capacité de couplage entre la sonde champ proche et l'échantillon métallique pour les différentes séparations, les trois capacités calculées pour les séparations sonde-échantillon métallique de 1, 10, 100  $\mu\text{m}$  sont utilisées pour retrouver les termes de calibrage. Ces séparations, qui correspondent aux limites inférieure et supérieure et à une valeur intermédiaire de la bande de séparation d'intérêt, sont choisies afin de bénéficier des meilleures sensibilité et précision de mesure. Ces capacités sont calculées en utilisant la formule suivante [GAO 99] :

$$C(h) = 4\pi\epsilon_0 R_0 \sinh(\alpha) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\sinh(n\alpha)} \quad (\text{III.4})$$

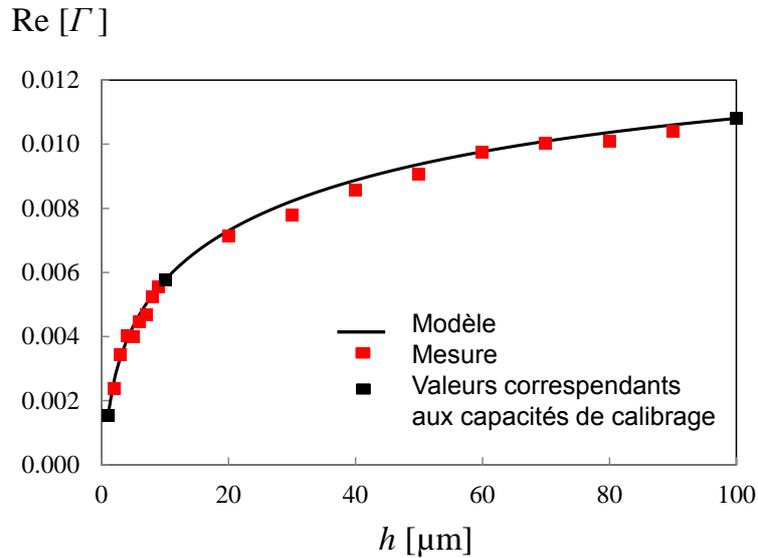
où :  $\alpha = \cosh^{-1}(1 + a')$ ,  $a' = h/R_0$ ,  $R_0$  représente le rayon de la pointe (130  $\mu\text{m}$ ) et  $h$  est la séparation entre la sonde et l'échantillon.

Les coefficients de calibrage calculés à 4 GHz sont donnés le tableau III-4.

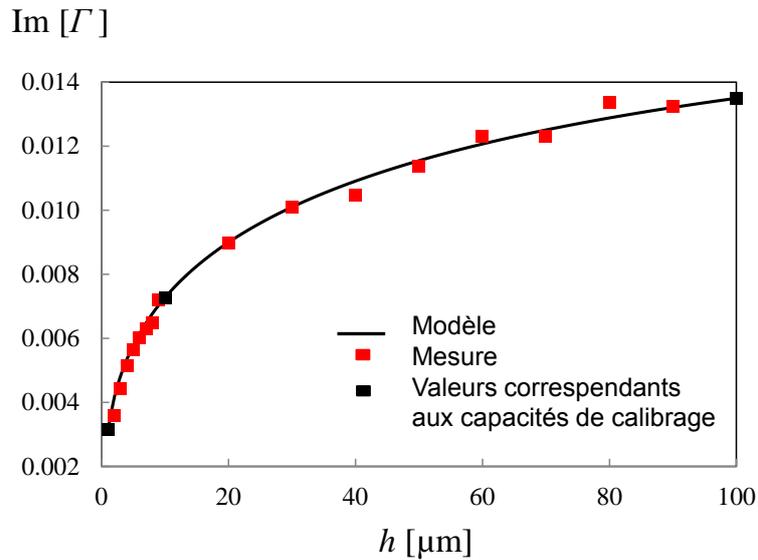
Coefficient	Module	Phase (deg)
$E_{11}$	0.016105	20.34785
$E_{12}E_{21}$	0.003068	-70.9744
$E_{22}$	0.973909	-4.50519

**Tableau III-4 : Coefficients de calibrage déterminés à 4 GHz.**

Les coefficients de réflexion  $\Gamma$  mesurés par le VNA et calculés par le modèle de calibrage sont représentés sur la figure III-16.



(a) Partie réelle du coefficient de réflexion  $\Gamma$ .

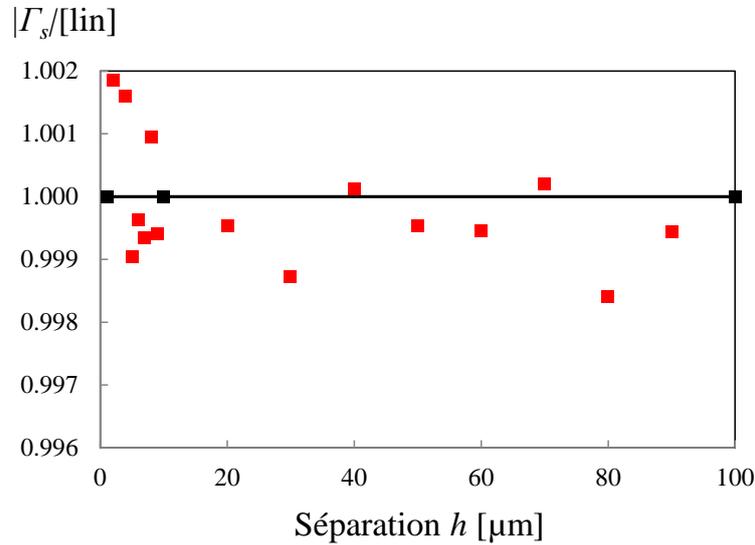


(b) Partie imaginaire du coefficient de réflexion  $\Gamma$ .

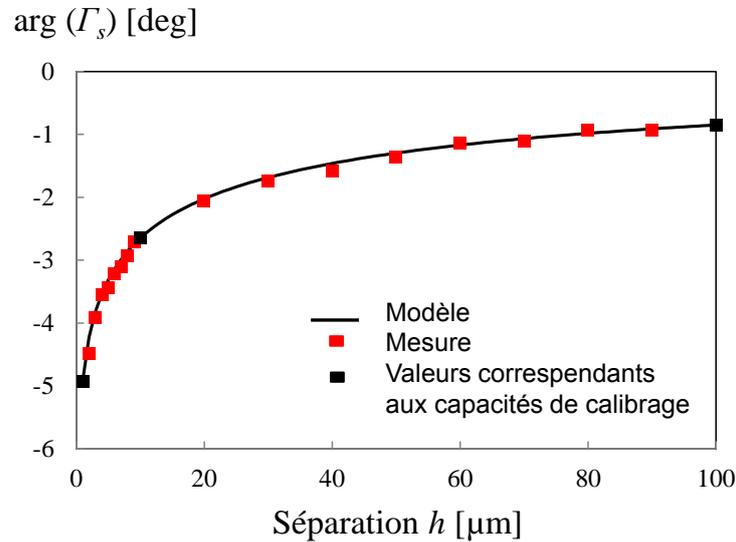
**Figure III-16: Coefficient de réflexion  $\Gamma$  en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique -  $F=4$  GHz.**

D'après ces figures, on note que le modèle proposé 'colle' bien aux mesures expérimentales.

Nous retrouvons également à partir de ce modèle de calibrage le coefficient de réflexion  $\Gamma_s$  dans le plan de l'échantillon métallique lorsque la séparation varie de  $h = 1 \mu\text{m}$  à  $h = 100 \mu\text{m}$  (Figure III-17).



(a) Module du coefficient de réflexion  $\Gamma_s$ .



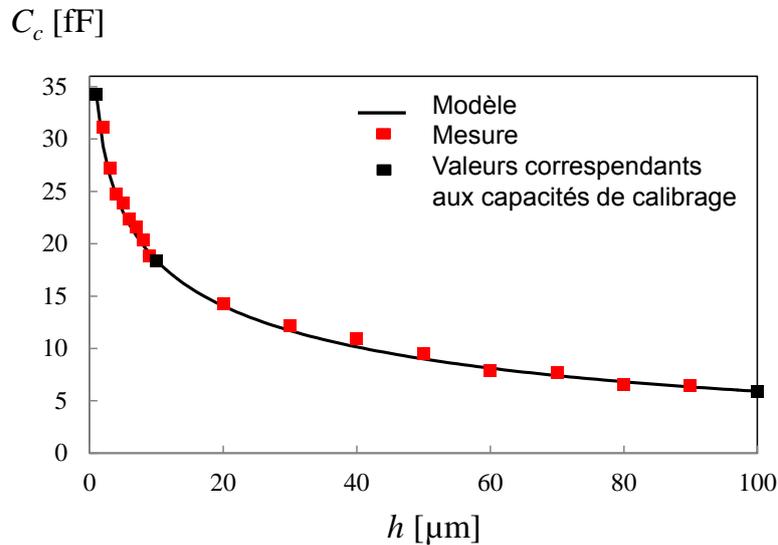
(b) Phase du coefficient de réflexion  $\Gamma_s$ .

Figure III-17: Coefficient de réflexion  $\Gamma_s$  en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique -  $F= 4 \text{ GHz}$ .

À partir de la figure III-17 (a), on remarque que le module du coefficient de réflexion  $\Gamma_s$  est quasiment unitaire tandis qu'une variation de phase d'environ 4 degrés est observée (Figure III-17 (b)). À partir de l'équation III.2 le module du coefficient de réflexion  $\Gamma_s$  est théoriquement égale à 1 et la phase est donnée par

$$\arg(C_c) = -2 \operatorname{atan}(C_c \omega Z_0) \quad (\text{III.5})$$

Nous calculons en utilisant le modèle de calibrage la capacité de couplage  $C_c$  obtenue pour les séparations allant de 1 à 100  $\mu\text{m}$ . La figure III-18 représente la variation de la capacité de couplage en fonction de la séparation sonde-échantillon.



**Figure III-18: Capacité de couplage  $C_c$  en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique - F= 4 GHz.**

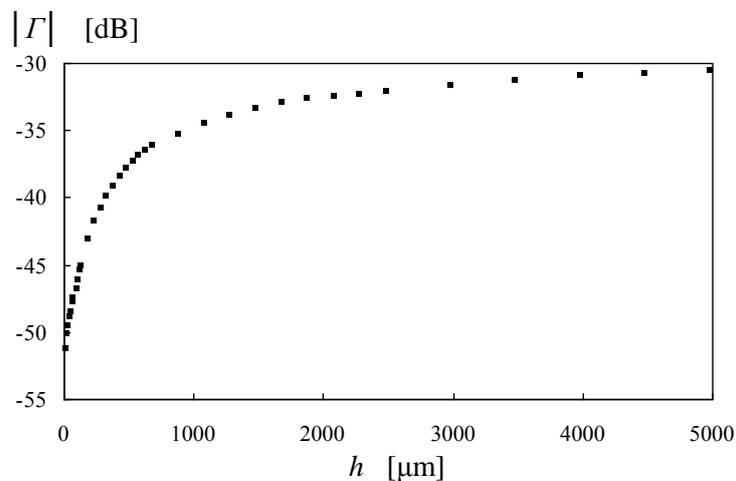
Ce graphique donne la loi de variation de la capacité de couplage  $C_c$  en fonction de la séparation. Nous notons que lorsque la séparation sonde-échantillon métallique varie de 1 à 100  $\mu\text{m}$ , la capacité de couplage  $C_c$  varie de 35 to 5 fF.

Après avoir présenté le modèle de calibrage proposé pour relier le coefficient de réflexion mesuré aux propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test et calculé la capacité de couplage en fonction de la séparation sonde-échantillon métallique, une étude expérimentale autour de la détection et de l'évaluation de concentrations de glucose et de NaCl en milieux aqueux à 2.45 GHz est présentée afin de démontrer l'efficacité de la technique proposée.

### III.3.2.5 Caractérisation de milieux liquides

Dans cette partie du manuscrit, Le système de mesure développé basé sur l'association de la technique interférométrique et de la sonde champ proche (figure II-34) est mis en œuvre pour la caractérisation en milieux aqueux. Une démonstration expérimentale est proposée pour évaluer les performances de la technique proposée en termes de sensibilité de mesure. En particulier, nous caractérisons à 2.45 GHz des solutions (volume de 144 mm<sup>3</sup>) préparées à base d'eau dé-ionisée et de différentes concentrations de glucose et de chlorure de sodium [HAD 12]. On note que le système proposé opère dans la gamme de fréquences de 2 à 6 GHz. Nous avons cependant choisis de faire la démonstration à la fréquence de 2.45 GHz.

Dans la première partie on s'intéresse à l'étude de la résolution en profondeur et de la sensibilité en présence du liquide sous test (Figure III-19). Pour cela nous avons mesuré les variations du coefficient de réflexion en fonction de la séparation  $h$  entre la sonde et la surface du liquide. Dans cette configuration la sonde est adaptée à une distance de 10  $\mu\text{m}$  par rapport à la surface de l'eau dé-ionisée à la fréquence de 2.45 GHz.



**Figure III-19 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de la séparation sonde-liquide sous test (ici eau dé-ionisée) - F= 2.45 GHz.**

A partir de ce graphe, on remarque une variation exponentielle du module du coefficient de réflexion en fonction de la séparation sonde-liquide sous test. Lorsque la séparation varie du contact à 5000  $\mu\text{m}$  au-dessus de l'eau, le module du coefficient de réflexion varie très sensiblement (de -52 dB à -30 dB). On note une très grande sensibilité de mesure dans la région champ proche définie par la petite dimension de la pointe qui est ici de 260  $\mu\text{m}$ . Après ce premier cas qui a permis, au travers de la mesure d'un volume d'eau dé-

ionisée, de démontrer la pertinence de ce type de caractérisation, nous nous intéressons maintenant à la caractérisation de solutions aqueuses.

### III.3.2.5.1 Caractérisation des solutions de NaCl

#### III.3.2.5.1.1 Analyse théorique

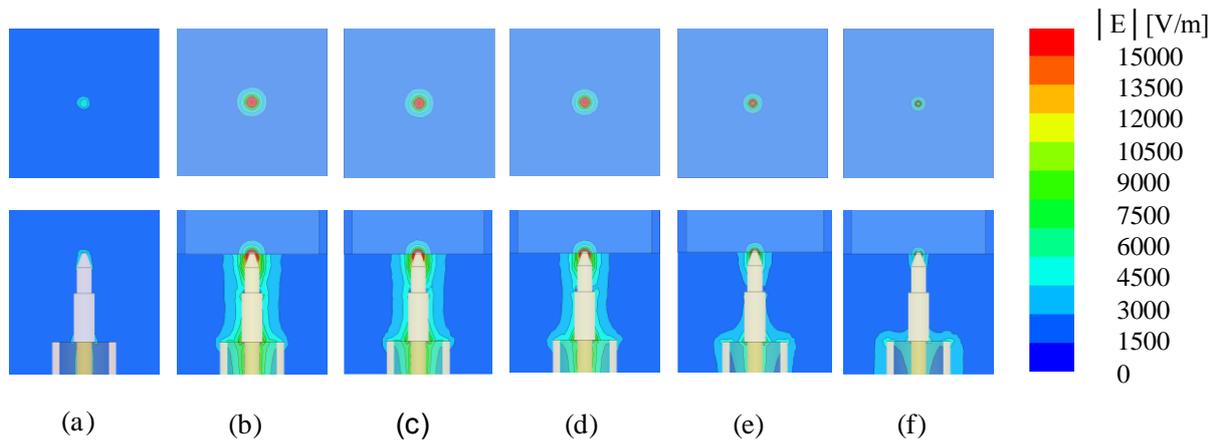
Afin d'éliminer la capacité parasite entre la sonde et le liquide sous test et par conséquent assurer le meilleur couplage électromagnétique entre la sonde et le liquide sous test, la sonde est immergée à 100  $\mu\text{m}$  dans le liquide. Signalons à cet effet que les techniques résonantes traditionnelles basées sur l'utilisation de cavités présentent de forts coefficients de qualité à vide mais qui chutent au contact du liquide sous test. Ces techniques s'avèrent alors inefficaces pour distinguer deux liquides présentant des propriétés électromagnétiques très proches. Dans notre cas, ce verrou est levé par la possibilité offerte par la technique interférométrique de réajuster le coefficient de qualité en présence même de l'échantillon. En d'autres termes, le système proposé ne mesure pas le coefficient de réflexion du dispositif sous test mais la variation du coefficient de réflexion par rapport à un coefficient de réflexion de référence (relatif à un liquide de référence).

Dans le tableau III-5, nous donnons les paramètres de Cole-Cole et la permittivité complexe pour différentes concentrations de NaCl calculés à 2.45 GHz et à 25°C à partir des données trouvées dans la littérature [PEY 07].

Concentration [mg/ml]	$\epsilon_s$	$\tau$ [ps]	$\sigma_i$ [S/m]	$\alpha$	$\epsilon'$	$\epsilon''$	$\frac{\sigma_i}{\omega\epsilon_0}$
0	78.446	8.21	0	0	77.29	9.13	0
3.2	77.644	8.15	0.556	0.0039	76.45	9.01	4.08
4.9	77.224	8.11	0.848	0.0059	76.01	8.96	6.22
6.7	76.785	8.08	1.154	0.0079	75.55	8.89	8.47
13	75.288	7.96	2.201	0.0141	74.00	8.67	16.15
20	72.692	7.77	4.016	0.0238	71.34	8.29	29.46
50	67.800	7.47	7.765	0.0347	66.45	7.55	56.97
100	60.623	7.10	13.174	0.0579	59.19	6.62	96.65

**Tableau III-5 : Paramètres de Cole-Cole et permittivité diélectrique pour les différentes solutions de NaCl.**

La distribution du champ électrique simulée par HFSS Ansys™ à 2.45 GHz dans le cas de la sonde en espace libre, de la sonde plongée à 100  $\mu\text{m}$  dans de l'eau dé-ionisée et pour différentes concentrations de NaCl (de 3.2, 13, 50, 100 mg/ml) est donnée en figure III-20. Sur la première et la deuxième ligne de la figure, on représente respectivement la distribution du champ électrique sur un plan vertical et un plan parallèle à la sonde.



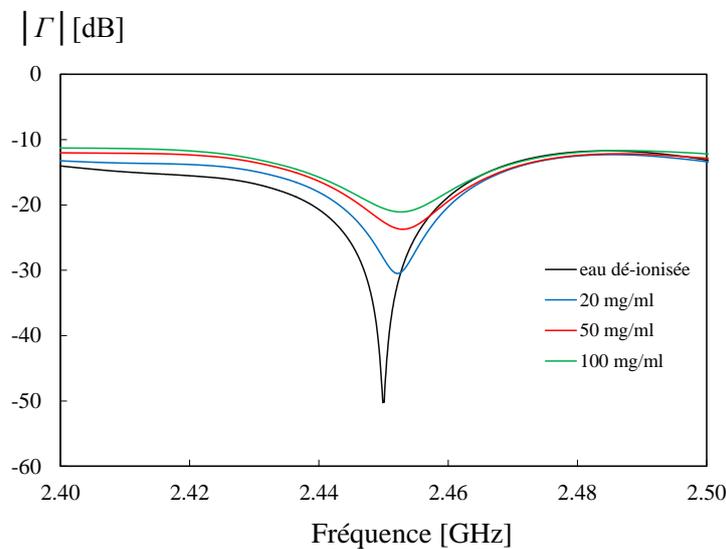
**Figure III-20 : Simulation électromagnétique du module du champ électrique à 2.45 GHz. (a) espace libre, (b) eau dé-ionisée, et quatre solutions avec différentes concentrations de NaCl: (c) 3.2 mg/ml, (d) 13 mg/ml, 50 mg/ml et (f) 100 mg/ml.**

À partir de la figure III-20 (a) qui représente la distribution du champ électrique lorsque la sonde est en espace libre, on remarque que les champs sont concentrés autour de la pointe. Dans la figure III-20 (b), sonde est immergée à 100  $\mu\text{m}$  dans de l'eau dé-ionisée, on note que compte tenu du fort contraste de permittivité qui existe entre l'air et l'eau, les champs électromagnétiques sont plus concentrés dans l'eau. Ceci résulte en un fort couplage électromagnétique et une meilleure résolution spatiale.

À partir de la figure III-20 (c) jusqu'à la figure III-20 (f), on note que lorsque la concentration de NaCl augmente, la distribution latérale et en profondeur du champ électrique diminue. Ceci est dû au fait que lorsque la concentration de NaCl augmente, la conductivité ionique augmente et par conséquent l'absorption de l'énergie électromagnétique dans le liquide augmente.

### III.3.2.5.1.2 Validation expérimentale

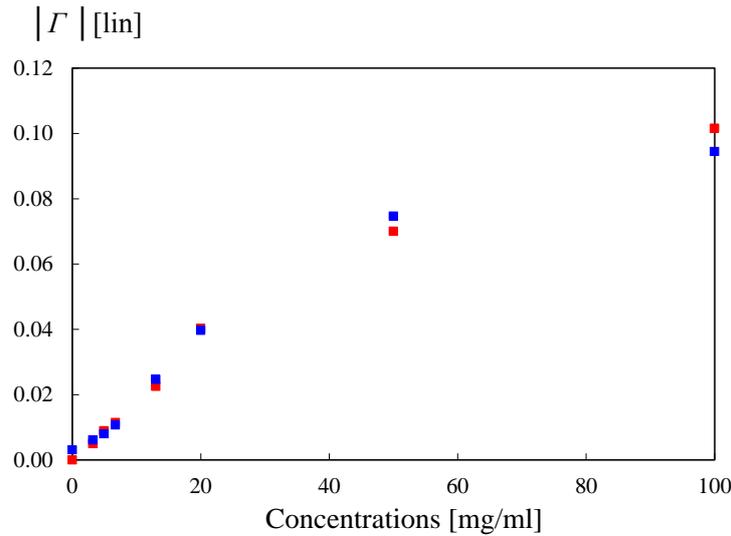
Les différentes configurations étudiées en simulation sont expérimentalement démontrées. La procédure d'annulation est réalisée lorsque la sonde est immergée à 100  $\mu\text{m}$  dans le liquide sous test qui est de l'eau dé-ionisée à une fréquence de 2.45 GHz. Toutes les expériences sont réalisées à température ambiante de 25°C. Dans les conditions d'annulation, la fréquence de résonance est de 2.45 GHz et le coefficient de qualité est fixé à 6127. La figure III-21 représente les spectres du module du coefficient de réflexion pour le cas de l'eau dé-ionisée et pour des concentrations de NaCl de 20, 50 et 100 mg/ml.



**Figure III-21 : Spectres du module du coefficient de réflexion mesurés pour les différentes concentrations de NaCl.**

A partir de cette figure, on remarque que lorsque la concentration de NaCl augmente, la fréquence de résonance se décale et le coefficient de qualité diminue. Ceci est dû au fait que la variation de la concentration du NaCl influe directement sur l'interaction électromagnétique entre la sonde champ proche et les solutions de NaCl. A la fréquence de test de 2.45 GHz, le coefficient de réflexion augmente de -50.2 à -20.6 dB lorsque la concentration du NaCl augmente de 0 (eau dé-ionisée) à 100 mg/ml. Ceci montre que la technique proposée présente une très bonne sensibilité de mesure.

Dans la figure III-22, nous avons représenté la variation du module du coefficient de réflexion mesuré en fonction des différentes concentrations à 2.45 GHz.



**Figure III-22 : Variation du module du coefficient de réflexion en fonction de la concentration de NaCl - F= 2.45 GHz. (■ mesure ■ simulation).**

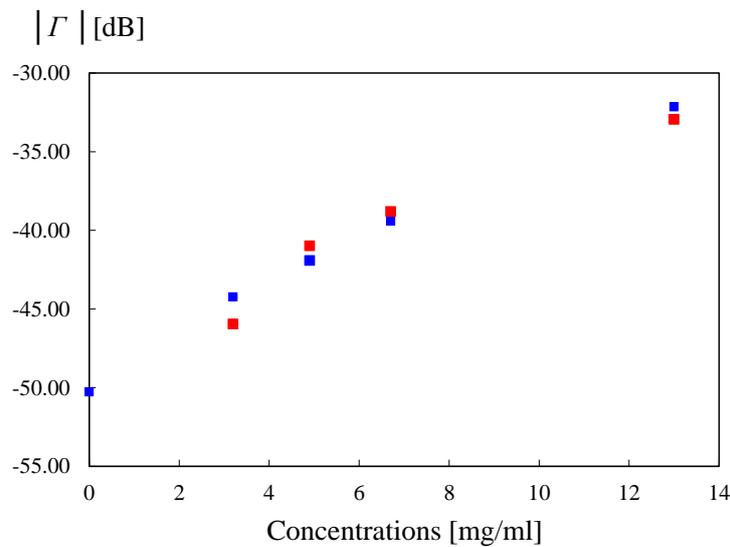
Pour valider les résultats nous avons aussi comparé ces valeurs avec les valeurs théoriques du coefficient de réflexion (représentées également sur la figure ci-dessus) calculées à partir des simulations électromagnétiques. Pour cela, nous avons normalisé les valeurs du coefficient de réflexion simulées par HFSS Ansys<sup>TM</sup> pour chaque concentration par rapport à la valeur du coefficient de réflexion simulé dans l'eau dé-ionisée (on rappelle que la procédure d'annulation a été réalisée dans l'eau dé-ionisée). Le coefficient de réflexion théorique calculé pour l'eau dé-ionisée sera donc nul. Dans le tableau III-6, nous avons présenté les valeurs du module du coefficient de réflexion simulé par HFSS Ansys<sup>TM</sup> appelé  $\Gamma_{LST}$ , calculé théoriquement après normalisation, appelé  $\Gamma_T$  ( $\Gamma_T = \frac{1}{2} [\Gamma_{LST} - \Gamma_{LST_{0\text{ mg/ml}}}]$ ) et mesuré, appelé  $\Gamma$ .

Concentration [mg/ml]	0	3.2	4.9	6.7	13	20	50	100
$ \Gamma_{LST} $	0.726	0.725	0.723	0.721	0.708	0.680	0.621	0.547
$ \Gamma_T $	0	0.005	0.009	0.012	0.023	0.041	0.070	0.102
$ \Gamma $	0.003	0.006	0.008	0.011	0.025	0.04	0.075	0.094

**Tableau III-6 : Module du coefficient de réflexion simulé, théorique et mesuré pour les différentes concentrations-F= 2.45 GHz.**

D'après ce tableau, on remarque un bon accord entre les mesures et la théorie. On note que lorsque la concentration de NaCl augmente, la sensibilité de mesure décroît. Ceci est dû à l'effet de saturation de la conductivité ionique. Néanmoins, une meilleure sensibilité peut être obtenue en réalisant la procédure d'annulation du coefficient de réflexion à un niveau très inférieur pour une concentration de NaCl élevée (Fig. III-21).

Dans la figure III-23, nous avons représenté la variation du module du coefficient de réflexion en fonction de faibles concentrations, inférieures à 14 mg/ml.



**Figure III-23 : Variation du module du coefficient de réflexion mesuré en fonction de faibles concentrations de NaCl - F = 2.45 GHz (■ mesure ■ simulation).**

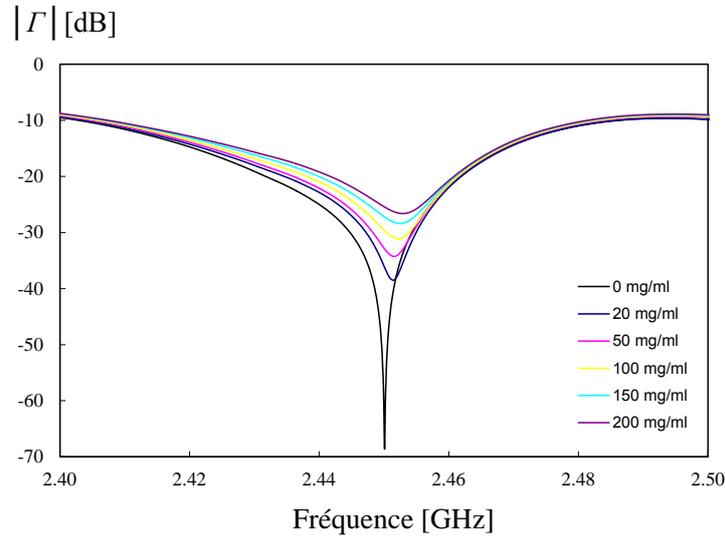
On remarque une variation exponentielle du module du coefficient de réflexion. Une sensibilité de mesure de 1.9 dB/(mg/ml) ou de 0.0006/(mg/ml) est relevée dans la zone allant de 0 à 13 mg/ml.

Ces premiers résultats de caractérisation de milieux liquides démontrent l'efficacité de la méthode proposée.

### III.3.2.5.2 Caractérisation des solutions du glucose

Dans le but de valider cette méthode de caractérisation nous élargissons l'étude à un second milieu aqueux. En effet, nous nous intéressons également à la caractérisation de solutions de glucose préparées à partir d'eau dé-ionisée pour des concentrations variant de 20 à 200 mg/ml. Les mesures sont réalisées à température ambiante de 25 °C.

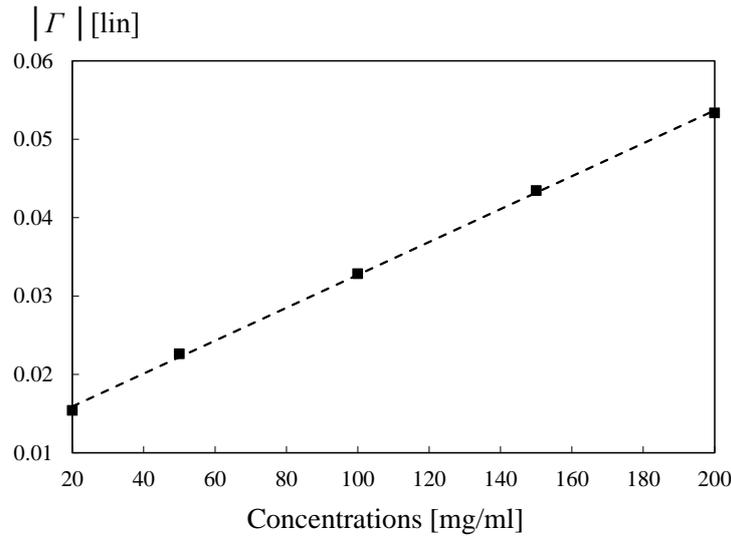
La figure III-24 représente les spectres du module du coefficient de réflexion mesurés à 2.4501 GHz. La procédure d'annulation du coefficient de réflexion est réalisée à 100  $\mu\text{m}$  dans l'eau dé-ionisée avec un niveau du coefficient de réflexion d'environ -70 dB. Le coefficient de qualité est meilleur que 15000.



**Figure III-24 : Spectres du module du coefficient de réflexion mesurés pour différentes concentrations de glucose.**

A partir de cette figure, on remarque que lorsque la concentration du glucose augmente, le coefficient de qualité diminue et la fréquence de résonance augmente. Ceci implique que les parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique du liquide sous test sont toutes les deux affectées par la variation de la concentration du glucose.

A la fréquence de 2.4501 GHz, nous avons représenté la variation du module du coefficient de réflexion en fonction de la concentration du glucose (Figure III-25).



**Figure III-25 : Variation du module du coefficient de réflexion mesuré en fonction de la concentration du glucose -  $F= 2.4501$  GHz.**

A partir de cette figure, on remarque que le coefficient de réflexion varie linéairement en fonction de la concentration du glucose. Une sensibilité de mesure de  $0.0002/(mg/ml)$  ou de  $0.11$  dB/(mg/ml) est relevée dans la gamme de concentration de 20 à 200 mg/ml.

### III.3.2.6 Conclusion

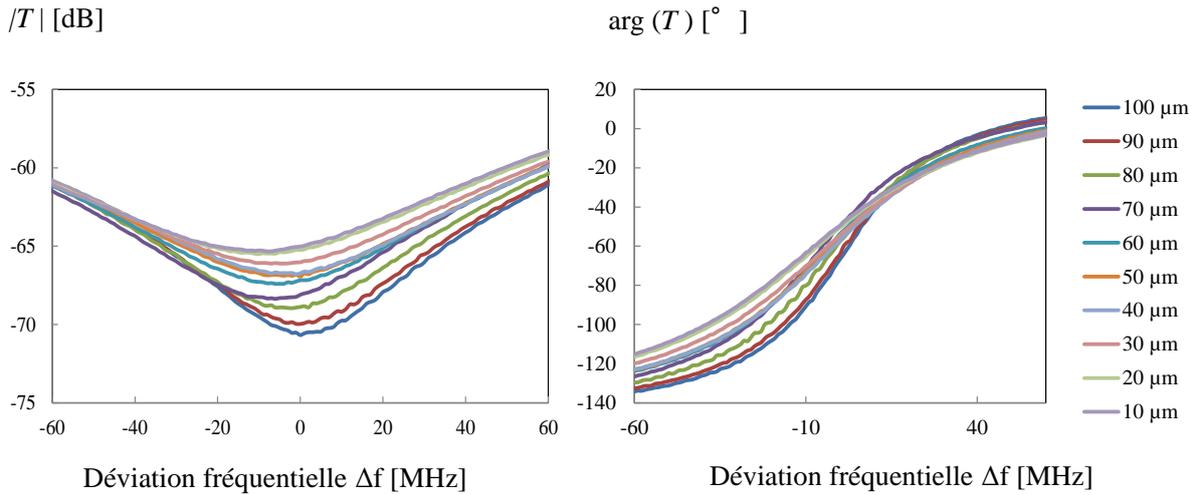
Dans ce volet du manuscrit, le microscope champ proche basé sur l'association de l'interféromètre en réflexion et de la sonde champ proche évanescente (pointe de  $260 \mu m$ ) a été mis en œuvre. La validation expérimentale de la procédure d'annulation de la technique interférométrique en réflexion est réalisée à différentes fréquences test. La sensibilité de mesure du microscope champ proche basé sur la technique interférométrique en réflexion est aussi étudiée.

Un modèle de calibrage un port est développé pour relier le coefficient de réflexion mesuré aux propriétés électromagnétiques locales de l'échantillon sous test. Un modèle électrique basé sur des éléments localisés est proposé pour représenter l'interaction entre la sonde et l'échantillon. Comme démonstration, nous avons calculé à l'aide de ce modèle la variation de la capacité de couplage entre la sonde et un échantillon métallique en fonction de la séparation.

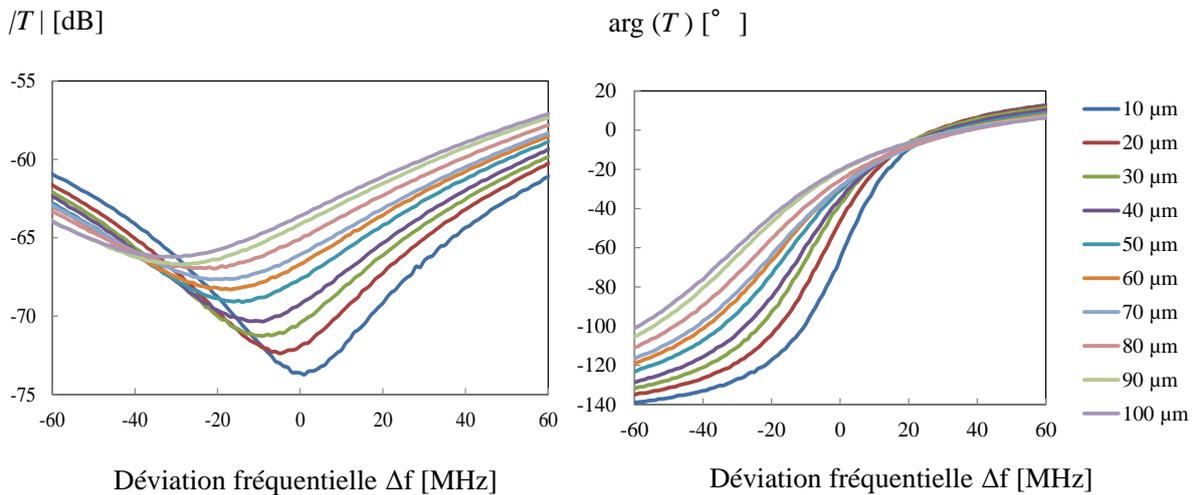
Afin de démontrer la capacité de la technique proposée, une étude expérimentale autour de la détection et de l'évaluation de concentrations de NaCl et de glucose en milieux aqueux à 2.45 GHz est présentée. Cette fréquence a été choisie car elle se rapproche de la fréquence de résonance de l'eau. Néanmoins, le système développé peut opérer dans la gamme de fréquences de 2 à 6 GHz. Une sensibilité de mesure de 0.0006/(mg/ml) ou de 1.9 dB/(mg/ml) est relevée dans la zone allant de 0 à 13 mg/ml pour la détection de NaCl et de 0.0002/(mg/ml) ou de 0.11 dB/(mg/ml) dans la gamme de concentration de 20 à 200 mg/ml pour la détection du glucose. Les résultats obtenus montrent que la technique proposée se situe à l'état de l'art en termes de gamme de fréquences d'opération et de sensibilité de mesure. En effet, nous avons démontré les capacités de la technique proposée à la fréquence de 2.45 GHz mais, néanmoins, le système proposé peut opérer dans la gamme de fréquences de 2 à 6 GHz.

### **III.3.3 Sensibilité de mesure du microscope champ proche basé sur la technique interférométrique en transmission**

Dans cette partie du manuscrit, la sensibilité de mesure du microscope champ proche basé sur l'association d'une sonde champ proche évanescente (pointe de 2  $\mu\text{m}$ ) et de l'interféromètre en transmission (Figure II-35) est étudiée. Les variations du coefficient de transmission  $T$  en module et phase sont alors mesurées lorsqu'un échantillon métallique est déplacé du contact de la sonde à une distance de 100  $\mu\text{m}$  de celle-ci. Cette sensibilité est étudiée à une fréquence de 2.5 GHz pour deux configurations différentes. Pour la première configuration, la sonde champ proche est adaptée en espace libre (Figure III.26 (a)). Dans le deuxième cas, la sonde est adaptée à une distance de 10  $\mu\text{m}$  par rapport l'échantillon métallique (Figure III.26 (b)).



(a) Sonde adaptée à travers l'interféromètre en espace libre.



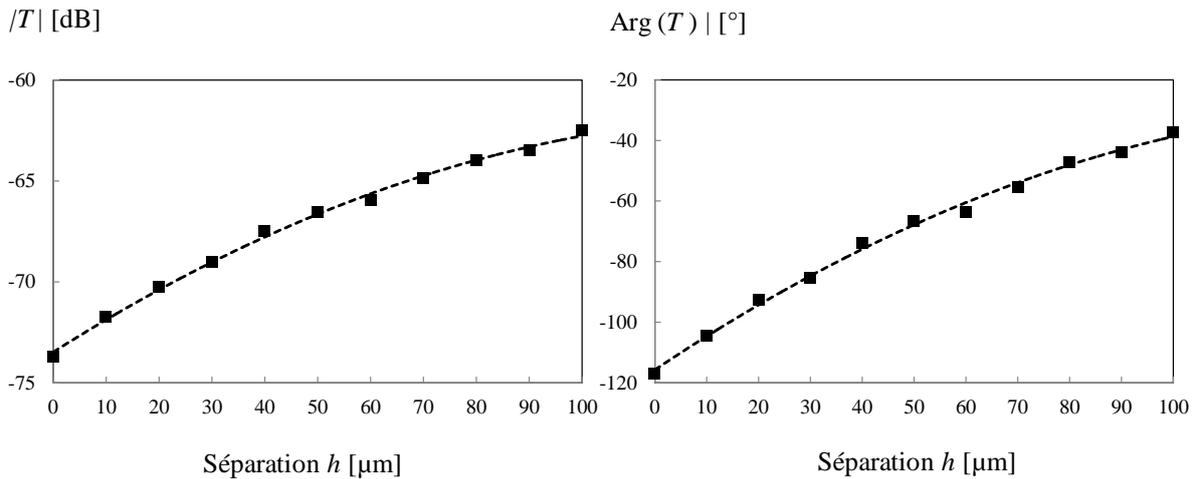
(b) Sonde adaptée à travers l'interféromètre à 10  $\mu\text{m}$  de l'échantillon métallique.

**Figure III-26 : Spectres des modules et des phases du coefficient de transmission mesurés pour différentes séparations sonde-échantillon - F= 2.5 GHz.**

D'après cette figure, on note une bonne sensibilité de mesure pour la technique proposée. Cette sensibilité est meilleure dans le cas où la sonde est adaptée à proximité de l'échantillon sous test (à 10  $\mu\text{m}$ ).

Sur la figure III-27 on représente à la fréquence d'annulation de 2.5 GHz les variations du module du coefficient de transmission en fonction de la séparation sonde-échantillon. Les variations de la phase du coefficient de transmission sont également représentées à une

fréquence appelée  $F_1$  décalée de 20 MHz (vers les basses fréquences) par rapport à la fréquence d'annulation ( $F_1 = 2.48 \text{ GHz}$ ). En effet, la phase présente une variation petite à la fréquence d'annulation. La figure III-26 montre effectivement qu'en se décalant de la fréquence d'annulation, la sensibilité sur la phase du coefficient de réflexion augmente au détriment de celle sur le module.



**Figure III-27 : Variation du module du coefficient de transmission mesuré à la fréquence  $F = 2.5 \text{ GHz}$  et de la phase du coefficient de transmission mesurée à la fréquence  $F_1 = 2.48 \text{ GHz}$  en fonction de la séparation  $h$ .**

D'après ce graphe, on note une sensibilité de mesure de  $0,16 \text{ dB}/\mu\text{m}$  sur le module du coefficient de transmission et de  $1,14^\circ/\mu\text{m}$  sur la phase. On remarque aussi que lorsque la séparation sonde-échantillon augmente, la sensibilité de mesure diminue.

On confirme ainsi que le microscope champ proche basé sur l'interféromètre en transmission présente une très bonne sensibilité de mesure. La solution proposée, complètement automatisée, permet d'adresser différentes applications.

### III.3.4 Conclusion

Dans ce volet du manuscrit deux microscopes basés sur des interféromètres, pour l'un fonctionnant en réflexion et l'autre en transmission, sont mis en œuvre. Les sensibilités de mesure des microscopes champ proche sont évaluées. Les résultats obtenus montrent que les plates-formes développées présentent des sensibilités de mesure et des résolutions spatiales qui se situent à l'état de l'art. Beaucoup de caractérisations ont été réalisées à une fréquence de

test, mais ces systèmes ont également la capacité d'opérer dans une large gamme de fréquences.

## **III.4 MICROSCOPE MICRO-ONDE BASE SUR DEUX SONDES CHAMP PROCHE**

### **III.4.1 Introduction**

Une nouvelle instrumentation est proposée dans ce volet du manuscrit. Contrairement aux microscopes champ proches conventionnels qui utilisent une seule sonde (la sonde sert à l'émission et à la réception) [TAL 09, NOZ 05, IMT 07, TAB 93, KLE 06, WAN 02, STE 00], le microscope proposé ici est basé sur l'utilisation de deux sondes, l'une pour l'émission et l'autre pour la réception. Le champ évanescent est transmis à travers l'échantillon sous test placé entre les deux sondes. Le coefficient de transmission est ensuite mesuré à l'aide d'un analyseur de réseaux vectoriel. Ce type d'approche permet de garantir une bonne sensibilité de mesure sur une large gamme de fréquences tout en bénéficiant de la résolution spatiale élevée des sondes champ proche.

D'abord, des simulations électromagnétiques sont proposées pour situer les performances de la technique proposée. Le dispositif expérimental est ensuite mis en œuvre pour la caractérisation diélectrique de matériaux solides planaires dans la gamme de fréquences de 1 à 6 GHz.

### **III.4.2 Analyse électromagnétique de la technique de microscopie basée sur l'association de deux sondes champ proche**

Afin de situer les performances de la technique proposée, des simulations électromagnétiques sont proposées dans la gamme de fréquences 1-6 GHz. Les sondes champ proche d'émission et de réception utilisées dans cette étude sont des connecteurs SMA du commerce qui présentent une pointe rectangulaire de dimension de  $450 \times 130 \mu\text{m}^2$  et des longueurs respectives de 2.5 mm et 1 mm. A titre d'illustration, la figure III-28 présente une photographie d'une des deux sondes champ proche.

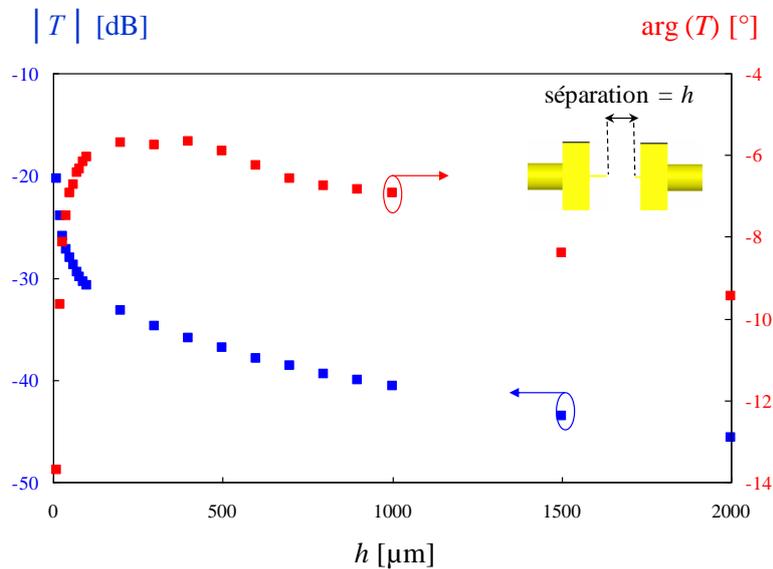


**Figure III-28: Photographie de la sonde champ proche d'émission.**

La sonde de réception est la même, seule la longueur de l'âme centrale change (1 mm).

### III.4.2.1 Etude de la sensibilité de mesure

Afin d'étudier la sensibilité de mesure, la variation du module du coefficient de transmission en fonction de la séparation entre les deux sondes est simulée à l'aide de HFSS Ansys<sup>TM</sup>. La figure III-29 représente la variation du module et de la phase du coefficient de transmission  $T$  simulé à la fréquence de 2.45 GHz lorsque la séparation entre les sondes varie du contact (0  $\mu\text{m}$ ) à une distance de 2 mm (le milieu entre les deux sondes est l'air).

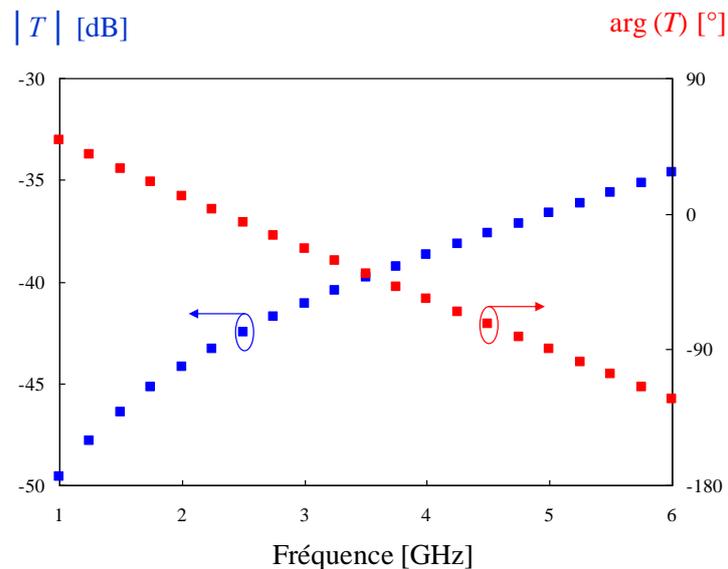


**Figure III-29 : Simulation HFSS Ansys<sup>TM</sup> du coefficient de transmission en fonction de la séparation entre les deux sondes - F = 2.45 GHz.**

Dans la zone champ proche définie par la plus petite dimension de la sonde (130  $\mu\text{m}$ ), on remarque que le module du coefficient de transmission  $T$  décroît exponentiellement avec la

séparation  $h$  (réponse typique d'une onde évanescente). Dans cette zone nous observons aussi une bonne sensibilité de mesure. La phase du coefficient de transmission varie également exponentiellement avec la séparation à partir du contact jusqu'à une séparation d'environ  $450 \mu\text{m}$ . Au-delà de cette valeur, nous observons des variations quasi-linéaires du module et de la phase de  $T$ .

Nous avons ensuite étudié l'évolution fréquentielle du coefficient de transmission  $T$ . La figure III-30 représente la variation du coefficient de transmission simulé par HFSS Ansys<sup>TM</sup> dans la bande de fréquences de 1 à 6 GHz. Notre objectif dans cette étude consiste à caractériser des matériaux diélectriques planaires dont l'épaisseur varie de quelques  $\mu\text{m}$  à  $1000 \mu\text{m}$ , nous fixons donc la séparation entre les sondes à  $1200 \mu\text{m}$  pour la suite de cette étude.



**Figure III-30 : Simulation HFSS Ansys<sup>TM</sup> du coefficient de transmission 1- 6 GHz.**

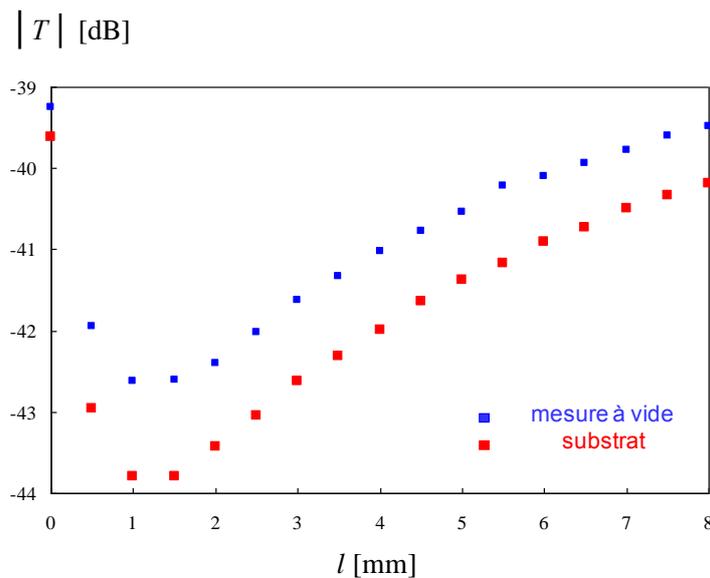
D'après le graphe ci-dessus, on note que le module du coefficient de transmission augmente de  $-50 \text{ dB}$  à  $-34 \text{ dB}$  lorsque la fréquence varie de 1 à 6 GHz. La propagation du champ à travers les connecteurs coaxiaux engendre une variation linéaire de la phase du coefficient de transmission (ici une variation de  $172^\circ$ ).

Après avoir vérifié le fonctionnement du système dans la bande de fréquences 1 GHz-6 GHz, nous fixons la fréquence à 2.45 GHz pour la suite de notre étude.

### III.4.2.2 Etude de l'influence des dimensions des pointes des sondes d'émission et de réception

Afin d'étudier l'influence des dimensions des pointes des sondes d'émission et de réception sur la réponse électromagnétique du microscope, différentes simulations électromagnétiques sont réalisées au moyen d' HFSS Ansys<sup>TM</sup> à la fréquence de 2.45 GHz.

La figure III-31 représente la variation du module du coefficient de transmission en présence d'un échantillon sous test de permittivité complexe  $\varepsilon = 5 - 0j$  (substrat de surface =  $4 \times 9 \text{ cm}^2$  et d'épaisseur =  $500 \text{ }\mu\text{m}$ ) lorsque la longueur des pointes des sondes d'émission et de réception varient de 0 mm à 8 mm avec un pas de 0.5 mm (on considère des longueurs égales pour les sondes). Pour chaque longueur testée une simulation en absence du matériau est aussi représentée sur le même graphe afin qu'une comparaison puisse être faite.

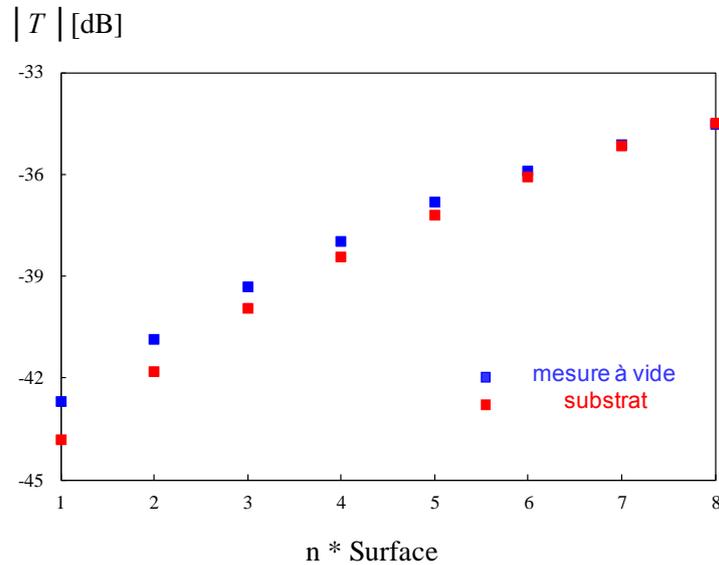


**Figure III-31 : Variation du module du coefficient de transmission à vide et en présence du matériau en fonction de la longueur des pointes des sondes d'émission et de réception  $F = 2.45 \text{ GHz}$ .**

On remarque que lorsque la longueur des sondes d'émission et de réception augmente, la sensibilité diminue légèrement.

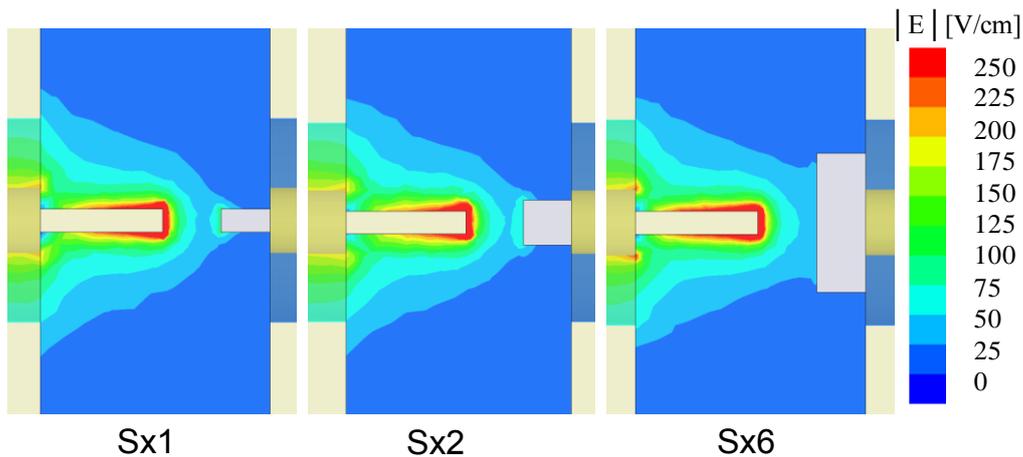
La figure III-32 donne la variation du module du coefficient de transmission lorsque la surface de la pointe de la sonde de réception représente  $n$  fois la surface de la pointe de la

sonde d'émission. Le matériau sous test est le même que précédemment (une permittivité complexe  $\epsilon = 5 - 0j$  une surface de  $4 \times 9 \text{ cm}^2$  et une épaisseur de  $500 \mu\text{m}$ ).



**Figure III-32 : Variation du module du coefficient de transmission lorsque la surface de la sonde de réception représente n fois la surface de la sonde d'émission -  $F = 2.45 \text{ GHz}$ .**

On remarque que la sensibilité de mesure est maximale lorsque les pointes d'émission et de réception présentent la même surface (S). La cartographie des champs électriques est représentée sur la figure III-33 pour trois différentes surfaces de la pointe de la sonde de réception en absence d'un matériau sous test.

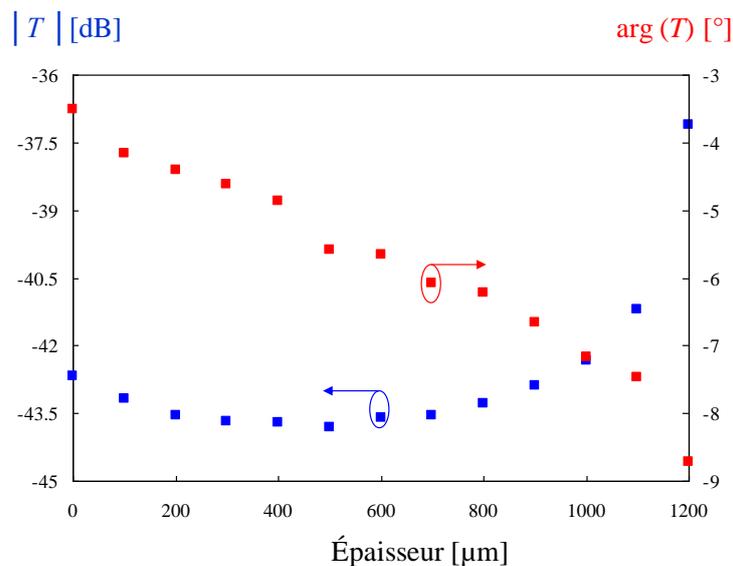


**Figure III-33 : Cartographie du champ électrique en absence de matériau pour différentes surfaces de la pointe de la sonde de réception -  $F = 2.45 \text{ GHz}$ .**

D'après ce graphe, on remarque que dans le cas où les surfaces des sondes d'émission et de réception sont égales, le champ électrique est concentré autour de la pointe de la sonde d'émission. Au niveau de la pointe de la sonde de réception, la concentration du champ diminue. Cependant, on peut noter qu'une bonne résolution spatiale peut être préservée. Lorsque la surface de la pointe de la sonde de réception augmente, la réponse du champ électrique s'élargie (les champs sont moins concentrés sur la pointe de réception) et la résolution spatiale diminue. Par conséquent, la résolution spatiale dépend également des dimensions de la sonde de réception et pas seulement de la sonde d'émission.

### III.4.2.3 Etude de l'influence des dimensions du matériau sous test

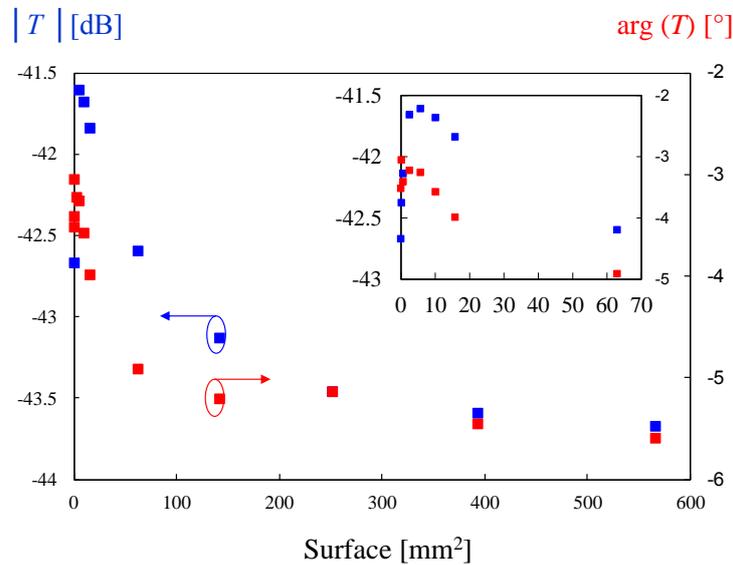
Dans cette partie, on s'intéresse à l'étude de l'influence des dimensions du matériau sous test sur la réponse électromagnétique du microscope. La figure III-34 représente la variation du module et de la phase du coefficient de transmission lorsque l'épaisseur d'un substrat (permittivité complexe  $\varepsilon = 5 - 0j$ , taille de  $4 \text{ cm} \times 9 \text{ cm}$ ) évolue de 0 à  $1200 \mu\text{m}$ .



**Figure III-34 : Variation du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de l'épaisseur du matériau sous test -  $F = 2.45 \text{ GHz}$ .**

On remarque que lorsque l'épaisseur du substrat augmente de 0 à  $600 \mu\text{m}$  le module du coefficient de transmission diminue. A partir de  $600 \mu\text{m}$ , le module du coefficient de transmission augmente à nouveau (les champs sont concentrés par le substrat). La phase quant à elle varie quasi-linéairement en fonction de l'épaisseur. Ceci est dû à l'effet de propagation des champs dans le substrat.

La figure III-35 représente la variation du coefficient de transmission en fonction de la surface d'un substrat de permittivité complexe  $\varepsilon = 5 - 0j$  et d'épaisseur de  $500 \mu\text{m}$ .

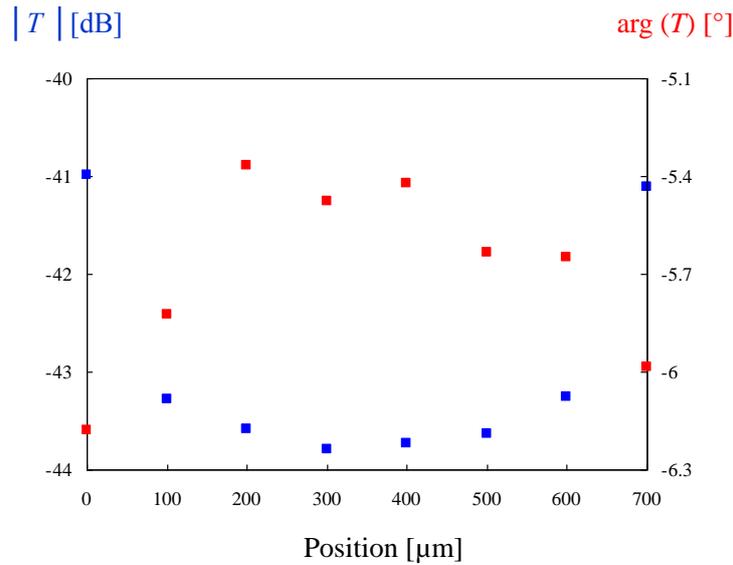


**Figure III-35 : Variation du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de la surface du substrat - F = 2.45 GHz.**

Lorsque la surface du substrat augmente jusqu'à une valeur de  $5.67 \text{ mm}^2$  qui représente 6 fois la surface des pointes, le module du coefficient de transmission augmente (concentration des champs électriques) puis il commence à diminuer de façon exponentielle. Quant à la phase du coefficient de transmission elle diminue de façon exponentielle en fonction de la surface du substrat.

#### III.4.2.4 Etude de l'influence de la position du matériau par rapport aux sondes d'émission et de réception

La variation du coefficient de transmission en fonction de la position de l'échantillon par rapport aux sondes d'émission et de réception est aussi étudiée. Pour cela un substrat présentant une permittivité complexe de  $\varepsilon = 5 - 0j$ , une taille de  $4 \text{ cm} \times 9 \text{ cm}$  et une épaisseur de  $500 \mu\text{m}$  est déplacé du contact de la pointe de la sonde d'émission ( $0 \mu\text{m}$ ) jusqu'au contact de la pointe de la sonde de réception ( $1200 \mu\text{m}$ ) avec un pas de  $100 \mu\text{m}$  (Figure III.36).

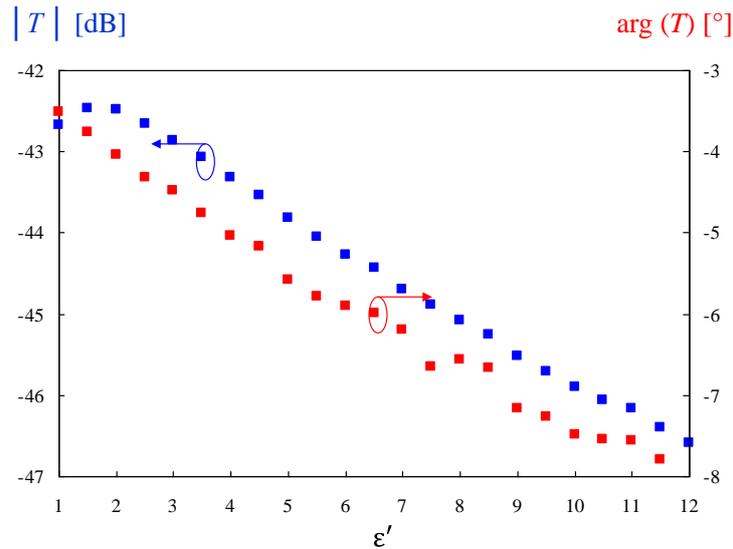


**Figure III-36 : Variation du module et de la phase du coefficient de transmission en fonction de la position du substrat - F = 2.45 GHz.**

On remarque que lorsque le substrat se trouve en contact de l'une des sondes, d'émission ou de réception, le module du coefficient de transmission est supérieur à la valeur à vide qui est de -42.6 dB. Dans ce cas les champs électriques sont concentrés dans le substrat. La phase quant à elle est minimale lorsque le substrat est en contact de l'une des sondes. Aussi, on note que les réponses en module et en phase sont symétriques par rapport à 350  $\mu\text{m}$ . Cependant, compte tenu des faibles variations de la phase (inférieures à  $1^\circ$ ), la mesure en phase est enlacée d'erreurs.

#### III.4.2.5 Etude de l'influence des propriétés électromagnétiques du matériau

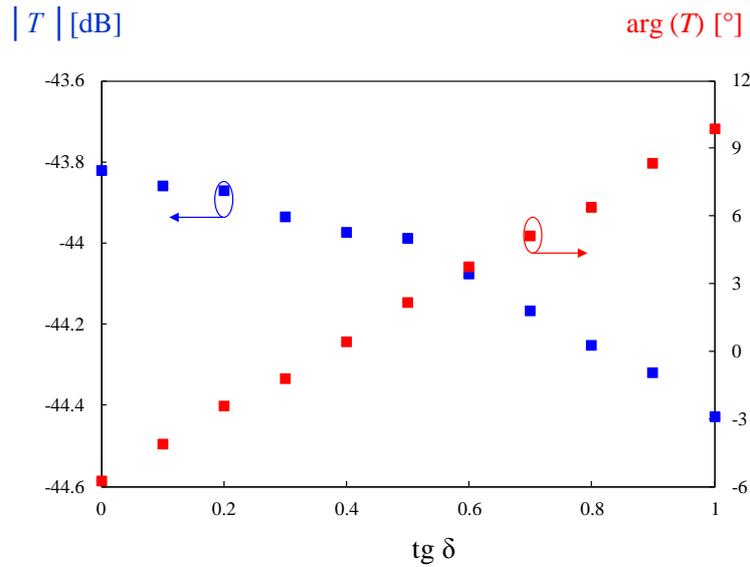
Afin d'étudier l'influence des propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test sur la réponse du microscope, la variation du coefficient de transmission est simulée à 2.45 GHz en fonction de la constante diélectrique et de la tangente de pertes d'un matériau planaire de surface  $4 \times 9 \text{ cm}^2$  et d'épaisseur 500  $\mu\text{m}$ . La figure III-37 montre la variation du module et de la phase du coefficient de transmission lorsque le matériau est considéré sans pertes (tangente de pertes nulle) et que la constante diélectrique du matériau varie de 1 (air) à 12 avec un pas de 0.5. Dans cette étude nous avons choisi de faire varier la constante diélectrique entre 1 et 12 car dans la suite de cette étude on s'intéresse à la caractérisation de matériaux qui présentent des constantes diélectriques allant jusqu'à une valeur d'environ 11.



**Figure III-37 : Simulation HFSS Ansys<sup>TM</sup> du coefficient de transmission en fonction de la partie réelle de la permittivité diélectrique - F = 2.45 GHz.**

D'après ce graphe, on remarque que le module du coefficient de transmission augmente par rapport à la valeur à vide qui est de -42.6 dB lorsque la permittivité évolue de 1 à 2.5. En effet, les champs évanescents transmis à travers le matériau sont concentrés dans cette gamme de permittivités. A partir d'une permittivité de 2.5, le module du coefficient de transmission diminue. Ceci s'explique par le fait qu'une partie du signal est réfléchié au niveau de l'interface air/matériau, l'autre partie est transmise puis détectée par la sonde de réception. Nous observons une allure quasi-linéaire de la phase. Les ondulations constatées sur la phase sont imputables aux réflexions sur les dioptries air-matériau et matériau-air. Une sensibilité de mesure d'environ 0.4 dB et de 0.4° est observée pour une variation d'une unité de la partie réelle de la permittivité dans la gamme de permittivité de 2.5 à 12.

Pour les mêmes dimensions du matériau sous test et une partie réelle de la permittivité diélectrique de 5, la variation du coefficient de transmission lorsque la tangente de pertes varie de 0 à 1 avec un pas de 0.1 est représentée sur la figure III-38.

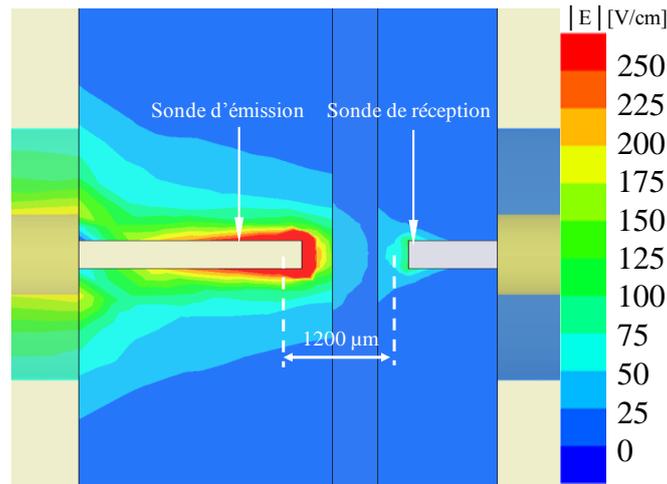


**Figure III-38 : Simulation HFSS Ansys<sup>TM</sup> du coefficient de transmission en fonction de la tangente de pertes pour un substrat de  $\epsilon' = 5$  - F = 2.45 GHz.**

D'après cette figure, on note une variation de 0.6 dB sur le module et de  $16^\circ$  sur la phase du coefficient de transmission pour une variation de 0 à 1 de la tangente de pertes du matériau. La méthode proposée s'avère donc sensible même pour la mesure des pertes diélectriques.

On s'intéresse dans la suite de ce manuscrit à la caractérisation expérimentale de matériaux planaires présentant différentes permittivités diélectriques. Les sondes d'émission et de réception présentent une pointe rectangulaire de dimension de  $450 \times 130 \mu\text{m}^2$  et des longueurs respectives de 2.5 mm et de 1 mm. Nous avons étudié la distribution des champs électriques en présence de matériaux présentant différentes permittivités diélectriques.

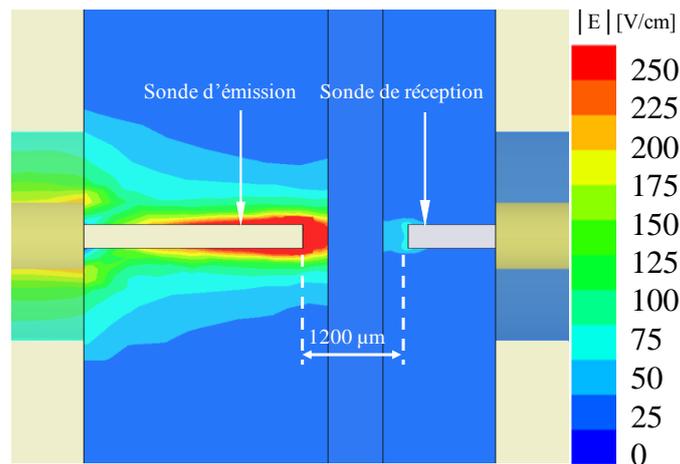
Dans l'exemple qui suit le matériau considéré est un substrat de Duroïd 5870 présentant une faible permittivité complexe  $\epsilon_r = 2.33 - j0.0028$  (surface =  $4 \times 9 \text{ cm}^2$  et épaisseur = 508  $\mu\text{m}$ ). La distribution du champ électrique dans le cas de ce substrat, à 2.45 GHz, est présentée en Figure III-39.



**Figure III-39 : Cartographie des champs électriques en présence du substrat de Duroid 5870 ( $\epsilon_r = 2.33 - j0.0028$ ) -  $F = 2.45$  GHz.**

D'après ce graphe, on remarque que les champs électriques sont effectivement concentrés par le substrat de permittivité faible. Le coefficient de transmission qui est de -42.5 dB est donc supérieur à celui obtenu en absence d'échantillon (-42.6 dB).

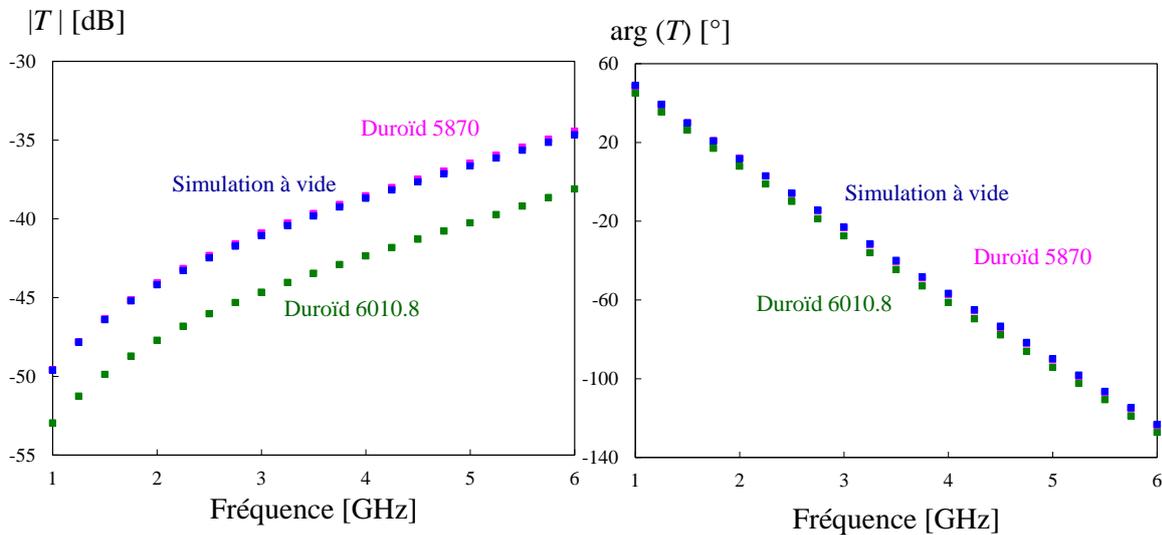
Un substrat de permittivité plus élevée a aussi été sélectionné pour les tests, le Duroid 6010.8 ( $\epsilon_r = 10.8 - j0.0248$ , surface =  $4 \times 9$  cm<sup>2</sup> et épaisseur = 600 μm). La Figure III-40 représente la cartographie des champs électriques dans le cas de ce substrat.



**Figure III-40 : Cartographie des champs électriques en présence du substrat de Duroid 6010.8 ( $\epsilon_r = 10.8 - j0.0248$ ) -  $F = 2.45$  GHz.**

Dans ce cas les champs électriques sont concentrés autour de la pointe de la sonde d'émission. En effet, les champs électriques sont réfléchis par la surface du matériau. La faible partie du signal transmise à travers le matériau se traduit par un coefficient de transmission de -45.9 dB qui est plus faible que celui obtenu en absence du matériau sous test (-42.6 dB).

Afin de démontrer les performances du microscope champ proche en termes de bande de fréquences d'opération, le coefficient de transmission complexe est simulé dans la bande de fréquence de 1 à 6 GHz dans le cas des deux substrats considérés auparavant (Figure III-41). Le coefficient de transmission est aussi simulé en absence d'échantillon (à vide).



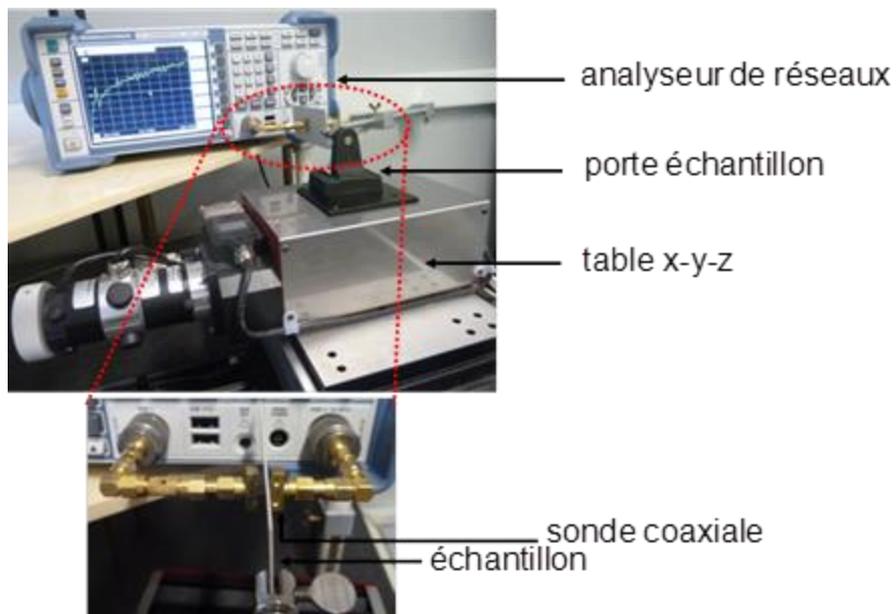
**Figure III-41 : Simulation HFSS Ansys™ du coefficient de transmission à vide et en présence du Duroïd 5870 ( $\epsilon_r = 2.33 - j0.0028$ ) et du Duroïd 6010.8 ( $\epsilon_r = 10.8 - j0.0248$ ) - 1-6 GHz.**

D'après la Figure III-41, on remarque des variations du module du coefficient de transmission par rapport à la mesure à vide de 0.02 dB lorsque le substrat du Duroïd 5870 est considéré et de 3.5 dB pour le Duroïd 6010.8. Ces variations sont relativement constantes dans la bande de fréquence d'intérêt. Quant à la phase du coefficient de transmission, on note des variations autour de  $4^\circ$  pour le Duroïd 6010.8 et des variations inférieures à  $0.6^\circ$  pour le Duroïd 5870. Compte tenu de la valeur de la permittivité du Duroïd 5870 qui est beaucoup plus proche à celle du vide que celle du Duroïd 6010.8, il est tout à fait normal de retrouver des variations du module et de la phase du coefficient de transmission plus proches du vide dans le cas où le Duroïd 5870 est considéré.

L'ensemble de ces résultats nous permet d'entrevoir la caractérisation de matériaux présentant de faibles permittivités diélectriques ou au contraire des permittivités élevées à partir de la technique proposée. Basé sur ces considérations, un microscope micro-onde champ proche est mis en œuvre dans la bande de fréquences de 1-6 GHz.

### III.4.3 Mise en œuvre du microscope micro-onde basé sur deux sondes champ proche

Le microscope champ proche développé (Figure III-42) se compose des deux sondes champ proche présentées auparavant et d'un analyseur de réseaux vectoriel de type Rhodes & Schwartz ZVL6 utilisé pour mesurer le coefficient de transmission dans la bande de fréquence de 1 à 6 GHz [HAD 11, BAK 12].

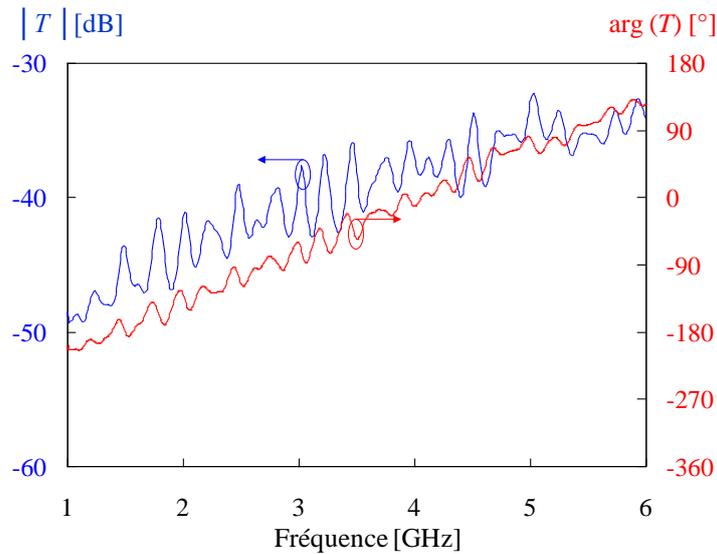


**Figure III-42 : Montage expérimental du microscope micro-onde basé sur deux sondes champ proche- 1-6 GHz.**

Dans cette configuration l'échantillon sous test est monté sur une table de positionnement x-y-z qui offre une précision d'environ  $\pm 1 \mu\text{m}$  selon les trois directions. Une unité de traitement de données est développée pour contrôler la position de l'échantillon et récupérer le module et la phase du coefficient de transmission. La puissance du signal hyperfréquence est fixée à 0 dBm et la fréquence intermédiaire de l'analyseur de réseaux à 100 Hz.

### III.4.4 Caractérisation locale de matériaux solides

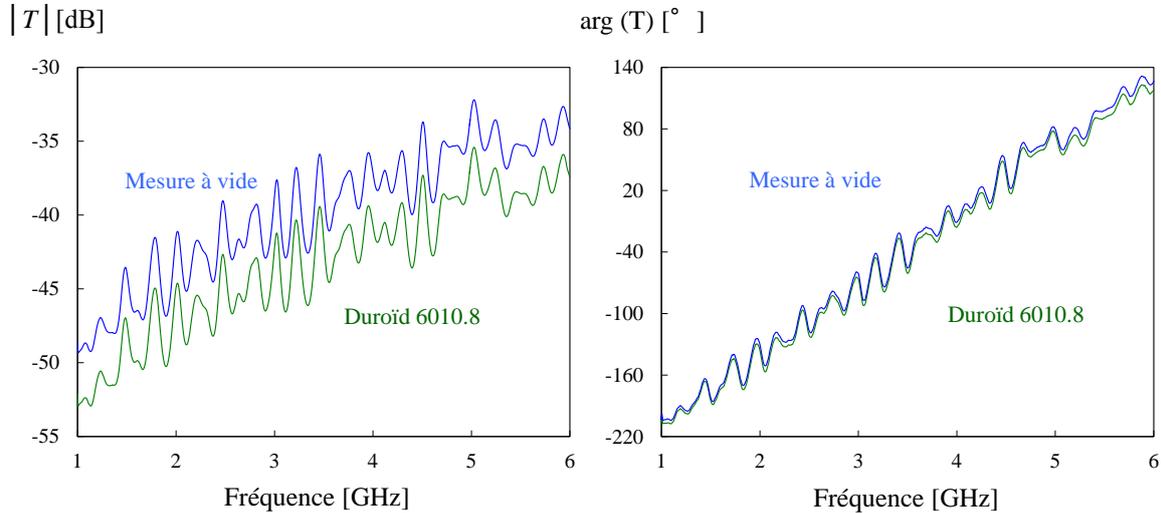
En premier lieu, la réponse du coefficient de transmission est mesurée dans la bande de fréquence de 1-6 GHz en absence d'échantillon sous test (Figure III-43). Nous nous intéressons aux résultats bruts (pas de calibrage vectoriel). Les variations du module mesurées sont similaires à celles obtenues en simulation (représentées dans la figure III-30). Les ondulations observées sont dues aux effets de désadaptation au niveau des transitions coaxiales.



**Figure III-43 : Mesure du coefficient de transmission à vide 1-6 GHz.**

Dans la suite, les substrats considérés dans l'analyse électromagnétique (Duroïd 5870 et Duroïd 6010.8) sont expérimentalement caractérisés par la technique proposée. Deux substrats souples sont également caractérisés, le polyéthylène naphthalate (PNE) présentant une permittivité diélectrique  $\epsilon_r = 2.9 - j0.0435$  (surface =  $4 \times 9 \text{ cm}^2$  et épaisseur =  $125 \mu\text{m}$ ) et le polyéthercétone (PEEK) de permittivité  $\epsilon_r = 3.3 - j0.0165$  (surface =  $4 \times 9 \text{ cm}^2$  et épaisseur =  $500 \mu\text{m}$ ). Ces deux derniers matériaux font parties des polymères qui présentent des propriétés intéressantes telles que la flexibilité, la robustesse et la résistance à haute température. Ces matériaux sont utilisés dans de nombreux domaines comme, le stockage et la génération d'énergie (batteries flexibles), les cellules solaire, les systèmes d'affichage souples, et également dans le domaine de e-textile (textiles intelligents). Dans le domaine médical, nous pouvons trouver comme une application les biocapteurs flexibles. Par conséquent, il est très important de pouvoir caractériser localement ce type de matériaux.

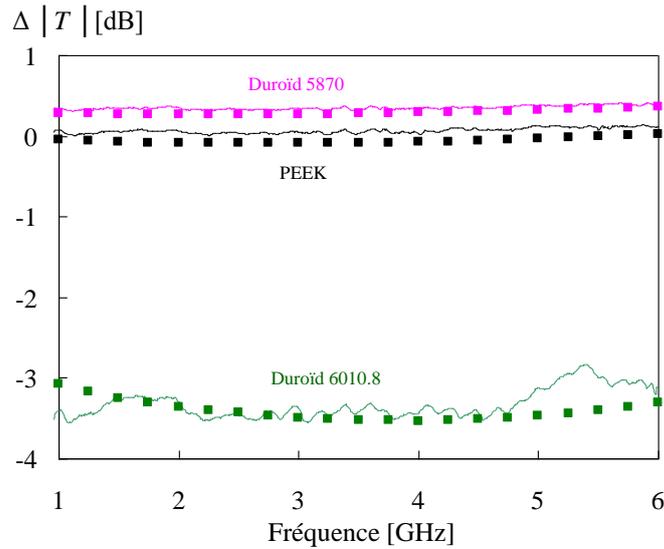
La figure III-44 représente la variation du module et de la phase du coefficient de transmission mesuré dans la bande de fréquences de 1-6 GHz à vide et en présence du Duroïd 6010.8.



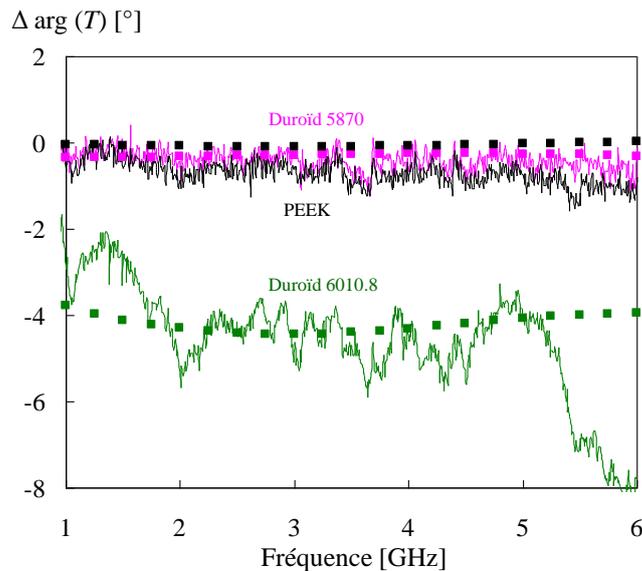
**Figure III-44 : Mesure du module et de la phase du coefficient de transmission à vide et en présence du Duroïd 6010.8- 1-6 GHz.**

D'après cette figure, on note des variations du module et de la phase du coefficient de transmission par rapport à la mesure à vide autour de 3.5 dB et 4° lorsque le Duroïd 6010.8 est considéré. Ces variations sont similaires à celles retrouvées en simulation. Les ondulations constatées sont essentiellement dues aux transitions et coudes coaxiaux utilisés dans le montage expérimental. Les réponses mesurées présentent cependant des évolutions quasi-similaires. Par conséquent, une procédure de normalisation pourrait être utilisée pour éliminer ces ondulations.

Pour s'affranchir de ces ondulations, nous nous intéressons donc aux variations du coefficient de transmission par rapport à une réponse mesurée pour un matériau de référence. Nous avons choisi alors de normaliser les variations mesurées du coefficient de transmission des différents substrats par rapport à la mesure du polyéthylène naphthalate (PNE). La figure III-45 représente la comparaison entre le module et la phase du coefficient de transmission mesuré et simulé pour les différents substrats normalisés par rapport au polyéthylène naphthalate (PNE).



(a) Module du coefficient de transmission.



(b) Phase du coefficient de transmission.

**Figure III-45 : Comparaison du module et de la phase du coefficient de transmission mesurés (carrés) aux données simulées pour les différents substrats. Relevés normalisés par rapport au polyéthylène naphthalate 1-6 GHz.**

D'après cette figure on remarque un assez bon accord entre la mesure et la simulation pour les trois matériaux considérés. Par conséquent, on montre que l'effet des ondulations peut être pris en considération par une procédure de normalisation. On note aussi que l'écart entre la mesure et la simulation après normalisation est plus important dans le cas du Duroïd

6010.8. Ceci est dû au fait que le matériau qui a été utilisé pour la normalisation (PNE) représente relativement une faible permittivité par rapport au Duroïd 6010.8. Par conséquent, la permittivité du matériau à mesurer et celle du matériau de référence ne doivent pas être trop différentes pour bénéficier de la meilleure précision.

### **III.4.5 Conclusion**

Un microscope micro-onde champ proche large bande basé sur l'utilisation de deux sondes champ proche l'une pour l'émission et l'autre pour la réception est développé dans la gamme de fréquences de 1-6 GHz. L'influence des dimensions des pointes des sondes, des dimensions et de la position de l'échantillon sous test par rapport aux sondes d'émission et de réception sur la résolution spatiale et la sensibilité de mesure a été étudiée. L'influence des propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test sur le coefficient de transmission mesuré a été également investiguée. Le dispositif expérimental a été ensuite mis en œuvre pour la caractérisation diélectrique de matériaux solides planaires dans la gamme de fréquences de 1 à 6 GHz. Des matériaux diélectriques planaires présentant différentes permittivités ont été donc caractérisés dans la gamme de fréquences d'intérêt. Une sensibilité de mesure de 0.4 dB et de 0.4° a été relevée pour une variation d'une unité de la partie réelle de la permittivité dans la gamme de permittivité de 2.5 à 12

### III.5 CONCLUSION

Dans ce dernier chapitre, l'association de l'interféromètre en réflexion et de l'interféromètre en transmission aux sondes champ proche a permis le développement de deux plates-formes de microscopie champ proche dans des gammes de fréquences allant jusque 20 GHz. Dans un premier temps, nous avons levé le verrou qui est le manque de sensibilité de mesure en associant donc l'interféromètre en transmission à la technique de sonde coaxiale ouverte conventionnelle. Des sensibilités de mesure autour de 4.2 dB/(mg/ml) 2,8 dB/(mg/ml) ont été relevées à 2 GHz et à 5.9 GHz pour la détection de NaCl dans la gamme de concentrations de 1 à 9 mg/ml. Puis, les microscopes champ proche basés sur la technique interférométrique en réflexion et en transmission ont été mis en œuvre afin de bénéficier d'une meilleure résolution spatiale en plus de la sensibilité de mesure. Deux sondes champ proche coaxiales présentant des pointes de dimensions 260  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$  ont été alors utilisées. Une sensibilité de mesure à 2.45 GHz de 1.9 dB/(mg/ml) dans la zone allant de 0 à 13 mg/ml pour la détection de NaCl et de 0.11 dB/(mg/ml) dans la bande de concentration de 20 à 200 mg/ml pour la détection du glucose ont été relevées avec le microscope champ proche basé sur l'interféromètre en réflexion. Des sensibilités de mesure de 0,16 dB/ $\mu\text{m}$  et de 1,14°/ $\mu\text{m}$  ont été relevées sur le module et la phase du coefficient de transmission dans la gamme de fréquences de 2 à 18 GHz avec le microscope champ proche basé sur l'interféromètre en transmission. Finalement, un microscope champ proche basé sur l'utilisation de deux sondes champ proche a été également développé dans la gamme de fréquences de 1 à 6 GHz. Des matériaux diélectriques planaires présentant différentes permittivités ont été donc caractérisés dans la gamme de fréquences d'intérêt. Des sensibilités de mesure de 0.4 dB et de 0.4° ont été relevées pour une variation d'une unité de la partie réelle de la permittivité dans la gamme de permittivité de 2.5 à 12. L'évaluation des outils de caractérisation proposés a montré des performances en termes de sensibilité et de largeur de bande de fréquences améliorées par rapport aux procédés traditionnels. Les matériaux sélectionnés pour la démonstration des techniques proposées sont des solutions aqueuses (eau+NaCl et eau+glucose) et des matériaux planaires (substrats diélectriques).

Notons aussi que les différents développements ont été accompagnés d'études des phénomènes de propagation dans les milieux sous investigation au moyen du logiciel de simulation électromagnétique HFSS Ansys<sup>TM</sup>. Enfin, signalons qu'un modèle de calibrage un port a été développé pour relier les paramètres mesurés (coefficient de réflexion) aux

propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test. La validation de ce modèle a été réalisée au travers du calcul de la variation de la capacité de couplage entre la sonde champ proche et un échantillon métallique en fonction de la séparation.

**BIBLIOGRAPHIE**

- [AFS 86]** N. AFSAR, J. R. BIRCH, and R. N. CLARKE  
 “The Measurement of the Properties of Materials”  
 Proceedings of the IEEE, vol. 74, pp. 183-199, 1986.
- [AGI 06]** AGILENT TECHNOLOGIES, INC.  
 “Basics of Measuring the Dielectric” 2006.
- [AGI 12]** AGILENT TECHNOLOGIES, INC  
 “Agilent 85070E Dielectric Probe Kit, 200 MHz to 50 GHz”  
<http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5989-0222EN.pdf>, 2012.
- [ANL 07]** S. M. ANLAGE, V. V. TANALOV and A. R. SCHWARTZ  
 “Principles of Near Field Microwave Microscopy”  
 Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the  
 Nanoscale, Eds. New York: Springer Science, pp. 215-253, 2007.
- [ATH 82]** T. W. ATHEY, M. A. STUCHLY, and S. S. STUCHLY  
 “Measurement of Radio Frequency Permittivity of Biological Tissues with an Open-  
 Ended Coaxial Line: Part I”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 30, pp. 82-87, 1982.
- [BAK 12]** H. BAKLI, K. HADDADI et T. LASRI  
 “Microscopie Hyperfréquence Champ Proche en Transmission pour la Caractérisation  
 Diélectrique Locale”  
 15<sup>èmes</sup> Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micro-Nanoélectronique, JNRDM  
 2012, pp. 1-5, Marseille, France, Juin 2012.
- [BAK 13\_a]** H. BAKLI, M. MOUTAOUKIL, K. HADDADI et T. LASRI  
 “Technique Interférométrique pour la Caractérisation Diélectrique en Milieu Liquide  
 par Ligne Coaxiale Ouverte”  
 Colloque International Telecom 2013 & 8ème Journées Franco-Magrébines des  
 Micro-ondes et leurs Applications, JFMMA 2013, pp. 1-4, Marrakech, Maroc, 2013.
- [BAK 13\_b]** H. BAKLI, K. HADDADI and T. LASRI  
 “Interferometric Technique for Scanning Near-Field Microwave Microscopy  
 Applications”  
 5<sup>th</sup> International Instrumentation and Measurement Technology Conference, I<sup>2</sup>MTC  
 2013, pp. 1-5, Minneapolis, USA, May 2013.
- [BAK 14]** H. BAKLI, K. HADDADI and T. LASRI  
 “Interferometric Technique for Scanning Near-Field Microwave Microscopy  
 Applications”  
 IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 63, issue 05, pp. 1281-  
 1286, 2014.

- [GAO 99]** C. GAO, F. DUEWER and X. D. XIANG  
 “Quantitative Microwave Evanescent Microscopy”  
 Applied Physics Letters, vol. 75, n° 19, pp. 3005, 1999.
- [GRE 06]** A. P. GREGORY and R. N. CLARKE  
 “A Review of RF and Microwave Techniques for Dielectric Measurements on Polar Liquids”  
 IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 13, n° 4, pp. 727-743, 2006.
- [HAD 09]** K. HADDADI, MM.WANG, O. BENZAIM, D. GLAY AND T. LASRI  
 “Contactless Microwave Technique based on a Spread-Loss Model for Dielectric Materials Characterization”  
 IEEE Microwave Wireless Components Letters, vol. 19, n° 1, pp. 33-35, 2009.
- [HAD 11]** K. HADDADI, H. BAKLI and T. LASRI  
 “Wide-Band Near-field Microwave Microscope Operating in Transmission-Mode”  
 5<sup>th</sup> International Conference on Electromagnetic Near-field Characterization and Imaging, ICONIC 2011, pp. 1-5, Rouen, France, December 2011.
- [HAD 12]** K. HADDADI, H. BAKLI and T. LASRI  
 “Microwave Liquid Sensing based on Interferometry”  
 IEEE Microwave Wireless Components Letters, vol. 22, n° 10, pp. 542-544, 2012.
- [HAG 03]** D. M. HAGL, D. POPOVIC, S. C. HAGNESS, J. H. BOOSKE, and M. OKONIEWSKI  
 “Sensing Volume of Open-Ended Coaxial Probes for Dielectric Characterization of Breast Tissue at Microwave Frequencies”  
 IEEE Transactions on Microwaves Theory and Techniques, vol. 51, n° 4, pp. 1194-1206, 2003.
- [IMT 07]** A. IMTIAZ, T. BALDWIN, H. T. NEMBACH, T. M. WALLIS and P. KABOS  
 “Near-field Microwave Microscope Measurements to Characterize Bulk Material Properties”  
 Applied Physics Letters, vol. 90, pp. 243105, 2007.
- [KAR 06]** A. KARBASSI, C. A. PAULSON, A. B. KOZYREV, M. BANERJEE, Y. WANG and D. W. VAN DER WEIDE.  
 “Quadraxial Probe for High Resolution Near-Field Scanning RF/Microwave Microscopy”  
 Applied Physics Letters, vol. 89, pp. 153113, 2006.
- [KIM 05]** S. KIM, H. YOO, K. LEE, B. FRIEDMAN, M. A. GASPARELLO, and R. LEVICKY  
 “Distance Control for a Near-Field Microscope in Liquid using a Quartz Tuning Fork”  
 Applied Physics Letters, vol. 86, n° 15, pp. 1-3, 2005.
- [KIM 12]** H. KIM, and J. K. PACK  
 “Measurement of Electrical Characteristics of Female Breast Tissues for the Development of the Breast Cancer Detector”

Progress In Electromagnetics Research C, vol. 30, pp. 189-199, 2012.

- [KLE 06]** R. A. KLEISMIT, M. K. KAZIMIERCZUK, and G. KOZLOWSKI  
 “Sensitivity and Resolution of Evanescent Microwave Microscope”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 54, n° 2, pp. 639-647, 2006.
- [LEE 08]** K. LEE, A. BABAJANYAN, C. KIM, S. KIM and B. FRIEDMAN  
 “Glucose Aqueous Solution Sensing by a Near-Field Microwave Microscope”  
 Sensors and Actuators A: Physical, vol. 148, pp. 28-32, 2008.
- [NOR 97]** K. NORTEMANN, J. HILLAND and U. KAATZE  
 “Dielectric Properties of Aqueous NaCl Solutions at Microwave Frequencies”  
 Journal of Physics and Chemistry A, vol. 101, PP. 6864-6869, 1997.
- [NOZ 05]** T. NOZOKIDO, R. LIBUCHI, J. BAE, H. KUDO and K. MIZUNO  
 “Millimeter-Wave Scanning Near-Field Anisotropy Microscopy”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 76, pp. 33702-33708, 2005.
- [PEY 07]** A. PEYMAN, C. GABRIEL, and E. H. GRANT  
 “Complex Permittivity of Sodium Chloride Solutions at Microwave Frequencies”  
 Bioelectromagnetics, vol. 28, n° 4, pp. 264-274, 2007.
- [POP 05]** D. POPOVIC, L. MCCARTNEY, C. BEASLEY, M. LAZEBNIK, M. OKONIEWSKI, S. C. HAGNESS and J. H. BOOSKE  
 “Precision Open-Ended Coaxial Probes for In Vivo and Ex Vivo Dielectric Spectroscopy of Biological Tissues at Microwave Frequencies”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 53, n° 5, pp. 1713-1722, 2005.
- [STE 00]** D. E. STEINHAUER, C. P. VLAHACOS, F. C. WELLSTOOD, S. M. ANLAGE, C. CANEDY, R. RAMESH, A. STANISHEVSKY and J. MELNGAILIS  
 “Quantitative Imaging of Dielectric Permittivity and Tunability with a Near Field Scanning Microwave Microscope”  
 Review of Scientific Instruments, vol. 71, pp. 2751, 2000.
- [STO 71]** A. STOGRYN  
 “Equations for Calculating the Dielectric Constant of NaCl Solutions in Water”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 19, pp. 733-736, 1971.
- [TAB 93]** M. TABIB-AZAR, N. S. SHOEMAKER and S. HARRIS  
 “Non-Destructive Characterization of Materials by Evanescent Microwaves”  
 Measurement Science and Technology, vol. 4, pp. 583-590, 1993.
- [TAL 09]** V.V. TALANOV and A.R. SCHWARTZ  
 “Near-field Scanning Microwave Microscope for Interline Capacitance Characterization of Nanoelectronics Interconnect”  
 IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 57, n° 5, pp. 1224-1229, 2009.

- [TSE 07]** A. TSELEV and S. M. ANLAGE  
“Broadband Dielectric Microwave Microscopy on Micron Length Scales”  
Review of Scientific Instruments, vol. 78, pp. 044701, 2007.
- [WAN 02]** Z. WANG, M. A. KELLY, Z. SHEN, G. WANG, X. XIANG and J. T. WETZEL  
“Evanescent Microwave Probe Measurement of Low-k Dielectric Films”  
Journal of Applied Physics, vol. 92, pp. 808, 2002.
- [ZAJ 08]** R. ZAJÍČEK, L. OPPL and J. VRBA  
“Broadband Measurement of Complex Permittivity using Reflection Method and Coaxial Probes”  
Radioengineering, vol. 17, n° 1, pp. 14-19, 2008.

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Au travers d'un état de l'art, nous avons présenté un historique sur le développement de la microscopie champ proche micro-onde. Cette dernière est basée sur l'utilisation d'une sonde champ proche de dimension beaucoup plus faible que la longueur d'onde d'opération. La résolution spatiale dans ce cas est de l'ordre de grandeur de la plus petite dimension de la sonde. Les champs proches qui sont créés autour de la pointe de la sonde vont interagir localement avec l'échantillon sous test. Les variations dues à la présence de l'échantillon sont ensuite mesurées à l'aide d'un système de mesure hyperfréquence tel qu'un analyseur de réseaux. Une modélisation est ensuite utilisée pour remonter aux propriétés électromagnétiques de l'échantillon sous test. La problématique avec ce type de caractérisation réside dans le manque de sensibilité de mesure. En effet, l'impédance des sondes champ proche, de l'ordre de dizaines de  $K\Omega$ , n'est pas adaptée à l'impédance des systèmes de mesure conventionnels ( $50 \Omega$ ). Afin de surpasser cette limitation, les sondes champs ont été associées à des résonateurs. Cependant, l'utilisation de ces structures résonantes limite sévèrement la bande de fréquences d'utilisation. De plus, ces méthodes mettent en œuvre généralement des résonateurs externes présentant de forts facteurs de qualité à vide qui chutent en présence de matériaux à pertes diélectriques.

Au cours de nos travaux de recherches une technique interférométrique originale a été développée afin de lever les verrous cités précédemment. Cette méthode repose sur l'utilisation d'un réseau d'adaptation entre la sonde champ proche et le système de mesure hyperfréquence. Suivant les applications visées, deux configurations de mesure ont été proposées. Une configuration en réflexion et une autre en transmission. Basées sur ces configurations, différentes plateformes de microscopie ont été mises en œuvre pour des fréquences d'opération allant jusqu'à 6 GHz. Les résultats expérimentaux axés autour de l'étude des potentialités de ces plates-formes ont permis de mettre en avant les performances de ces nouveaux outils en termes de sensibilité de mesure et de résolution spatiale. En particulier, la capacité de couplage entre la sonde champ proche et un échantillon métallique a été déterminée expérimentalement en fonction de la séparation sonde-échantillon. Ces données supportées par la mise en œuvre de méthodologies de calibrage spécifiques à l'instrumentation développée ont permis d'accéder à des mesures quantitatives de capacités autour de 5 fF. Les potentialités procurées par la technique interférométrique pour la mesure en milieu liquide en technique coaxiale et microscopie champ-proche ont été

également étudiées. Une sensibilité de mesure autour de 2,8 dB/(mg/ml) a été relevée à 5.9 GHz pour la détection de NaCl dans une solution aqueuse dans la gamme de concentrations de 1 à 9 mg/ml en utilisant le système associant l'interféromètre en transmission et la sonde coaxiale ouverte. Le microscope champ proche basé sur l'interféromètre en réflexion et une sonde champ proche présente quant à lui une sensibilité de mesure à 2.45 GHz de 1.9 dB/(mg/ml) dans la zone allant de 0 à 13 mg/ml pour la détection de NaCl et de 0.11 dB/(mg/ml) dans la bande de concentrations de 20 à 200 mg/ml pour la détection du glucose. Nous avons également démontré que le microscope champ proche basé sur l'interféromètre en transmission et une sonde champ proche présentait une bonne sensibilité de mesure dans la gamme de fréquences de 2 à 18 GHz. Des sensibilités de mesure de 0,16 dB/ $\mu\text{m}$  et de 1,14°/ $\mu\text{m}$  ont été relevées sur le module et la phase du coefficient de transmission à 2.5 GHz. Finalement, un microscope champ proche basé sur l'utilisation de deux sondes champ proche a été mis en œuvre dans la gamme de fréquences de 1 à 6 GHz pour la caractérisation diélectrique de matériaux planaires. Nous avons montré à travers des simulations électromagnétiques que les dimensions des pointes des sondes, les dimensions et la position de l'échantillon sous test par rapport aux sondes d'émission et de réception peuvent influencer la résolution spatiale et la sensibilité de mesure. Des sensibilités de mesure de 0.4 dB et de 0.4° ont été mesurées pour une variation d'une unité de la partie réelle de la permittivité diélectrique dans la gamme de permittivité de 2.5 à 12.

Les perspectives de ces travaux de recherche sont multiples. Trois voies prospectives s'intéressant respectivement aux aspects techniques de mesure et instrumentations associées ; applications pour la mesure quantitative ; standardisation et normalisation des méthodes de microscopie champ proche microonde ont été définies.

Pour le premier point, il s'agira de transposer les équipements actuels dans le monde nanométrique pour répondre au besoin actuel d'outils de caractérisation électromagnétique en bande de fréquences micro-onde à l'échelle de quelques nanomètres. Les champs d'applications concernées sont multiples. Par exemple, dans le domaine des semi-conducteurs et particulièrement de la micro/nanoélectronique, la miniaturisation des composants et l'utilisation de matériaux diélectriques innovants s'accompagne de la nécessité d'étudier ces composants et ces matériaux localement en vue de leur optimisation. Dans le domaine de la biologie, la microscopie champ proche micro-onde est une des rares techniques qui permet une caractérisation directe de la permittivité complexe à des échelles sub-microniques. Elle

offre donc des perspectives indéniables pour l'étude de la polarisation et de la relaxation diélectrique à l'échelle du nanomètre. Pour répondre à ces objectifs, la conception et la fabrication de sondes présentant des tailles d'apex nanométrique est envisagée. La principale difficulté consiste à concevoir et réaliser des structures de propagation permettant d'amener et de concentrer l'énergie électromagnétique au bout de la sonde en limitant au maximum les phénomènes d'ondes stationnaires. Cette diminution de taille s'accompagne de la nécessité d'opérer dans des atmosphères contrôlées en termes de température et d'humidité. Un effort particulier lors de la phase de conception de l'instrument sera porté sur la limitation des bruits électronique et acoustique.

Toujours du point de vue instrumental, la pénétration de ce type d'outils dans le secteur industriel ne peut être envisagée que si des systèmes faibles coûts, compacts et faciles d'utilisation sont développés. Ainsi, les microscopes champ proche basés sur la technique six-port et initiés au sein du groupe se présentent comme des candidats potentiels pour répondre aux besoins d'outils de caractérisation haute fréquence adaptés à des contingences hors laboratoire. Des architectures d'interféromètres présentant un compromis performances/coût doivent être pensées pour adresser ces futurs marchés.

La montée en fréquences revêt un intérêt essentiel. En effet, opérer en gamme de fréquences millimétriques permet d'augmenter davantage la sensibilité de mesure et de miniaturiser les circuits électroniques. Cet axe permet d'offrir des perspectives intéressantes en regard des méthodes de microscopie TéraHertz qui demeurent difficiles à mettre en œuvre et onéreuses.

Finalement, les études préliminaires consacrées à la microscopie multisondes présentées en dernière partie de ce manuscrit ont montré l'intérêt de cette approche pour décorréler les interactions électromagnétiques locales surfaciques et sub-surfaciques. En particulier, l'extension de cette méthode à l'étude de matériaux ou multicouches paraît pertinente. Signalons que le NIST (National Institute of Standards and Technology), laboratoire de normalisation américain ou encore Keysight Technologies<sup>TM</sup> (anciennement Agilent Technologies<sup>TM</sup>) ont impulsé des études en ce sens.

Du point de vue applications, il s'agira en premier lieu de développer la partie modélisation des interactions électromagnétiques locales entre la sonde et le matériau. C'est à partir de ces modèles que les grandeurs physiques d'intérêt sont extraites de la mesure. Les travaux présentés dans ce mémoire ont été particulièrement focalisés sur les aspects

techniques de mesure, instrumentations associées dans le but d'améliorer les sensibilités électrique et spatiale. En particulier, la partie simulation électromagnétique présentée dans ce travail de thèse se présente comme un outil adapté pour extraire les paramètres d'intérêt. Il s'agira dans la suite de ces travaux de comparer et d'éprouver différents simulateurs afin de les confronter aux expérimentations. Les méthodes de caractérisation seront comparés à des techniques de mesure conventionnelles dans le cadre de mesure de la permittivité ou/et de la perméabilité de matériaux diélectriques planaires mais également dans la cadre de la mesure de la conductivité électrique de matériaux conducteurs. Les méthodes analytiques telles que les lois de perturbation ou les approches quasi-statiques seront également exploitées. Ces dernières présentent un gain de temps en regard des méthodes numériques et peuvent être implémentés directement sur la partie logicielle de l'instrument.

L'utilisation des techniques de microscopie champ proche hyperfréquence en chimie et en biologie connaissent un intérêt grandissant. Cet attrait s'explique par le caractère non-invasive et non ionisant des procédés hyperfréquences. Généralement, les méthodes électromagnétiques ne nécessitent pas non plus de conditionnement du matériau sous test. Ainsi, l'orientation des techniques de microscopie autour de l'imagerie biologique et la détection d'éléments chimiques en milieu aqueux par micro- et nano-spectroscopie est envisagée.

Concernant la standardisation, on assiste à une structuration de la communication scientifique pour définir et établir des étalons de calibrage dédiés à la microscopie. Ainsi, les laboratoires de normalisation s'intéressent à cette thématique. Autour d'équipements commerciaux (Agilent Technologies) ou de plates-formes développées au sein de leurs laboratoires, ces entités structurent ces études au travers de projets réunissant académiques et industriels. Les méthodes de calibrage reposant sur la mesure par interférométrie trouvent naturellement leur place dans cette structuration. Les futures études incluent notamment le développement de matériaux de calibrage (propriétés électromagnétiques standardisées) et de composants de calibrage (impédances standardisées) pour adresser les applications nécessitant des mesures quantitatives et calibrées.

## Liste des travaux personnels

*PUBLICATIONS*

K. HADDADI, H. BAKLI and T. LASRI

“Microwave Liquid Sensing based on Interferometry”

IEEE Microwave Wireless Components Letters, vol. 22, n° 10, pp. 542-544, 2012.

H. BAKLI, K. HADDADI and T. LASRI

“Interferometric Technique for Scanning Near-Field Microwave Microscopy Applications”

IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 63, issue 05, pp. 1281-1286, 2014.

*CONGRES INTERNATIONAUX AVEC COMITE DE SELECTION ET ACTES*

K. HADDADI, H. BAKLI and T. LASRI

“Wide-Band Near-field Microwave Microscope Operating in Transmission-Mode”

5<sup>th</sup> International Conference on Electromagnetic Near-field Characterization and Imaging, ICONIC 2011, pp. 1-5, Rouen, France, December 2011.

H. BAKLI, K. HADDADI and T. LASRI

“Interferometric Technique for Scanning Near-Field Microwave Microscopy Applications”

5<sup>th</sup> International Instrumentation and Measurement Technology Conference, I<sup>2</sup>MTC 2013, pp. 1-5, Minneapolis, USA, May 2013.

*CONGRES NATIONAUX AVEC COMITE DE SELECTION ET ACTES*

H. BAKLI, K. HADDADI et T. LASRI

“Microscopie Hyperfréquence Champ Proche en Transmission pour la Caractérisation Diélectrique Locale”

15<sup>èmes</sup> Journées Nationales du Réseau Doctoral en Micro-nanoélectronique, JNRDM 2012, pp. 1-5, Marseille, France, Juin 2012.

H. BAKLI, M. MOUTAOUKIL, K. HADDADI et T. LASRI

“Technique Interférométrique pour la Caractérisation Diélectrique en Milieu Liquide par Ligne Coaxiale Ouverte”

Colloque International Telecom 2013 & 8<sup>ème</sup> Journées Franco-Magrébines des Micro-ondes et leurs Applications, JFMMA 2013, pp. 1-4, Marrakech, Maroc, 2013.

---

**RESUME en français :**

La microscopie hyperfréquence en champ proche permet de vaincre le critère de Rayleigh grâce à une sonde locale qui alimentée par un signal micro-onde génère des ondes évanescentes confinées à son extrémité. Les limites de résolution ne sont alors plus fixées par la longueur d'onde des signaux hyperfréquences exploités, mais principalement par la géométrie de la sonde. Dans ce type de caractérisation, associant généralement un analyseur de réseaux et une sonde champ proche, la limitation majeure réside dans la faible sensibilité de mesure induite par le contraste d'impédances entre l'analyseur et la sonde. En effet, la grande différence d'impédance entre l'analyseur ( $50\Omega$ ) et les sondes champ proche (quelques  $k\Omega$ ) se traduit par une désadaptation importante qui entrave une bonne qualité de mesure.

Dans ce travail de thèse, nous nous proposons donc d'apporter des solutions à cette problématique afin de profiter pleinement des potentialités des techniques de microscopie champ proche hyperfréquence. Dans cet objectif, une méthode interférométrique est alors proposée et formalisée. Nous montrons ainsi que l'exploitation conjointe de méthodes de mesures hyperfréquences, de procédés de microscopie champ proche et de techniques interférométriques doit permettre d'entrevoir des caractérisations à haut pouvoir de résolution spatiale sur une large gamme de fréquences. La démonstration que ces nouveaux outils offrent la possibilité de mesures hyperfréquences vectorielles de type point-à-point, de scanning 1D ou d'imagerie 2D sur des courses centimétriques pour des fréquences allant jusque 20 GHz avec des résolutions spatiales micrométriques est alors faite. En particulier, des applications autour de la caractérisation diélectrique locale sont proposées. Les résultats obtenus montrent que les techniques proposées se situent à l'état de l'art en termes de gamme de fréquence d'opération et de sensibilité de mesure.

---

**MOTS-CLES :**

Microscopie micro-ondes champ proche, systèmes micro-ondes, caractérisation diélectrique locale, évaluation non destructive, interférométrie.

---

**TITRE en anglais :**

Development of an interferometry-based near-field microwave microscopy platform

---

**RESUME en anglais :**

Near-field microwave microscopy overcomes the Rayleigh criterion thanks to a local probe which fed by a microwave signal generates evanescent waves confined at its end. The resolution limits are no longer determined by the wavelength of the microwave signals, but mainly by the probe geometry. In this kind of characterization technique based on the association of a network analyzer and a near-field probe, the main limitation is the poor measurement sensitivity related to the impedance contrast between the analyzer and the probe. Indeed, the large difference between the impedances of the analyzer ( $50\Omega$ ) and near field probes (a few  $k\Omega$ ) results in a significant mismatch hampering good measurements.

In this PhD thesis, we provide solutions to tackle this problem in order to take full advantage of the potentialities of near-field microwave microscopy techniques. An interferometric method is then introduced and formalized. We show that the association of microwave measurements, near-field microscopy methods and interferometry techniques allow foreseeing microwave characterizations with high spatial resolution over a broad frequency range. We demonstrate that these new tools offer the possibility of microwave measurements of the type point-to-point, 1D scanning or 2D imaging on centimeter ranges up to 20 GHz with micrometric spatial resolutions. In particular, local dielectric characterization - related applications are proposed. The results obtained show that the proposed techniques are at the state of the art in terms of operating frequency range and measurement sensitivity.

---

**KEYWORDS:**

Near field microwave microscopy, microwave systems, local dielectric characterization, nondestructive evaluation, interferometry.

---

**DISCIPLINE :**

MICRO ET NANO TECHNOLOGIES, ACOUSTIQUE ET TELECOMMUNICATION

---

ADRESSE : Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie, Avenue Poincaré, BP 60069, Cité Scientifique, 59652 Villeneuve d'Ascq.