



Microscopie vectorielle en champ proche en ondes millimétriques : applications à l'étude de matériaux et à l'imagerie

Thibaut Auriac

► To cite this version:

Thibaut Auriac. Microscopie vectorielle en champ proche en ondes millimétriques : applications à l'étude de matériaux et à l'imagerie. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Montpellier, 2023. Français. NNT : 2023UMONS067 . tel-04559370

HAL Id: tel-04559370

<https://theses.hal.science/tel-04559370>

Submitted on 25 Apr 2024

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

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

THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En électronique

École doctorale Information, Structure et Systèmes (I2S)

Unité de recherche 5214

Microscopie vectorielle en champ proche en ondes millimétriques : application à l'étude de matériaux et à l'imagerie

Présentée par Thibaut AURIAC

Le 4 décembre 2023

Sous la direction de Jérémie RAOULT

Devant le jury composé de

M. Luca VARANI, Professeur des Universités, IES Université de Montpellier

M. Tuami LASRI, Professeur des Universités, IEMN Université de Lille

Mme Cathy GUASCH, Maître de conférences, IES Université de Montpellier

M. Frédéric GARET, Professeur des Universités, IMEP-LAHC Université Savoie

Mme Rosine COQ GERMANICUS, Maître de conférences, CRISMAT Université de Caen

M Jérémie RAOULT, Maître de conférences, IES Université de Montpellier

Président du jury

Rapporteur

Examinatrice

Rapporteur

Examinatrice

Directeur de thèse



UNIVERSITÉ
DE MONTPELLIER

Remerciements

Je tiens à remercier avant tout mon directeur de thèse Jérémy Raoult pour son accompagnement au cours de ces trois années. Merci pour tous ces conseils et toutes ces relectures. Je souhaite également remercier Laurent Chusseau pour son implication au cours des mois qui ont précédé son départ en retraite.

Je remercie également l'ensemble des membres du jury pour leur implication et leurs commentaires sur mon travail.

Je tiens à remercier l'ensemble des membres de l'équipe RADIAC pour ces trois années que nous avons partagées. Je remercie particulièrement Tadec pour son aide tout au long de ma thèse.

J'adresse un grand merci à Alain pour toutes ces années d'études et tous ces moments partagés.

Table des matières

Remerciements	ii
Table des matières	iv
Liste des figures.....	viii
Liste des tableaux.....	xii
Chapitre 1 - Introduction.....	2
Chapitre 2 - État de l'art	4
1 - Intérêt de la technique de microscopie en champ proche	4
2 - Théorie du champ proche.....	6
3 - Techniques de microscopies et leurs applications	9
a - SNOM.....	10
b - NSMM	12
c - Applications	13
4 - Modèles d'interactions sonde - échantillon	20
Chapitre 3 - Banc de microscopie vectorielle en champ proche	24
1 - Introduction.....	24
2 - Présentation du banc expérimental.....	25
3 - Sonde Bow-Tie.....	31
4 - Imperfections du système	34
5 - Traitement des données	37
6 - Caractérisation du banc expérimental	40
a - Réglage de l'atténuateur	41
b - Influence de la fréquence de modulation Ω et de la constante de temps T_c	42
c - Influence de la sonde.....	47
d - Influence de la modulation.....	50
e - Influence des harmoniques	52
f - Variations liées aux matériaux	53
g - Reproductibilité des mesures	55

7 - Conclusion	57
Chapitre 4 - Modèle d'interaction dipôle-matériau en champ proche	58
1 - Introduction.....	58
2 - Présentation de la problématique	59
3 - Présentation du modèle	60
a - Calcul du modèle	60
b - Prise en compte de la détection du banc expérimental.....	63
4 - Résultats du modèle avec des matériaux massifs.....	64
5 - Comparaison entre le modèle mono matériau et les mesures.....	67
6 - Résultat du modèle avec des matériaux stratifiés	69
7 - Comparaison entre le modèle pour des matériaux stratifiés et les mesures.	71
8 - Conclusion	72
Chapitre 5 - Imagerie	76
1 - Introduction.....	76
2 - Travail sur la résolution spatiale	77
a - Influence de l'espacement entre les pointes de la sonde	77
b - Influence des harmoniques	79
3 - Imagerie subsurface	83
4 - Conclusion	89
Chapitre 6 - Calibration des mesures.....	90
1 - Introduction.....	90
2 - Matériaux étudiés.....	91
3 - Première procédure de calibration	95
4 - Seconde procédure de calibration	98
5 - Comparaison des résultats entre les deux calibrations.....	104
6 - Mesure sur des échantillons d'Arséniure de Gallium dopés	105
7 - Conclusion	107
Chapitre 7 - Conclusion	110

<i>Annexe.....</i>	<i>112</i>
<i>Bibliographie.....</i>	<i>114</i>
<i>Publications et communications de l’auteur</i>	<i>120</i>

Liste des figures

<i>Figure 2-1 Illustration du critère de Rayleigh</i>	<i>5</i>
<i>Figure 2-2 Régions du champ électromagnétique lors de l'émission par une antenne [3].....</i>	<i>6</i>
<i>Figure 2-3 Filtrage des fréquences spatiales d'un échantillon avec des petits détails de surface éclairé en transmission par une onde plane [4]</i>	<i>8</i>
<i>Figure 2-4 Différents modes de fonctionnement des sondes à ouvertures utilisées en SNOM [4]</i>	<i>11</i>
<i>Figure 2-5 Méthode de détection des sondes sans ouvertures [9].....</i>	<i>11</i>
<i>Figure 2-6 Principaux types de sondes utilisées en microscopie en champ proche [16].....</i>	<i>13</i>
<i>Figure 2-7 a) Configuration du banc de mesure SNOM b) Schéma de l'adaptateur d'erreur [26]</i>	<i>14</i>
<i>Figure 2-8 Schéma simplifié du banc expérimental NSMM [27].....</i>	<i>15</i>
<i>Figure 2-9 Composition de l'échantillon de roche [27].....</i>	<i>15</i>
<i>Figure 2-10 Images obtenues pour A) la sonde sphérique B) la sonde conique. Pour chaque sonde la fréquence de résonnance (en haut à gauche), le facteur de qualité (en haut à droite), la permittivité (en bas à gauche) et la tangente de perte (en bas à droite) sont présentés....</i>	<i>16</i>
<i>Figure 2-11 Schéma du système SNOM et de la sonde AFM en tungstène [36]</i>	<i>17</i>
<i>Figure 2-12 Image en intensité en champ proche a) H1 b) H2 c) H3 et d) Topographie AFM de l'échantillon [36].....</i>	<i>17</i>
<i>Figure 2-13 Schéma du banc expérimental SNOM et représentation de la procédure de reconstruction de la structure de l'échantillon [37]</i>	<i>18</i>
<i>Figure 2-14 a) Topographie 3D mesurée par AFM b) Image 2D du module et de la phase de la valeur complexe du champ proche pour les harmoniques 3, 4 et 5, c) Hauteur obtenue après inversion à partir des différents harmoniques mesurés d) Image des permittivités mesurées pour les carrés de PMMA obtenue par la procédure d'inversion. E) Profil de hauteur, partie réelle et imaginaire de la permittivité obtenue à partir des différents harmoniques après l'inversion.</i>	<i>19</i>
<i>Figure 2-15 Schéma de l'interaction en champ proche de la pointe AFM [44].....</i>	<i>21</i>
<i>Figure 2-16 Spectres infrarouges en champ proche mesurés pour plusieurs épaisseurs de film de SiO₂ à l'harmonique 3. a) Résultats expérimentaux, b) résultats du modèle sphéroïdal, c) résultats du modèle point-dipôle [44]</i>	<i>21</i>
<i>Figure 3-1 Schéma et photo de notre banc de mesure expérimental</i>	<i>25</i>
<i>Figure 3-2 Sorties des détections synchrones lors d'une mesure au-dessus du miroir d'or</i>	<i>27</i>

<i>Figure 3-3 Module et phase de la tension réfléchiée par le miroir d'or en fonction de la fréquence.....</i>	<i>29</i>
<i>Figure 3-4 Module et phase des résultats des simulations sous ADS.....</i>	<i>30</i>
<i>Figure 3-5 Modèle de sonde utilisé pour les simulations EM</i>	<i>31</i>
<i>Figure 3-6 Résultats des simulations en champ électrique transverse (à droite) et en champ longitudinal (à gauche)</i>	<i>32</i>
<i>Figure 3-7 Photo de la sonde 1 au-dessus d'un miroir d'or</i>	<i>33</i>
<i>Figure 3-8 Photo de la sonde 2 au-dessus d'un miroir d'argent.....</i>	<i>33</i>
<i>Figure 3-9 Caractérisation des imperfections en fonction de la fréquence via le coefficient ζ</i>	<i>36</i>
<i>Figure 3-10 Tension réfléchiée tracée dans le plan complexe. Les courbes présentent les mesures pour le miroir d'or et le verre et les points présentent les centres des cercles décrits par les résultats.</i>	<i>37</i>
<i>Figure 3-11 Tracé dans le plan complexe de la tension complexe réfléchiée d'un miroir d'or (en trait) et de l'ajustement circulaire associé (pointillé). Les losanges présentent les valeurs mesurées (en bleu) et corrigées (en rouge) pour une fréquence de 59 GHz. Les ronds représentent le centre des cercles.....</i>	<i>39</i>
<i>Figure 3-12 Influence de l'atténuateur sur les parties réelles et imaginaires de la tension complexe mesurée.....</i>	<i>41</i>
<i>Figure 3-13 Déformation des signaux mesurés pour une position de l'atténuateur de 4.5. Les mesures sont représentées par les points et l'ajustement sinusoïdal par le tracé continu</i>	<i>42</i>
<i>Figure 3-14 Module et phase de la tension réfléchiée pour plusieurs fréquences de modulation Ω</i>	<i>43</i>
<i>Figure 3-15 Impact de la fréquence de modulation sur l'erreur relative des parties réelles et imaginaires de la tension mesurée.....</i>	<i>44</i>
<i>Figure 3-16 Influence de la fréquence de modulation associée à une constante de temps permettant de mesurer 8 périodes de modulation</i>	<i>45</i>
<i>Figure 3-17 Erreur relative pour des couples Ω et T_c constants.....</i>	<i>46</i>
<i>Figure 3-18 Impact de la constante de temps sur la dispersion du module et de la phase de la tension complexe réfléchiée.....</i>	<i>46</i>
<i>Figure 3-19 Erreur relative du module et de la phase en fonction de la constante de temps T_c</i>	<i>47</i>
<i>Figure 3-20 Influence des sondes sur le module et la phase de la tension mesurée en fonction de la fréquence</i>	<i>48</i>
<i>Figure 3-21 Influence de la sonde sur le module et la phase pour des courbes d'éloignements</i>	<i>49</i>
<i>Figure 3-22 Schéma de l'ensemble sonde-échantillon</i>	<i>50</i>

<i>Figure 3-23 Influence de la forme d'onde du signal modulant sur la tension complexe</i>	<i>51</i>
<i>Figure 3-24 Influence du rang d'harmonique de mesure sur le module du signal mesuré</i>	<i>52</i>
<i>Figure 3-25 Impact des matériaux sur la bande de fréquence ayant les imperfections les plus faibles</i>	<i>54</i>
<i>Figure 3-26 Module et phase de la tension mesurée en fonction de la hauteur pour deux matériaux</i>	<i>55</i>
<i>Figure 3-27 Résultat en module et en phase des courbes d'éloignements au-dessus d'un miroir d'or. En bleu : valeur moyenne. En rouge : moyenne $\pm$ l'écart type</i>	<i>56</i>
<i>Figure 4-1 Schéma de la configuration du problème du modèle</i>	<i>59</i>
<i>Figure 4-2 Module et phase du champ électrique transverse réfléchi sur un échantillon obtenu à partir du modèle</i>	<i>62</i>
<i>Figure 4-3 Influence de la distance sonde échantillon sur le module et la phase du champ électrique calculé à partir du modèle</i>	<i>65</i>
<i>Figure 4-4 Influence de l'amplitude d'oscillation sur le module et la phase du champ calculé à partir du modèle</i>	<i>66</i>
<i>Figure 4-5 Comparaison entre les résultats du modèle et les mesures en fonction de l'amplitude d'oscillation</i>	<i>68</i>
<i>Figure 4-6 Influence de la distance sonde échantillon sur le champ calculé pour des matériaux stratifiés.....</i>	<i>69</i>
<i>Figure 4-7 Influence de l'épaisseur du matériau en surface sur le champ calculé pour des matériaux stratifiés</i>	<i>70</i>
<i>Figure 4-8 Influence de l'épaisseur du matériau en surface sur le champ calculé pour plusieurs distances sonde-échantillon</i>	<i>71</i>
<i>Figure 4-9 Comparaison entre les résultats de mesure et du modèle pour des substrats silicium avec des dépôts de SiO₂ d'épaisseurs différentes. a) Résultats de mesure b) Résultats du modèle c) Agrandissement du module obtenu via le modèle autour des distances sonde échantillon de 2 et 20 μm</i>	<i>73</i>
<i>Figure 5-1 Image des sondes avec à droite la sonde étroite et à gauche la sonde large.</i>	<i>77</i>
<i>Figure 5-2 Influence de l'espacement entre les pointes de la sonde sur le module et la phase de la tension réfléchie mesurée.....</i>	<i>79</i>
<i>Figure 5-3 Image d'une sonde bow-tie en or déposée sur du silicium en fonction du rang harmonique de la détection synchrone. a) Image à f, b) Image à $2f$ et c) Image à $3f$. d) Image optique de l'échantillon.</i>	<i>80</i>
<i>Figure 5-4 Image optique du wafer de silicium, avec des dépôts métalliques, mesuré en fonction des harmoniques</i>	<i>81</i>
<i>Figure 5-5 Influence du rang d'harmonique sur la résolution du module et de la phase</i>	<i>82</i>

<i>Figure 5-6 A gauche : Composant sous la sonde, en haut à droite : composant, en bas à droite : structure interne du composant</i>	<i>83</i>
<i>Figure 5-7 Module et phase des courbes d'éloignements sur les matériaux constituant le composant.....</i>	<i>84</i>
<i>Figure 5-8 Image en module (μV) réalisée au dessus du composant superposée avec une image réalisée au rayon X.....</i>	<i>86</i>
<i>Figure 5-9 Profils en module (μV) réalisés à deux endroits du composant superposés avec une image réalisée au rayon X.</i>	<i>87</i>
<i>Figure 5-10 Profil au dessus du composant. Le profil 1 est réalisé au dessus de la structure interne tandis que le second profil est réalisé au dessus de métal recouvert de résine.</i>	<i>88</i>
<i>Figure 6-1 Résultats du modèle de Drude pour un silicium de type P à droite et de type N à gauche. Influence de la résistivité des matériaux sur les parties réelles et imaginaires de la permittivité.....</i>	<i>94</i>
<i>Figure 6-2 Parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus avec la procédure de calibration n°1 pour deux sondes.....</i>	<i>96</i>
<i>Figure 6-3 Parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus avec la seconde procédure de calibration pour deux sondes</i>	<i>101</i>
<i>Figure 6-4 Parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus avec la seconde procédure de calibration et l'application du terme correctif d.</i>	<i>103</i>
<i>Figure 6-5 Comparaison entre les deux procédures de calibration.....</i>	<i>105</i>
<i>Figure 6-6 Influence du dopage sur la partie réelle du coefficient de réflexion mesurée sur des échantillons de GaSb sur un substrat GaAs.</i>	<i>107</i>

Liste des tableaux

<i>Tableau 2-1 Comparaison entre les valeurs de la littérature et les résultats de mesures [26]</i>	<i>14</i>
<i>Tableau 3-1 Influence du nombre de points utilisés pour l'ajustement circulaire sur la tension complexe.....</i>	<i>40</i>
<i>Tableau 3-2 Valeur de la tension complexe en fonction du matériau pour une fréquence de 59.2 GHz</i>	<i>54</i>
<i>Tableau 3-3 Récapitulatif des paramètres utilisés lors des mesures ponctuelles ou d'imagerie</i>	<i>57</i>
<i>Tableau 4-1 Résultat du modèle pour une distance sonde échantillon de 10 μm</i>	<i>66</i>
<i>Tableau 6-1 Propriétés de nos matériaux</i>	<i>92</i>
<i>Tableau 6-2 Information sur les échantillons de silicium</i>	<i>93</i>
<i>Tableau 6-3 Permittivités calculées à l'aide du modèle de Drude pour les Silicium</i>	<i>95</i>
<i>Tableau 6-4 Somme des écarts au carré après la procédure de calibration pour deux sondes</i>	<i>100</i>
<i>Tableau 6-5 Propriétés des échantillons de GaSb sur substrat GaAs.....</i>	<i>106</i>

Chapitre 1 - Introduction

La microscopie en champ proche fait l'objet d'un grand intérêt de la part de la communauté scientifique. En effet, cette méthode a prouvé sa capacité à réaliser des images avec une résolution bien inférieure à la longueur d'onde en tirant partie des ondes évanescentes à la surface de l'échantillon lors de l'interaction en champ proche entre une sonde et un matériau. De plus, cette technique permet également la réalisation d'images subsurface d'échantillons dont la profondeur d'observation est liée aux méthodes employées ainsi qu'aux matériaux étudiés.

Travailler avec ces techniques dans le domaine des ondes millimétriques permet également de tirer parti des propriétés des matériaux à ces fréquences. En effet, nombre d'entre eux, tels que les plastiques et les céramiques, sont transparents à ces fréquences. Ces derniers étant utilisés pour recouvrir des composants, cela ouvre la porte à l'identification de la structure interne de ces derniers.

L'utilisation du champ proche dans le domaine des ondes millimétriques ouvre la porte à de nouvelles applications, en s'appuyant sur les avantages de ces techniques, telle que le « reverse engineering », le contrôle non destructif ou encore l'espionnage de l'électronique intégrée. Cette méthode de mesure laisse apparaître de nombreuses applications dans le domaine de l'électronique mais également, à terme, dans des domaines comme la biologie ou la médecine.

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'Institut d'Électronique et des Systèmes (IES). Il s'inscrit dans la continuité de deux thèses, qui ont été réalisées par Rachid OMAROUYACHE et Pierre PAYET. Mes travaux de recherches ont été effectués sous la direction de Monsieur Jérémy RAOULT, maître de conférences à l'IES.

L'objectif est de poursuivre le développement de notre banc de microscopie vectorielle en champ proche afin de pouvoir identifier des matériaux au travers de leurs propriétés électriques et ce quel que soit la famille de l'échantillon étudiée. Nous voulons également établir des procédures de calibration afin de réaliser des mesures quantitatives et locales des propriétés électriques de matériaux.

Ce travail tend également à améliorer la limite de résolution atteinte dans les thèses précédentes. Un travail a été initié afin de prouver la capacité de notre banc expérimental à réaliser des images subsurfaces. Notre technique présente l'avantage de permettre des

mesures non-destructives, très locales et sans contact avec l'échantillon. De plus, aucune préparation de ce dernier n'est nécessaire.

Le travail réalisé au cours de ces trois années de thèse sera présenté en six parties. Après ce premier chapitre d'introduction, un deuxième chapitre présentera un état de l'art des différentes techniques de microscopie en champ proche pour plusieurs domaines de fréquences ainsi qu'une présentation des diverses applications de ces techniques. Enfin, plusieurs modèles d'interactions en champ proche seront introduits.

Un troisième chapitre décrira le fonctionnement de notre banc expérimental et les sondes que nous employons. La procédure de traitement des données sera exposée. Les imperfections de notre système seront introduites ainsi qu'une procédure visant à les minimiser. Enfin, une caractérisation du banc sera réalisée afin de déterminer les paramètres optimaux de fonctionnement.

Un quatrième chapitre présentera un modèle d'interaction sonde-échantillon en champ proche, basé sur notre banc expérimental. Des comparaisons entre les résultats du modèle et les résultats de mesures seront également discutées.

Le chapitre suivant sera consacré à la réalisation d'image. Une étude visant à améliorer la résolution spatiale de nos mesures sera présentée. Ce chapitre exposera également les résultats des images subsurfaces obtenus sur un composant commercial de chez GaN Systems.

Un dernier chapitre présentera deux procédures de calibration dont les objectifs sont de réduire l'impact de nos sondes sur nos mesures et d'obtenir des valeurs quantitatives des propriétés des matériaux étudiés.

Enfin, nous conclurons sur les résultats obtenus au cours de ce travail de thèse et nous discuterons autour des différentes perspectives liées à ce travail.

Chapitre 2 - État de l'art

1 - Intérêt de la technique de microscopie en champ proche	4
2 - Théorie du champ proche.....	6
3 - Techniques de microscopies et leurs applications	9
a - SNOM.....	10
b - NSMM.....	12
c - Applications	13
4 - Modèles d'interactions sonde - échantillon	20

1 - Intérêt de la technique de microscopie en champ proche

Un microscope optique classique, permettant de visualiser des objets avec une grande précision, voit sa résolution limitée par la limite de diffraction d'Abbé. Ce physicien a mis en évidence une limite de résolution atteignable avec un microscope optique liée au phénomène de diffraction. En effet, la focalisation de la lumière en un point infiniment petit est impossible sans que celle-ci soit diffractée, une « tache d'Airy », dont la taille définit la résolution, est alors observable. J.W. Rayleigh proposa un critère, appelé critère de Rayleigh [1], qui définit la résolution comme la distance transversale minimale $d_{\min}$ entre deux points permettant de les différencier. L'expression du critère de Rayleigh est donnée équation 2.1.

$$d_{\min} = \frac{1.22 \lambda}{2n \sin(\theta)} \quad (2.1)$$

Avec λ la longueur d'onde, $n \sin(\theta)$ l'ouverture numérique où n l'indice du milieu et θ le demi-angle d'ouverture du faisceau entrant dans l'objectif.

Le critère de Rayleigh est obtenu lorsque le premier maximum d'intensité est superposé au premier minimum de l'autre point comme on peut l'observer sur la figure 2-1. Deux points séparés par une distance inférieure au critère de Rayleigh sont considérés comme indifférenciables. Ainsi, la résolution spatiale en champ lointain ne peut pas être meilleure que

$\lambda/2$. Cette limite de diffraction, présentée dans le visible, est également valable pour des longueurs d'onde de l'ordre du millimètre.

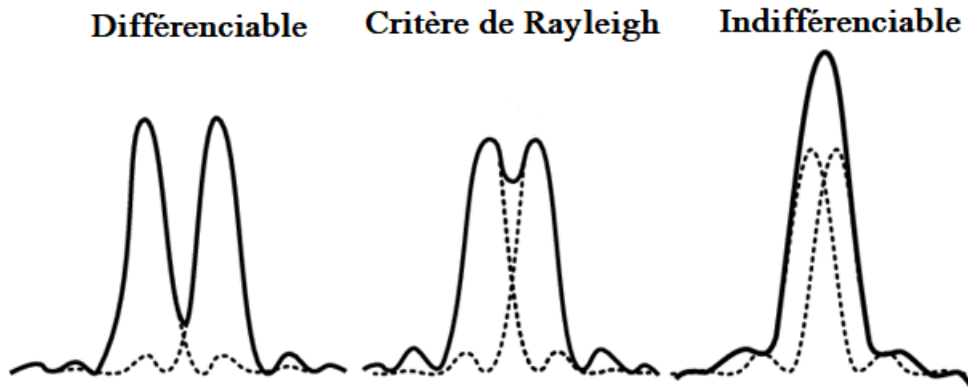


Figure 2-1 Illustration du critère de Rayleigh

Or, en raison de la miniaturisation des composants de micro ou nano électronique, les microscopes n'ont plus une résolution suffisante pour observer ces composants de taille micrométrique. Afin d'améliorer la résolution des systèmes de microscopie, E.H. Synge propose en 1928 une méthode pour dépasser la limite de diffraction grâce à l'utilisation d'une sonde de taille nanométrique en champ proche [2]. L'utilisation de la microscopie en champ proche et de ses propriétés permet de dépasser la limite de diffraction d'Abbé grâce aux ondes évanescentes présentes à la surface de la structure. Cette propriété permet d'atteindre des résolutions latérales meilleures que celles obtenues par des microscopes classiques. Le concept de microscopie en champ proche, introduit par Synge, sera vérifié et implémenté en 1962 et 1972 respectivement par Soohoo et Ash. Ces premiers travaux ont permis d'atteindre une résolution de $\lambda/60$, bien inférieure à celle des microscopes optiques qui sont limités à $\lambda/2$.

L'objectif de la microscopie en champ proche est d'imager des objets de taille nanométrique tel que des défauts dans les matériaux, des circuits intégrés ou des échantillons biologiques tel que des cellules. Cette technique vise également à identifier des matériaux aux travers de leurs propriétés comme la permittivité ou la perméabilité. Ces mesures visent à étudier de tels objets de façon non destructive et non invasive.

Afin de mieux comprendre les propriétés du champ dans la zone de champ proche, pouvant expliquer un gain en résolution, il est nécessaire d'introduire quelques notions théoriques liées au champ proche.

2 - Théorie du champ proche

Lors de l'émission d'un champ électromagnétique par une antenne, l'onde rayonnée n'a pas les mêmes propriétés dans tout l'espace entourant la source. L'espace peut être divisé en trois régions [3] :

- La zone de champ proche réactif
- La zone de champ proche radiatif ou zone de Fresnel
- La zone de champ lointain ou zone de Fraunhofer.

Ces trois régions sont présentées figure 2-2. Malgré des limites continues entre les champs, la configuration de ces derniers dans chacune des zones est nettement différente. Les limites séparant ces régions ne sont pas uniques et divers critères ont été établis et sont couramment utilisés pour identifier ces domaines.

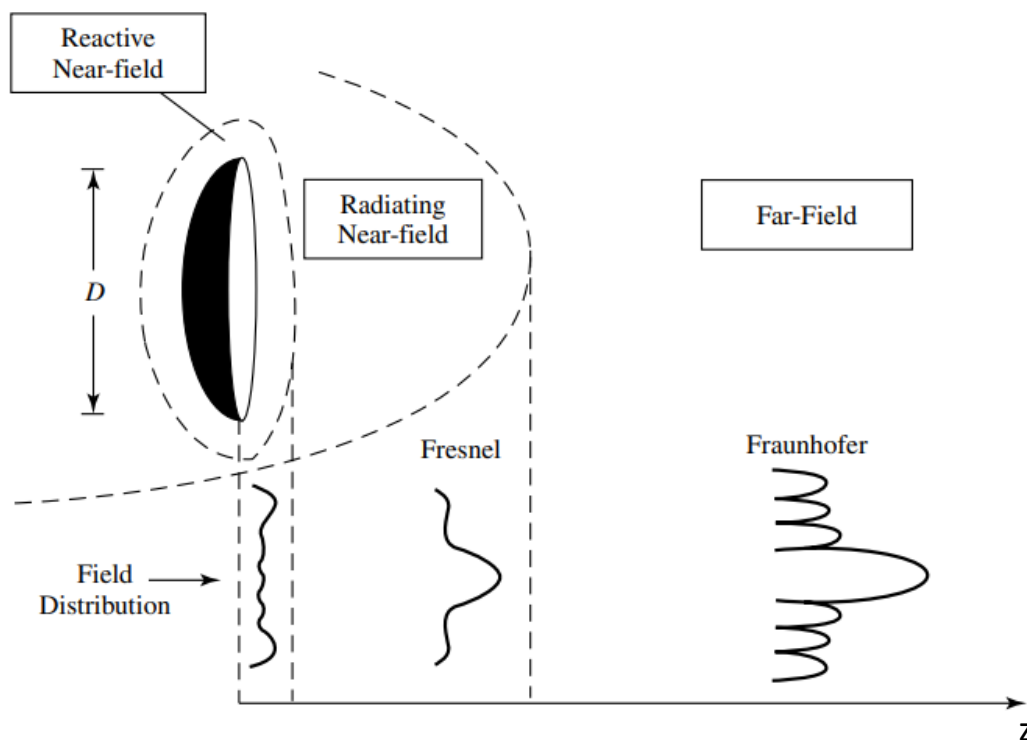


Figure 2-2 Régions du champ électromagnétique lors de l'émission par une antenne [3]

La zone de champ proche réactif est la zone à proximité immédiate de l'antenne. Cette région est définie pour des distances de $0 < R < \lambda / 2\pi$ pour des petites sondes.

La région de champ proche radiatif (zone de Fresnel) est définie comme la région du champ d'une antenne située entre la région de champ proche réactif et la région de champ lointain, dans laquelle les champs de rayonnement prédominent et la distribution angulaire du champ dépend de la distance par rapport à l'antenne. Cette zone est observable pour des distances R comprises entre $\lambda/2\pi < R < 2D^2/\lambda$.

La région de champ lointain (Fraunhofer) est définie comme la région du champ d'une antenne où la distribution du champ angulaire est essentiellement indépendante de la distance par rapport à l'antenne. La région de champ lointain est généralement considérée comme existante à des distances supérieures à $2D^2/\lambda$ de l'antenne.

Les champs électriques et magnétiques observés en champ lointain décroissent en $1/r$ lorsque la distance par rapport à la source augmente. Dans le cas de la zone de champ proche, le champ électromagnétique radiatif décroît plus rapidement avec la distance suivant une loi en $1/r^2$ tandis que le champ réactif décroît en $1/r^3$. La rapide diminution de la puissance dans la zone de champ proche entraîne une disparition de ces effets à quelques longueurs d'onde de l'élément rayonnant.

Lorsqu'un objet est éclairé par une onde électromagnétique, deux types de champs sont diffractés. Un champ homogène se propage à grande distance et est lié aux larges détails de l'objet, soit les basses fréquences spatiales. Le second champ reste confiné au voisinage de l'objet et contient des informations sur les petits détails de l'objet soit les hautes fréquences spatiales. Cette observation peut être affinée en considérant un seul champ qui lors de sa propagation dans l'air, est filtré par le milieu. Ce dernier agit comme un filtre passe-bas, conduisant à un filtrage des hautes fréquences spatiales et donc une perte d'information liée aux petits détails de l'objet lorsque la distance avec l'échantillon augmente.

Considérons la situation exposée figure 2-3, où l'illumination se fait en face arrière et un détecteur mesure l'onde transmise. Dans la zone de champ proche, on retrouve les informations liées aux petits détails de la structure. Plus la distance augmente, plus le champ perd cette information. Dans la zone de champ lointain, on ne retrouve que des oscillations liées aux détails de grande taille (supérieur à λ). Cette perte d'information est donc liée à la propagation de l'onde dans le milieu. Le gain en résolution de la microscopie en champ proche est lié aux hautes fréquences spatiales qui contiennent des informations sur les détails de tailles inférieures à la longueur d'onde de l'échantillon.

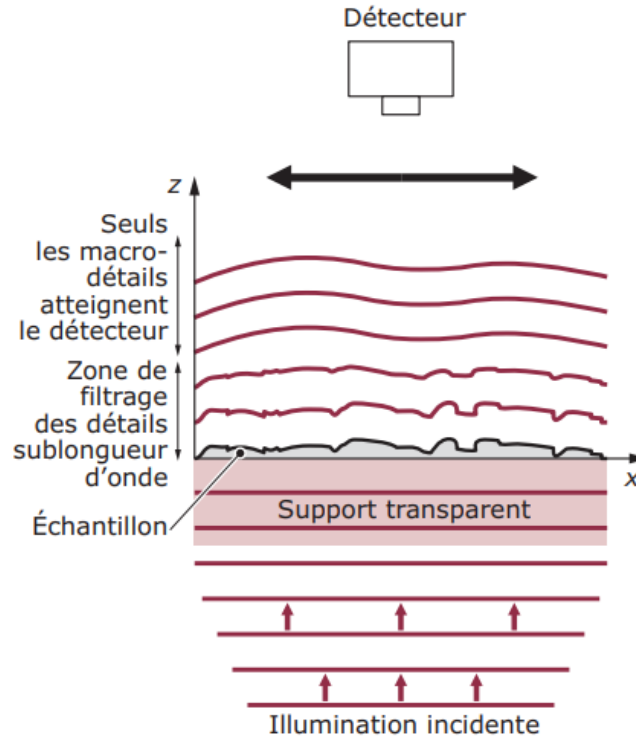


Figure 2-3 Filtrage des fréquences spatiales d'un échantillon avec des petits détails de surface éclairé en transmission par une onde plane [4]

Dans le cas de la figure 2-3, nous pouvons mettre en équation, grâce aux équations de Maxwell, qui régissent le comportement de toute onde électromagnétique, le champ électrique $E(x, z)$ en tout point du plan $(0, x, z > 0)$. Ce champ peut être défini comme la superposition d'une infinité d'ondes planes. L'expression est présentée équation 2.2.

$$E(x, z) = \int_{-\infty}^{+\infty} \tilde{E}(k_x, 0) \exp(i k_x x + i k_z z) \frac{dk_x}{2\pi} \quad (2.2)$$

Avec $\tilde{E}(k_x, z)$ la transformée de Fourier spatiale à une dimension de $E(x, z)$, k_x et k_z les fréquences spatiales associées aux dimensions x et z telles que $k_x^2 + k_z^2 = (2\pi/\lambda)^2$. La propagation des différentes ondes est conditionnée par le vecteur d'onde k dont les composantes sont k_x et k_z . Chacune de ces ondes d'amplitude $\tilde{E}(k_x, 0)$ à une fréquence spatiale k_x unique dont les informations sont relatives à une taille de détail particulier de l'échantillon. L'axe du système est selon la direction z , la propagation de ces ondes va donc dépendre de la composante k_z :

- Si $k_x < 2\pi/\lambda$, soit le cas des basses fréquences spatiales, concernant les gros détails de l'objet, alors $k_z = \sqrt{\left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2 - k_x^2}$ est un nombre réel. L'onde est plane et se propage selon l'axe z
- Si $k_x > 2\pi/\lambda$ soit le cas des hautes fréquences spatiales, concernant les petits détails dont la taille est inférieure à la longueur d'onde, alors $k_z = i\sqrt{k_x^2 - \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2}$ est un imaginaire pur. L'onde associée est fortement atténuée selon l'axe z , suivant une décroissance exponentielle. Par conséquent, cette onde reste confinée au-dessus de la surface dans une région d'épaisseur $\frac{1}{|k_z|} = \frac{1}{|k_x|}$ lorsque $2\pi/\lambda$ est négligeable devant k_x . Cette onde est une onde évanescente.

La microscopie en champ proche tire parti des ondes évanescentes présentes à la surface de l'objet à imager afin de dépasser la limite définie par le critère de Rayleigh. En effet, la caractérisation en champ lointain permet d'observer uniquement les détails de dimension supérieure à la longueur d'onde. En se plaçant dans la zone de champ proche, il est possible de mesurer les détails de taille inférieure à la longueur d'onde. La distance vis-à-vis de l'échantillon est conditionnée par la taille du détail à observer : $d \approx \frac{1}{|k_x|} = \frac{\Delta x}{2\pi}$ avec Δx la dimension du détail à observer.

3 - Techniques de microscopies et leurs applications

La microscopie en champ proche est appliquée dans des gammes de fréquences allant du domaine des ondes radiofréquences à celui de l'optique. Les techniques d'expérimentation sont nombreuses tout comme les sondes utilisées. Plusieurs grandes familles de techniques de microscopie existent, telles que la microscopie optique en champ proche (SNOM : Scanning Near-field Optical Microscopy) qui opère dans le domaine optique et le proche infrarouge [5] ou la microscopie microonde en champ proche (NSMM : Near-Field scanning microwave microscopy) qui permet des mesures dans les domaines des radiofréquences et des microondes, soit des fréquences comprises entre 100 MHz et 300 GHz [6]. Des bancs expérimentaux dans le domaine térahertz ont également été développés en tirant partie des méthodes existantes dans les domaines optiques et microondes [7], [8].

Cette partie tend à présenter des techniques de microscopie en champ proche et certaines de leurs applications.

a - SNOM

La microscopie optique en champ proche (SNOM) est appliquée du domaine optique à celui du proche infrarouge. Trois éléments sont indispensables pour réaliser un microscope optique en champ proche : une source, une sonde locale et un détecteur. Dans la majorité des systèmes, un laser d'excitation est focalisé à travers une ouverture dont le diamètre est inférieur à la longueur d'onde d'excitation, induisant un champ évanescent à proximité de l'ouverture. Deux types de sondes existent pour cette technique de microscopie : les sondes à ouverture et les sondes sans ouverture ou diffusantes.

La plupart des sondes à ouverture sont réalisées à partir d'une fibre optique effilée. Le bout de la fibre forme une ouverture de taille nano ou microscopique dont le bout est métallisé. La figure 2-4 présente les différentes utilisations de ce type de sonde :

- Mode d'illumination en transmission (figure 2-4a) ou en réflexion (figure 2-4b). Le faisceau lumineux est injecté dans la fibre et ressort par la nano-ouverture. Le signal est émis dans la zone de champ proche optique, à proximité du matériau. La lumière est alors diffusée par les détails de la surface et mesurée par un détecteur soit en transmission, soit en réflexion.
- Mode collection (figure 2-4c) : la surface est illuminée par une source externe qui va générer des ondes évanescences. Ces ondes vont alors se coupler dans la fibre pour être guidées jusqu'à un détecteur.
- Mode illumination (figure 2-4d). Il permet d'illuminer la surface et de collecter les ondes évanescences, créées par l'interaction avec l'échantillon, avec une seule et même fibre via l'utilisation d'une séparatrice.

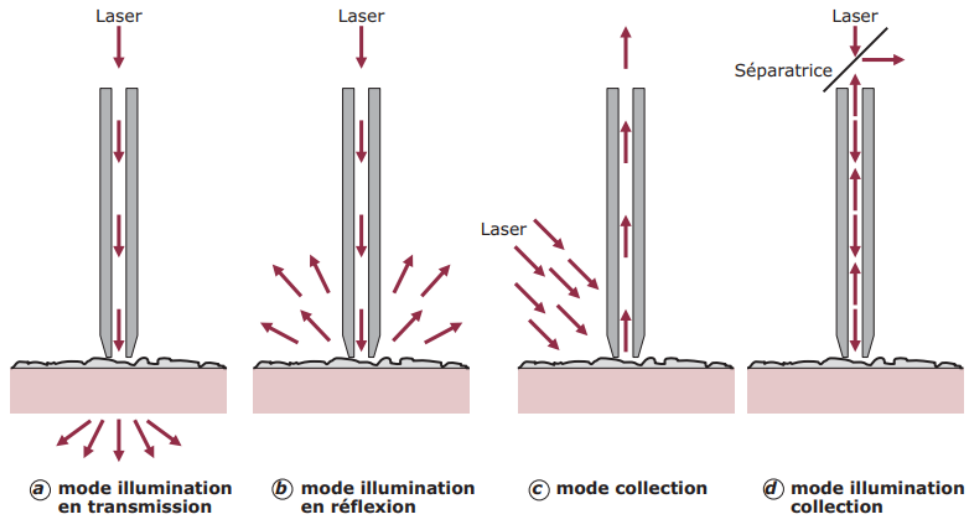


Figure 2-4 Différents modes de fonctionnement des sondes à ouvertures utilisées en SNOM [4]

Le second type de sonde fréquemment utilisé est les sondes sans ouverture ou sondes diffusantes. Ces sondes sont composées d'un seul matériau et n'ont pas d'ouverture. L'utilisation de ces sondes peut se faire selon trois façons différentes, illustrées figure 2-5 :

- Dans le cas présenté figure 2-5a, la pointe est placée au-dessus de l'échantillon et est illuminée par un faisceau térahertz incident. Un cristal OE est placé sous la pointe. Seule la composante du champ électrique parallèle à la direction de propagation de la sonde sera mesurée.
- Dans le cas présenté figure 2-5b, le champ diffusé est directement mesuré dans la zone de champ lointain. La réflexion directe est filtrée grâce à la modulation de la distance pointe-échantillon.
- Dans le cas présenté figure 2-5c, le champ rétrodiffusé est collecté l'interaction avec le couple sonde-échantillon.

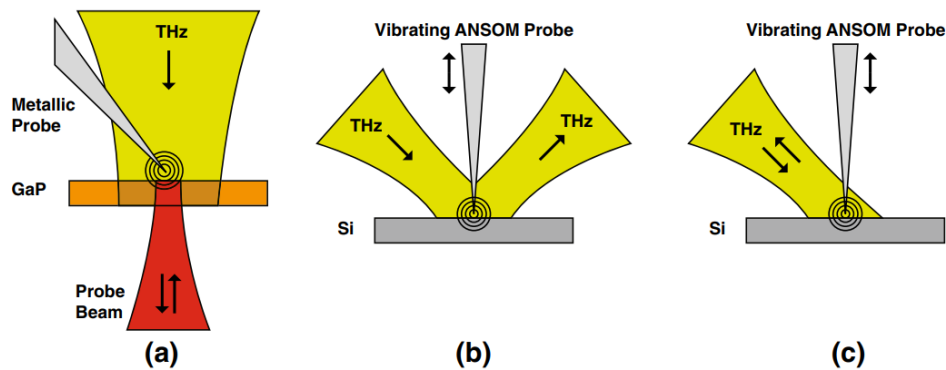


Figure 2-5 Méthode de détection des sondes sans ouvertures [9]

b - NSMM

La microscopie microonde en champ proche est une technique permettant des mesures dans les domaines des radiofréquences et des microondes. Cette technique permet de mesurer l'interaction entre un matériau et un champ électromagnétique émis en champ proche par une sonde de taille inférieure à la longueur d'onde. Cette interaction entre le champ électrique et la matière dépend des propriétés du matériau sous test. Des échantillons massifs, en couche mince et des matériaux ou des composants de taille micrométrique peuvent être étudiés. En raison de la transparence de nombreux matériaux dans la bande de fréquence allant de 100 MHz à 300 GHz, la réalisation d'image subsurface, permettant d'observer des structures stratifiées ou des structures internes de composants, est possible.

Les bancs expérimentaux dans cette gamme de fréquence reposent sur différents principes de mesures. Les bancs expérimentaux sont fréquemment basés sur l'utilisation d'analyseur de réseaux [10], de détecteurs tels des diodes Schottky [11] ou, comme dans notre banc expérimental, de détections synchrones. Certaines structures utilisent également des résonateurs, ou des sondes résonantes, visant à améliorer la sensibilité globale des systèmes [12].

La plupart des banc expérimentaux NSMM utilise une antenne dont la taille est inférieure à la longueur d'onde. Les formes des sondes utilisées sont multiples [13]. La figure 2-6 présente des exemples de sondes utilisées par cette technique. Ces sondes peuvent être des ouvertures dans un écran opaque (figure2-6a), une pointe STM (figure2-6b), une pointe AFM (figure2-6c), une ligne de transmission ouverte (figure2-6d et 2-6e), une boucle magnétique (figure 2-6f) ou d'autres géométries.

Des sondes bow-tie et diabolo ont également été étudiées [14], [15]. Dans le cas des sondes bow-tie, deux triangles sont séparés par un gap d'air conduisant à une accumulation de la densité de charge à cet endroit permettant de générer un champ électrique. Dans le cas des sondes diabolo, les deux pointes sont reliées permettant d'avoir une densité de courant importante conduisant à l'obtention d'un champ magnétique.

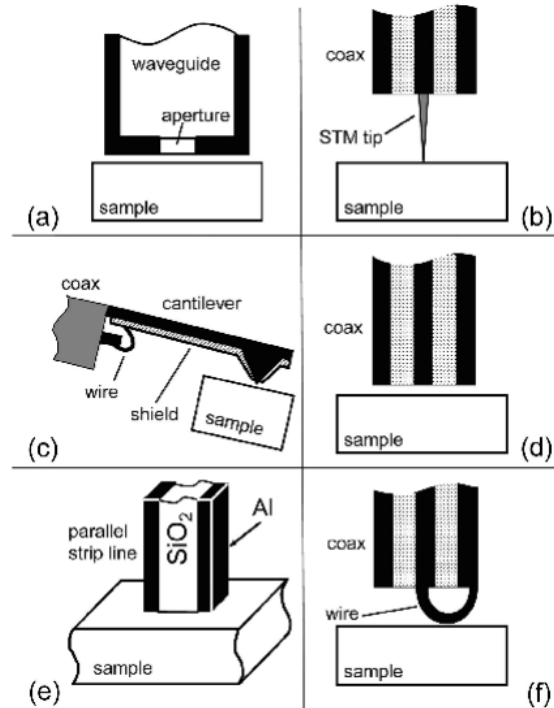


Figure 2-6 Principaux types de sondes utilisées en microscopie en champ proche [16].

c - Applications

Les applications des techniques de microscopie en champ proche sont multiples. Ce type de mesure peut être employé pour identifier des matériaux, voire pour des mesures quantitatives de leurs constantes ou pour la réalisation d'image en surface ou subsurface. Les domaines d'applications sont également nombreux allant de la médecine [17], à la biologie [18]–[20], à l'électronique [21]–[23].

De manière générale, une modulation de la distance sonde échantillon est nécessaire afin d'extraire efficacement le signal de champ proche noyé dans le bruit de fond [24], [25]. Cette modulation permet également la réalisation de mesure à des harmoniques de la fréquence de modulation permettant un filtrage plus efficace du bruit et une amélioration de la résolution mais au prix d'un signal mesuré plus faible [11].

Guo et al. ont proposé un banc SNOM et une méthode de calibration associée à ce dernier afin d'extraire les constantes optiques complexes de matériau [26]. La figure 2-7a présente un schéma de leur banc expérimental. Une onde térahertz incidente interagit avec la paire sonde-échantillon entraînant une onde diffusée qui est mesurée. Afin de prendre en compte les défauts de leur système, ils ont mis en place un adaptateur d'erreur, basé sur celui des

analyseurs de réseau et comprenant trois termes d'erreur e_R , e_D , e_S . Un schéma des erreurs prise en compte est présenté figure 2-7b.

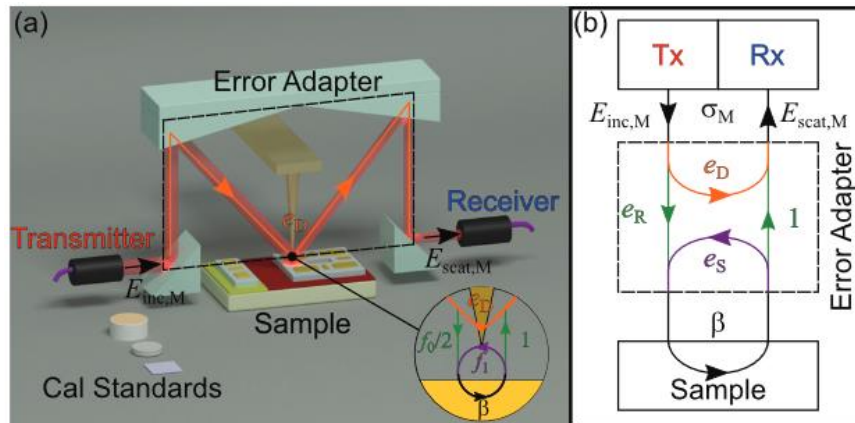


Figure 2-7 a) Configuration du banc de mesure SNOM b) Schéma de l'adaptateur d'erreur [26]

La mise en place de cette procédure de correction permet l'obtention de résultats de l'indice de réfraction très proche des valeurs trouvables dans la littérature. Les résultats de l'indice de réfraction n sont présentés dans le tableau 2-1. Pour les quatre échantillons étudiés, la valeur mesurée et la valeur théorique coïncident parfaitement lorsque l'incertitude de mesure est prise en compte.

Tableau 2-1 Comparaison entre les valeurs de la littérature et les résultats de mesures [26]

Matériaux	Valeur théorique n	Valeur mesurée de n
HRFZ-Si	3.41	3.39 ± 0.02
BK7	2.5	2.5 ± 0.01
Tsurupica	1.53	1.55 ± 0.02
TPX	1.47	1.49 ± 0.03

De manière générale, une procédure de calibration est nécessaire si l'objectif est de faire de l'identification de matériaux. Une autre procédure est présentée dans un article de Gregory et al. visant à la calibration d'un banc de microscopie microonde en champ proche à une fréquence de 1.2 GHz [27]. Dans cet article, deux sondes ont été étudiées : une sonde sphérique, fabriquée par électroérosion et une sonde conique, fabriquée par gravure électrochimique. Leur objectif est d'imager un échantillon de roche de 1x1 mm composé de plusieurs minéraux. Le but est de réaliser une image de la permittivité et de la tangente de perte de cet échantillon. La figure 2-8 présente le banc expérimental utilisé. Il est composé d'une cavité quart-onde coaxiale permettant d'atteindre un coefficient de couplage important

entre la cavité et la sonde. Un analyseur de réseau permet de mesurer le facteur de qualité Q et la fréquence de résonance de la cavité en réalisant des mesures par balayage en fréquence du coefficient de transmission S_{21} .

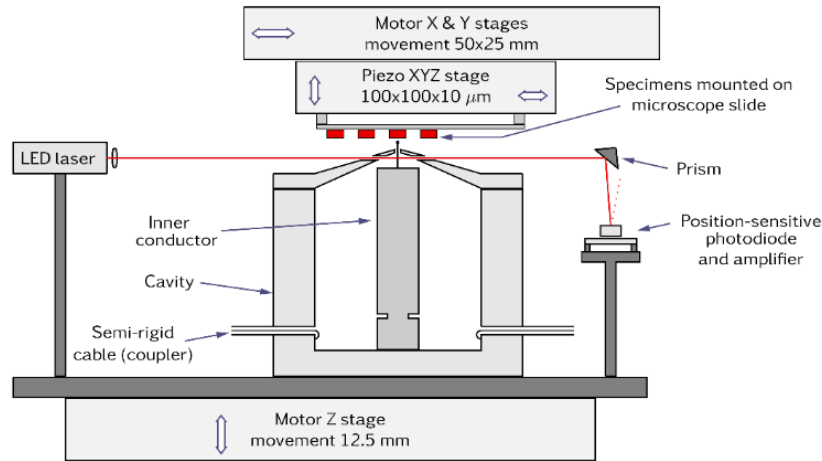


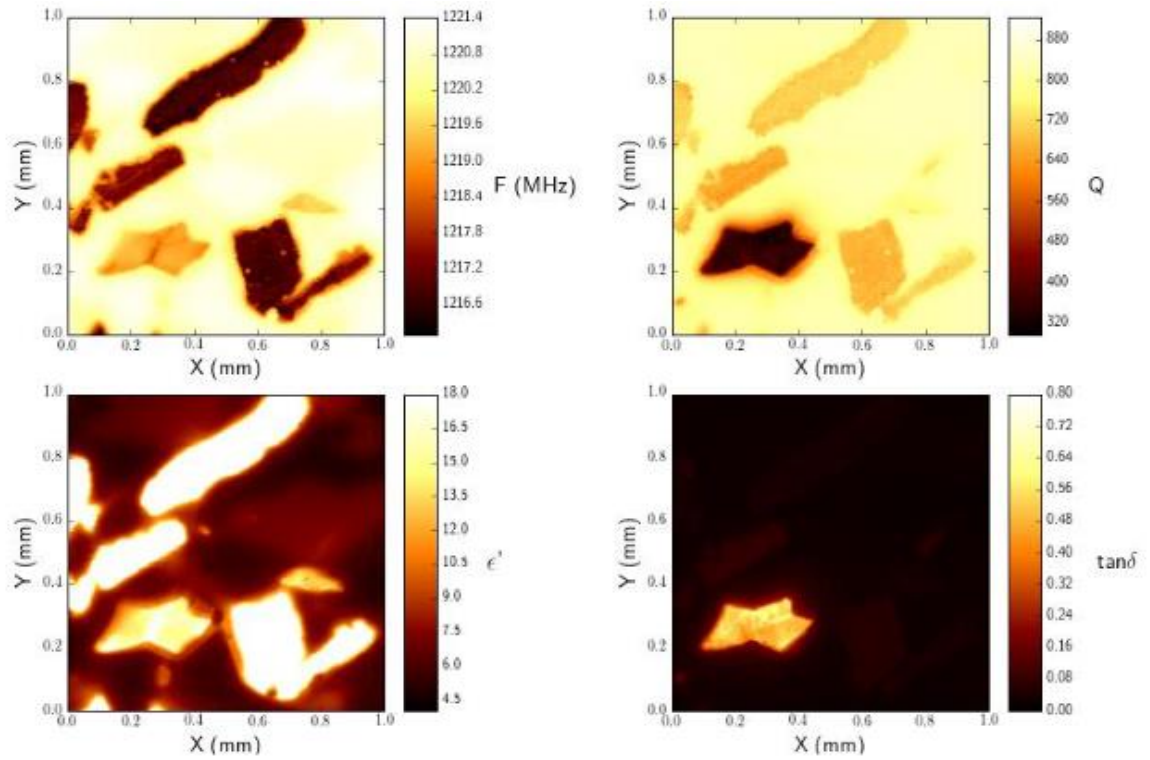
Figure 2-8 Schéma simplifié du banc expérimental NSMM [27]

La figure 2-9 présente l'échantillon de roche étudié. Les cinq minéraux qui la composent y sont visibles.

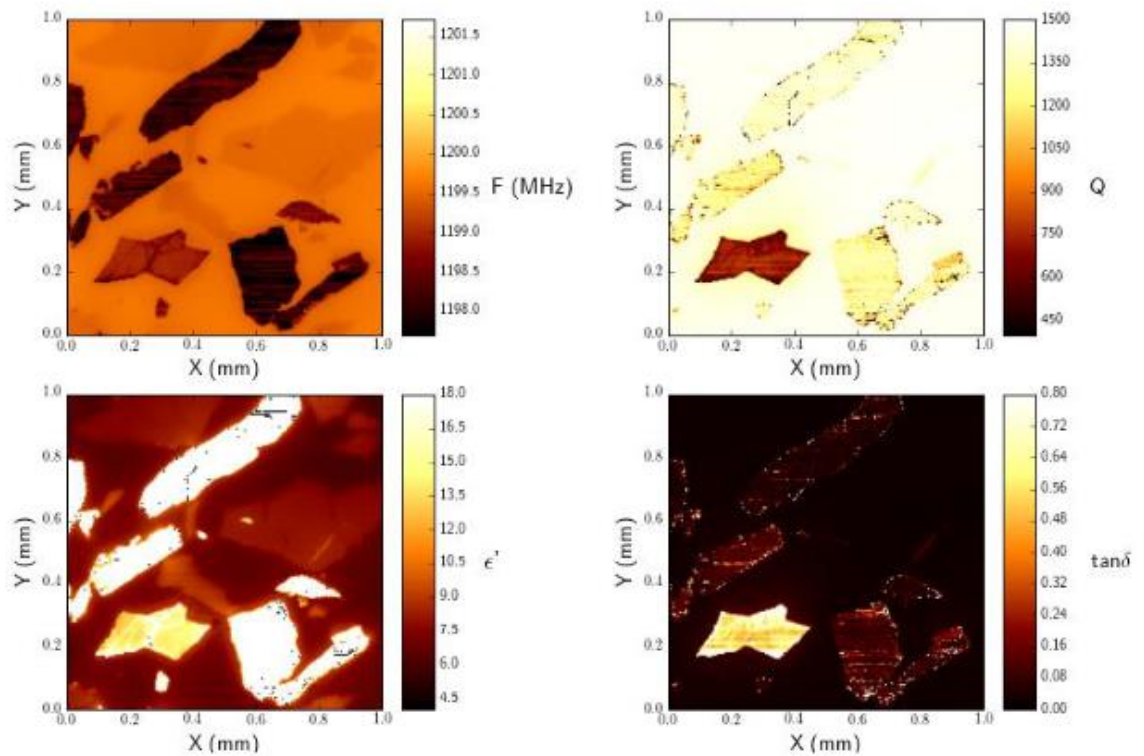


Figure 2-9 Composition de l'échantillon de roche [27]

Les résultats des mesures réalisées par Gregory et al. sont présentés figure 2-10. On y trouve, pour les deux types de sondes, la fréquence de résonance, la permittivité, le facteur de qualité et la tangente de perte. A partir de ces mesures, la discrimination des différents minéraux composant l'échantillon est possible. Cependant, la sensibilité des grandeurs mesurées varie fortement avec une sensibilité moindre pour la mesure de la tangente de perte en comparaison de la mesure de permittivité. Ces mesures mettent également en avant une résolution spatiale de 10 μm atteinte avec la sonde conique.



A – Spherical tip



B – Conical tip

Figure 2-10 Images obtenues pour A) la sonde sphérique B) la sonde conique. Pour chaque sonde la fréquence de résonance (en haut à gauche), le facteur de qualité (en haut à droite), la permittivité (en bas à gauche) et la tangente de perte (en bas à droite) sont présentés

La réalisation d'image par microscopie en champ proche a été largement étudiée tant sur des matériaux que des composants électroniques ou des liquides [28]–[31].

Des expériences ont permis de mettre en évidence la capacité de banc de microscopie en champ proche à obtenir des images subsurfaces [32]–[35]. Moon et al. propose la détection de fil d'or sur silicium recouvert d'une couche de Si_3N_4 d'une épaisseur de 30 nm à l'aide d'un SNOM utilisant une sonde AFM et fonctionnant à une fréquence térahertz [36]. Ces sondes, en tungstène, dont la pointe est de diamètre 100 nm, sont obtenues par une méthode de gravure électrochimique. La figure 2-11 présente un schéma de l'échantillon étudié et de la méthode de mesure ainsi qu'une image optique de la pointe AFM.

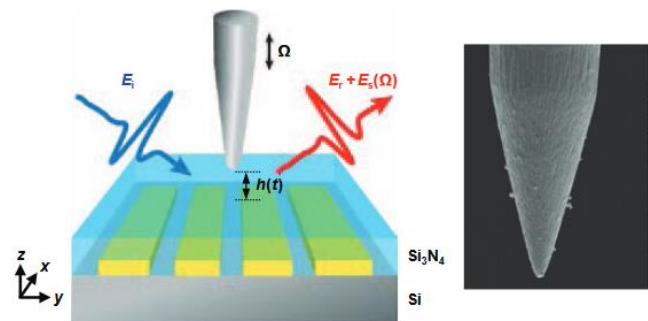


Figure 2-11 Schéma du système SNOM et de la sonde AFM en tungstène [36]

L'onde diffusée lors de l'interaction entre la pointe et l'échantillon est mesurée pour différents harmoniques. Les résultats obtenus sur l'échantillon en fonction des trois premiers harmoniques sont présentés figure 2-12. La structure subsurface est visible pour les trois harmoniques mesurés.

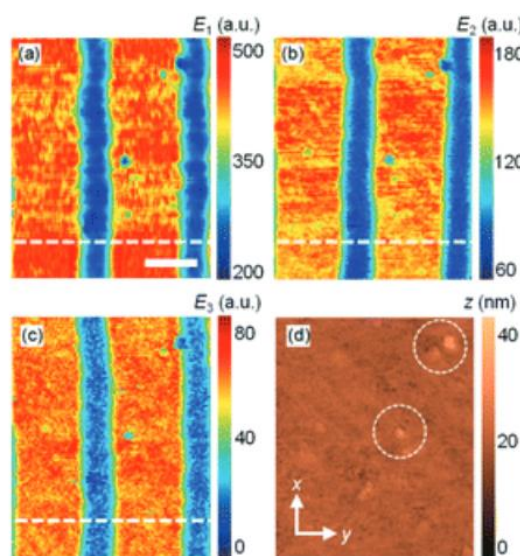


Figure 2-12 Image en intensité en champ proche a) H1 b) H2 c) H3 et d) Topographie AFM de l'échantillon [36]

L'image AFM ne permet pas d'observer les fils d'or enfouis sous la couche de Si₃N₄. L'augmentation du rang d'harmonique conduit à une amélioration de la résolution latérale, qui est estimée à 80 nm à l'harmonique 3 soit une résolution d'environ $\lambda/3300$.

Haddadi et al. ont réalisé des images subsurfaces à 60 GHz avec une sonde pointe couplée à un analyseur de réseau [32]. L'échantillon étudié est une inclusion de résine dans un substrat silicium recouvert par une couche de résine de 30 μm . Ces mesures, à des fréquences plus basses que celles utilisées par Moon et al. [36], permettent d'augmenter la pénétration des ondes dans l'échantillon et par conséquent la profondeur de mesure, au prix d'une baisse de la résolution.

Un banc SNOM fonctionnant en champ proche, avec une sonde AFM, dans le domaine des infrarouges, a été proposé par Govyadinov et al. [37]. Les résultats présentés montrent la capacité d'un tel système à mesurer la permittivité et l'épaisseur de matériaux stratifiés en couche mince.

Afin de remonter à la permittivité complexe d'une structure composée de plusieurs matériaux, une étude à plusieurs harmoniques a été réalisée. La figure 2-13 présente un schéma de la mesure et une présentation de la procédure permettant d'obtenir la permittivité et l'épaisseur d'un échantillon. Lorsque le rang d'harmonique augmente, le champ proche est plus confiné à proximité de la pointe AFM, ainsi, les volumes d'interactions en champ proche sont plus faibles [38]. La réalisation de mesures à plusieurs harmoniques permet ainsi de remonter à des informations sur le matériau en tirant partie de cette propriété.

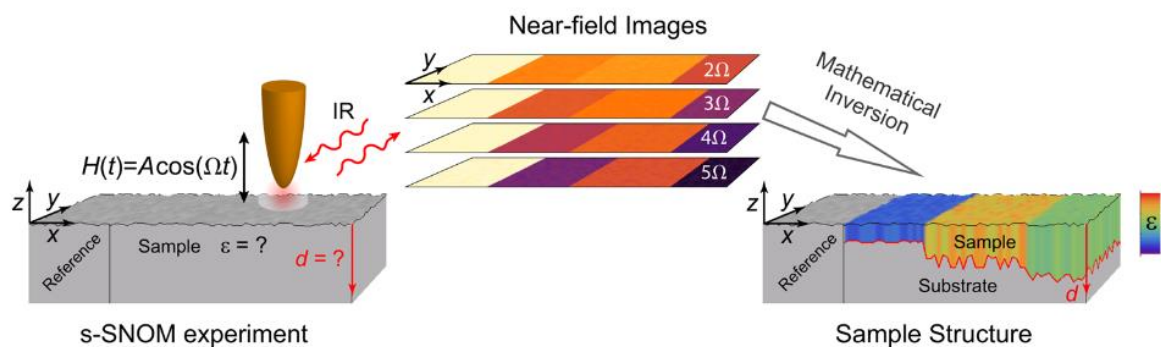


Figure 2-13 Schéma du banc expérimental SNOM et représentation de la procédure de reconstruction de la structure de l'échantillon [37]

A partir de ces mesures, un modèle perturbatif décrit l'interaction en champ proche de la pointe AFM avec une couche mince (considéré comme l'échantillon) déposée sur un substrat. Ce modèle permet une inversion analytique du problème de diffusion associé à l'interaction, en respectant la permittivité de l'échantillon qui est paramétrée par une seule variable liée à

son épaisseur. L'épaisseur du film est alors obtenue en étudiant les résultats des différents harmoniques du signal diffusé. Mathématiquement, ce problème se résume à une minimisation unidimensionnelle.

La figure 2-14 présente les résultats obtenus avant et après la procédure d'inversion permettant d'obtenir la topographie et la permittivité complexe de l'échantillon. Ce dernier est composé de trois carrés de PMMA de tailles différentes déposés sur un substrat silicium afin de former un film de 40nm d'épaisseur. La figure 2-14a présente cet échantillon. La figure 2-14b présente le module et la phase d'une coupe selon l'axe y de cet échantillon aux harmoniques 3, 4 et 5. Trois carrés de PMMA sont visibles sur ces coupes. L'application de la procédure d'inversion permet l'obtention des résultats présentés figure 2-14c, 2-14d et 2-14e présentant respectivement la hauteur obtenue après l'inversion, la permittivité complexe et la hauteur des carrés couplée aux parties réelles et imaginaires de la permittivité. Les valeurs mesurées pour la hauteur correspondent bien à la topographie mesurée par AFM de l'échantillon. De même, les valeurs de permittivités mesurées pour le PMMA coïncident avec les valeurs attendues pour ce matériau. Les fronts de PMMA engendrent une hauteur et une permittivité moins précise car l'interaction en champ proche est plus faible.

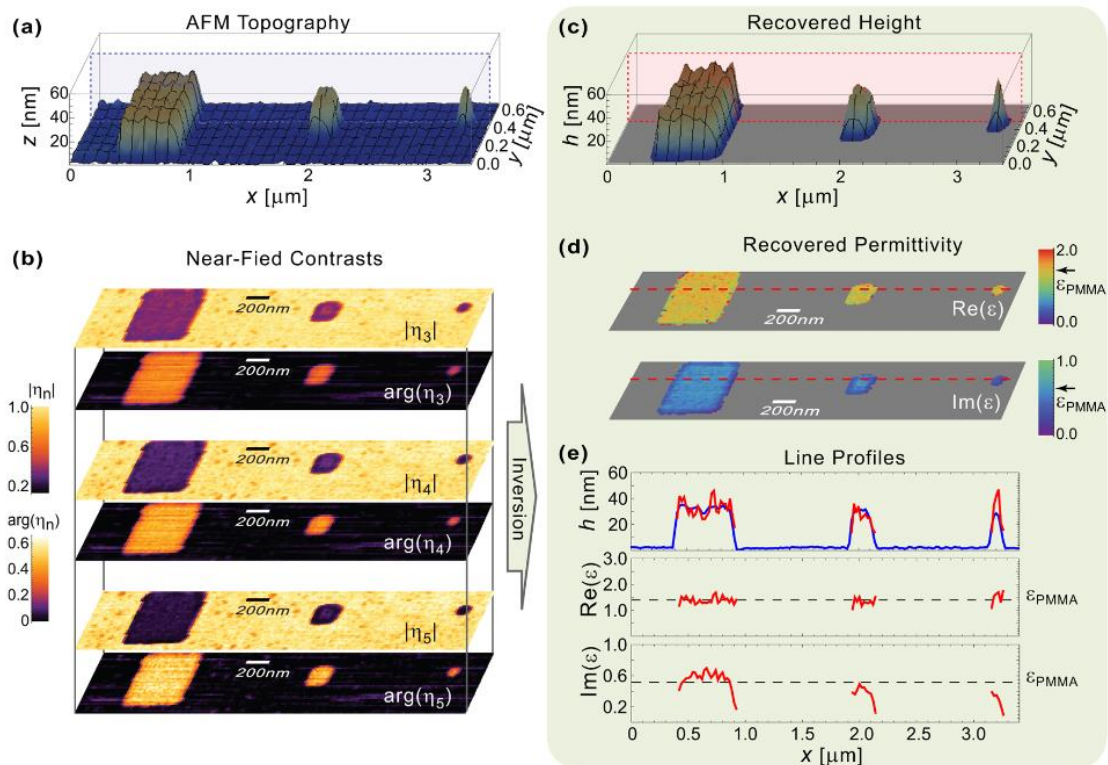


Figure 2-14 a) Topographie 3D mesurée par AFM b) Image 2D du module et de la phase de la valeur complexe du champ proche pour les harmoniques 3, 4 et 5, c) Hauteur obtenue après inversion à partir des différents harmoniques mesurés d) Image des permittivités mesurées pour les carrés de PMMA obtenue par la procédure d'inversion. E) Profil de hauteur, partie réelle et imaginaire de la permittivité obtenue à partir des différents harmoniques après l'inversion.

A la vue des travaux présentés, nos expérimentations dans ce domaine ont vocations à permettre la mesure des coefficients de réflexions complexes des matériaux, en surface comme enfouis, à une fréquence de 60 GHz avec une résolution, qui a déjà été prouvé sur notre banc expérimental, pouvant aller jusqu'à $\lambda/2500$ [28]. Afin de prouver la capacité de notre banc à atteindre cet objectif, un travail d'amélioration de la dispersion des résultats, un travail sur la réalisation d'image subsurface et un travail de calibration ont été réalisés.

4 - Modèles d'interactions sonde - échantillon

Des modèles d'interactions sonde-échantillon en champ proche ont été développés pour des banc de microscopie optique en champ proche [38], [39] ainsi que pour des bancs de microscopie microonde en champ proche [40]–[42].

Un modèle de SNOM utilisant une pointe AFM a été proposé par Alexander S. McLeod et al. [43]. Ce modèle décrit l'interaction en champ proche entre une sonde sans ouverture et un matériau d'après le champ de rayonnement d'une sonde polarisée placée à proximité de l'échantillon. Ce modèle prend en compte l'influence de la géométrie de la sonde et les effets électrodynamiques. Il présente également une inversion de ce modèle visant à obtenir la fonction diélectrique complexe d'un matériau avec une résolution nanométrique. Ce modèle permet d'étudier des matériaux massifs ainsi que des matériaux stratifiés avec un très bon accord entre les résultats du modèle et les résultats expérimentaux.

Un second modèle de SNOM décrivant l'interaction sonde échantillon a été proposé par L.M. Zhang and al. [44]. Cet article présente des mesures réalisées sur des couches fines de SiO_2 sur un substrat silicium. L'étude est réalisée en fonction de l'épaisseur de la couche fine et elle est comparée à deux modèles : un premier basé sur l'approximation point dipôle et le second est un modèle sphéroïdal. La première proposition présente un modèle simple à mettre en œuvre dont les résultats sont approximatifs. En effet, dès que l'épaisseur du film de SiO_2 dépasse le rayon de la pointe, les résultats du modèle sont en contradiction avec les résultats expérimentaux. Dans ce modèle, la sonde est considérée comme un dipôle parfait. Le second modèle présenté prend en compte une forme de sonde sphéroïdale allongée permettant d'obtenir une meilleure adéquation entre le modèle et les mesures. La figure 2-15 présente la sonde sphéroïdale considérée dans le calcul du modèle.

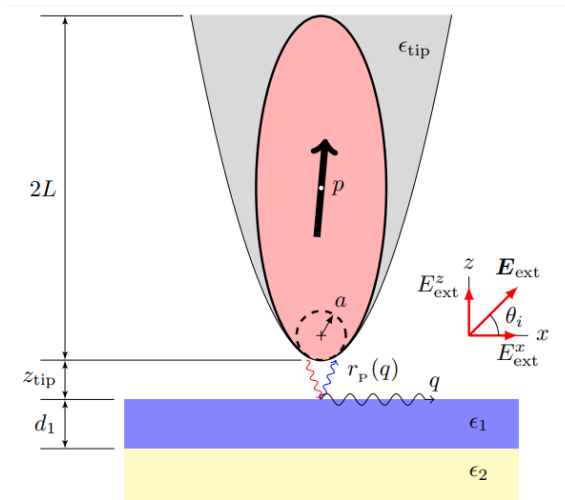


Figure 2-15 Schéma de l'interaction en champ proche de la pointe AFM [44]

La figure 2-16 présente une comparaison entre les résultats expérimentaux et les résultats des deux modèles présentés dans [44]. Les résultats obtenus à partir du modèle sphéroïdal montrent une bonne concordance avec les résultats expérimentaux. Cependant, dans le cas du modèle point-dipôle, des différences entre le modèle et les mesures sont visibles. Elles sont liées aux approximations du modèle qui simplifie notamment la forme allongée de la sonde.

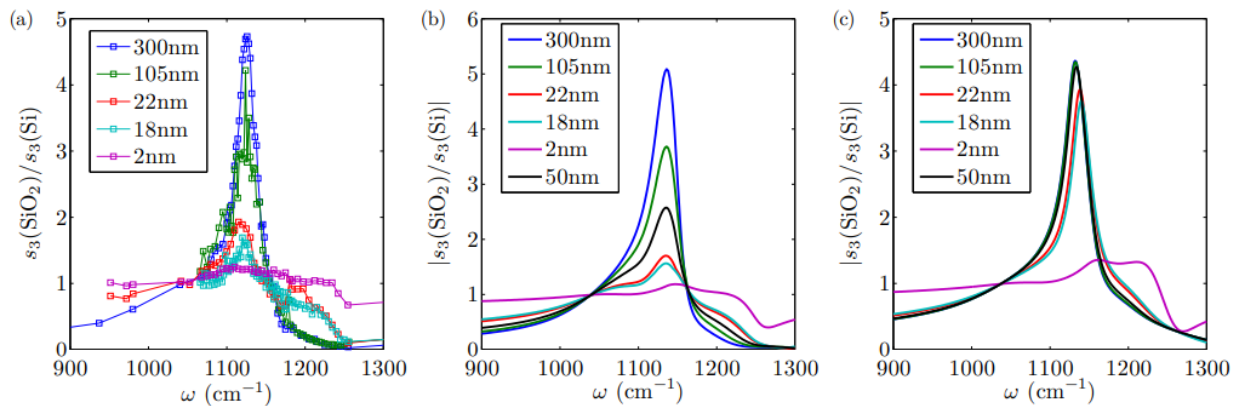


Figure 2-16 Spectres infrarouges en champ proche mesurés pour plusieurs épaisseurs de film de SiO2 à l'harmonique 3. a) Résultats expérimentaux, b) résultats du modèle sphéroïdal, c) résultats du modèle point-dipôle [44]

Z. Wei et al. [45] ont proposé un modèle de SNMM basé sur le calcul de la variation de la capacité entre la sonde et l'échantillon, en champ proche. Le domaine de calcul pour le problème d'interaction pointe-échantillon est réduit à la zone de perturbation en appliquant le théorème de Green permettant un calcul plus rapide du modèle.

B. Wu et al. [46] présente un autre modèle basé sur leur banc de microscopie microonde en champ proche. Il décrit l'interaction électrodynamique entre un matériau et une sonde pointe de taille nanométrique afin de quantifier les propriétés locales de matériau telles que la permittivité et la perméabilité pour des fréquences comprises entre 1 et 100 GHz. Le modèle prend en compte les pertes par rayonnement et par diffusion de la sonde de taille nanométrique. Ce modèle quasi statique a une bonne précision pour le calcul de la capacitance aux faibles fréquences. Cependant, les pertes diélectriques voient leur précision diminuer lorsque que la fréquence augmente.

La quasi-totalité des modèles d'interaction en champ proche sont développés pour des sondes pointes. Nous proposerons dans le chapitre 4 un modèle prenant en compte l'interaction en champ proche entre une sonde de type bow-tie et un matériau afin de nous placer dans les conditions de notre banc expérimental. Ce modèle permet de calculer le champ réfléchi aux harmoniques de la fréquence de modulation de la distance sonde-échantillon pour des matériaux massifs et stratifiés.

Chapitre 3 - Banc de microscopie vectorielle en champ proche

1 - Introduction.....	24
2 - Présentation du banc expérimental.....	25
3 - Sonde Bow-Tie	31
4 - Imperfections du système	34
5 - Traitement des données	37
6 - Caractérisation du banc expérimental	40
a - Réglage de l'atténuateur	41
b - Influence de la fréquence de modulation Ω et de la constante de temps T_c	42
c - Influence de la sonde.....	47
d - Influence de la modulation.....	50
e - Influence des harmoniques	52
f - Variations liées aux matériaux	53
g - Reproductibilité des mesures	55
7 - Conclusion	57

1 - Introduction

La microscopie en champ proche est un outil qui a prouvé sa capacité à caractériser des matériaux et à réaliser des images avec des excellentes résolutions spatiales. Notre méthode présente l'avantage de réaliser des mesures sans contact avec l'échantillon et ne nécessite pas de préparation de ce dernier. Afin de caractériser des matériaux, au travers de leur permittivité complexe, et de réaliser des images de composants ou de matériaux, un banc fonctionnant en réflectométrie dans le domaine des ondes millimétriques a été développé.

Ce chapitre décrit le fonctionnement de notre système de microscopie vectorielle en champ proche ainsi que le processus de traitement des données permettant d'obtenir la tension complexe réfléchie par un matériau. Les imperfections du banc expérimental sont prises en compte et étudiées afin de choisir une bande de fréquence de fonctionnement optimale. Une dernière partie concernant la caractérisation du banc sera exposée. Elle a pour but de

déterminer les paramètres de mesure permettant une dispersion minimale et un temps de mesure optimisé.

2 -Présentation du banc expérimental

Notre système expérimental est basé sur l'utilisation d'un mélangeur subharmonique IQ, permettant de séparer la partie réelle et la partie imaginaire d'une tension complexe réfléchie sur un échantillon. Deux détections synchrones permettent la mesure de cette grandeur. Le schéma bloc ainsi qu'une photo de ce banc de mesure sont présentés figure 3-1. Un synthétiseur haute fréquence fournit un signal dans la gamme de fréquence 13.75 – 16.25 GHz. Ce signal passe au travers d'un diviseur de puissance avant d'attaquer un multiplieur x2 actif d'un côté et un atténuateur 10 dB suivi d'un multiplieur x4 actif de l'autre. Sur la première voie, la sortie du multiplieur, dans la bande 27.5 – 32.5 GHz, attaque l'oscillateur local (LO) du mélangeur subharmonique. De l'autre côté, la sortie du multiplieur x4, dans la bande 55 – 65 GHz, entre dans un coupleur 3dB afin d'être émise au travers d'une sonde sur un échantillon. Une partie de ce signal est réfléchié par l'échantillon et se recouple sur la sonde. Ce signal passe dans le coupleur et arrive à l'entrée d'un atténuateur variable suivi du mélangeur. La 4^{ème} voie du coupleur est terminée par une charge 50 Ω . Un isolateur est placé entre la sortie du multiplieur x4 et l'entrée du coupleur afin d'éviter que le signal réfléchi par la sonde ne vienne endommager les composants situés en amont.

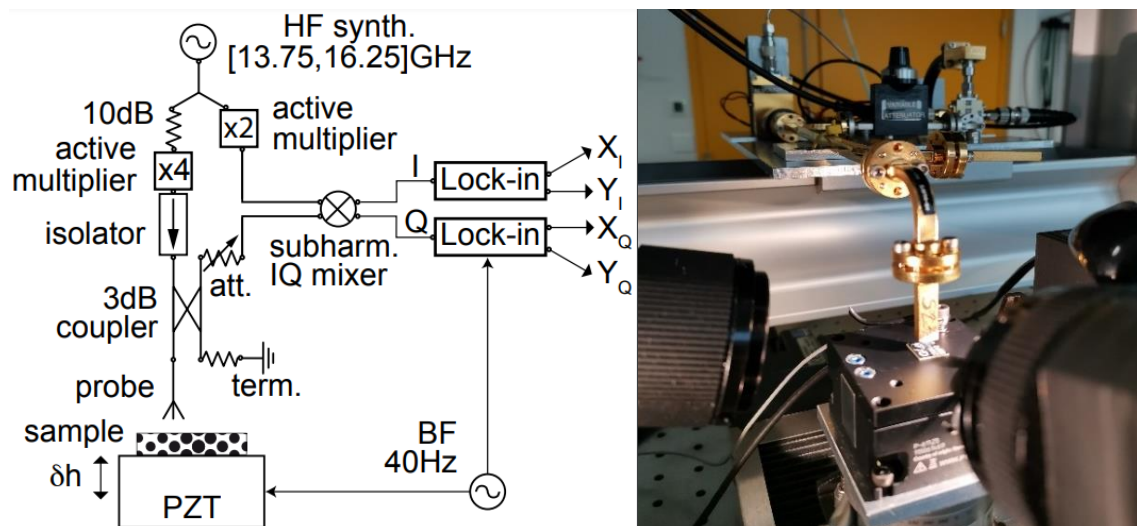


Figure 3-1 Schéma et photo de notre banc de mesure expérimental

Le synthétiseur haute fréquence fournit un signal de puissance 13dBm. En sortie du diviseur de puissance, 10 dB entre sur le multiplieur x2 tandis que sur la seconde voie, un atténuateur 10 dB permet d'avoir une puissance entrant dans le multiplieur x4 de 0 dBm. Les niveaux de puissance entrant dans les multiplieurs x2 et x4 assurent un fonctionnement linéaire de ces composants. Afin de s'assurer du bon fonctionnement du mélangeur subharmonique, un atténuateur variable permet de valider les -10 dB requis pour un fonctionnement linéaire de ce composant.

Afin de discriminer le signal réfléchi par le matériau du signal réfléchi par la sonde, nous utilisons un actuateur piézoélectrique (PI P-611.Z Precision Zstage) qui permet une modulation mécanique de la distance sonde-échantillon, d'amplitude δh , à une fréquence Ω . La modulation est indispensable car nos sondes sont fortement désadaptées et la majeure partie de la puissance entrant dans le mélangeur est liée à une réflexion interne de la sonde. Le signal obtenu après sa réflexion sur l'échantillon est donc modulé grâce à la vibration mécanique de ce dernier. En sortie du mélangeur, deux détecteurs synchrones (AMETEK 7265 Dual Phase DSP Lock-in Amplifier), synchronisées sur la fréquence de modulation Ω , permettent la mesure de la tension complexe réfléchie sur l'échantillon, via l'obtention de 4 grandeurs : X_I , Y_I , X_Q , Y_Q . Les deux détecteurs synchrones sont réglées sur le même gain et la même phase de référence pour que ces quatre tensions soient comparables. Les détecteurs synchrones sont très efficaces pour mesurer un signal modulé de très faible amplitude noyé dans un signal d'amplitude plus importante. Elles peuvent également mesurer les amplitudes aux harmoniques du signal de référence. Ce signal réfléchi ne porte pas d'information sur l'échantillon étudié. L'utilisation de la modulation et des détecteurs synchrones permet de sortir le petit signal utile, réfléchi et modulé par l'échantillon, du signal lié à la réflexion interne de la sonde dont l'amplitude est plus importante. La modulation permet un filtrage de la composante spatiale du champ proche dont la partie réelle et la partie imaginaire sont idéalement séparées en sortie des détecteurs synchrones. De plus, les détecteurs synchrones réalisent une intégration du signal mesuré sur une constante de temps T_C permettant d'avoir une sortie bien plus stable aux basses fréquences. Cette constante doit être réglée pour avoir plusieurs périodes du signal modulé à la fréquence Ω . Un temps d'attente avant la mesure est également introduit. Il permet de s'assurer d'une mesure plus stable. Ce temps est fixé à $5T_C$. L'impact de ces paramètres sur les mesures sera étudié dans le chapitre suivant.

Le positionnement de l'échantillon sous la sonde est assuré par un système de moteur pas à pas Newport XPS_C8. Ces moteurs ont une précision de 0.1 μm pour les axes X et Y et 1 μm selon Z. Deux caméras permettent de réaliser un contrôle visuel de la position. Ce contrôle visuel de la position permet de réaliser un « zéro » au début de chaque mesure nous assurant

une distance sonde-échantillon h constante d'une mesure à l'autre. Pour ce faire, nous diminuons la distance sonde échantillon jusqu'au contact entre ces derniers visible par un mouvement des pâles de la sonde. Nous considérons une incertitude de position de l'ordre de $1\text{ }\mu\text{m}$, liée à la précision du moteur utilisé sur l'axe Z.

L'ensemble du banc expérimental a été automatisé à l'aide du logiciel LabVIEW. Cette programmation permet un gain de temps lors des mesures. Les erreurs dues à l'opérateur sont également grandement réduites. Le programme contrôle le synthétiseur HF ainsi que les détections synchrones, les moteurs et le contrôleur du système piézoélectrique.

La figure 3-2 présente un résultat typique des quatre composantes obtenues en sortie des détections synchrones lors d'une mesure sur un miroir d'or pour une distance sonde échantillon $h = 10\text{ }\mu\text{m}$ et une amplitude d'oscillation $\delta h = 10\text{ }\mu\text{m}$. L'échantillon, de chez Edmund Optics, a une surface ultra plate ($\lambda/20$ dans la gamme de longueur d'onde $0.7 - 10\text{ }\mu\text{m}$) recouvert par quelques nm d'une couche protectrice de diélectrique. Ce miroir présente une réflectivité en champ lointain d'environ 97 % dans le moyen infrarouge. Cette valeur est également attendue dans l'infrarouge lointain et les ondes millimétriques car l'or est homogène et bien connu à ces fréquences.

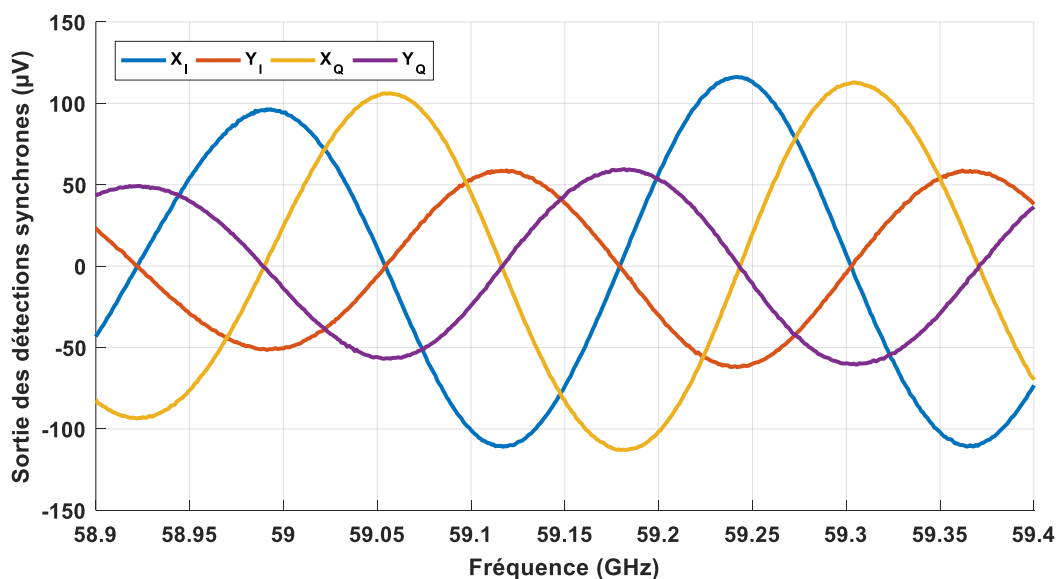


Figure 3-2 Sorties des détections synchrones lors d'une mesure au-dessus du miroir d'or

Comme nous pouvons le voir sur la figure 3-2, les quatre signaux sont quasi sinusoïdaux et ont une période d'environ 250 MHz. Cette fréquence varie légèrement d'une période à l'autre de notre signal. On ne s'attend pas à ce que nos signaux évoluent rapidement en fonction de la fréquence, mais plutôt à ce qu'ils puissent être considérés comme constants dans cette

gamme de fréquence. Nous considérons donc que l'évolution quasi sinusoïdale des sorties X et Y est liée à la longueur électrique de notre système. Ce point sera étudié par la suite au travers d'une simulation électrique simplifiée de notre chaîne de mesure. Ainsi, cette variation des sorties des détecteurs synchrones nous impose la réalisation de mesure sur une gamme de fréquence inférieure à la période de nos signaux. Les amplitudes minimales et maximales des signaux X_I , X_Q , Y_I et Y_Q présentent des variations en fonction de la fréquence, avec par exemple, pour X_I , un maximum de 96.45 μV à 58.99 GHz tandis que le maximum suivant est de 116.2 μV à 59.24 GHz. Les signaux de chaque voie sont en opposition de phase mais un déphasage entre les voies de 64 MHz soit 92° existe. Théoriquement, les sorties d'un mélangeur sont d'amplitudes égales et présentent un déphasage de 90° entre les voies I et Q. Les différences entre la théorie et nos mesures en termes d'amplitude et de déphasage sont liées aux imperfections de notre système et seront étudiées dans la suite de ce chapitre.

A partir des quatre sorties des détecteurs synchrones X_I , Y_I , X_Q , Y_Q , nous calculons la partie réelle V_I et la partie imaginaire V_Q de la tension complexe réfléchie sur l'échantillon d'après les équations 3.1.

$$|V_I| = \sqrt{X_I^2 + Y_I^2} \quad , \quad |V_Q| = \sqrt{X_Q^2 + Y_Q^2} \quad (3.1)$$

Du fait de la modulation de la distance échantillon à la fréquence Ω par le piézoélectrique, ces deux tensions contiennent des harmoniques à la fréquence de vibration et peuvent être extraites finement du bruit par les détecteurs synchrones. Nous calculons le module et la phase de la tension réfléchie par l'échantillon à partir des quatre composantes mesurées :

$$|v| = \sqrt{V_I^2 + V_Q^2} = \sqrt{X_I^2 + Y_I^2 + X_Q^2 + Y_Q^2} \quad (3.2)$$

$$\angle v = \text{atan}\left(\frac{|V_Q|}{|V_I|}\right) = \text{atan}\left(\frac{\text{signe}(X_Q - Y_Q)\sqrt{X_Q^2 + Y_Q^2}}{\text{signe}(X_I - Y_I)\sqrt{X_I^2 + Y_I^2}}\right) \quad (3.3)$$

La fonction 'signe' permet une reconstitution de notre tension complexe sur les 4 quadrants du cercle trigonométrique car la fonction arc tangente est limitée au quadrant $[0, \pi/2]$. Ainsi,

en prenant en compte les signes algébriques de nos composantes, qui ont été transformées par le processus de la détection synchrone, une phase comprise entre 0 et 2π est reconstruite.

La figure 3-3 présente le module et la phase de la tension complexe réfléchie calculée à partir des sorties des détections synchrones, présentées figures 3-2, en fonction de la fréquence. Le module présente des variations importantes en fonction de la fréquence alors que nous nous attendions à une valeur constante du fait des propriétés du métal qui devrait être stables à ces fréquences. La phase quant à elle couvre l'intervalle $[-\pi, +\pi]$ comme attendu. Cependant, une déformation est visible sur la phase. Ces différences, entre nos attentes et les résultats observés, sont liées aux imperfections de notre système. Celles-ci seront étudiées plus tard dans ce chapitre. Une procédure de correction sera également développée afin d'en réduire l'impact sur nos résultats.

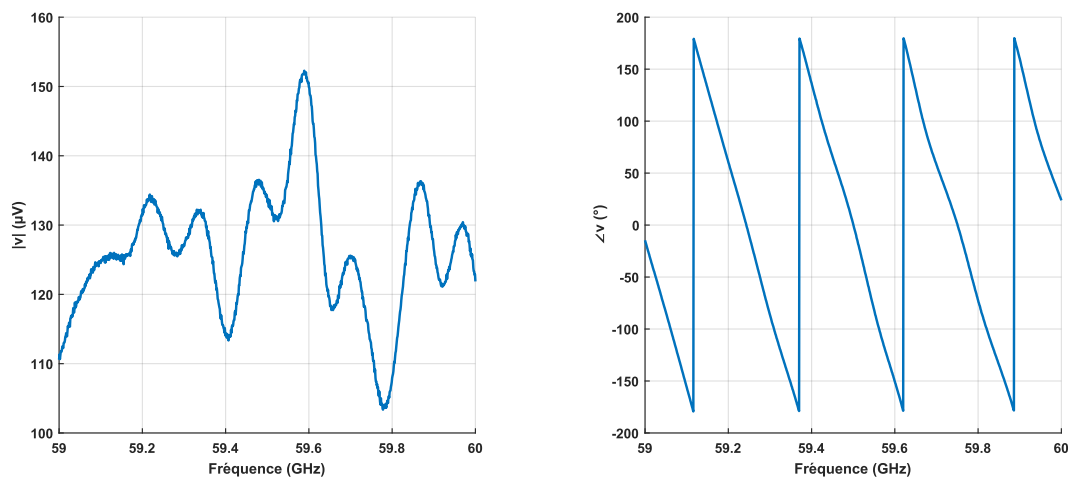


Figure 3-3 Module et phase de la tension réfléchie par le miroir d'or en fonction de la fréquence

Afin de comprendre l'origine des fluctuations observées sur le module et la phase de la tension complexe en fonction de la fréquence, une simulation de la chaîne d'injection et de retour de notre système expérimental a été réalisée sous ADS (Advanced Design System) de chez Keysight. Ce logiciel permet la conception et la simulation électrique de systèmes hautes fréquences.

Pour simuler notre banc expérimental, nous prenons en compte les guides et les composants qui composent notre chaîne d'injection et de retour afin de voir leurs influences sur la longueur électrique du système et sur l'allure des modules et des phases obtenues. Pour cela, nous considérons un signal sinusoïdal dont la fréquence varie entre 59 et 60 GHz. Ce signal passe au travers d'un guide d'onde WR15 avant d'entrer dans le coupleur. En sortie du coupleur, nous considérons un guide d'onde WR15 suivi d'un guide dont les dimensions sont

plus petites afin de prendre en compte la désadaptation liée à notre sonde. La chaîne de retour est composée d'un guide WR15 suivie d'un atténuateur et d'un mélangeur IQ. Ce dernier élément est considéré idéal. Une désadaptation d'impédance sur le mélangeur est prise en compte. Le coupleur prend en compte une variation du rapport d'onde stationnaires dans la bande de fréquence étudiée. Afin de nous rapprocher des résultats obtenus en mesure, nous avons joué sur les longueurs électriques des différents guides d'onde WR15. Les résultats obtenus sont présentés figure 3-4.

La phase obtenue à partir des simulations présente une période d'environ 250 MHz, qui est en adéquation avec la période de nos mesures qui est également de 250 MHz. La forme obtenue pour la phase est également cohérente avec celle de nos mesures avec une variation couvrant l'intervalle $[-\pi, +\pi]$. La déformation dans la partie linéaire de la phase, visible sur les mesures, est observable sur les résultats de simulation.

Le module présente des variations en fonction de la fréquence. L'allure observée est moins chahutée sur les résultats de simulation que sur les résultats de mesure. Alors que la période mesurée sur les résultats expérimentaux est de 110 MHz, celle observée pour les simulations est supérieure avec des valeurs d'environ 130 MHz.

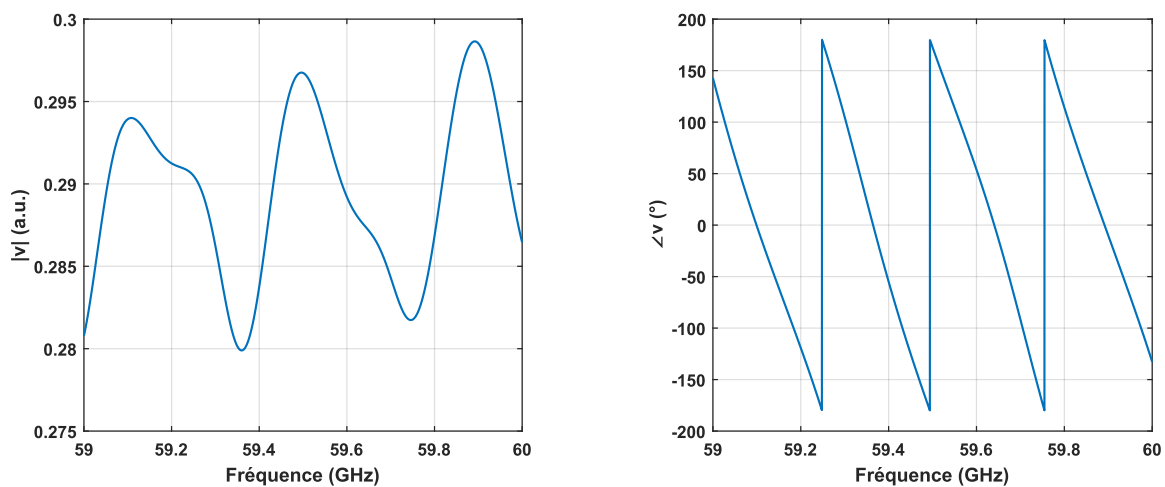


Figure 3-4 Module et phase des résultats des simulations sous ADS

Ces résultats ont été obtenus pour une longueur physique de 60 cm. Cette longueur est cohérente avec la longueur physique mesurée sur notre banc de test. La phase, calculée pour les résultats de simulation est proche de celle observée en mesure. Pour le module, des différences sur les périodes d'oscillations sont visibles et son allure est plus lisse que celle obtenue en mesure. Le système, pris en compte pour la simulation sous ADS, est simpliste comparé à notre banc expérimental. Les différences observées sont sûrement liées à des

éléments que nous ne prenons pas en compte dans le modèle. En effet, en considérant un mélangeur parfait, une partie des imperfections qui affectent nos mesures est négligée. Ainsi, les différences observées sont liées à la non prise en compte de ces imperfections. Cependant à la vue des résultats, la longueur électrique de notre système est estimée à environ 60 cm.

3 - Sonde Bow-Tie

La réalisation d'image avec notre technique de microscopie vectorielle en champ proche nous impose d'avoir une bonne résolution spatiale. En émettant en guide ouvert, la surface de matériau éclairée est trop importante pour atteindre une résolution suffisante. Ainsi, afin d'améliorer ce paramètre, des sondes bow-ties sont utilisées afin de focaliser le signal émis sur l'échantillon. Une procédure de fabrication a été mise en place au laboratoire pour la fabrication de nos sondes.

Afin d'étudier le comportement électromagnétique de ces sondes, des simulations électromagnétiques ont été réalisées au cours d'une précédente thèse à l'aide du logiciel 3D CST Microwave studio [47]. La figure 3-5 présente le modèle de sonde utilisé pour la simulation. Deux triangles équilatéraux en tungstène de 3.78mm de côté sont posés sur un guide d'onde WR15 à l'aide d'un support en PLA (Acide poly-lactique). Le PLA est un bioplastique dérivé de l'amidon de maïs. L'espacement entre les deux pointes des triangles est de 20 μm . La base des triangles est espacée de 1.88 mm. Le support en PLA, utilisé sur les sondes, est négligé. Lors des simulations, il est remplacé par de l'air.

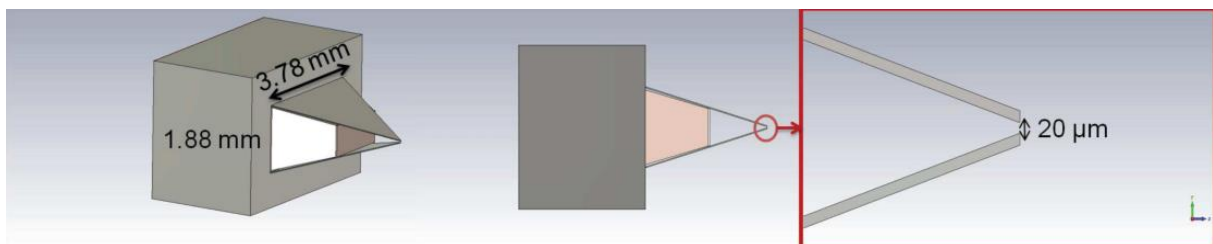


Figure 3-5 Modèle de sonde utilisé pour les simulations EM

Les simulations réalisées à partir de ce modèle montrent que le rayonnement du champ électrique est concentré entre les deux pointes des triangles constituant la sonde. Nous obtenons ainsi un champ plus localisé avec cette sonde en comparaison de l'émission avec un guide ouvert.

La figure 3-6 présente le résultat des simulations du champ électrique transverse (à droite) et du champ longitudinal (à gauche) à une distance de 20 μm de la pointe des sondes. Les pertes par rayonnement entre les deux pointes de la sonde sont faibles si on se place dans les

conditions du champ proche. La polarisation du champ E présente deux composantes : une transverse, qui est appliquée dans la direction qui joint les deux pointes des triangles et atteint son intensité maximale entre les deux pointes. La seconde composante est longitudinale le long du guide d'onde. Elle présente une valeur significative juste à l'extrémité des pointes et non entre elles.

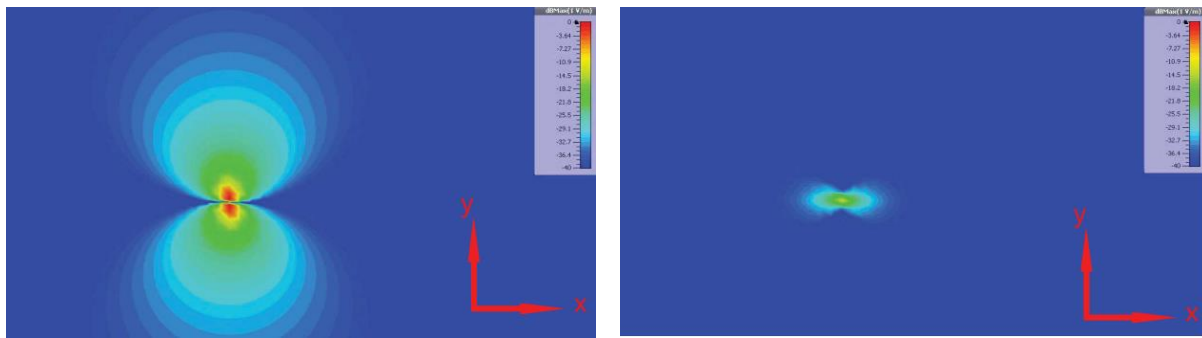


Figure 3-6 Résultats des simulations en champ électrique transverse (à droite) et en champ longitudinal (à gauche)

Lors de la fabrication de nos sondes, des triangles de tungstène sont fixés sur un guide ouvert WR15. Les feuilles de métal, d'épaisseur $10\mu\text{m}$, sont découpées à l'aide d'un laser femtoseconde nous permettant de ne pas avoir d'ondulation liée à la chaleur lors de la découpe des pâles de notre sonde. Ces pâles sont réalisées par la société Alphanov. Le support en PLA est inséré dans le guide d'onde et permet de fixer les deux triangles sur le guide à l'aide de colle cyanolite. Un vernis conducteur argent assure le contact entre le guide et les pâles.

Les figures 3-7 et 3-8 présentent deux sondes lors d'une mesure au-dessus du miroir d'or et d'argent. On observe sur ces images la sonde, dans la partie supérieure, et son reflet sur le matériau dans la partie inférieure de l'image. Les sondes 1 et 2 ont un écart entre leurs pâles d'environ $20\mu\text{m}$. Ces photos ont été prises avec les deux caméras permettant de contrôler la distance sonde échantillon, à gauche avec un zoom faible permettant une approche de la sonde sans risque d'écrasement et à droite avec un fort zoom permettant un contrôle précis de la distance de mesure pour la réalisation du « zéro », introduit précédemment et visant à assurer une distance sonde échantillon comparable entre les mesures.

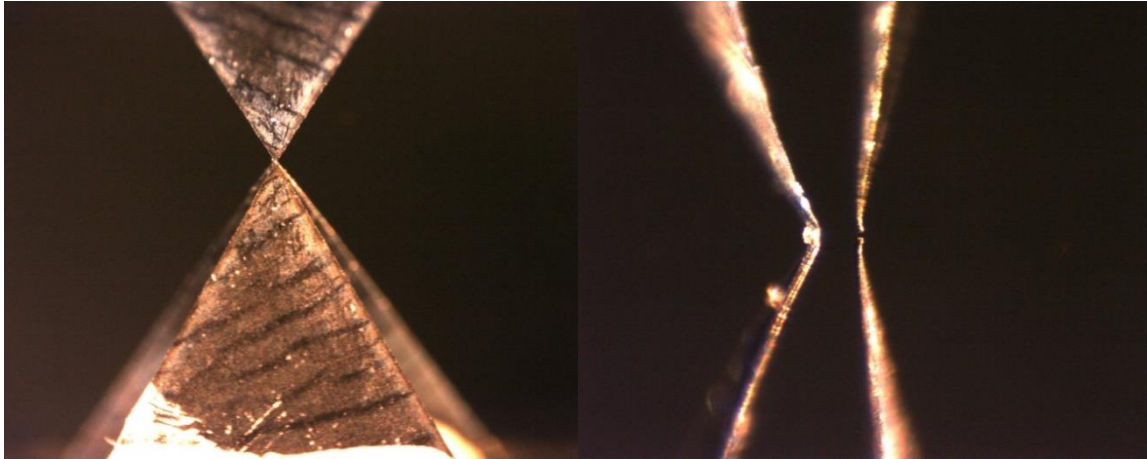


Figure 3-7 Photo de la sonde 1 au-dessus d'un miroir d'or

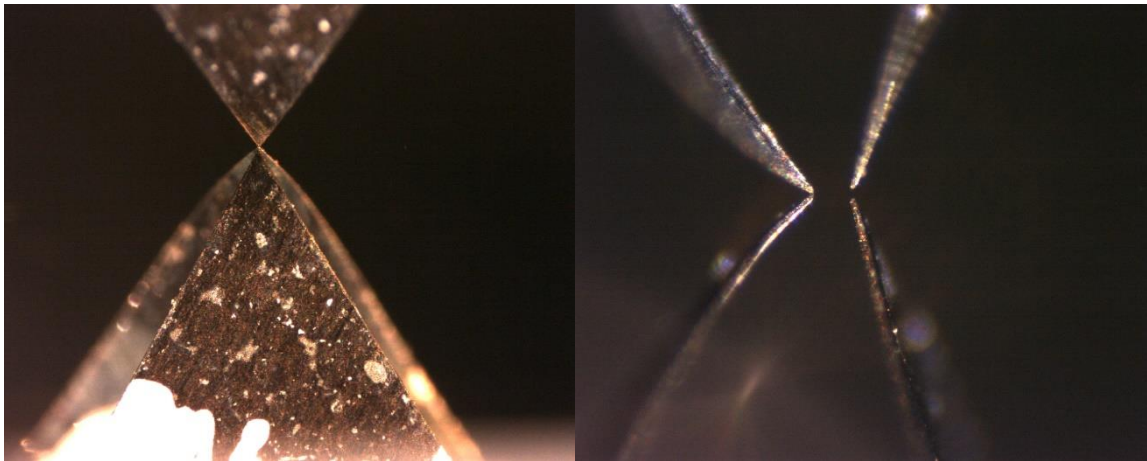


Figure 3-8 Photo de la sonde 2 au-dessus d'un miroir d'argent

En raison de la fabrication artisanale de nos sondes, chacune d'elle est unique et engendre des tensions complexes, en sortie de notre système, différentes. De plus, des imperfections existent sur ces sondes. Malgré un écart semblable entre leurs pâles, ces deux sondes ont des différences d'altitudes entre les pâles ainsi qu'une forme différente. Les pâles de la sonde 1 sont plus droites alors que celles de la sonde 2 sont plus largement ouvertes avant les pointes. Ces différences induisent des impédances différentes pour chaque sonde conduisant à des niveaux mesurés plus importants pour la sonde 2. De plus, la forme des pâles engendre une longueur de sonde différente jouant sur la phase de la tension complexe, mesurée en sortie de notre banc expérimental.

Toutes ces imperfections provoquent des variations dans les résultats, tant sur le module que sur la phase, il est donc nécessaire de prendre en compte leur impact. L'étude de l'impact de ces imperfections est présentée dans la suite de ce chapitre. De plus, une procédure de

calibration des résultats visant à compenser l'influence des sondes sera présentée dans le chapitre 6.

4 - Imperfections du système

Comme introduit précédemment, plusieurs points d'imperfections existent dans notre système. Ces imperfections engendrent des variations d'amplitudes et des déphasages entre les signaux, en fonction de la fréquence, sur les résultats obtenus en sortie des détections synchrones. Nous cherchons ici à les identifier afin de pouvoir les minimiser.

Tout d'abord, les sondes ont des défauts de forme liés à leur fabrication artisanale. Ainsi, l'écart entre les pâles n'est pas identique pour chacune d'entre elles. Des différences d'altitude entre les pointes de la sonde peuvent engendrer des orientations du dipôle différentes. Enfin, des différences dans la forme des pâles, engendrées par la fabrication, peuvent exister. Tous ces points entraînent des variations sur la tension complexe mesurée liées à la sonde utilisée.

De plus, la transition entre le coupleur et la sonde provoque une réflexion interne dans cette dernière liée à une désadaptation d'impédance. En effet, la majeure partie du signal est réfléchi à l'intérieur de la sonde ce qui nous pose un double problème. Premièrement, plus le signal est réfléchi dans la sonde, plus le signal rayonné sur l'échantillon est faible. Deuxièmement, l'interaction entre la sonde et le matériau engendre une faible variation de l'impédance globale de ces deux éléments en fonction de la distance entre eux et de la nature du matériau. Ces changements d'impédances provoquent des variations sur la tension complexe mesurée en fonction des matériaux étudiés.

Chaque composant électronique de notre système apporte également son lot d'imperfection. Les multiplieurs x2 et x4 ont une variation de puissance de sortie en fonction de la fréquence pour une puissance d'entrée constante. Dans le cas du multiplieur du x2, cette puissance varie de 9.1dBm à 15.2 dBm dans la bande de fréquence 13.75-16.25 GHz tandis qu'elle varie de 10.4 dBm à 12dBm pour le multiplieur x4 sur la même bande de fréquence. Ces valeurs sont tirées des caractéristiques des composants qui sont présentées en annexe 1. Ces variations de puissance engendrent des pertes de conversion du mélangeur. En effet, ces pertes varient en fonction de la puissance entrant sur l'oscillateur local. Sur la voie RF, cette variation de puissance n'a pas d'influence directe sur le fonctionnement du mélangeur, mais elle entraîne des variations de la tension mesurée en sortie des détections synchrones comme on peut le voir sur la figure 3-2 présentée plus haut où les valeurs des maximums et des minimums varient en fonction de la fréquence.

Des imperfections affectent également le fonctionnement du mélangeur subharmonique IQ. La première est un déséquilibre de gain γ entre ses deux voies I et Q et la seconde est un déphasage θ , différent des 90° attendus entre les deux voies.

Afin de quantifier l'ensemble des imperfections de notre système en fonction de la fréquence, nous considérons que les termes γ et θ couvrent l'ensemble de ces imperfections. Elles sont toutes attribuées au mélangeur. La partie réelle de notre signal est considérée idéale. Les déséquilibres de gain et de phase du mélangeur sont appliqués uniquement sur la partie imaginaire de la tension complexe. L'expression de la tension réfléchie complexe en sortie des détections synchrones, prenant en compte les imperfections, est exprimée selon l'équation 3.4.

$$\tilde{v} = \Re(v e^{j\phi}) + j \gamma \Im(v e^{j(\phi+\theta)}) \quad (3.4)$$

Afin de voir l'impact des imperfections sur nos résultats, nous cherchons à calculer le coefficient de réflexion en champ proche du matériau. En réalisant un rapport entre la tension complexe d'un matériau, notée v_1 , avec celle d'une référence, notée v_2 , une grandeur homogène à ce coefficient est obtenue. La référence utilisée est le miroir d'or de réflectivité quasi-parfaite introduit plus tôt dans ce chapitre. Ce rapport permet d'obtenir le coefficient de réflexion normalisé $\rho \exp j\varphi$. Il est exprimé équation 3.5.

$$\frac{\tilde{v}_1}{\tilde{v}_2} = \rho \frac{\cos(\phi + \theta) + j \gamma \sin(\phi + \varphi + \theta)}{\cos \phi + j \gamma \sin(\phi + \theta)} \quad (3.5)$$

Avec $\rho = |v_1|/|v_2|$ et $\varphi = \angle v_1 - \angle v_2$.

Cette expression peut être identifiée comme un cercle dans le plan complexe paramétré par ϕ . Il est complètement décrit si $\phi \in [0, \pi]$ et se réduit à un seul point avec un mélangeur IQ parfait ($\gamma = 1$ et $\theta = 0$). La résolution d'un ensemble de 3 équations pour 3 points différents tels que $\phi = 0$, $\phi = \pi/2$ et $\phi = -\theta$ qui doivent appartenir au même cercle fournit le lien avec nos paramètres dans l'équation 3.4. Après quelques longs développements, nous aboutissons à la définition d'un cercle donné par les équations 3.6, 3.7 et 3.8.

$$X_c = \rho \cos \varphi \quad (3.6)$$

$$Y_c = \frac{\rho(1 - \gamma^2)\sin\varphi}{2 \gamma \cos\theta} \quad (3.7)$$

$$R = \zeta Y_c \quad (3.8)$$

$$\text{Avec } \zeta = \sqrt{1 - \frac{4\gamma^2 \cos^2 \theta}{(1-\gamma)^2}}$$

Le terme ζ est indépendant des deux échantillons et nous permet d'obtenir une mesure des imperfections de notre système complet. Cependant, les imperfections de notre système, qui sont toutes reportées sur notre mélangeur au travers des termes γ et θ , sont dépendantes de la fréquence. Plus ce coefficient est proche de 0, moins les résultats sont impactés par les imperfections de notre système.

Afin de déterminer une bande de fréquence de travail ayant les imperfections les plus faibles, le coefficient ζ a été étudié. La figure 3-9 présente le résultat de ce coefficient d'idéalité en fonction de la fréquence pour une distance sonde échantillon $h = 10 \mu\text{m}$ et une amplitude d'oscillation sinusoïdale $\delta h = 10 \mu\text{m}$. La figure de droite présente les résultats obtenus sur la bande complète de fonctionnement du mélangeur (55-65 GHz) et celle de gauche présente un agrandissement sur une bande de fréquence comprise entre 58.5 GHz et 60.5 GHz. Le rapport entre les résultats obtenus pour une lame de verre et ceux obtenus sur le miroir d'or est réalisé avant de calculer le terme $\zeta = R/Y_c$. Ce calcul est réalisé pour des résultats obtenus avec deux sondes.

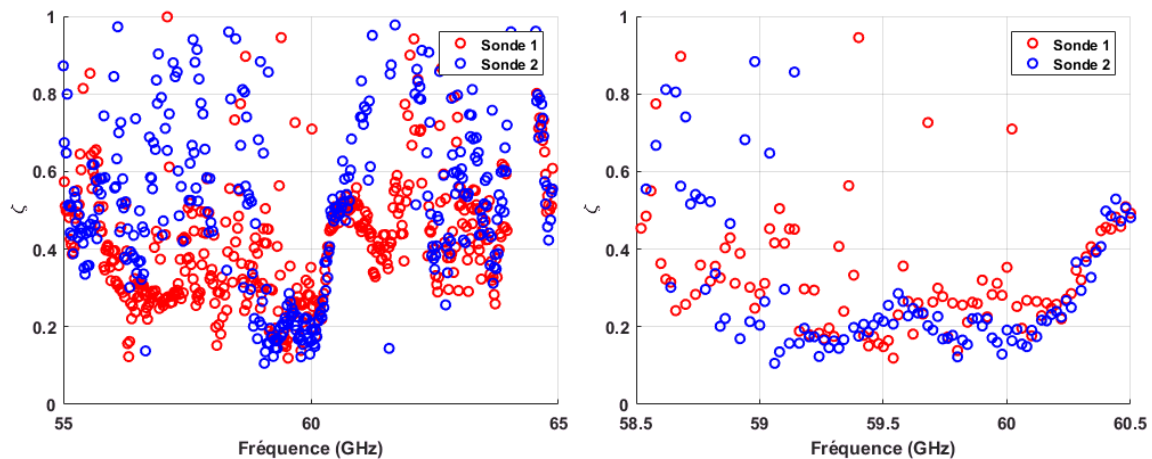


Figure 3-9 Caractérisation des imperfections en fonction de la fréquence via le coefficient ζ

Les résultats mesurés dans la bande de fréquence complète du mélangeur IQ mettent en évidence des résultats différents en fonction de la sonde utilisée. Ces différences sont liées aux imperfections de nos sondes qui sont uniques. Les résultats varient fortement dans la bande observée mais pour les deux sondes, un minimum du coefficient ζ est observé entre 59 et 60GHz. Sur l'agrandissement, on observe clairement un effet de la sonde, conduisant à un minimum d'imperfection aux alentours de 59.5 GHz pour la sonde P1 et 59.2 GHz pour la

sonde P2. Ainsi, à la vue de ces résultats, les imperfections de notre banc expérimental sont minimisées dans une gamme de fréquence comprise entre 59 et 59.6 GHz qui constitue notre bande de fréquence de travail.

5 - Traitement des données

Afin de voir l'influence des imperfections de notre système expérimental sur nos résultats pour des fréquences comprises entre 59 et 60 GHz, soit la gamme de fréquence où les imperfections sont minimisées, un tracé, dans le plan complexe, de la tension réfléchie, calculée à partir des équations 3.2 et 3.3, est présenté figure 3-10.

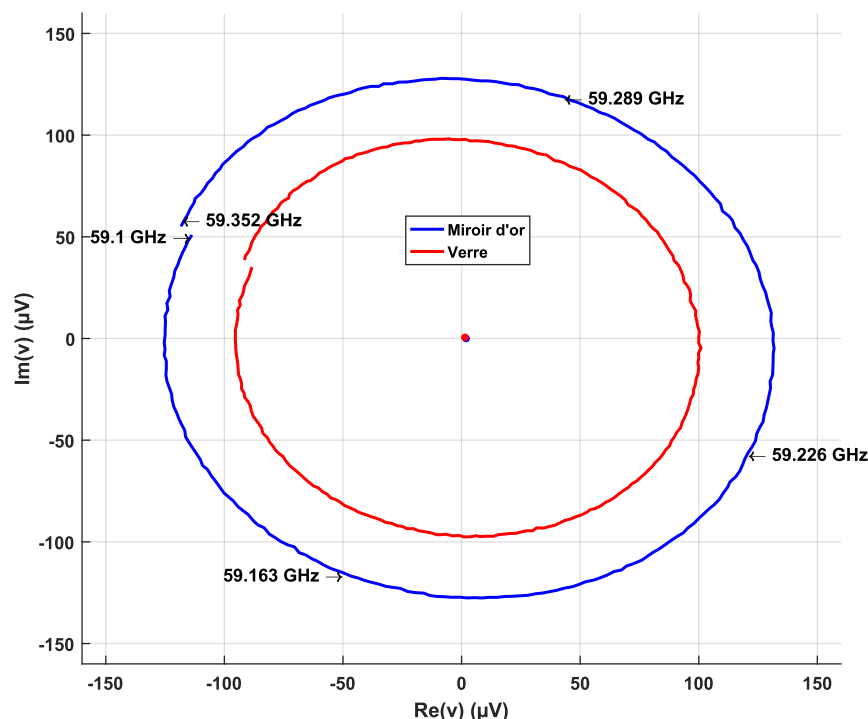


Figure 3-10 Tension réfléchie tracée dans le plan complexe. Les courbes présentent les mesures pour le miroir d'or et le verre et les points présentent les centres des cercles décrits par les résultats.

Les résultats tracés sont obtenus pour deux échantillons : le miroir d'or et une lame de verre. Ils sont tracés pour une gamme de fréquences allant de 59.1 à 59.352 GHz permettant d'obtenir un cercle complet dans le plan complexe à partir des signaux en sorties des détections synchrones. Des annotations indiquent pour plusieurs points la fréquence de mesure. On retrouve ici un cercle complètement décrit pour un parcours de 252 MHz cohérent avec la période observée sur les résultats présentés figure 3-2. L'amplitude des signaux est différente en fonction du matériau montrant bien l'influence de leur réflectivité respective

lors de la mesure. Les résultats obtenus sont des cercles dans la plan complexe centrés sur zéro. Cependant, à cause des imperfections de notre système, le cercle obtenu n'est pas parfait, Une déformation dans sa forme est visible. Elle tend vers une forme légèrement elliptique, particulièrement visible à la jonction entre la fréquence basse et la fréquence haute de notre tracé. Les centres des cercles décrits par les tensions réfléchies sont légèrement décalés de l'origine. Pour le miroir d'or, le cercle est décalé de l'origine de 2 μV sur sa partie réelle et de -0.05 μV sur sa partie imaginaire tandis que le verre est décalé de 1.5 μV pour sa partie réelle et de 0.4 μV sur sa partie imaginaire.

Afin de corriger une partie des imperfections de notre système, visibles sur nos résultats, un fit sur ces cercles est réalisé en utilisant la méthode des moindres carrés d'après l'équation 3.9.

$$f(r, \phi, \delta) = \sum_{i=1}^N |r \exp(j\phi + i\delta) - m_i| \quad (3.9)$$

Avec r le rayon du cercle, ϕ la phase, δ le pas de phase et m_i les N points de fréquences mesurés.

Grâce à ce calcul, on ne conserve que le résultat pour le point de fréquence basse utilisé dans le calcul. Ce dernier est corrigé par l'ajustement circulaire qui prend en compte tous les points de fréquence afin de corriger le décalage du centre du cercle par rapport à l'origine. De plus, nos résultats ne décrivent pas un cercle parfait. L'utilisation de cette procédure permet de pallier ce problème en corrigeant une partie des imperfections de notre système de mesure.

La figure 3-11 présente, dans le plan complexe, la tension réfléchie mesurée pour le miroir d'or, en bleu, ainsi que l'ajustement circulaire, en rouge. Les positions des centres sont notées par des cercle tandis que des losanges notent les valeurs à 59GHz avant et après correction. La correction apportée sur le cercle décrit par les mesures met en évidence une déformation des résultats liée aux imperfections. En effet, le centre du cercle décrit par les mesures est positionné à 2 - 0.02i μV au lieu d'être placé sur l'origine comme attendu vu que la longueur électrique devrait entrainer une rotation dans le plan complexe et non un décalage du cercle et de son centre. La comparaison entre le point mesuré et le fit pour une fréquence de 59 GHz montre une correction sur la partie réelle de 2.8 μV et de 0.72 μV sur la partie imaginaire. Ces faibles corrections sur la tension complexe sont liées au travail réalisé sur le choix de la gamme de fréquence qui nous assure un minimum d'imperfection et donc un décalage faible entre la

mesure et le résultat après correction. En nous plaçant dans des cas plus défavorables, les résultats de mesures donnent des ellipses dans le plan complexe avec un décalage entre le centre du cercle et l'origine plus important.

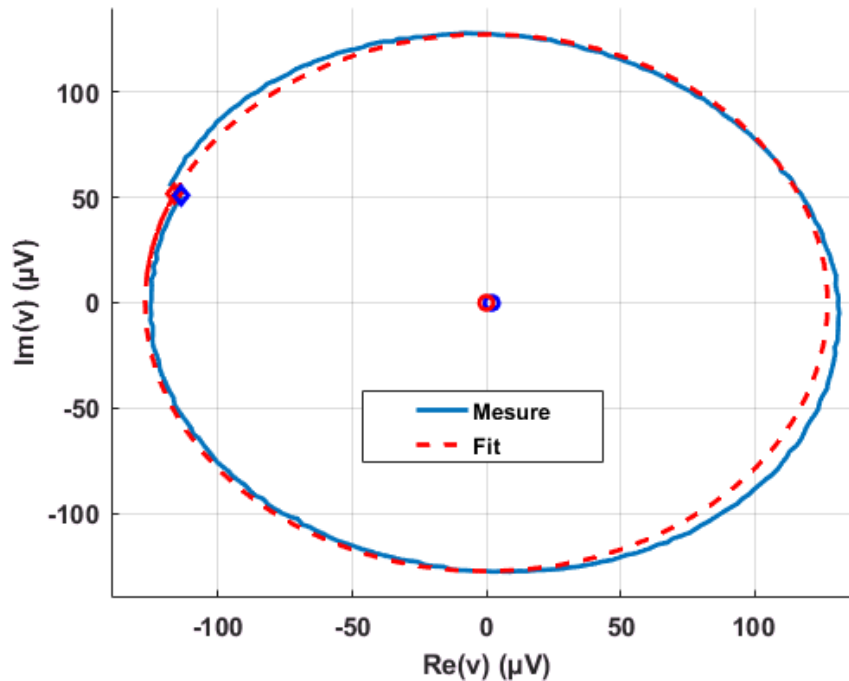


Figure 3-11 Tracé dans le plan complexe de la tension complexe réfléchie d'un miroir d'or (en trait) et de l'ajustement circulaire associé (pointillé). Les losanges présentent les valeurs mesurées (en bleu) et corrigées (en rouge) pour une fréquence de 59 GHz. Les ronds représentent le centre des cercles.

Le nombre de points de fréquences pris en compte pour la réalisation de l'ajustement des mesures a un impact sur le résultat final. Afin de voir l'impact de ce paramètre, nous avons pris de 1 à 126 points permettant d'obtenir la moitié d'un cercle dans le plan complexe à partir de la tension réfléchie soit une gamme de fréquence de 126 MHz. Le tableau 3-1 regroupe ces résultats. Les variations de la tension complexe réfléchie, engendrées par le nombre de point utilisé pour l'ajustement circulaire, n'excède pas les 3.3% pour ce jeu de données. De plus, le temps de mesure croît avec le nombre de points de fréquences mesurés. Pour une constante de temps T_C de 500ms, chaque point est acquis en 2,5 s. Ainsi, pour la réalisation d'images, le temps de mesure se trouve fortement augmenté si trop de points sont considérés. Par conséquent, à la vue des faibles variations des tensions complexes et en prenant en compte le temps nécessaire pour les mesures, nous avons décidé de fixer le nombre de point de fréquence pris en compte à 4 pour la réalisation d'image. Dans le cas des mesures ponctuelles sur des échantillons de matériaux, une seule mesure est réalisée à plusieurs fréquences, le temps de mesure est ainsi bien plus court. Par conséquent, on peut se permettre de prendre

en compte plus de points de fréquence. Ainsi, le nombre de points de fréquence est fixé à un minimum de 10 points dans le cas des mesures ponctuelles.

Tableau 3-1 Influence du nombre de points utilisés pour l'ajustement circulaire sur la tension complexe

Nombre de points pris en compte	Tension complexe réfléchie
1	- 113.65 + 52.055 i
2	- 116.06 + 52.055 i
4	- 117.33 + 50.292 i
8	- 116.24 + 50.143 i
10	- 115.73 + 50.278 i
22	- 115.97 + 50.236 i
43	- 115.85 + 50.245 i
64	- 115.69 + 50.372 i
126	- 115.69 + 50.372 i

6 - Caractérisation du banc expérimental

Afin de réaliser des mesures fiables et répétables, un travail de caractérisation de la chaîne de mesure du signal réfléchi est nécessaire afin de choisir les paramètres optimaux permettant d'allier un temps de mesure raisonnable et une dispersion des résultats la plus faible possible. On ne s'intéresse pas ici à la chaîne d'injection du signal car celle-ci a déjà été vérifiée au travers de mesures de puissances, réalisées avec un wattmètre, nous assurant un fonctionnement linéaire de nos composants. L'identification de matériaux dont les permittivités complexes sont proches impose une très faible variabilité des résultats obtenus par notre banc de mesure afin de pouvoir les discriminer sans erreur. Un minimum d'imperfection ayant été mesuré pour une bande de fréquence allant de 59 à 60 GHz, plus haut dans ce chapitre, les mesures présentées dans cette partie ont toutes été réalisées dans cette gamme de fréquence.

a - Réglage de l'atténuateur

L'atténuateur est le premier dispositif de notre système à caractériser. En effet, il vise à assurer un niveau entrant dans le mélangeur permettant un fonctionnement linéaire de ce dernier. Ainsi, afin de régler le niveau d'atténuation de ce composant, des mesures sur une gamme de fréquence allant de 59 à 60 GHz ont été réalisées avec un pas de fréquence de 2 MHz. La distance sonde échantillon est réglée à 10 μm et l'amplitude sinusoïdale d'oscillation est fixée à 20 μm . Les mesures sont réalisées au-dessus du miroir d'or pour cinq positions de l'atténuateur, comprise entre 4 et 5, correspondant à des niveaux atténuations compris entre -6 et -12.5 dB. Un « zéro » est réalisé pour chaque mesure afin de s'assurer que la distance sonde échantillon est constante. La figure 3-12 présente les parties réelles et imaginaires de la tension complexe mesurée pour les différents réglages de l'atténuateur. Les résultats obtenus sont des sinusoïdes déformées à cause des imperfections de notre système, dont l'amplitude diminue avec l'augmentation de l'atténuation. Le changement de position de l'atténuateur engendre également un décalage en fréquence sur les résultats, lié aux niveaux d'atténuations. L'amplitude des maximums et des minimums varie avec la fréquence. Ces variations sont problématiques car elles sont liées aux imperfections de notre système et non à un changement au niveau du matériau car la perméabilité et la permittivité de notre miroir d'or ne change pas significativement sur cette gamme de fréquences.

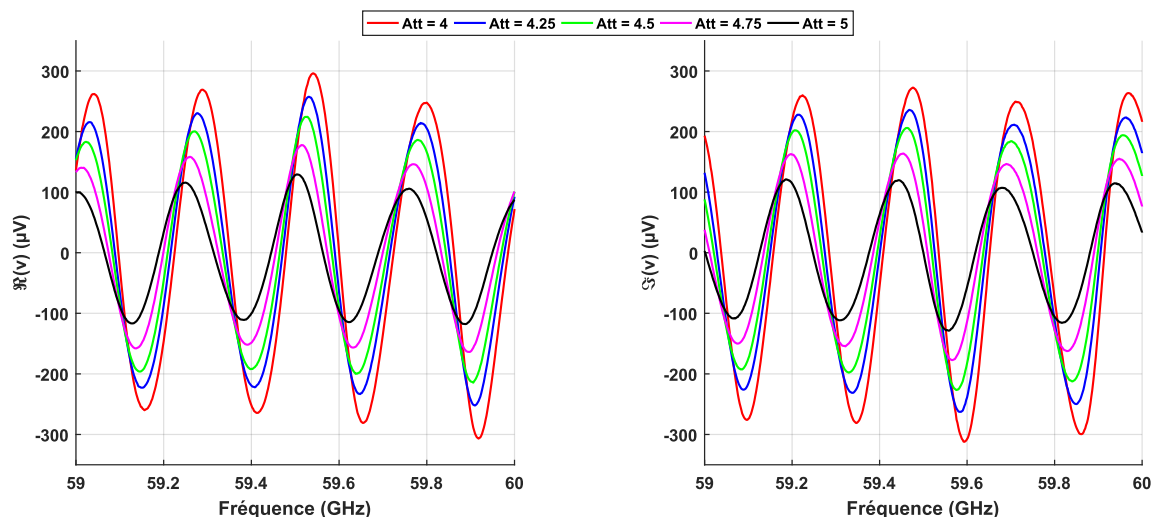


Figure 3-12 Influence de l'atténuateur sur les parties réelles et imaginaires de la tension complexe mesurée

Afin de vérifier le comportement sinusoïdal des tensions obtenues en fonction des niveaux d'atténuations, des ajustements sinusoïdaux prenant en compte un seul terme ont été réalisés. Les résultats sont présentés figure 3-13. Elle présente les mesures des parties réelles et imaginaires (en point) et l'ajustement sinusoïdal associé (en trait) pour une position de

l'atténuateur de 4.5. Les variations d'amplitudes des maximums et des minimums sont facilement visibles sur ces courbes. En dehors de ces fluctuations, le signal est presque parfaitement sinusoïdal. Quelques décalages en fréquence entre les mesures et les ajustements sont visibles, notamment sur la partie imaginaire, à une fréquence de 59.45 GHz. Ces variations pourraient être liées aux imperfections de notre système.

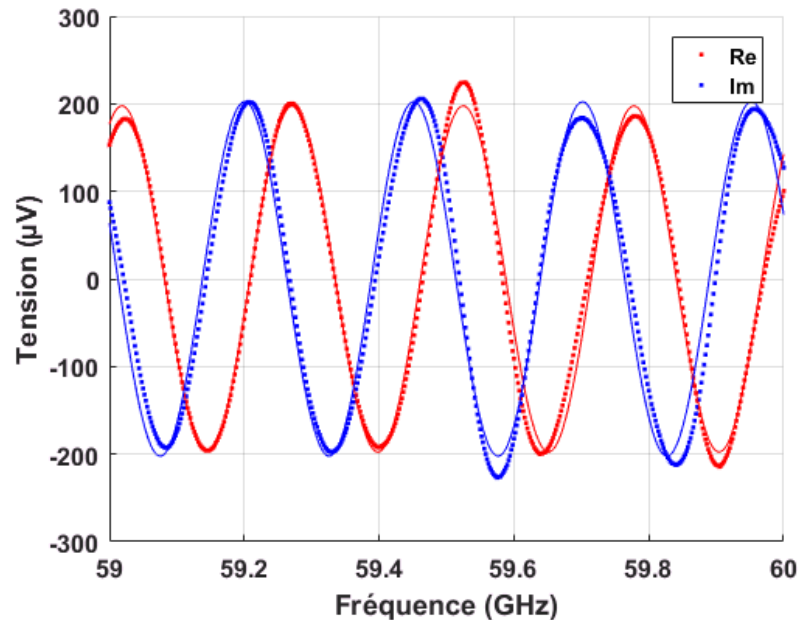


Figure 3-13 Déformation des signaux mesurés pour une position de l'atténuateur de 4.5. Les mesures sont représentées par les points et l'ajustement sinusoïdal par le tracé continu

A la vue de ces résultats, il semble cohérent de choisir un réglage de la position de l'atténuateur de 4.5 permettant d'assurer un fonctionnement linéaire du mélangeur tout en assurant un niveau de signal mesuré par les détections synchrones suffisant. Ces réglages ont été validés pour les paramètres de mesures dans leurs plages usuelles d'utilisation du banc expérimental. De plus, l'amplitude du signal mesuré est constante et sans décalage en fréquence vis-à-vis de l'ajustement dans la gamme de fréquence 59.1 – 59.4 GHz. Pour la suite de cette partie, les mesures seront réalisées dans cette plage de fréquence.

b - Influence de la fréquence de modulation Ω et de la constante de temps T_c

Nous nous intéressons maintenant à la fréquence de modulation du piézoélectrique et à la constante de temps des détections synchrones afin de déterminer leurs impacts sur les résultats, et en particulier sur la dispersion de ces derniers. Cette partie présente une étude de ces paramètres visant à les fixer afin d'avoir des mesures réalisées dans les meilleures

conditions possibles. Nous nous intéresserons principalement à l'impact de ces paramètres sur la dispersion des résultats.

Ainsi, des mesures ont été réalisées pour plusieurs fréquences de modulation afin de voir l'impact de ce paramètre sur le module et la phase des tensions complexes réfléchies. Les mesures présentées ont été réalisées sur une gamme de fréquences allant de 59.1 à 59.22 GHz. La distance sonde échantillon est réglée à 10 μm et l'amplitude sinusoïdale d'oscillation est fixée à 20 μm . Les mesures sont réalisées au-dessus du miroir d'or à l'harmonique 1 pour une position de l'atténuateur de 4.5. Le T_c est fixé à une valeur de 200ms. Trois fréquences de modulation sont mesurées : 40 ; 80 ; 120 Hz. Chaque acquisition est réalisée 200 fois afin de pouvoir en étudier la dispersion. Nous ne testons pas de fréquence de modulation plus haute afin de rester suffisamment loin des fréquences de résonnances de notre piézoélectrique. Le poids de l'échantillon a une influence sur cette résonnance. En effet, l'augmentation de la masse des échantillons engendre une diminution de cette fréquence. Nos échantillons sont choisis pour faire moins de 40 grammes, nous garantissant d'être loin de cette fréquence de résonnance en accord avec les données fournies par le constructeur.

La figure 3-14 présente le module et la phase de la tension complexe réfléchie pour les trois fréquences de modulation. La valeur du module est différente en fonction de Ω avec une amplitude maximale pour $\Omega = 40\text{Hz}$. Une variation du niveau moyen du module est également visible et tend à se stabiliser à partir d'une centaine d'échantillons. La phase reste stable et les valeurs obtenues sont similaires quelle que soit la fréquence de modulation. Cependant, l'augmentation de cette fréquence semble réduire la dispersion des résultats obtenus, tant sur le module que sur la phase.

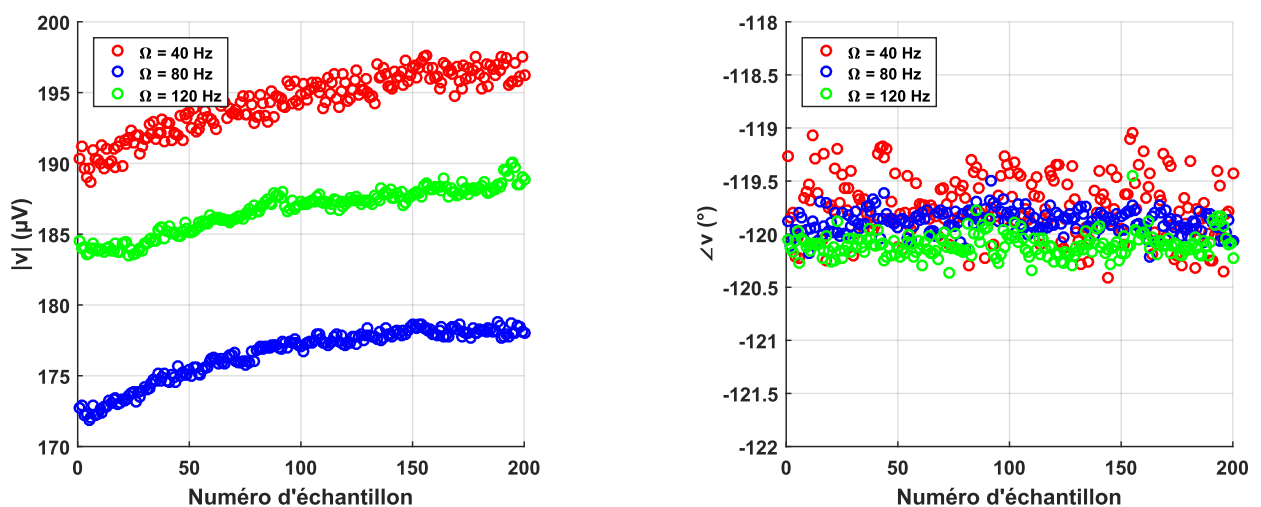


Figure 3-14 Module et phase de la tension réfléchie pour plusieurs fréquences de modulation Ω

Afin de confirmer cette observation, l'erreur relative de ces résultats a été calculée. Elle est présentée figure 3-15. Le passage d'une fréquence de modulation de 40 Hz à 120 Hz améliore significativement la dispersion des résultats qui passe de 5% à 40Hz à 3.5% à 120Hz sur le module et de 1% à 0.4% sur la phase. Les valeurs de dispersions obtenues pour le module sont impactées par une phase transitoire observée sur la centaine de premiers points, engendrant une erreur relative plus importante. La différence observée entre les résultats obtenus pour 80 et 120Hz n'engendre pas d'amélioration significative de la dispersion des résultats.

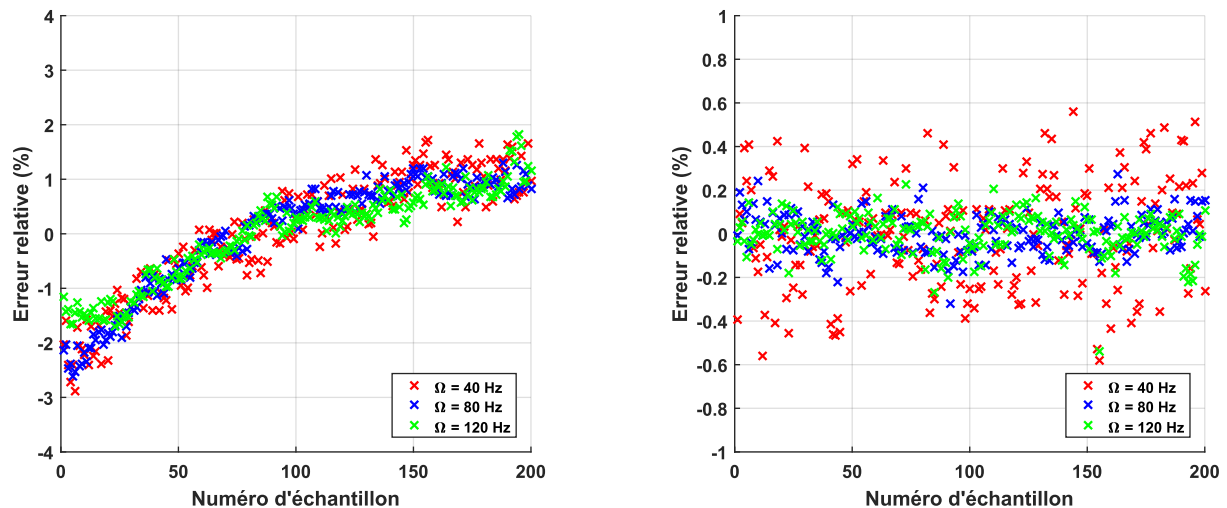


Figure 3-15 Impact de la fréquence de modulation sur l'erreur relative des parties réelles et imaginaires de la tension mesurée

Les mesures étant réalisées pour un T_c fixe de 200 ms, le rapport entre la période du signal modulé et le nombre de périodes prises en compte via la constante de temps des détections synchrones change. A 40Hz, la période du signal modulé est de 25 ms, soit un nombre de période du signal pris en compte de 8. Si la fréquence est doublée, la période est diminuée de moitié et deux fois plus de période sont prises en compte lors de l'acquisition par les détections synchrones, soit 16 périodes à 80 Hz.

Afin de comparer l'impact seul de la fréquence, des mesures ont été réalisées en adaptant la constante de temps T_c à la fréquence de modulation pour prendre en compte le même nombre de périodes dans chaque cas. On prend donc en compte des valeurs pour la fréquence de modulation de 40 ; 80 ; 120 Hz associées aux constantes de temps permettant d'avoir 8 périodes.

La figure 3-16 présente les modules et les phases obtenus pour ces mesures. Les valeurs de module varient en fonction de la fréquence de modulation, mais contrairement aux résultats présentés figure 3-14, les niveaux obtenus pour des fréquences de modulation de 40 et 120

Hz sont similaires. La variation du niveau moyen des modules mesurés reste visible et tend à se stabiliser également après une centaine de point de mesure. Les valeurs de phase sont stables et très proches pour les trois fréquences de modulation. L'amélioration de la dispersion obtenue en augmentant la fréquence de modulation Ω est moins visible. En effet, on note ici un impact de la constante de temps T_c .

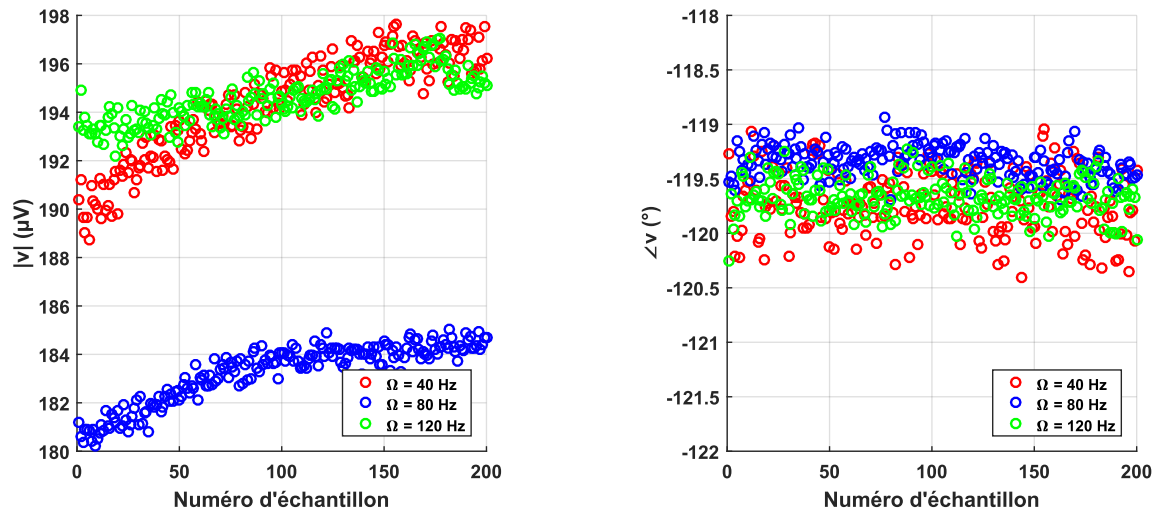


Figure 3-16 Influence de la fréquence de modulation associée à une constante de temps permettant de mesurer 8 périodes de modulation

La figure 3-17 présente l'erreur relative obtenue sur ces mesures. L'augmentation de Ω conduit à une réduction de l'erreur relative d'environ 3% entre 40 et 120 Hz. L'adaptation de la constante de temps en fonction de la fréquence de modulation engendre un gain sur la dispersion plus faible. Ainsi, nous pouvons supposer que l'amélioration de l'erreur relative est principalement liée à la constante de temps des détecteurs synchrones et par conséquent au nombre de période du signal prise en compte.

Les résultats précédents mettent en évidence un impact plus important de la constante de temps que de la fréquence de modulation. Afin d'observer l'impact du T_c , des mesures, pour une fréquence de modulation de 40Hz, et plusieurs constantes de temps ont été réalisées. Ces mesures sont faites sur une gamme de fréquence allant de 59.1 à 59.22 GHz en 4 points. La distance sonde échantillon est réglée à 10 μm et l'amplitude sinusoïdale d'oscillation est fixée à 20 μm . Les mesures sont réalisées au-dessus du miroir d'or à l'harmonique 1 pour une position de l'atténuateur de 4.5. On effectue des mesures pour trois constantes de temps : $T_c = 100 ; 200 ; 500 \text{ ms}$.

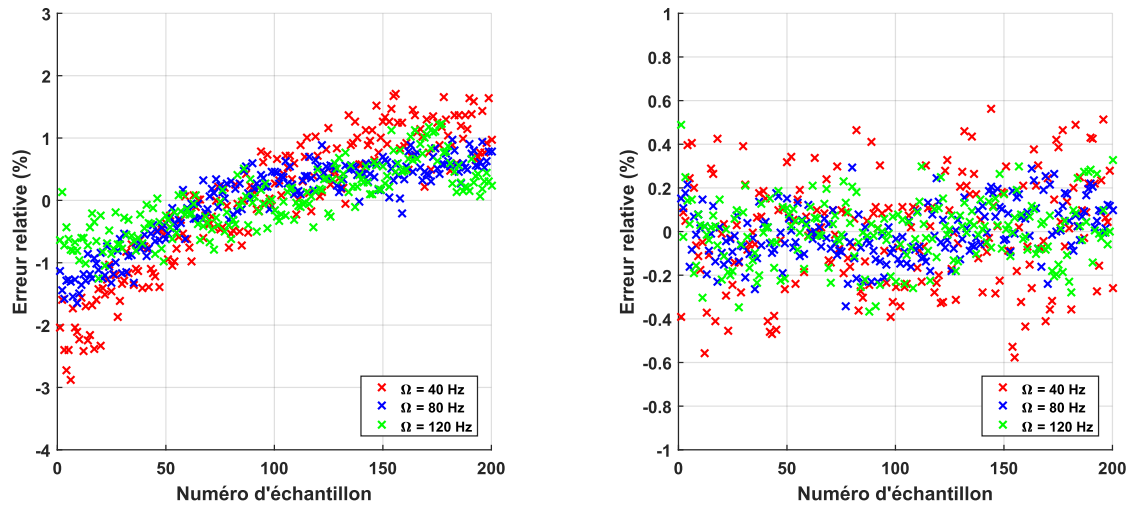


Figure 3-17 Erreur relative pour des couples Ω et T_c constants

La figure 3-18 présente le module et la phase, des tensions complexes réfléchies, obtenues pour chaque T_c . Tout comme pour les mesures précédentes, le module se stabilise après une centaine de points de mesures et la phase reste constante. Les valeurs des modules mesurées sont identiques pour des T_c de 100 et 200 ms mais une valeur légèrement supérieure est mesurée pour un $T_c = 500$ ms. L'augmentation de la constante de temps engendre une diminution de la dispersion, tant sur le module que sur la phase.

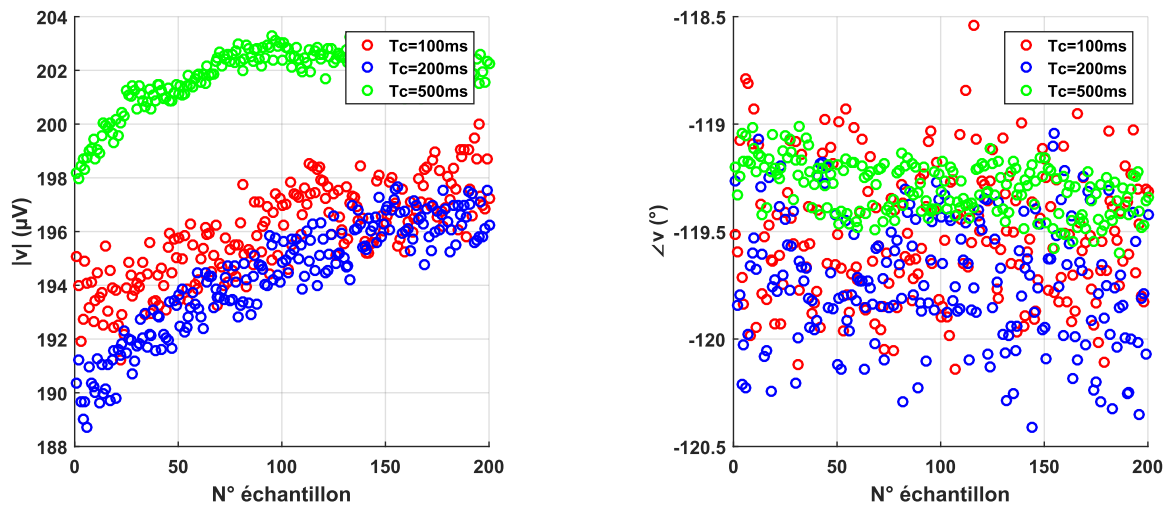


Figure 3-18 Impact de la constante de temps sur la dispersion du module et de la phase de la tension complexe réfléchie

Afin de confirmer cette observation, la figure 3-19 présente l'erreur relative du module et de la phase pour les différentes constantes de temps. L'augmentation de ce paramètre engendre

une diminution importante de la dispersion du module passant de 5% pour un T_c de 100 ms à 3% pour 500 ms, tandis que celle de la phase de 1% à 0.4%.

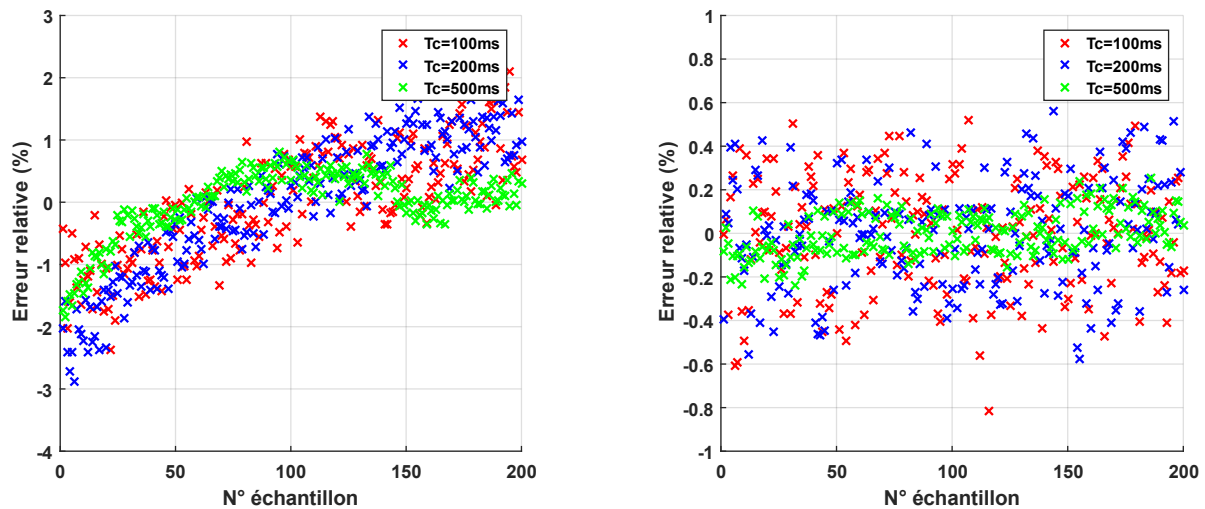


Figure 3-19 Erreur relative du module et de la phase en fonction de la constante de temps T_c

Ainsi, afin d'améliorer nos mesures, il est nécessaire d'augmenter la constante de temps des détections synchrones afin de réduire la dispersion de nos résultats. Cette amélioration est valable quelle que soit la distance sonde échantillon et l'amplitude de modulation pour des valeurs dans la plage usuelle d'utilisation du banc expérimental. Cependant, en augmentant ce paramètre, le temps de mesure augmente également. Ainsi, en jouant sur la fréquence de modulation, le nombre de période du signal pris en compte peut être augmenté. Nous fixons donc les paramètres pour une mesure ponctuelle à $\Omega = 120$ Hz et $T_c = 500$ ms, soit un temps d'acquisition de 2.5s par point de fréquence en raison du temps d'attente fixé à $5T_c$. Cependant, pour la réalisation d'image, le temps de mesure étant bien plus important, nous fixons nos paramètres aux valeurs suivantes $\Omega = 120$ Hz et $T_c = 200$ ms soit 1s par point de fréquence.

c - Influence de la sonde

Les sondes que nous utilisons sont différentes les unes des autres comme cela a été introduit dans le chapitre 3. Ainsi, afin de voir l'impact de leurs formes sur les résultats que nous obtenons, des mesures ont été réalisées pour plusieurs sondes.

La figure 3-20 présente le module et la phase, de la tension complexe mesurée, en fonction de la fréquence pour deux de nos sondes. Nous avons travaillé sur la bande 59 – 60 GHz avec un pas de 1 MHz pour une distance sonde-échantillon de 10 μ m et une amplitude d'oscillation

sinusoïdale de 20 μm . On retrouve dans ces mesures les paramètres fixés précédemment, à savoir $\Omega = 120 \text{ Hz}$, $T_c = 500\text{ms}$ et une position de l'atténuateur de 4.5. Les résultats sont obtenus au-dessus du miroir d'or à l'harmonique 1.

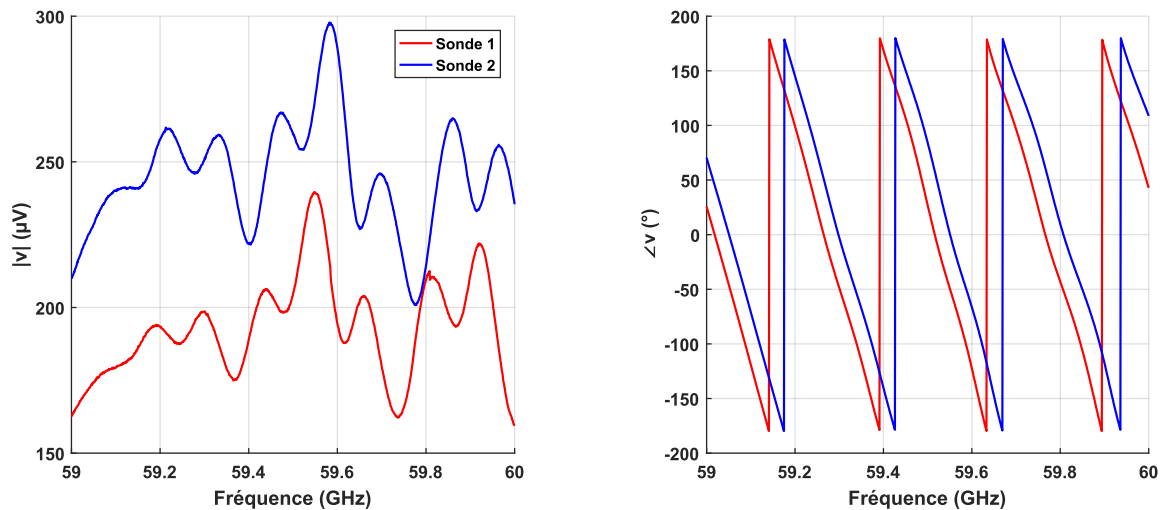


Figure 3-20 Influence des sondes sur le module et la phase de la tension mesurée en fonction de la fréquence

Les modules présentent des variations d'une centaine de μV en fonction de la fréquence et ce pour les deux sondes. Ces fluctuations ont des allures identiques dans les deux cas, c'est pourquoi elles sont attribuées aux imperfections de notre système. Si l'on compare les résultats obtenus pour chaque sonde, un module plus important est observé pour la sonde 2 et il est légèrement décalé en fréquence. La phase n'est impactée que par un décalage de fréquence, lié à la longueur des sondes qui engendre une rotation de la phase légèrement plus importante lors du parcours de l'onde. De plus, les déformations observées sur les phases sont liées à notre système car elles sont visibles de façon identiques pour les deux sondes. L'interaction sonde échantillon dépend de la géométrie de la sonde mais est peu dépendante de la fréquence.

Afin d'explorer plus en détail l'influence de la sonde sur la tension complexe mesurée, nous avons fait varier la hauteur de la sonde par rapport à l'échantillon. Les résultats de ces courbes d'éloignements sont présentés figure 3-21. Ces mesures ont été réalisées pour une gamme de fréquence allant de 59.1 à 59.22 GHz et pour une distance sonde échantillon variant de 1 à 100 μm . Les autres paramètres ne changent pas par rapport à la mesure présentée juste au-dessus.

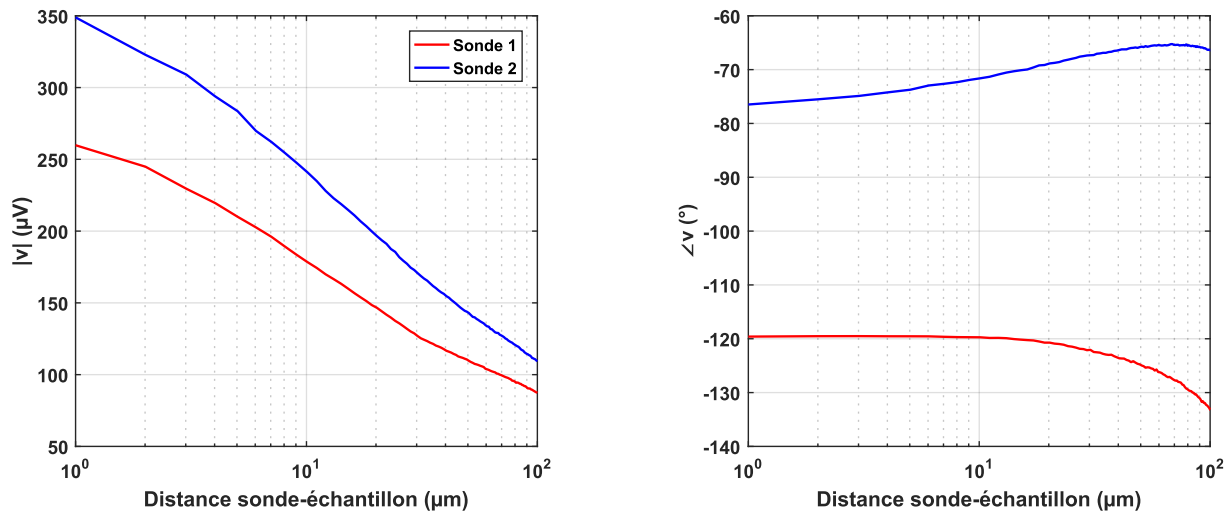


Figure 3-21 Influence de la sonde sur le module et la phase pour des courbes d'éloignements

Le module décroît pour les deux sondes lorsque la distance sonde échantillon augmente. Les niveaux mesurés sont impactés par les sondes. En effet, le module mesuré avec la sonde 2 est plus important que celui mesuré avec la sonde 1. La phase reste quasi-constante pour des distances sonde-échantillon faibles. Cependant, avec l'augmentation de ce paramètre, la phase de la sonde 1 diminue alors que celle de la sonde 2 augmente. Ces changements sont les prémices d'une rotation de la phase traduisant le passage du champ proche au champ lointain. Ce point sera mis en évidence dans le chapitre suivant décrivant un modèle d'interaction dipôle-matériau en champ proche. Si l'on compare les résultats obtenus pour les deux sondes, les phases mesurées ne sont pas identiques avec une variation de la phase d'environ 35° entre les deux sondes.

Ces variations sur le module et sur la phase en fonction de la sonde utilisée peuvent s'expliquer par leurs différences de géométrie. En effet, une longueur de sonde plus importante, liée au positionnement des triangles qui la composent, engendre une longueur électrique plus importante. De plus, la forme des deux triangles, composant la sonde, peut engendrer une impédance différente conduisant à un niveau de module plus ou moins important. D'autres paramètres comme l'alignement des pointes des triangles et la géométrie de la pièce en PLA sont en partie responsable des écarts observés entre nos résultats, obtenus à partir de nos deux sondes. Malgré tout, les deux sondes étudiées ici permettent la réalisation de mesures fiables, mais celles-ci ne sont pas comparable entre elles. La géométrie des sondes a un effet important sur les tensions complexes mesurées. Idéalement, nos sondes doivent avoir une phase stable sur la plus grande plage de distance sonde échantillon possible. Pour le module, le niveau mesuré doit être le plus important possible. Cependant, la géométrie des

sondes permettant d'obtenir ces résultats n'est pas connue. Une procédure de calibration sera proposée dans le chapitre 6 afin de réduire fortement l'impact des sondes sur les résultats.

d - Influence de la modulation

La modulation mécanique, réalisée à l'aide de l'actuateur piézoélectrique, présente plusieurs paramètres : l'amplitude de modulation et la forme d'onde du modulant. Cette modulation nous permet de mesurer notre signal utile à la fréquence de modulation mais également aux fréquences harmoniques grâce à l'utilisation des détections synchrones. La figure 3-22 est un schéma de l'ensemble sonde échantillon présentant la hauteur et l'amplitude d'oscillation.

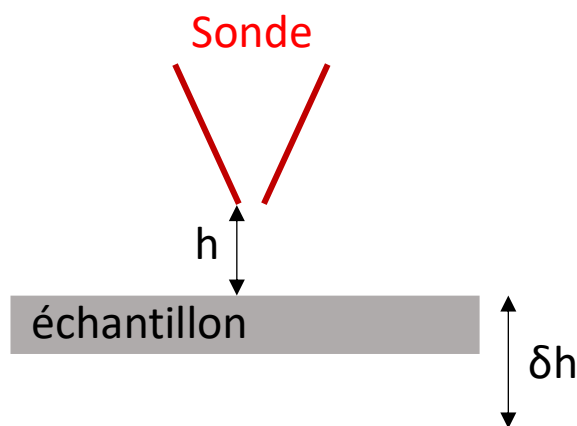


Figure 3-22 Schéma de l'ensemble sonde-échantillon

L'impact de ces paramètres doit être étudié afin de nous placer dans les meilleures conditions de mesures possibles. Ainsi, des mesures ont été réalisées et certains de ces résultats sont présentés figure 3-23. Ils sont réalisés sur une gamme de fréquence allant de 59.1 à 59.22 GHz pour une distance sonde échantillon de 10 μm . La modulation est étudiée pour trois formes d'ondes : sinusoïde, carré et triangle et pour des amplitudes allant de 2 à 40 μm . Nous nous limitons à cette valeur afin de rester dans la zone où la phase est constante comme on peut l'observer sur les courbes d'éloignements étudiées précédemment. Les mesures, à l'harmonique 1 au-dessus du miroir d'or, sont réalisées pour une fréquence de modulation de 120 Hz, un T_c de 500 ms et une position de l'atténuateur de 4.5.

La figure 3-23 présente le module et la phase de la tension complexe mesurée en fonction de l'amplitude d'oscillation pour les trois formes d'ondes étudiées. Le module est croissant quelle que soit la forme d'onde. Cependant, les pentes obtenues pour chaque modulation sont

différentes. La modulation carrée engendre un niveau de signal mesuré plus important que les autres modulations. La forme des signaux peut expliquer ces variations obtenues sur le module. En effet, plus la distance sonde échantillon est faible, plus le module mesuré est important.

La modulation de la distance sonde échantillon avec un signal carré engendre une proximité entre la sonde et l'échantillon plus importante du fait de la forme du signal. Le signal carré est à 50% proche de l'échantillon et à 50% plus loin, correspondant à l'état haut et à l'état bas du signal au cours d'une période. Dans le cas du signal triangle, la proximité minimale entre la sonde et l'échantillon est obtenue en un seul et unique point de la période de modulation. Cette observation peut expliquer la différence de niveau observée sur le module de la tension complexe réfléchiée par l'échantillon. La phase est légèrement décroissante lorsque l'amplitude de modulation augmente. Les résultats obtenus pour les trois formes d'onde sont quasi-identiques avec une variation de l'ordre du degré entre elles.

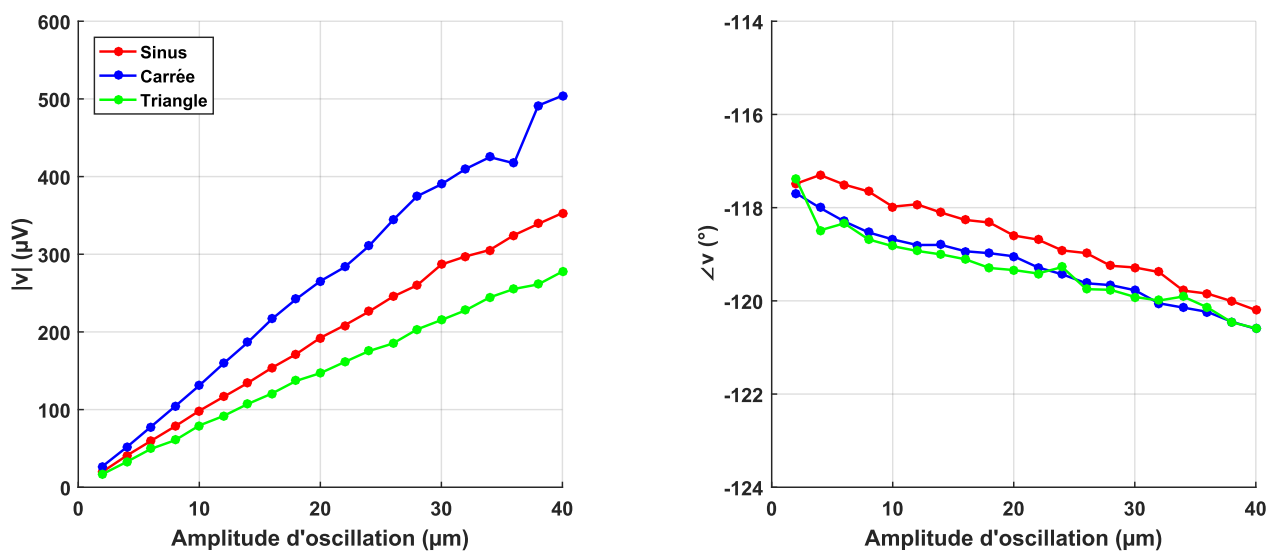


Figure 3-23 Influence de la forme d'onde du signal modulant sur la tension complexe

Ainsi, le module de la tension mesurée semble proportionnel à l'amplitude d'oscillation du piézoélectrique. En ne jouant que sur le niveau mesuré, nous choisissons de fixer l'amplitude d'oscillation à une valeur de 20 μm permettant d'obtenir une valeur intéressante de module. Nos mesures suivantes seront réalisées avec un modulant sinusoïdal.

e - Influence des harmoniques

La forme d'onde utilisée pour la modulation de la distance sonde échantillon peut engendrer des amplitudes aux fréquences harmoniques plus ou moins importantes. Ce dernier point nous intéresse pour la réalisation de mesures à des harmoniques supérieurs visant à engendrer une amélioration de la résolution spatiale lors de la réalisation d'image. Ce point sera discuté dans le chapitre relatif à la réalisation d'image. Avant cela, il est nécessaire de voir l'impact des formes d'ondes sur le module de la tension mesurée en fonction des différents harmoniques. Cette étude est menée pour deux fréquences de modulation afin de voir leurs impacts sur les résultats. Les mesures présentées sont réalisées avec la sonde 1 sur la bande de fréquence 59.1 – 59.22 GHz pour une distance sonde échantillon de 10 μm et une amplitude de modulation de 20 μm . La constante de temps des détectations synchrones est fixée à 500 ms. Les modulation sinusoïdales, carrées et triangles sont étudiées au-dessus du miroir d'or.

La figure 3-24 présente le module des résultats des tensions complexes mesurées. Notons que nous avons relié les points de la figure par soucis de lisibilité. A l'harmonique 1, tous les niveaux mesurés sont comparables. Cependant, lorsque le rang d'harmonique augmente, les résultats ont des allures différentes.

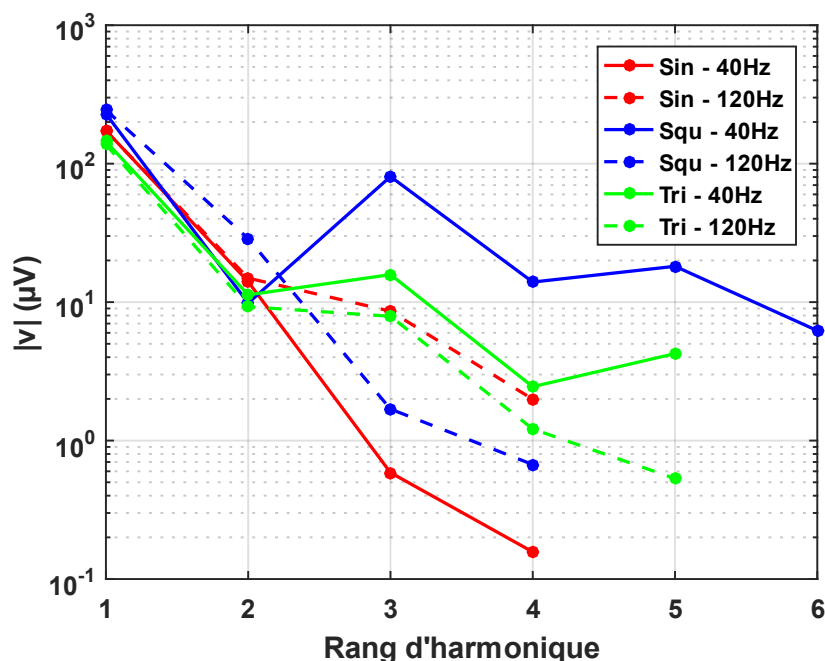


Figure 3-24 Influence du rang d'harmonique de mesure sur le module du signal mesuré

La modulation sinusoïdale à 40Hz engendre une diminution rapide du module en fonction de l'harmonique mesuré tandis que cette diminution est moins marquée pour la modulation triangle. La modulation carrée, à cette fréquence, engendre une diminution bien plus lente du module de la tension complexe. Le module mesuré pour les harmoniques impairs augmente comme par exemple pour l'harmonique 3 où une augmentation de presque une décade est visible.

Ces observations sont cohérentes avec les décompositions en série de fourrier de ces formes de signaux. En effet, dans le cas d'un signal sinusoïdal parfait, le seul harmonique non nul est l'harmonique 1. Pour des signaux triangles et carrés parfaits, la décomposition en série de fourrier montre des harmoniques impairs dont l'amplitude décroît avec l'augmentation du rang d'harmonique. A noter que théoriquement, l'amplitude du signal carré à l'harmonique 3 est plus important que celle du signal triangle. Cette observation est vérifiée sur les résultats que nous avons mesurés. Cependant, l'augmentation de la fréquence de modulation change l'allure des harmoniques mesurés pour chaque modulation. Ces divergences par rapport aux attentes sont liées à l'actuateur piézoélectrique. En effet, en augmentant la fréquence, la modulation mécanique est déformée engendrant des niveaux de module en fonction des harmoniques différents de ceux observées à 40 Hz. Ainsi, pour des mesures à l'harmonique 1, la fréquence de modulation n'a pas d'impact sur les résultats. Cependant, une étude, visant à établir l'impact du rang d'harmonique sur la résolution spatiale, sera réalisée dans le chapitre concernant la réalisation d'image. L'impact sur le module de la forme d'onde et du rang d'harmonique de mesure seront pris en compte à la vue des résultats obtenus ici. Afin de garantir un niveau suffisamment important du module lorsque le rang d'harmonique augmente, ces mesures seront réalisées à une fréquence Ω de 40 Hz.

f - Variations liées aux matériaux

Afin de mettre en évidence la capacité de notre banc expérimental à différencier des matériaux, nous avons réalisé des mesures sur le miroir d'or et le verre pour une bande de fréquence allant de 59 à 60 GHz avec un pas de 1 MHz. Nous ne présentons ici les résultats que pour deux matériaux afin de vérifier la sensibilité de notre système de mesure à discriminer des matériaux en fonction de leurs propriétés électriques. Une étude avec un plus grand nombre de matériaux sera présentée dans le chapitre 6 relatif à la calibration. La distance sonde échantillon est fixée à 10 μm . Les autres paramètres sont ceux fixés au cours de ce chapitre.

La figure 3-25 présente le module et la phase mesurés pour ces matériaux en fonction de la fréquence. Les matériaux engendrent uniquement un niveau de module différent sans générer de décalage en fréquence. Pour la phase, un décalage de quelques degrés est visible. Ces variations sont liées aux constantes physiques des matériaux. Les variations du module sont similaires à celles observées précédemment lors de l'étude des sondes. Ces variations sont attribuées aux imperfections de notre système.

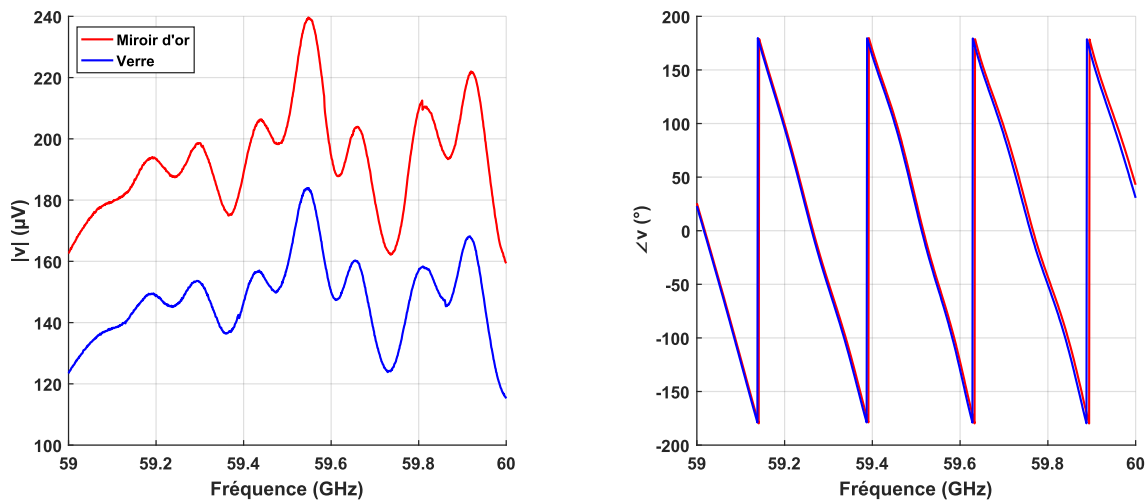


Figure 3-25 Impact des matériaux sur la bande de fréquence ayant les imperfections les plus faibles

Le tableau 3-2 présente les permittivités des matériaux étudiés ainsi que les modules et les phases mesurés, extraits de la figure 3-25, à une fréquence de 59.2 GHz. La valeur de permittivité du métal est une valeur idéale. Celle du verre est issue d'une mesure réalisée au laboratoire IMEP-LAHC de Chambéry. La procédure de mesure permettant d'obtenir ce résultat sera détaillée dans le chapitre 6 consacré aux procédures de calibrations des résultats de notre banc expérimental. Notre miroir d'argent est considéré comme un réflecteur parfait. Une variation du module de 44.3 μV et un décalage de phase de 3.79° sont visibles entre les deux matériaux. Ces variations sont faibles et viennent justifier la nécessité de réduire la dispersion de nos mesures afin de pouvoir distinguer des matériaux dont les constantes physiques peuvent être proches.

Tableau 3-2 Valeur de la tension complexe en fonction du matériau pour une fréquence de 59.2 GHz

	Métal	Verre
Permittivité	$+\infty$	$6.59+0.77i$
Module (μV)	193.4	149.1
Phase (°)	99.27	95.48

Des courbes d'éloignements pour des distances sonde échantillon allant de 1 à 100 μm ont également été réalisées. La figure 3-26 présente les modules et phases mesurés en fonction de ce paramètre. Ces résultats nous conduisent à la même conclusion, à savoir que les constantes des matériaux influent sur les modules et les phases mesurés. On observe une décroissance des modules mettant en évidence les propriétés de nos matériaux. Les phases sont constantes avant de diminuer pour les distances sondes échantillons les plus importantes. La valeur obtenue pour chaque matériau est différente.

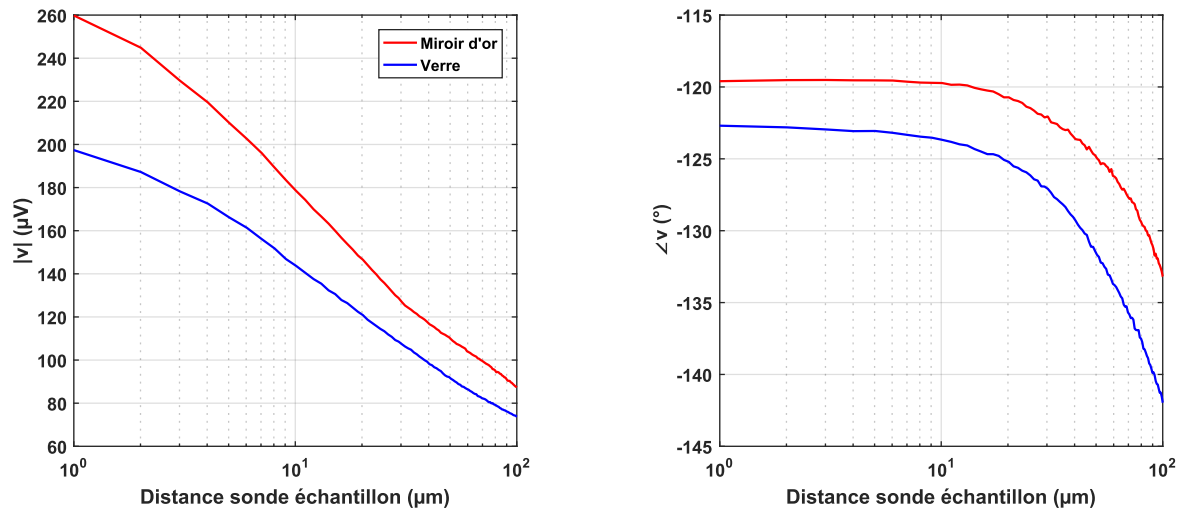


Figure 3-26 Module et phase de la tension mesurée en fonction de la hauteur pour deux matériaux

Ainsi, notre banc expérimental est capable de distinguer des matériaux. Cependant, il est nécessaire de se placer à une distance sonde-échantillon permettant de mesurer un niveau de signal suffisant et d'avoir une phase stable. Une distance de travail inférieure à 10 μm semble convenir à ces contraintes. Suite à ces observations, nous allons chercher à extraire les constantes des matériaux de nos mesures. Un travail de calibration, visant à obtenir ces constantes, sera présenté dans le chapitre 6.

g - Reproductibilité des mesures

L'identification de matériaux dont les propriétés sont proches nécessite d'avoir une dispersion réduite. Les réglages des paramètres du banc expérimental tout au long de ce chapitre tendent à cette réduction. La dispersion est causée par deux facteurs principaux. Le premier est lié aux imperfections de notre système. Cette contribution a été minimisée mais son impact sur la dispersion n'est pas nul. Le second point est l'impact de la distance sonde échantillon d'une mesure à l'autre. La réalisation d'un « zéro » au début de chaque mesure

permet de réduire ce facteur. La différence de hauteur d'une mesure à l'autre est quantifiée à $\pm 1 \mu\text{m}$.

Afin de voir la dispersion complète de notre système composée de ses imperfections et de l'influence des « zéros » réalisés par l'opérateur, trente courbes d'éloignements ont été réalisées au-dessus d'un miroir d'or pour une distance sonde-échantillon allant de 1 à 100 μm .

La figure 3-27 présente les modules et les phases obtenus avec en bleu la moyenne de toutes les mesures et en rouge la moyenne plus ou moins l'écart type, soit les limites assurant 95% des valeurs mesurées entre ces deux courbes. Le module des courbes d'éloignements décroît lorsque la distance sonde-échantillon augmente. Cette diminution du module engendre une diminution de la dispersion de mesure avec une variation de l'écart type de 5.4 μV à notre distance de mesure habituelle de 10 μm . La phase est stable avant de décroître pour les distances sonde-échantillon les plus importantes. Pour une distance de 10 μm , on observe une variation de l'écart type de 1.6° autour de la valeur moyenne. Dans les deux cas, lorsque la distance sonde-échantillon augmente, la dispersion des résultats diminue. Cependant, la phase doit être mesurée pour une distance où elle est stable.

Ainsi, afin d'allier une dispersion réduite et une phase stable, nous avons fixé la distance sonde-échantillon à 10 μm nous assurant 95% des valeurs mesurées avec moins de 5.4 μV de variation sur le module soit une erreur relative de 2.7% et 1.6° sur la phase soit 1.3% d'erreur relative.

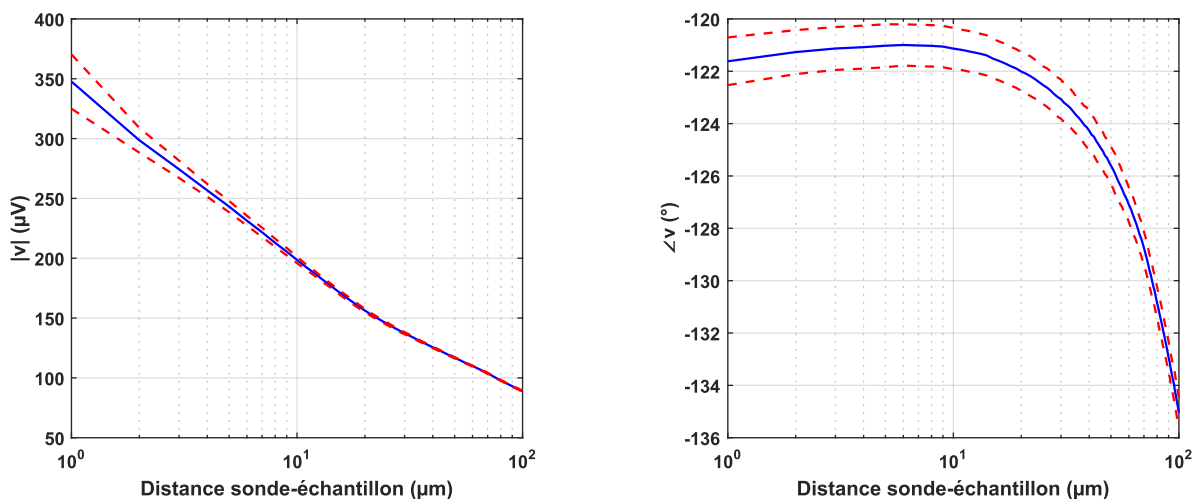


Figure 3-27 Résultat en module et en phase des courbes d'éloignements au-dessus d'un miroir d'or. En bleu : valeur moyenne. En rouge : moyenne $\pm$ l'écart type

7 - Conclusion

Au travers de la description de notre banc expérimental et de l'identification de ses sources d'imperfections, un protocole de traitement des données a été mis en place. Il permet de corriger une partie des erreurs liées aux imperfections de notre système permettant d'obtenir des résultats plus fiables.

De plus, grâce à ce travail, une bande de fréquence de travail où les imperfections sont minimales a été identifiée pour des valeurs allant de 59 à 60 GHz. Le nombre de points de fréquence pris en compte pour l'ajustement circulaire a été fixé en prenant en compte la valeur obtenue ainsi que le temps de mesure. Pour la réalisation d'images, il est fixé à 4 points tandis qu'il est de 10 points pour les mesures ponctuelles. Ces paramètres nous assurent une bonne précision et un temps de mesure raisonnable.

La caractérisation de notre système a permis de fixer des valeurs pour les paramètres visant à améliorer la dispersion de nos résultats tout en conservant un niveau de signal suffisant et un temps de mesure raisonnable. Le tableau 3-3 résume les réglages à adopter dans le cas d'une mesure ponctuelle et dans le cas de la réalisation d'une image. Les différences entre ces deux types de mesure sont surtout liées au temps de mesure nécessaire. En effet, pour une mesure ponctuelle, nous pouvons nous permettre d'avoir des mesures plus longues car le nombre de point est faible. A contrario, la réalisation d'image nécessite un nombre de points beaucoup plus important afin d'avoir une bonne résolution. Ce travail préliminaire permet de définir les conditions de mesures optimales pour notre banc de microscopie vectorielle en champ proche dans ces deux cas.

Tableau 3-3 Récapitulatif des paramètres utilisés lors des mesures ponctuelles ou d'imagerie

	Mesure ponctuelle	Imagerie
Fréquence	59.1 – 59.22 GHz	59.1 – 59.22 GHz
Nombre de point de fréquence	10	4
Tc	500 ms	200 ms
Distance sonde-échantillon	10 μm	10 μm
Amplitude d'oscillation	20 μm	20 μm
Modulant	Sinus	Sinus
Position atténuateur	4.5	4.5
Fréquence de modulation	120 Hz	120 Hz

Chapitre 4 - Modèle d'interaction dipôle-matériau en champ proche

1 - Introduction.....	58
2 - Présentation de la problématique	59
3 - Présentation du modèle	60
a - Calcul du modèle	60
b - Prise en compte de la détection du banc expérimental.....	63
4 - Résultats du modèle avec des matériaux massifs.....	64
5 - Comparaison entre le modèle mono matériau et les mesures.....	67
6 - Résultat du modèle avec des matériaux stratifiés	69
7 - Comparaison entre le modèle pour des matériaux stratifiés et les mesures.	71
8 - Conclusion	72

1 - Introduction

Basé sur notre banc expérimental, un modèle d'interaction dipôle – matériau en champ proche a été développé en se basant sur le travail de Lukas Novotny [48]. Notre modèle permet le calcul du champ électrique réfléchi par un matériau en prenant en compte la modulation de la distance sonde échantillon nécessaire pour la détection des signaux par des détections synchrones. Le champ est calculé en utilisant les coefficients de Fresnel en réflexion, pour les polarisations p et s, ainsi que la fonction dyadique de Green permettant de prendre en compte l'interaction électromagnétique entre une sonde bow-tie, considérée comme un dipôle parfait, et un substrat. De plus, il permet d'obtenir des résultats sur les matériaux massifs ainsi que sur des matériaux multicouches.

Cette partie présente le détail du calcul de ce modèle pour des matériaux massifs ainsi que pour des matériaux stratifiés. Ici, seuls des résultats pour des matériaux stratifiés composés

d'un substrat recouvert d'une couche mince seront étudiés. Des résultats pour les deux types de structures sont présentés ainsi qu'une comparaison entre le modèle et des mesures dans les deux cas.

2 - Présentation de la problématique

Considérons la situation exposée figure 4-1. Un matériau n , homogène et infini, caractérisé par sa perméabilité μ_n et sa permittivité ε_n , est recouvert par un substrat en couche mince, de perméabilité μ_1 et de permittivité ε_1 , d'épaisseur δ . On considère la moitié supérieure de l'espace comme étant du vide. Le champ électrique E au point r est généré par un dipôle électrique rayonnant, de moment dipolaire μ , situé au point source r_0 . Dans le cas de notre banc expérimental, les champs émis par le dipôle et celui mesuré après réflexion sur l'échantillon sont situés au même point r_0 .

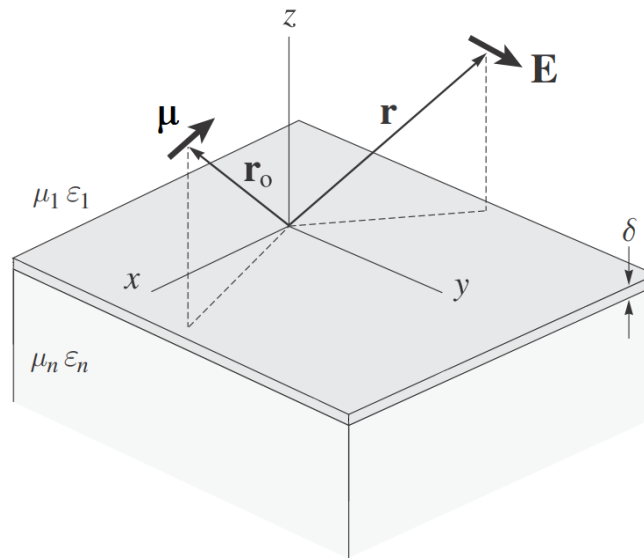


Figure 4-1 Schéma de la configuration du problème du modèle

Si la distance entre le dipôle et la surface de la couche supérieure est inférieure à la longueur d'onde, les composantes évanescentes du champ rayonné par le dipôle interagissent avec la structure en couches. Cette énergie peut être absorbée par la couche, couplée à des modes se propageant le long de la couche ou se propager dans le demi-espace inférieur, à savoir le matériau n .

Nous cherchons à déterminer le champ électrique E qui est la somme du champ émis par le dipôle et le champ réfléchi par le matériau. Seule la partie du signal contenant des

informations sur les propriétés physiques du matériau nous intéresse. L'objectif est donc de déterminer le champ électrique réfléchi sur le matériau.

3 -Présentation du modèle

a - Calcul du modèle

Dans un premier temps, nous nous intéressons au modèle d'interaction pour un matériau massif. La distance sonde échantillon étant modulée sinusoïdalement, les détections synchrones permettent de mesurer uniquement les amplitudes du signal aux fréquences harmoniques $n.\Omega$. Par conséquent, nous ne prenons en compte que le champ électrique réfléchi E_{ref} car seul ce champ est modulé à la fréquence Ω . Pour un champ émis dans l'air, l'équation 4.1 décrit le champ électrique réfléchi résultant de l'interaction électromagnétique entre un dipôle parfait et un substrat.

$$\mathbf{E}_{ref}(\mathbf{r}) = \omega^2 \mu_0 \mu_1 \vec{\mathbf{G}}_{ref} \boldsymbol{\mu} \quad (4.1)$$

Où ω est la pulsation, μ_0 la perméabilité du vide, μ_1 la perméabilité relative du milieu 1, $\boldsymbol{\mu}$ le vecteur du moment électrique dipolaire. $\vec{\mathbf{G}}$ est la fonction dyadique de Green essentiellement définie par le champ électrique $\mathbf{E}$ au point $\mathbf{r}$ généré par un dipôle électrique rayonnant $\boldsymbol{\mu}$ localisé en $\mathbf{r}_0$. Cette fonction est la somme de la fonction de Green primaire et de sa réflexion sur l'échantillon. Seule cette seconde composante est calculée du fait de la modulation de notre distance sonde-échantillon permettant d'extraire uniquement la partie réfléchie sur l'échantillon.

Expérimentalement, l'émission et la mesure du champ électrique sont situées au même point $\mathbf{r}_0$. Nous souhaitons calculer le champ réfléchi au niveau du dipôle localisé en $\mathbf{r}_0$ après son interaction en champ proche et en champ lointain avec la surface de l'échantillon. L'expression 4.1 devient :

$$\mathbf{E}_{ref}(\mathbf{r}_0) = \omega^2 \mu_0 \mu_1 \vec{\mathbf{G}}_{ref}(\mathbf{r}_0, \mathbf{r}_0) \boldsymbol{\mu} \quad (4.2)$$

La fonction de Green pour un champ réfléchi, évaluée à son origine, est une matrice diagonale définie en prenant en compte les polarisations p et s au travers des coefficients de Fresnel en réflexion et des vecteurs d'onde k_1 et k_2 dont les composantes sont respectivement (k_x , k_y ,

k_{z1}) et (k_x, k_y, k_{z2}) . La polarisation s est parallèle au vecteur d'onde tandis que la polarisation p est perpendiculaire à ce dernier. Pour des commodités de calcul, la fonction de Green est exprimée en coordonnées cylindriques d'après les équations 4.3.

$$k_x = k_\rho \cos \phi, \quad k_y = k_\rho \sin \phi, \quad dk_x dk_y = k_\rho dk_\rho d\phi, \quad (4.3)$$

Nous obtenons donc la fonction de Green en coordonnées cylindriques dont l'expression est donnée équation 4.4 [48].

$$\overrightarrow{G_{ref}}(r_0, r_0) = \frac{i}{8\pi k_1^2} \int_0^{+\infty} \frac{k_\rho}{k_{z1}} \begin{bmatrix} k_1^2 r^s - k_{z1}^2 r^p & 0 & 0 \\ 0 & k_1^2 r^s - k_{z1}^2 r^p & 0 \\ 0 & 0 & 2k_\rho^2 r^p \end{bmatrix} e^{2ik_{z1}z_0} dk_\rho \quad (4.4)$$

Avec r^s et r^p les coefficients de Fresnel en réflexion pour la polarisation s et la polarisation p et z_0 la distance sonde échantillon. Les polarisations s et p sont respectivement parallèles à l'interface air-matériau et perpendiculaires au vecteur d'onde k et orthogonales entre elles. Ces coefficients sont exprimés à l'équation 4.5.

$$r^s = \frac{\mu_2 k_{z1} - \mu_1 k_{z2}}{\mu_2 k_{z1} + \mu_1 k_{z2}}, \quad r^p = \frac{\varepsilon_2 k_{z1} - \varepsilon_1 k_{z2}}{\varepsilon_2 k_{z1} + \varepsilon_1 k_{z2}}, \quad (4.5)$$

Ces coefficients dépendent de la polarisation de l'onde incidente. Ils sont fonctions des composantes longitudinales du nombre d'onde pour les deux milieux k_{z1} et k_{z2} , qui sont exprimées dans l'équation 4.6.

$$k_{z1} = \sqrt{k_1^2 - k_\rho^2}, \quad k_{z2} = \sqrt{k_2^2 - k_\rho^2}, \quad (4.6)$$

Avec k_1 et k_2 les vecteurs d'ondes que l'on peut exprimer d'après les équations suivantes :

$$k_1 = \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_1 \mu_1} \quad \text{et} \quad k_2 = \frac{\omega}{c} \sqrt{\varepsilon_2 \mu_2} \quad (4.7)$$

Afin de faciliter le calcul de l'intégrale sur le champ électrique réfléchi en r_0 , un changement de variable est effectué :

$$s = k_\rho / k_1 \quad \sqrt{1 - s^2} = k_{z1} / k_1 \quad (4.8)$$

Ce changement de variable conduit à l'expression 4.9, obtenue à partir des équations 4.2 et 4.4.

$$E_{ref}(r_0) = \frac{i \omega^2 \mu_0 \mu_1}{8\pi} \int_0^{+\infty} \frac{s}{\sqrt{1-s^2}} \begin{bmatrix} r^s - (1-s^2)r^p & 0 & 0 \\ 0 & r^s - (1-s^2)r^p & 0 \\ 0 & 0 & 2s^2 r^p \end{bmatrix} e^{2i\sqrt{1-s^2}k_1 z_0} \boldsymbol{\mu} ds \quad (4.9)$$

Ce changement de variable permet de séparer l'intégrale entre les ondes propagatives ($s < 1$) et les ondes évanescentes ($s \geq 1$). Le point particulier divergent à $s = 1$ empêche la réalisation d'un calcul analytique de la fonction, obligeant à la réalisation d'une résolution numérique approximative. Le dipôle interagit avec ses propres ondes propagatives et évanescentes réfléchies par l'échantillon. Le terme exponentiel est une fonction exponentielle décroissante pour les ondes évanescentes et oscillatoire pour des ondes propagatives.

La figure 4-2 présente les résultats obtenus à 59 GHz pour le calcul du champ E transverse réfléchi à partir de l'équation 4.9 pour deux matériaux : une lame de verre et un miroir d'argent. Pour le miroir d'argent, l'amplitude du champ E décroît en $1/z_0^3$, avec z_0 la distance sonde-échantillon, jusqu'à environ une distance sonde-échantillon de 300 μm tandis que la phase est constante jusqu'à cette même distance. Pour des distances plus grandes, la pente est de $1/z_0$ pour le module et on observe une rotation de la phase à cause de la contribution des ondes propagatives. La rupture dans la pente du module et le début de la rotation de phase montrent la limite en distance du champ proche soit environ 300 μm pour le miroir d'argent et 600 μm pour le verre. Cette distance est différente selon les matériaux, ainsi le modèle sera calculé pour des distances bien inférieures à cette limite.

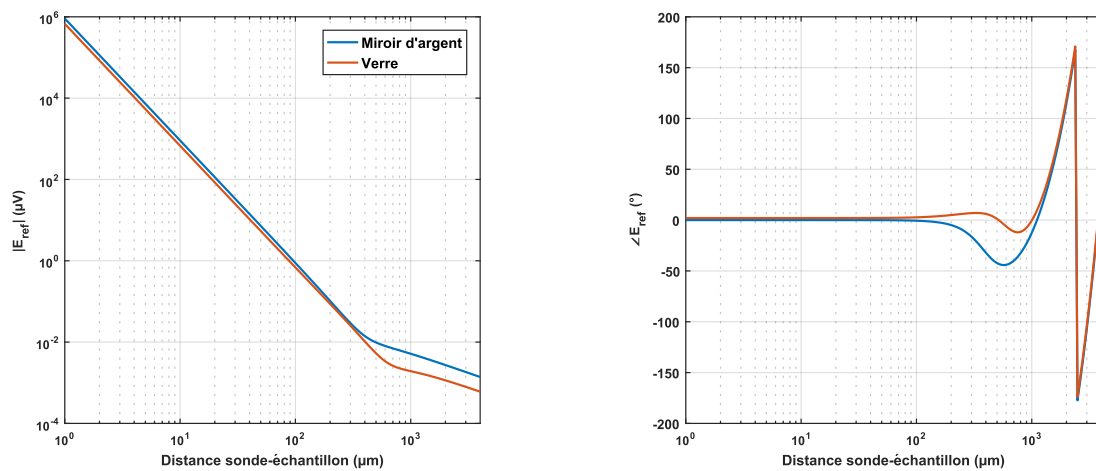


Figure 4-2 Module et phase du champ électrique transverse réfléchi sur un échantillon obtenu à partir du modèle

Pour le verre, la pente du module selon la distance de travail est similaire à celle observée pour le miroir d'argent. Le niveau du verre est plus faible et le changement de pente, entre les régions de champ proche et de champ lointain, se produit à une distance plus grande pour ce matériau. Sur la phase, une différence de quelques degrés entre les matériaux est visible dans la partie où la phase est constante. La transition entre les champs se produit également à une distance plus grande pour le verre que pour le miroir d'argent sur la phase. On peut noter pour le verre une légère augmentation de la phase avant une décroissance et l'entrée en rotation là où la phase du miroir d'argent est décroissante avant la rotation.

Afin d'étendre ce modèle à des matériaux stratifiés, nous devons calculer le champ dans ce type de structure comprenant une interface supplémentaire entre le matériau 1 et le matériau n. Le calcul des coefficients de réflexion généralisé de Fresnel est basé sur les expressions des coefficients pour une seule interface. Cette expression généralisée est calculée dans [49]. Ainsi, le coefficient de réflexion pour une structure stratifiée s'exprime :

$$r^{(p,s)} = \frac{r_{1,2}^{(p,s)} + r_{2,3}^{(p,s)} e^{2ik_{z2}\delta}}{1 + r_{1,2}^{(p,s)} r_{2,3}^{(p,s)} e^{2ik_{z2}\delta}} \quad (4.10)$$

Avec $r_{i,j}^{(p,s)}$ le coefficient de Fresnel à l'interface (i,j) avec i = 1 pour le vide, i = 2 pour le matériau 1 et i = 3 pour le matériau n et δ l'épaisseur de la couche mince.

b - Prise en compte de la détection du banc expérimental

Notre principe de détection en champ proche implique une modulation de la distance sonde échantillon à une fréquence Ω , à l'aide d'un actuateur piézoélectrique. Deux détections synchrones permettent de récupérer les composantes en phase et en quadrature de phase des sorties du mélangeur IQ. Afin de prendre en compte cette détection dans le modèle, on intègre, sur une période T de notre signal de modulation, le champ électrique réfléchi par l'échantillon. Cette intégration du signal est liée aux détections synchrones qui réalisent une intégration du signal sur un temps T_c . Ainsi, l'équation 4.11 est obtenue.

$$O(h) = \frac{1}{T} \int_0^T \exp(in\Omega t) \times \mathbf{E}_{ref}(\mathbf{r}_0) \cdot (\mathbf{u}_x, \mathbf{u}_y, \mathbf{u}_z) dt \quad (4.11)$$

Avec $T = 2\pi/\Omega$, la période de modulation et Ω la pulsation, r_0 est l'abscisse modulé de la sonde incluant l'altitude $z(t)$ en fonction du temps dont la valeur minimale est h . La modulation sinusoïdale est prise en compte dans la valeur de distance sonde échantillon par l'expression suivante :

$$z(t) = h + \frac{\delta h}{2} + \frac{\delta h}{2} \sin(\Omega t) \quad (4.12)$$

$\mathbf{U}_i$ est le vecteur unitaire de l'espace euclidien tridimensionnel.

Le terme exponentiel de l'équation 4.11 permet le calcul de la composante du champ aux différents harmoniques de la fréquence de modulation Ω . Multiplier le champ réfléchi E_{ref} permet d'isoler la composante du champ à l'harmonique de rang n tandis que l'intégrale sur la période de modulation T permet d'obtenir la moyenne de cette composante.

Le vecteur du moment électrique dipolaire $\boldsymbol{\mu}$ est pris en compte à la fin du calcul du modèle, permettant de jouer sur l'orientation de la sonde. Cette orientation nous permet de nous rapprocher de nos conditions expérimentales où notre sonde peut être imparfaite ou présenter un angle vis-à-vis du matériau lié à une différence d'altitude entre les pointes de nos sondes.

L'implémentation du modèle est réalisée sous Matlab. Lors de la programmation, nous fixons l'erreur relative des résultats du modèle inférieure à 10^{-6} en jouant sur les fonctions utilisées pour réaliser les intégrations.

4 - Résultats du modèle avec des matériaux massifs

Les figures 4-3 et 4-4 présentent le module et la phase des résultats obtenus par le calcul du modèle pour des matériaux massifs. La première figure présente l'évolution du module et de la phase du champ électrique réfléchi $O(h)$ en fonction de la distance sonde échantillon pour trois échantillons : un métal parfait, du verre et un silicium de résistivité faible (Si-LR). Ces trois matériaux font partie de familles bien distinctes, à savoir un métal, un isolant et un semi-conducteur. Le modèle est calculé pour une amplitude d'oscillation $\delta h = 10 \mu\text{m}$.

Lorsque la distance sonde échantillon augmente, le module décroît fortement et la phase reste constante jusqu'à atteindre les limites de la zone de champ proche. Au-delà de cette distance, des variations sur la phase sont visibles, qui commence à rentrer en rotation, comme cela a été illustré figure 4.2.

Les résultats calculés en fonction des matériaux sont différents. Le module est plus important pour le métal car il présente une réflectivité plus importante que les autres matériaux. Ainsi, plus ce paramètre est grand, plus le module obtenu est important. En effet, une augmentation de la réflectivité engendre une puissance réfléchie par l'échantillon plus importante, conduisant à une puissance couplée sur la sonde après réflexion plus importante. La phase est également liée à ce paramètre et engendre des variations en fonction du matériau de l'ordre de quelques degrés. Ainsi, notre modèle confirme la possibilité de discrimination des matériaux, par notre banc expérimental, qui a été observé dans le chapitre précédent.

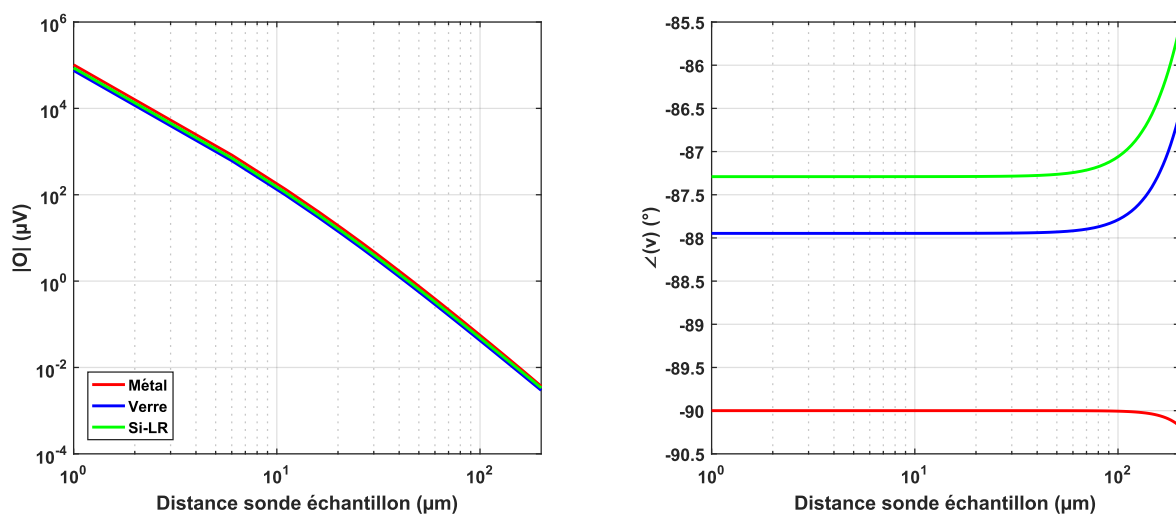


Figure 4-3 Influence de la distance sonde échantillon sur le module et la phase du champ électrique calculé à partir du modèle

La figure 4-4 présente le module et la phase du champ électrique $O(h)$ en fonction de l'amplitude de modulation δh pour les trois matériaux étudiés figure 4-3. Le calcul du modèle est réalisé pour une distance sonde échantillon h de 10 μm . Le module, calculé à partir du modèle, présente un maxima pour une amplitude d'oscillation de 12 μm pour les trois matériaux. L'amplitude d'oscillation n'a pas d'influence sur la phase. Le changement de la distance sonde échantillon n'a pas d'effet sur les phases, qui restent constantes. Cependant, le module maximum est atteint pour des amplitudes d'oscillations différentes en fonction de la distance sonde échantillon. Comme pour les résultats obtenus sur la figure 4-3, les valeurs de module et de phase obtenus pour les différents matériaux sont fonction de leur coefficient de réflexion. Nous pouvons en tirer les mêmes conclusions.

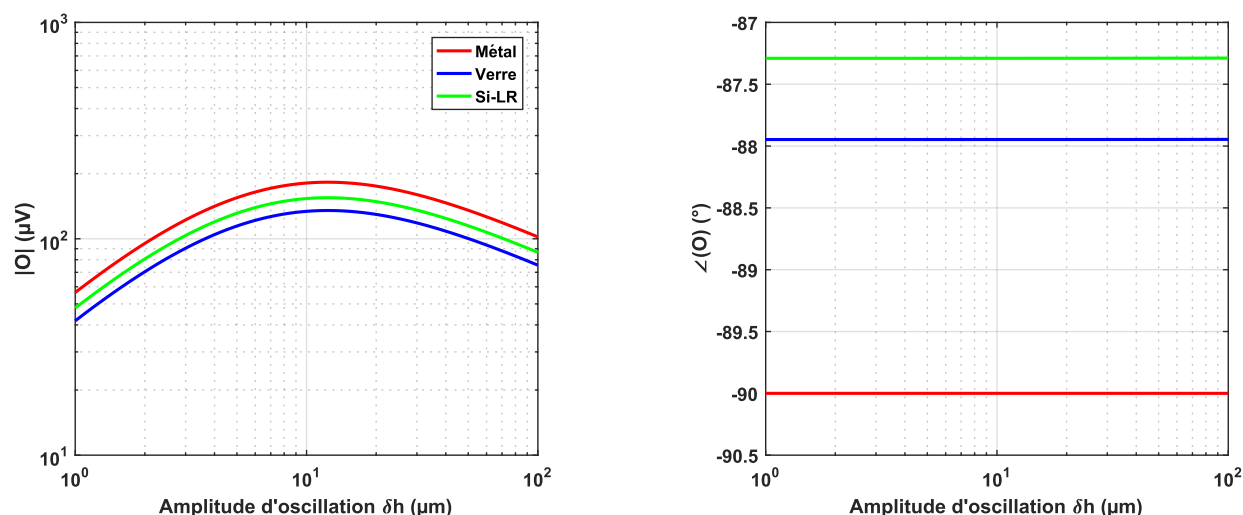


Figure 4-4 Influence de l'amplitude d'oscillation sur le module et la phase du champ calculé à partir du modèle

Au travers de ces résultats, le modèle confirme la possibilité de discriminer des matériaux en utilisant notre technique de microscopie en champ proche. Le tableau 4-1 regroupe les résultats pour une amplitude d'oscillation et une distance sonde échantillon de 10 μm obtenus pour les trois matériaux étudiés. Les valeurs de permittivités ont été obtenus à l'aide d'un modèle de Drude pour le silicium faible résistivité (LR) et d'une mesure réalisée au laboratoire IMEP-LAHC de Chambéry pour le verre. L'obtention de ces valeurs sera détaillée dans le chapitre relatif à la calibration. On considère une valeur idéale pour le métal. Ces valeurs sont des données d'entrées du modèle permettant de calculer le champ $O(h)$ défini par l'équation 4.11.

Le calcul du champ réfléchi par le matériau est impacté par la permittivité complexe du matériau, générant des différences de résultats. Le module passe de 181 μV pour le métal à 134 μV pour le verre tandis que la phase varie de 2.1° entre ces deux matériaux. Les variations du modèle permettent de discriminer les matériaux. Cependant, les écarts faibles entre les matériaux, et notamment sur la phase, justifie l'optimisation des paramètres du banc de mesure présenté au chapitre précédent.

Tableau 4-1 Résultat du modèle pour une distance sonde échantillon de 10 μm

	Métal	Verre	Si-LR
Permittivité	$+\infty$	$6.59+0.77i$	$11.2+3.18i$
Module (μV)	181	134	153
Phase (°)	-90	-88	-87.2

5 - Comparaison entre le modèle mono matériau et les mesures

Afin de vérifier la pertinence des résultats obtenus à partir du modèle vis à vis de nos mesures, des comparaisons entre des mesures et des résultats du modèle ont été réalisées pour des matériaux massifs. Les mesures ont été réalisées sur deux échantillons : du verre et un miroir d'argent de chez Edmund Optics, présentant les mêmes caractéristiques que le miroir d'or présenté dans le chapitre 3. Les mesures ont été réalisées pour une distance sonde échantillon $h = 10 \mu\text{m}$ et une amplitude d'oscillation δh allant de 2 à 60 μm . La fréquence des mesures est de 59 GHz. Deux sondes sont étudiées afin de voir l'influence de celles-ci sur les mesures. Le calcul du modèle a été réalisé dans des conditions similaires à celles mise en place lors des mesures.

Afin d'avoir un meilleur accord entre le modèle et les résultats expérimentaux, il est nécessaire d'ajuster les paramètres de calcul utilisés pour le modèle. En effet, pour la sonde 1, le modèle est calculé pour une distance sonde échantillon $h = 6.7 \mu\text{m}$ au lieu de 10 μm en mesure et l'amplitude d'oscillation est décalée de deux décades afin d'avoir une bonne correspondance avec les mesures. Ce décalage de l'amplitude d'oscillation conduit à se placer uniquement dans la partie croissante visible sur le module de la figure 4-4. L'ajustement des paramètres utilisés pour le calcul du module est uniquement dépendant de la sonde et non du matériau observé ou de la distance sonde-échantillon.

La figure 4-5 présente la comparaison du module et de la phase des mesures avec les résultats du modèle ajusté, en fonction de l'amplitude d'oscillation pour deux sondes P1 et P2. Les résultats expérimentaux montrent un module croissant lorsque δh augmente tandis la phase varie de quelques degrés. Le calcul du modèle conduit à une augmentation du module et une phase constante, après l'ajustement des paramètres. La variation de la phase mesurée est liée à la dispersion de nos résultats, qui a été étudiée au chapitre précédent.

Avec l'ajustement des paramètres utilisés dans le calcul du modèle, nous obtenons une erreur relative sur le module inférieure à 8.6 % et inférieure à 5% sur la phase pour une amplitude d'oscillation δh de 10 μm , pour les deux matériaux et les deux sondes étudiées. L'ajustement des paramètres dépendant uniquement de la sonde, nous pouvons, pour chaque sonde, déterminer un jeu de paramètres nous permettant d'obtenir des prédictions de nos résultats expérimentaux à partir du modèle.

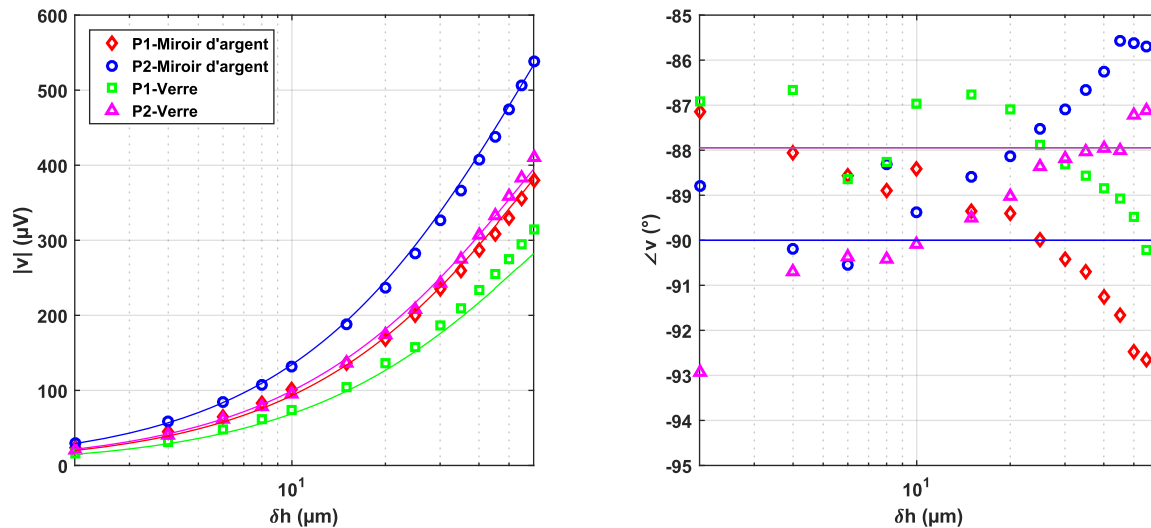


Figure 4-5 Comparaison entre les résultats du modèle et les mesures en fonction de l'amplitude d'oscillation

Les écarts observés entre nos mesures et les résultats du modèle sont liés aux deux hypothèses de départ, formulées au début de ce chapitre. En effet, le fait de considérer notre sonde comme un dipôle parfait engendre les différences les plus importantes entre le modèle et les mesures. La fabrication artisanale de nos sondes conduit à des différences de forme avec des écarts et des altitudes entre les pâles différents. De plus, la dimension des pâles nous éloigne encore un peu plus de cette vision du dipôle parfait employé dans le modèle. En outre, la description de l'interaction sonde-échantillon est très certainement incomplète par rapport à ce qui se produit dans nos expériences car le modèle ne prend pas en compte les perturbations liées à l'environnement extérieur de notre banc expérimental. La modulation de la distance sonde échantillon a pour but d'isoler plus efficacement le champ proche et de limiter l'influence des sources de champ lointain et donc de réduire l'influence de l'environnement. A la vue de la taille de nos échantillons et du côté très local de nos mesures en champ proche, obtenu grâce à l'utilisation des sondes, la première hypothèse, qui est de considérer un matériau homogène et infini, n'est pas très éloignée de la réalité de nos mesures. Cependant, l'état de surface de nos matériaux peut avoir un impact sur les résultats de mesure. Dans le cas du modèle, nous considérons un matériau avec un état de surface parfait, conduisant à des différences entre notre modèle et nos expérimentations.

Les mesures comme les résultats du modèle mettent en évidence la capacité de discrimination des matériaux d'un tel banc expérimental. En effet, les résultats obtenus pour le miroir d'or et le verre présentent des amplitudes au niveau du module différentes. L'observation de la phase ne permet pas une différenciation aussi claire à cause de la variabilité des résultats obtenus pour ces mesures. De plus, bien que les matériaux soient de

familles bien distinctes, leurs phases sont proches compliquant la différenciation de ces échantillons.

La bonne concordance entre le modèle mono-matériau et les mesures en fonction de l'amplitude d'oscillation est encourageante. Ces résultats montrent la capacité de notre modèle à prédire les tendances des tensions complexes mesurées que nous obtiendrions avec nos mesures. Ces tendances nécessitent de réaliser au préalable un ajustement des paramètres du modèle.

6 - Résultat du modèle avec des matériaux stratifiés

Cette partie présente les résultats obtenus à partir du modèle pour des matériaux stratifiés. On considère un matériau massif recouvert par un second matériau d'épaisseur δ .

La figure 4-6 présente l'influence de la distance sonde échantillon pour deux matériaux stratifiés : du métal recouvert d'une épaisseur de verre de permittivité complexe $\epsilon_{\text{verre}} = 6.6 + 0.8 i$ et un échantillon de métal recouvert par du silicium de faible résistivité de permittivité complexe $\epsilon_{\text{SiLR}} = 11.2 + 3.2 i$. Ce calcul est réalisé pour une amplitude de modulation de $20 \mu\text{m}$ et une épaisseur de couche mince $\delta = 0.8 \mu\text{m}$.

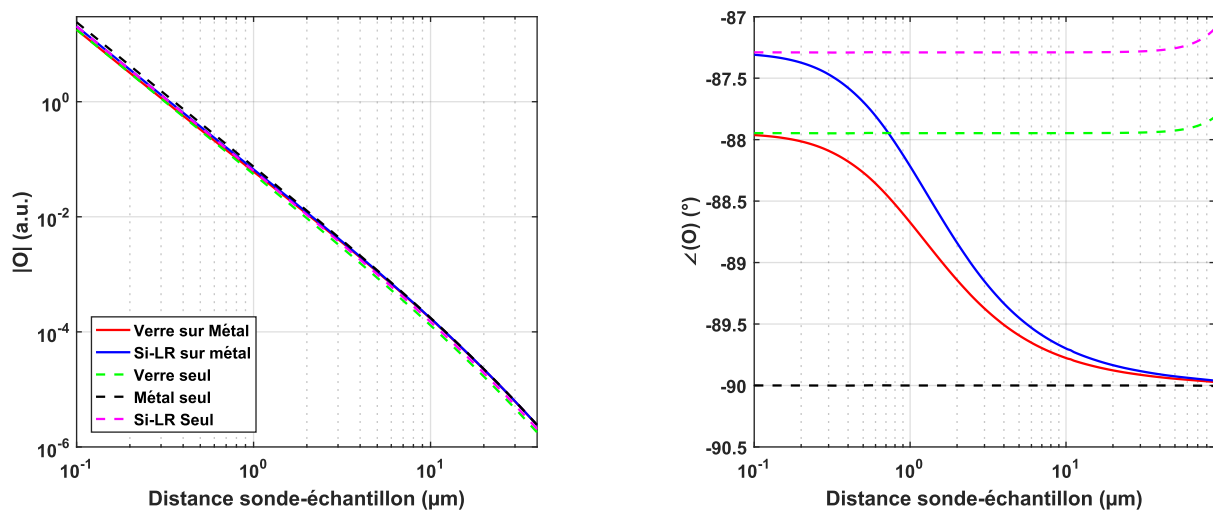


Figure 4-6 Influence de la distance sonde échantillon sur le champ calculé pour des matériaux stratifiés

À faible hauteur, le module et la phase correspondent aux niveaux attendus pour les matériaux en surface soit le verre et le silicium. Lorsque la distance sonde échantillon augmente, ces deux grandeurs évoluent jusqu'à atteindre la valeur de la tension complexe du

métal. Cette transition entre la mesure du matériau en surface et du matériau enfouis se fait sur pratiquement trois décades.

Le même type de transition apparaît lorsque que l'on trace le module et la phase en fonction de l'épaisseur de la couche de diélectrique supérieure δ , présentée figure 4-7. Ce calcul est réalisé pour une distance sonde échantillon et une amplitude de modulation de 10 μm . Si le matériau en surface est fin, dans ce cas $\delta < 1 \mu\text{m}$, la valeur mesurée est celle du matériau enfoui (180 μV). Si $\delta > 30 \mu\text{m}$, seule la valeur du matériau en surface est mesurée (environ 135 μV pour le verre et 155 μV pour le silicium). Entre ces deux régimes, une phase transitoire est visible et se produit sur environ 2 décades.

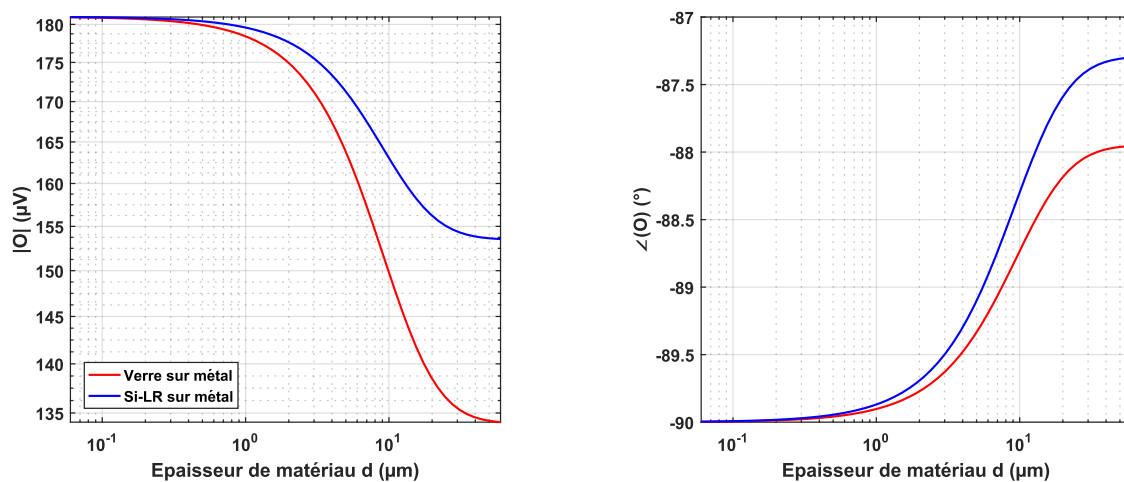


Figure 4-7 Influence de l'épaisseur du matériau en surface sur le champ calculé pour des matériaux stratifiés

Afin de voir l'impact de ces deux paramètres, nous avons calculé, pour du métal recouvert par du verre l'impact de l'épaisseur δ pour plusieurs distance sonde échantillons pour une amplitude de modulation $\delta h = 10 \mu\text{m}$. Afin de voir l'évolution du module, nous avons calculé le rapport entre le module et sa valeur max pour chaque hauteur afin d'avoir une normalisation des mesures visant à une comparaison plus facile. Ces résultats sont présentés figure 4-8. On observe comme pour les deux figures précédentes une transition des valeurs du module et de la phase entre la valeur du verre, en surface, et la valeur du métal. L'augmentation de la distance sonde-échantillon lors de la mesure engendre un décalage de la transition observée vers les épaisseurs d'échantillons plus importantes. Pour une distance sonde échantillon de 5 μm , le milieu de la transition est atteint pour une épaisseur de matériau de 2 μm alors qu'il est atteint pour $\delta = 9 \mu\text{m}$ pour une distance sonde échantillon de 30 μm .

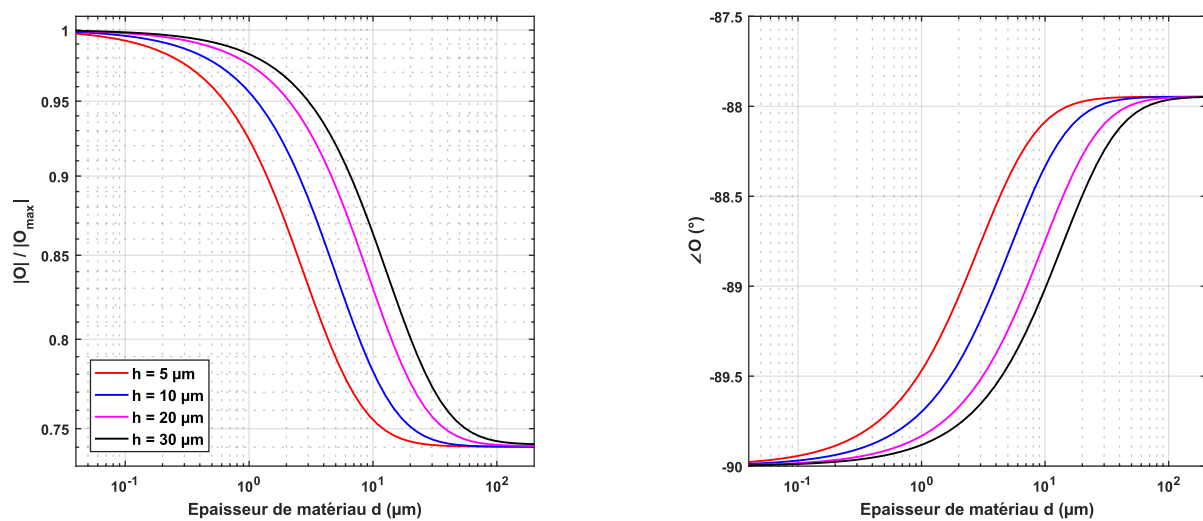


Figure 4-8 Influence de l'épaisseur du matériau en surface sur le champ calculé pour plusieurs distances sonde-échantillon

Ces résultats de modèle mettent en évidence la capacité d'identification d'un matériau enfouis ou de la couche mince en surface en fonction des paramètres utilisés.

7 - Comparaison entre le modèle pour des matériaux stratifiés et les mesures.

Afin de vérifier la concordance des tendances entre le calcul du modèle et nos mesures, ainsi que la capacité de notre banc expérimental à mesurer la couche mince en surface ou le matériau enfoui, des dépôts de SiO_2 sur Si ont été réalisés au sein de la centrale technologique de l'IES. Les mesures de ces échantillons sont réalisées en respectant les conditions expérimentales définies pour les mesures ponctuelles. Les trois échantillons étudiés ont des épaisseurs de SiO_2 de 70, 293 et 1200 nm déposés sur des substrats de Si identiques. Pour chaque échantillon, les mesures sont réalisées dix fois.

La figure 4-9 présente la moyenne les modules et les phases de ces mesures associées à la moyenne plus ou moins l'écart type, soit les limites assurant 95% des valeurs mesurées entre ces deux courbes, ainsi que les résultats obtenus pour le modèle. Les résultats mesurés pour le module et la phase en fonction de la distance sonde-échantillon, présentés figure 4-9-a, montrent une décroissance rapide du module avec l'augmentation de ce paramètre. Pour les

faibles distances, une différence notable entre les échantillons est visible avec une diminution du module lorsque l'épaisseur du dépôt augmente. Avec l'augmentation de la distance, les modules tendent vers une valeur unique. Les résultats observés sur la phase sont cohérents avec ceux discutés précédemment soit une phase quasi stable dans la première partie du graphe avant une décroissance rapide.

La figure 4-9-b présente les modules et les phases obtenus par le calcul du modèle pour nos trois épaisseurs de dépôts ainsi que pour les matériaux massifs. La figure 4-9-c présente des agrandissements des modules pour des distances sonde échantillon de $2\mu\text{m}$ et $20\mu\text{m}$. Pour des faibles hauteurs de mesures, plus l'épaisseur est faible plus le niveau mesuré est proche de celui du silicium. A contrario, plus le dépôt est épais, plus le module est proche de celui du SiO_2 . Lorsque la distance sonde échantillon augmente, tous les échantillons voient leurs niveaux tendre vers celui du silicium. Ces observations sont cohérentes avec nos mesures. En effet, on retrouve des niveaux plus importants à faible distance pour des dépôts fins et plus faibles pour des dépôts épais. La convergence des modules mesurés vers une unique valeur finale correspond à ce qui est observé pour le modèle à des distances sondes échantillons plus importantes. Pour la phase, des variations avec la hauteur de mesures sont observées. En effet, les résultats passent de la valeur du SiO_2 à celle du silicium, comme pour le module.

En fonction de l'épaisseur du dépôt, ces transitions se produisent pour des distances sondes échantillons plus ou moins importantes. Plus le dépôt est fin, plus la transition a lieu à des distances faibles. La comparaison avec les résultats de mesures ne permet pas d'identifier un tel phénomène sur nos mesures. A la vue de la variation obtenue à partir du modèle, qui est inférieure au degré, notre précision de mesure ne permet pas de distinguer ce changement.

8 - Conclusion

Avec notre modèle d'interaction dipôle – matériau en champ proche, nous avons pu mettre en évidence la capacité de notre banc expérimental à discriminer des matériaux massifs. Des comparaisons modèle-mesure montrent la nécessité d'ajuster les paramètres de calcul du modèle afin d'obtenir un bon accord entre les résultats. Ces ajustements ne sont dépendants que de la sonde utilisée et en aucun cas du matériau étudié.

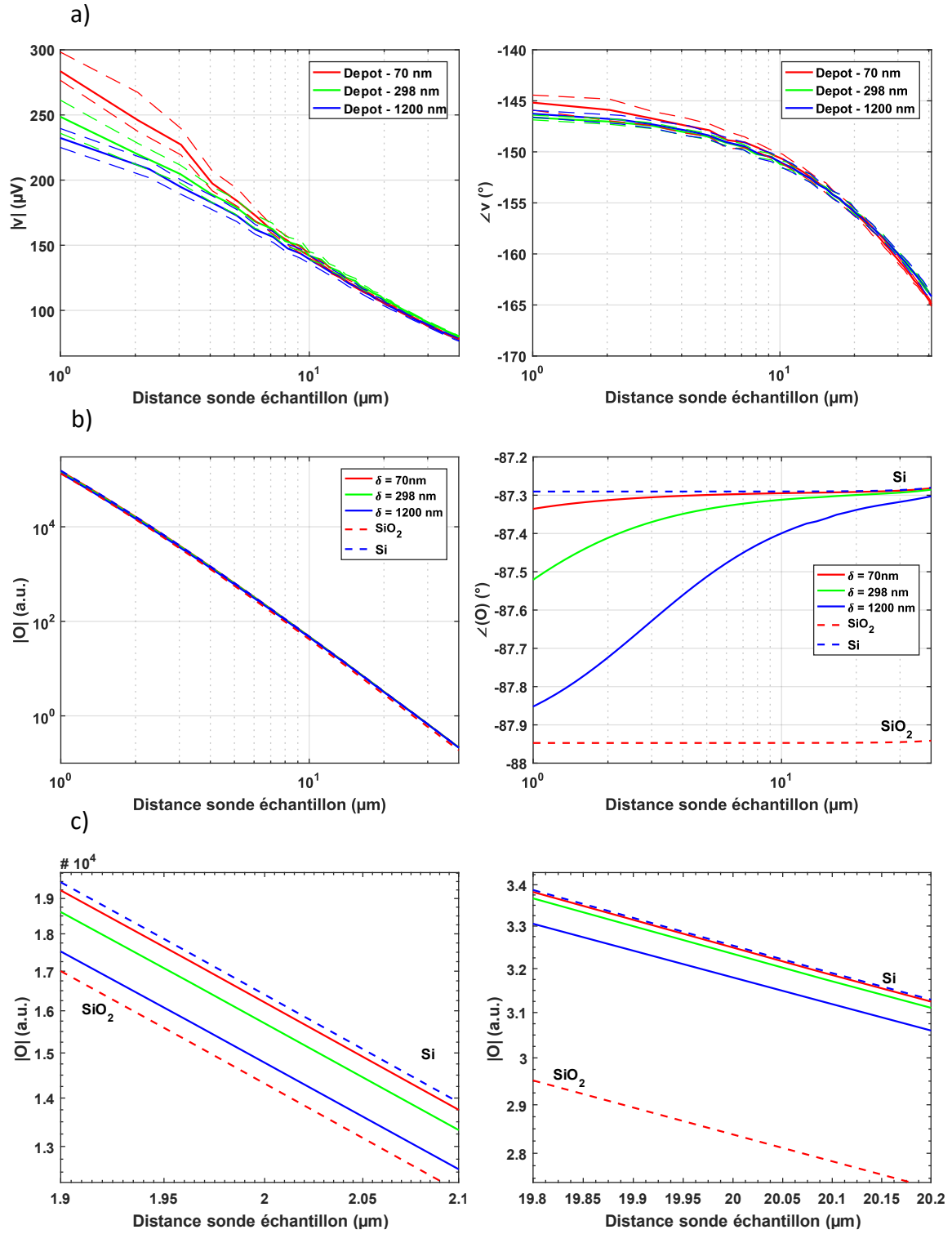


Figure 4-9 Comparaison entre les résultats de mesure et du modèle pour des substrats silicium avec des dépôts de SiO_2 d'épaisseurs différentes. a) Résultats de mesure b) Résultats du modèle c) Agrandissement du module obtenu via le modèle autour des distances sonde échantillon de 2 et 20 μm

Le calcul du modèle pour les matériaux stratifiés montre des variations liées aux matériaux enfouis et en surface en fonction des conditions de calcul du modèle. Nos mesures mettent en évidence la possibilité de détecter des matériaux enfouis, mais aussi de détecter les matériaux en surface. Avec une seule configuration de test, il est possible d'obtenir des informations sur la couche superficielle et la couche enterrée en jouant sur la hauteur de la mesure. La capacité de détection des matériaux subsurfaces dépend des caractéristiques de ces matériaux. Pour nos dépôts de SiO_2 sur silicium, nous sommes en mesure de détecter nos matériaux jusqu'à une épaisseur de la couche supérieure de 1200nm. En jouant sur les paramètres de mesure, nous sommes également en capacité d'obtenir des informations sur la couche mince. Dans le cas des dépôts de SiO_2 , une distance sonde échantillon faible et une épaisseur δ suffisante permettent d'obtenir une mesure de la tension complexe réfléchie et par conséquent une mesure des propriétés électriques du matériau.

Des études complémentaires pourraient être menées afin de statuer sur la profondeur maximale de détection en fonction des matériaux de surface et du contraste de réflectivité entre le matériau de surface et celui qui est enfoui.

Chapitre 5 - Imagerie

1 - Introduction.....	76
2 - Travail sur la résolution spatiale	77
a - Influence de l'espacement entre les pointes de la sonde	77
b - Influence des harmoniques	79
3 - Imagerie subsurface.....	83
4 - Conclusion	89

1 -Introduction

Un des objectifs de notre banc expérimental est la réalisation d'image de matériaux afin de détecter des défauts, tel que des fissures ou des non-homogénéités. Un avantage de notre technique est le côté non-destructif et non-invasif de nos mesures.

Cette application vise également à l'identification de structure de composants, que ces structures soient en surface ou enfouies sous d'autres couches. Ce dernier objectif semble atteignable à la vue des résultats des mesures présentés dans le chapitre précédent, qui sont en adéquation avec les résultats obtenus à partir de notre modèle. La réalisation d'images nécessite d'atteindre des résolutions spatiales importantes afin de détecter des éléments ou des défauts de petites tailles. Cette affirmation est d'autant plus vraie que la taille des circuits intégrés est de plus en plus petite. L'utilisation de nos sondes nous permet de focaliser le champ émis sur l'échantillon et l'utilisation du champ proche permet de dépasser la limite de diffraction d'Abbé qui limite la résolution.

Dans un premier temps, un travail sur la résolution spatiale atteignable avec notre banc expérimental, ainsi que les méthodes étudiées pour l'améliorer seront présentés. De plus, des résultats d'imageries subsurfaces réalisées sur une famille de composants industriels seront exposés.

2 - Travail sur la résolution spatiale

La résolution est un point crucial lors de la réalisation d'image. En effet, ce paramètre est déterminant pour la détection d'éléments de petites tailles. Notre objectif ici est d'améliorer au maximum la résolution de notre banc expérimental en jouant sur deux paramètres :

- L'espacement entre les pointes de nos sondes
- Le rang des harmoniques du signal réfléchi mesuré

a - Influence de l'espacement entre les pointes de la sonde

Le premier point étudié est directement lié à la résolution spatiale de notre sonde. En effet, plus l'écart entre les pointes de la sonde diminue, plus le champ émis est focalisé. Cependant, plus le signal est focalisé, moins le niveau mesuré est important. Ainsi, il semble falloir trouver un compromis entre une distance entre les pâles de la sonde permettant d'atteindre des résolutions importantes et un niveau de signal suffisant.

Afin de vérifier nos hypothèses, deux mesures ont été réalisées dans des conditions identiques respectant celles définies dans le chapitre 3 pour la réalisation d'images. La première mesure est faite avec une sonde ayant un écart entre ses pâles de 25 μm tandis que la seconde est obtenue à l'aide d'une sonde dont l'écart entre ses pointes est de 10 μm . Des photographies de ces sondes sont présentées figure 5-1.

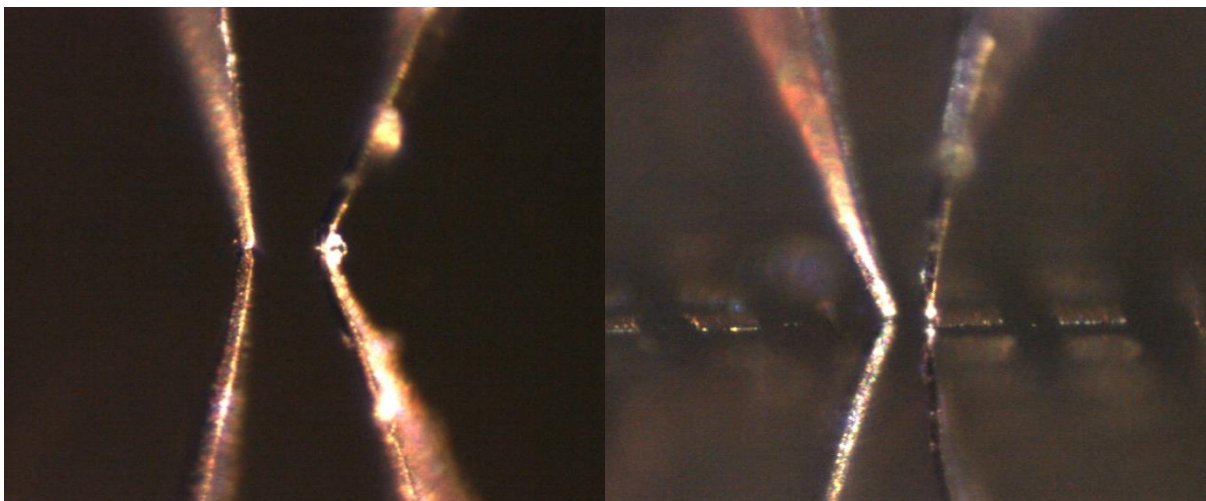


Figure 5-1 Image des sondes avec à droite la sonde étroite et à gauche la sonde large.

Le module et la phase de la tension complexe réfléchie mesurés à partir de ces deux sondes sont présentés figure 5-2. Lors de son parcours, la sonde va se déplacer en passant au-dessus d'un substrat silicium puis d'une métallisation. Cette transition entre les deux matériaux composant l'échantillon devrait nous permettre de voir l'impact de nos sondes sur la résolution spatiale.

Dans les deux cas, le module observé augmente, passant d'un niveau équivalent à celui du substrat à un niveau correspondant à celui du métal. Dans le cas de la phase, la transition observée est plutôt évidente pour la sonde avec un écart entre les pointes large. Cependant, la transition pour un écart entre les pâles faible ne conduit pas à une distinction nette des matériaux. En comparant les modules obtenus pour les deux sondes, on note une transition avec une pente plus forte pour la sonde large par rapport à la sonde étroite. Cependant, cette amélioration n'est pas significative et ne permet pas de montrer une amélioration de la résolution spatiale pour une diminution de l'espacement entre les pointes des sondes de 15 μm . Pour la phase, il semble que la réduction de la distance entre les pâles influe sur la distinction des matériaux et donc sur la résolution. Ces variations peuvent être liées au niveau global mesuré, qui est plus faible pour la sonde étroite.

Ce jeu de données ne permet pas de statuer sur une amélioration de la résolution en fonction de la distance entre les pâles de nos sondes. Une réduction de 15 μm de la distance entre les pâles ne permet pas d'avoir une amélioration nette de la résolution spatiale. Notre procédé de fabrication ne nous permet pas de produire des sondes à très faible espacement entre pâles. Ainsi, ce paramètre ne sera pas étudié plus précisément.

Afin de statuer sur leur impact, il faudrait réaliser des simulations électromagnétiques de nos sondes. Cependant pour que ces simulations aient un sens il faudrait simuler la sonde, non pas seule, comme nous l'avons déjà fait, mais en situation de couplage et en respectant notre mode opératoire, c'est-à-dire en incorporant une vibration du matériau à imager, ce qui, à notre connaissance, est loin d'être trivial. Il nous semble que la priorité sera plutôt d'améliorer notre procédé de fabrication de nos sondes pour être capable de réduire cet espacement. Là encore, sa mise en place ne serait pas évidente en raison de la taille de nos sondes et des matériaux que nous utilisons. Nous écartons, pour le moment, l'idée d'une étude électromagnétique et d'une fabrication industrielle de nos sondes.

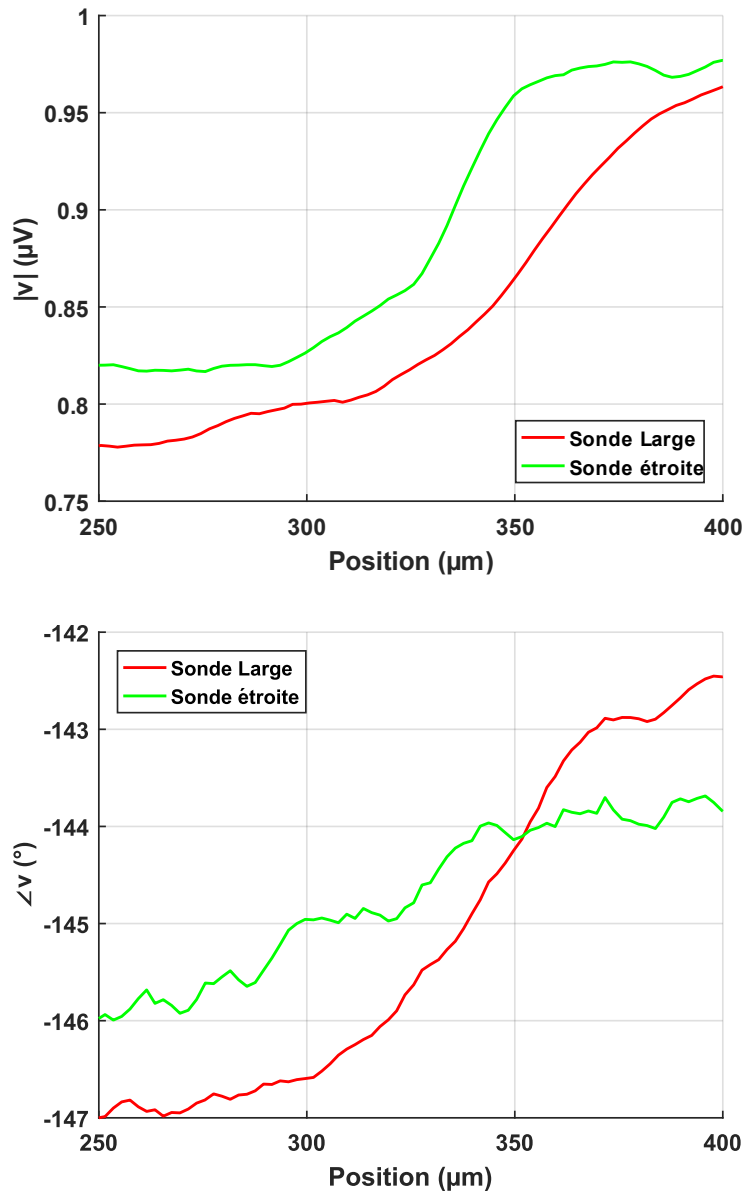


Figure 5-2 Influence de l'espacement entre les pointes de la sonde sur le module et la phase de la tension réfléchie mesurée

b - Influence des harmoniques

Le second axe visant à améliorer la résolution est le choix des harmoniques mesurés. En effet, on s'attend à ce que les harmoniques de rang plus élevés permettent une meilleure résolution spatiale en rejetant plus efficacement les fréquences spatiales les plus basses [4], [50]. La détection aux ordres supérieurs permet de mieux exacerber le champ proche, on est donc plus sensible aux ondes évanescentes, qui permettent de mieux discerner les petits détails associés aux fréquences spatiales les plus élevées de la structure qui est imagée, comme cela a été introduit dans le chapitre 2. Ces composantes spectrales d'ordres supérieurs

apparaissent car le champ réfléchi par le matériau évolue de manière non-linéaire avec la distance sonde-échantillon que l'on fait varier à une fréquence de modulation Ω .

Afin de vérifier que le rang d'harmonique améliore la résolution, un travail, réalisé au cours d'une thèse précédente de l'équipe, avait permis d'atteindre une résolution d'environ $3\ \mu\text{m}$ [51]. La figure 5-3 présente ces résultats. Les mesures sont des cartographies d'une antenne bow-tie en or déposée sur un wafer de silicium. Une image optique de l'échantillon est présentée figure 5-3-d). L'espace entre les deux triangles est de $5\ \mu\text{m}$. Les figures 5-3-a), 5-3-b) et 5-3-c) présente les images obtenues pour les harmoniques 1, 2 et 3 avec des pas respectifs de $5\ \mu\text{m}$, $5\ \mu\text{m}$ et $2\ \mu\text{m}$. Lorsque le rang d'harmonique augmente, une amélioration de la résolution est fortement visible démontrant qu'un harmonique plus élevé permet une meilleure résolution spatiale en rejetant plus efficacement les fréquences spatiales les plus basses. Elle atteint $3\ \mu\text{m}$, soit une résolution de $\lambda/2500$ lors d'une mesure à l'harmonique 3.

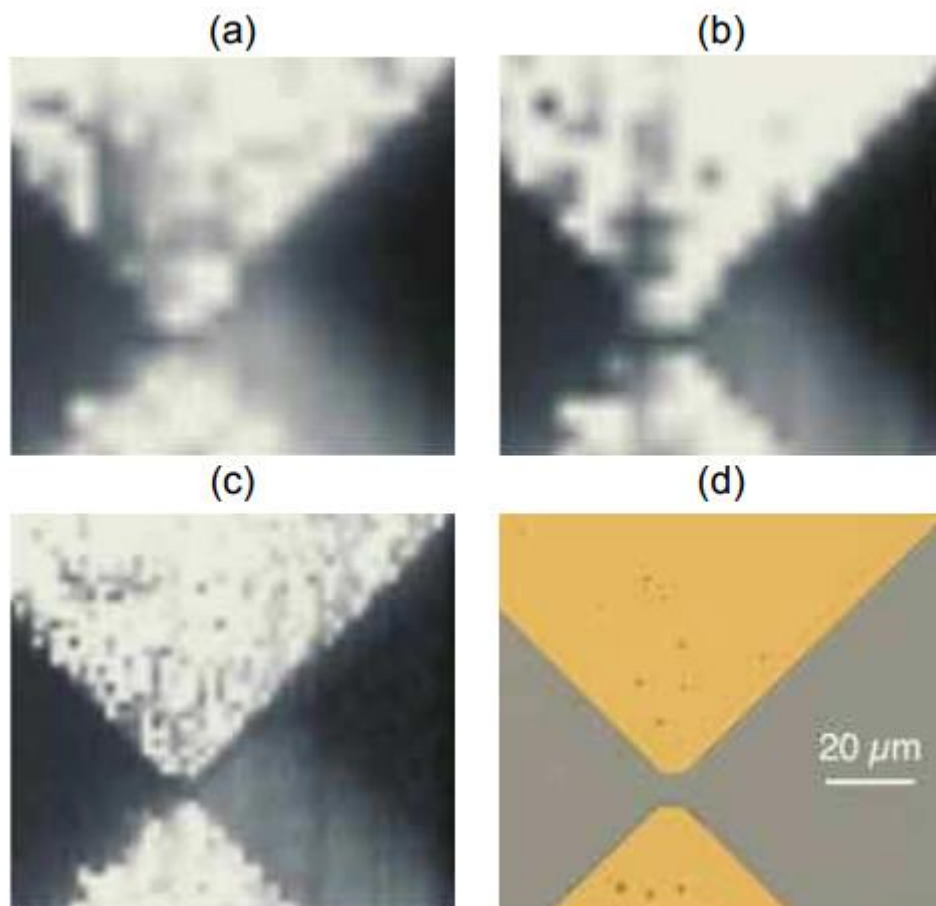


Figure 5-3 Image d'une sonde bow-tie en or déposée sur du silicium en fonction du rang harmonique de la détection synchrone. a) Image à f , b) Image à $2f$ et c) Image à $3f$. d) Image optique de l'échantillon.

Afin de vérifier l'impact des harmoniques sur la résolution spatiale et de voir si nos paramètres de mesures permettent une amélioration sur ce point, des mesures ont été réalisées à l'harmonique 1 avec une modulation sinusoïdale et à l'harmonique 3 avec une modulation carrée. Le changement de la forme d'onde du modulant est nécessaire afin de mesurer un niveau de signal suffisant comme cela a été introduit dans le chapitre 3 - 6 partie e). En effet, seul l'harmonique 3 obtenu avec un signal modulant carré permet d'avoir un signal réfléchi exploitable. Les mesures sont réalisées en respectant les conditions expérimentales pour l'imagerie, définies dans le chapitre 3.

L'échantillon est un substrat de silicium sur lequel des dépôts métalliques ont été réalisés. La figure 5-4 présente une image optique de ce dernier. Lors de la réalisation de la mesure, la sonde passe au-dessus de deux traits métalliques d'épaisseur 5 μm et de deux carrés de 40 μm de côté. L'espacement entre les carrés est de 20 μm tandis que celui entre les traits et les carrés est de 40 μm à droite et de 30 μm à gauche.

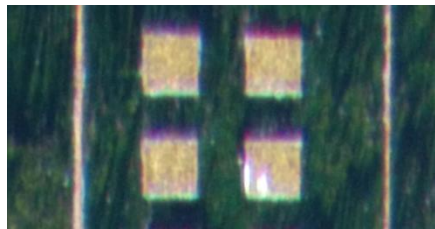


Figure 5-4 Image optique du wafer de silicium, avec des dépôts métalliques, mesurée en fonction des harmoniques

Les modules et les phases des tensions complexes obtenue pour ces deux mesures sont présentés figure 5-5. Les valeurs de modules ont été normalisées. Le module à l'harmonique 1 présente deux pics, situés à des positions de 90 et 400 μm , pouvant correspondre par leurs largeurs et leurs emplacements aux deux traits métalliques présents sur l'échantillon. Cependant, les deux carrés situés entre ces deux traits ne sont pas visibles sur ces résultats.

L'observation de la phase conduit à une conclusion similaire. La détection de motif de faible largeur pose question car les carrés, plus larges, ne sont pas visibles sur ces résultats. Intuitivement, nous nous attendions à détecter les gros motifs plus facilement que les petits.

Actuellement, aucune explication ne nous permet de comprendre ces résultats. En revanche, lorsque le rang d'harmonique augmente, la forme de la structure est visible, tant sur le module que sur la phase. La taille des éléments métalliques est plus importante sur nos mesures que sur les valeurs obtenues à partir de l'image optique mais reste tout de même cohérente. En raison de la dimension de la sonde, celle-ci mesure une zone de l'échantillon conduisant à un

niveau global lié au matériau équivalent vu par la sonde. Ce point explique la forme plus évasée de nos mesures et donc la différence de largeur observée.

Ces mesures à l'harmonique trois montrent qu'une résolution de $5\mu\text{m}$ est atteinte car on distingue clairement les deux traits d'or. Ainsi, la résolution atteinte lors de précédents travaux est vérifiée. La structure étudiée ne permet pas une mesure de la résolution minimale mais nous pouvons nous attendre à des résolutions latérales optimales de l'ordre du micromètre car il est possible de distinguer des motifs d'une largeur de $5\mu\text{m}$.

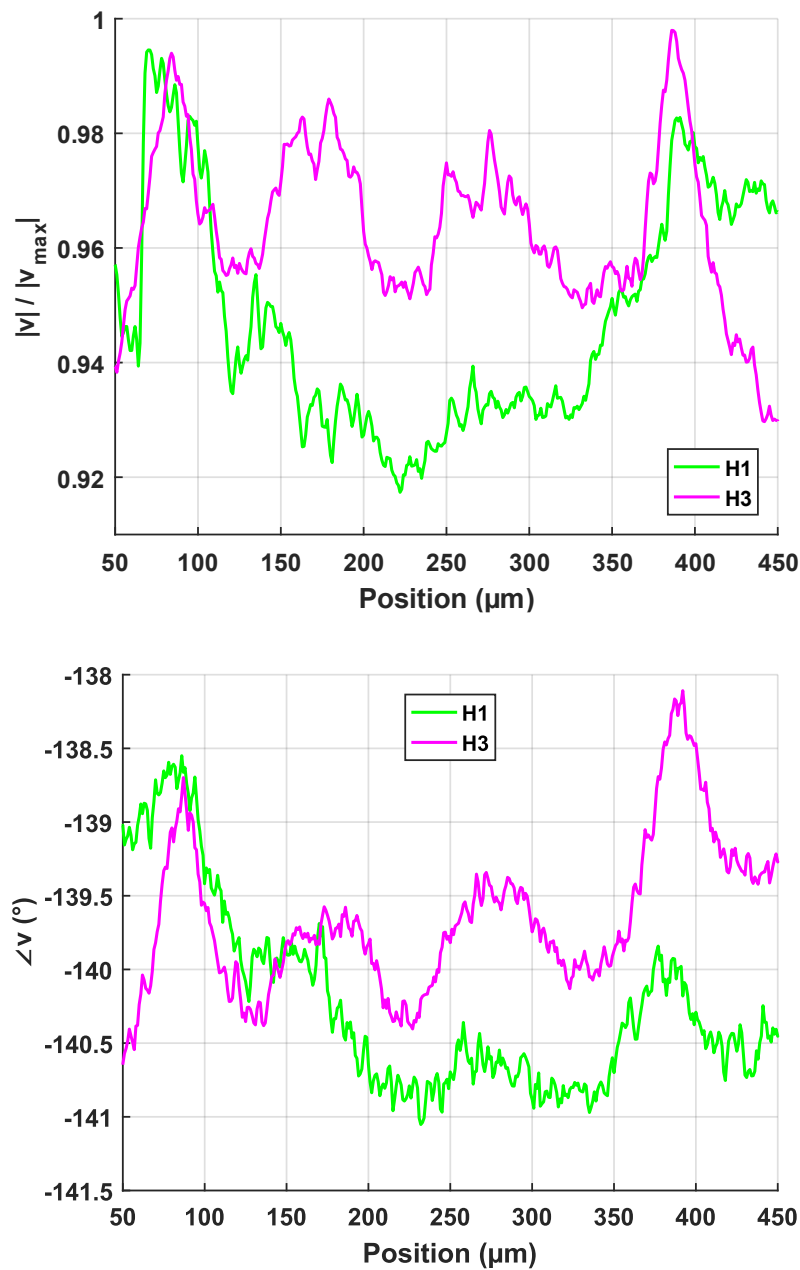


Figure 5-5 Influence du rang d'harmonique sur la résolution du module et de la phase

3 - Imagerie subsurface

En raison de la transparence de nombreux matériaux dans le domaine des ondes millimétriques, et notamment des plastiques, et des résultats mis en évidence au chapitre précédent sur la capacité du banc à détecter un substrat silicium recouvert de dépôt de SiO_2 , nous espérons pouvoir réaliser une image de la structure interne d'un composant recouvert de son boîtier.

Nous avons choisi d'étudier le composant GS66508P de chez GaN Systems. Cette puce est utilisée pour des applications de haute puissance. Des collègues de l'équipe RADIAC, ont exprimé le besoin d'imager la structure enterrée de ce composant afin de pouvoir réaliser des injections laser au-dessus de points précis de la structure interne de la puce. Ce positionnement est classiquement effectué à partir d'une imagerie aux rayons X. Notre méthode serait une alternative, moins couteuse et surtout non invasive de localiser ces structures.

La figure 5-6 présente une image optique du composant, une image en situation de mesure, ainsi qu'un schéma de sa structure interne. Sous une couche de résine d'environ $13\mu\text{m}$, un serpentin en résine sépare deux plaques de métal. Cette structure interne est visible sur les figures 5-8 et 5-9 où des résultats, qui seront discutés plus tard, sont superposés à une image aux rayons X de ce composant. La résine est présentée en gris clair et le métal en gris foncé. Les plots observés au-dessus de la structure en serpentin sont situés plus en profondeur et ne seront pas visibles lors de nos mesures.

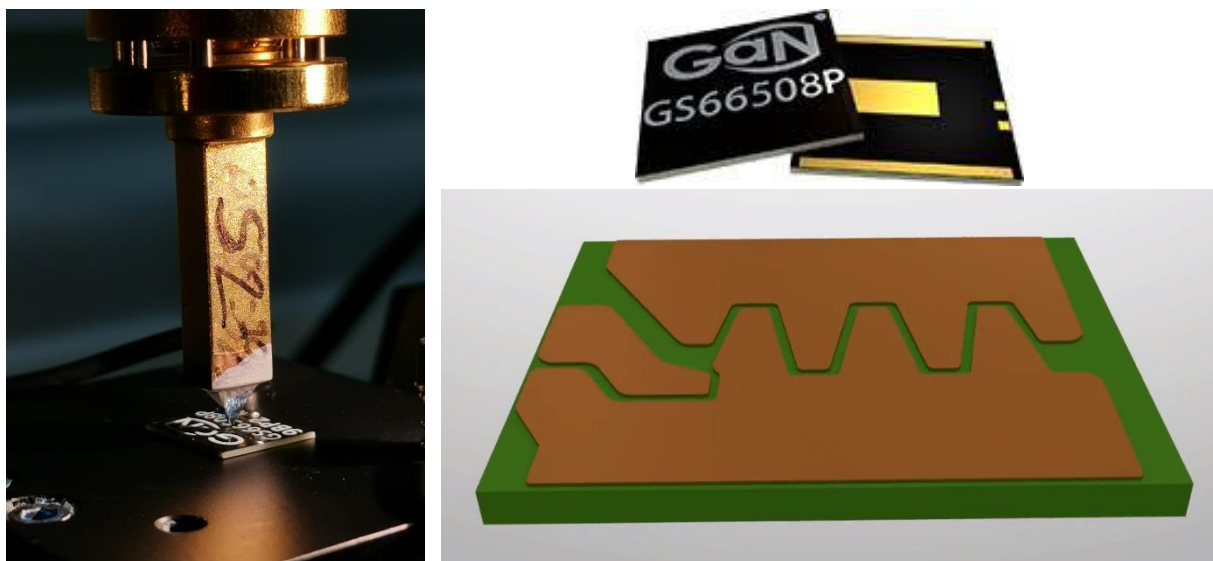


Figure 5-6 A gauche : Composant sous la sonde, en haut à droite : composant, en bas à droite : structure interne du composant

Avant de réaliser des mesures de la structure interne de ce composant, des courbes d'éloignements ont été réalisées en face arrière afin de mesurer les valeurs de la tension réfléchie pour les matériaux massifs (résine et métal) qui composent ce composant.

La figure 5-7 présente le module et la phase de la tension réfléchie mesurée en fonction de la distance sonde échantillon. Cette distance varie de 1 à 100 μm au-dessus de la résine et du métal à l'arrière de la puce. Le module mesuré est décroissant pour les deux matériaux. Celui observé pour le métal est supérieur à celui mesuré pour la résine. Cette observation est cohérente avec les permittivités complexes de ces matériaux qui donnent une réflectivité plus forte pour le métal conduisant à un niveau de son module supérieur. La décroissance observée est classique dans la zone de champ proche. La phase est quasi constante jusqu'à une distance sonde échantillon d'environ 20 μm . Au-delà de cette distance, le phase de la résine commence à décroître tandis que celle du métal reste quasi constante. Cette décroissance est la prémisse de la rotation de phase, que l'on a pu observer à l'aide du modèle dans le chapitre 4, liée au passage de la zone de champ proche à la zone de champ lointain. Pour des distances sonde échantillon comprises dans la zone de champ proche, la phase n'est que peu affectée par l'augmentation de la hauteur de mesure.

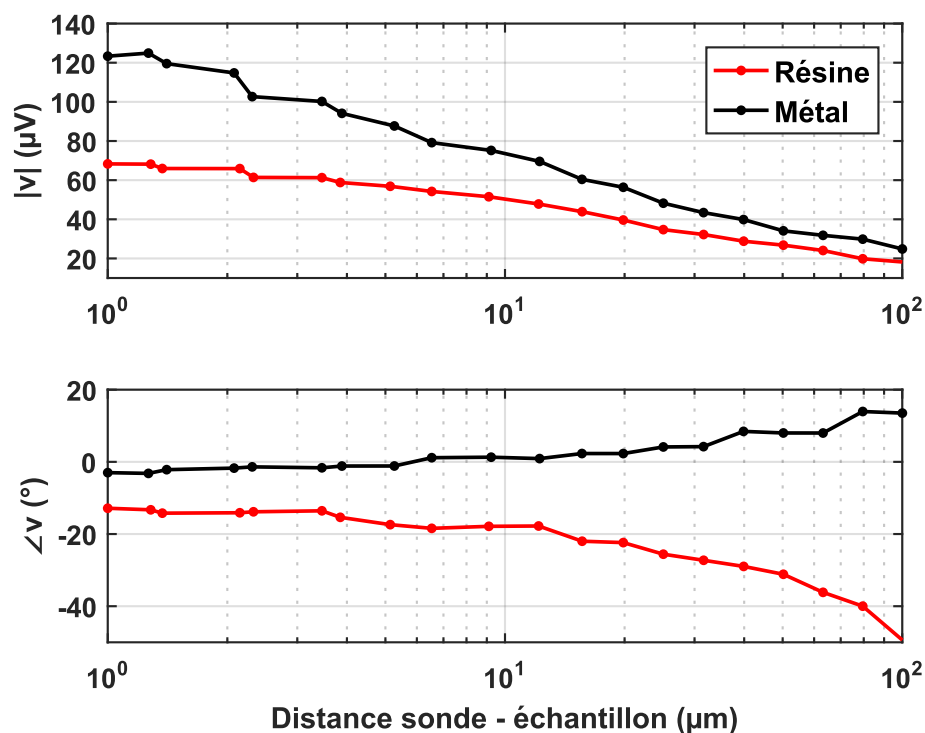


Figure 5-7 Module et phase des courbes d'éloignements sur les matériaux constituant le composant

A la vue de ces courbes d'éloignement il semble cohérent de réaliser nos mesures à une distance sonde échantillon de l'ordre de 10 μm . En effet, à cette distance, discriminer les deux matériaux composants la puce est possible avec des différences significatives d'environ 24 μV sur le module et de 19° sur la phase. Ces différences de valeurs entre les matériaux sont primordiales car la tension mesurée pour le métal sous la couche de résine sera impactée par cette dernière conduisant à des différences plus faibles lors de leur comparaison. Cependant, le faible impact de la hauteur de mesure sur la phase est un atout important permettant une identification plus fine de la structure interne du composant. Cette observation met en avant la nécessité d'observer la phase et le module afin d'avoir une identification fiable de la structure.

Sur la face avant du composant, une image en module, présenté figure 5-8 et des profils, présentés figure 5-9, ont été réalisés au fondamental. L'objectif de cette étude est de tester la capacité de notre banc expérimental à identifier la structure interne du composant. Afin de réaliser un profil, nous réalisons deux « zéros » pour contrôler la distance sonde échantillon aux extrémités. Entre ces deux points, une régression linéaire est réalisée afin de compenser une éventuelle différence d'altitude liée à une planéité imparfaite du composant. Dans le cas des images, nous réalisons trois « zéros » puis nous calculons le plan contenant ces trois points afin de corriger la distance sonde échantillon et ainsi limiter l'effet de la non-planéité du composant sur la mesure. Cependant, cette correction n'est pas parfaite car elle ne permet pas de compenser les défauts de planétés locaux du composant. Toutes ces corrections sont incluses dans l'automatisation du banc expérimental qui vise à réduire le temps des mesures et à réduire les erreurs de l'expérimentateur et assurer des mesures fiables.

Ces figures présentent uniquement le module des tensions mesurées superposé à une image aux rayons X du composant pour faciliter la comparaison. L'image est réalisée sur une zone de 3.2 x 0.5 mm. Les résultats montrent des variations en fonction du matériau observé. En effet, les zones métalliques, recouvertes de résine, donnent une tension complexe plus importante que les mesures au-dessus de la résine. La concordance entre cette mesure et l'image RX est très bonne. Plus la zone métallique est large, plus les valeurs mesurées tendent vers la valeur liée à la réflectivité de ce matériau. L'impact de la sonde, qui observe une zone composée de plusieurs matériaux, est visible. La valeur mesurée est relative à un matériau équivalent dont la valeur varie en fonction de la proportion de métal et de résine observée.

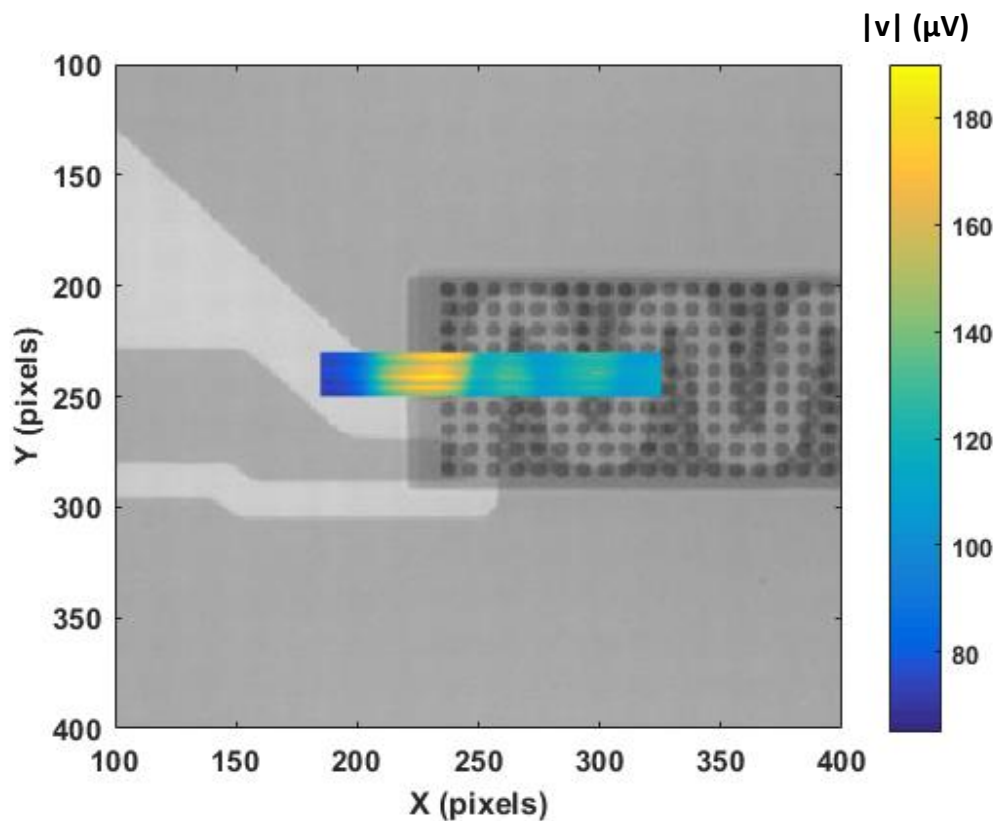


Figure 5-8 Image en module (μV) réalisée au dessus du composant superposée avec une image réalisée au rayon X

Les profils sont réalisés à deux endroits du composant. Le profil 1 est mesuré au-dessus de la structure interne du composant tandis que le profil 2 est réalisé dans une zone où le métal est recouvert par la résine sans variation interne. Ces profils sont mesurés sur une distance de 8 mm avec un pas de mesure de $5 \mu m$. Tout comme pour l'image, des variations sont visibles au-dessus de la structure en serpentin de la puce. L'évolution du module correspond à la structure avec des niveaux qui varient parfois faiblement en raison de l'intégration d'une zone de l'échantillon lors de la mesure par la sonde conduisant à l'observation d'un matériau équivalent. A contrario, sur la zone de métal recouvert de résine, on n'observe que de légères variations pouvant être attribuées à la planéité imparfaite du composant.

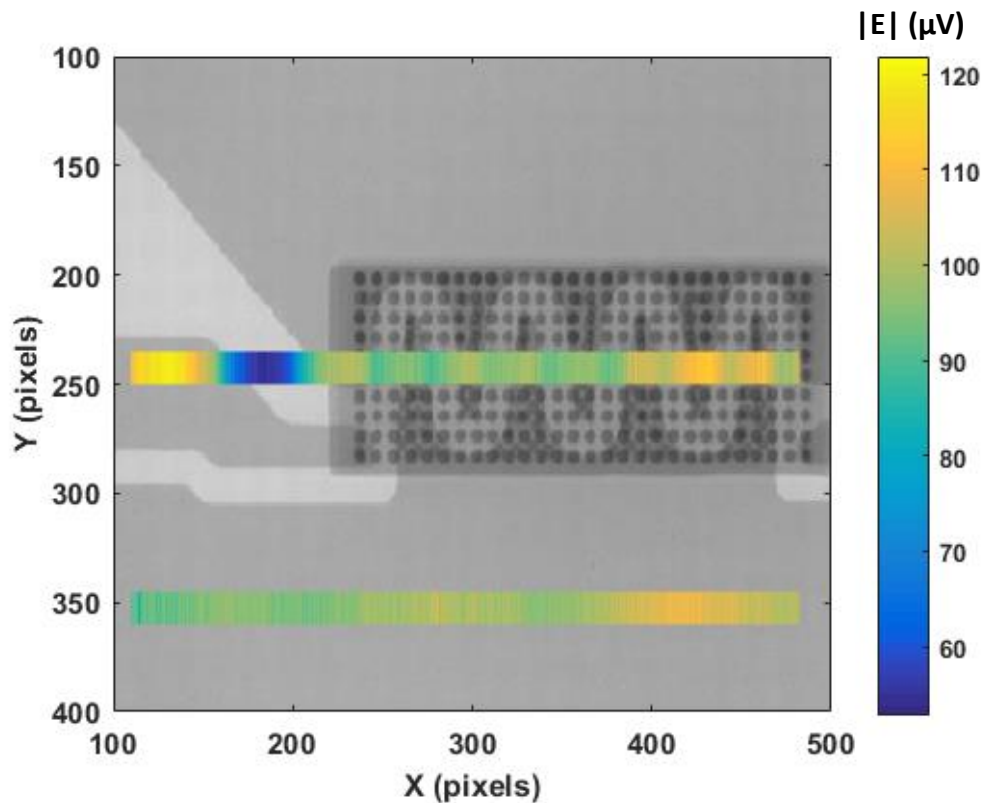


Figure 5-9 Profils en module (μV) réalisés à deux endroits du composant superposés avec une image réalisée au rayon X.

Afin de confirmer que nos mesures nous informent bien sur le composant et non sur des variations d'altitudes en surface de ce dernier, les modules et les phase des profils sont présentés figure 5-10. Nous nous intéressons ici à la zone au-dessus du serpentín de résine séparant les deux plaques de métal d'où le fait que les deux premiers millimètres soient coupés sur cette figure.

Les niveaux moyens obtenues pour les deux profils sont comparables. Le profil 2 montre des variations lentes de son module et de sa phase pouvant être liées à la planéité du composant. Ce dernier point entraîne des variations de la distance sonde échantillon conduisant aux variations observées. Si l'on compare les niveaux moyens de la phase sur les deux profils, les allures observées sont identiques.

En plus de ces variations lentes du module et de la phase, le profil 1 présente des variations plus rapides. Huit variations sur le module et sur la phase sont visibles. Elles correspondent aux huit parties métalliques parcourues lors de la réalisation du profil. Ces variations sont liées à la structure interne de notre composant. En effet, comme vu précédemment, la phase n'est que peu impactée par des changements de distance entre la sonde et l'échantillon.

Ainsi, nous pouvons supposer que nos mesures permettent l'identification de la structure interne du composant. Cette observation est également confirmée par la comparaison entre nos résultats et l'image au rayon X du composant. De plus, si on considère des variations d'altitude, de la résine en surface, de l'ordre de quelques μm , les variations du module sont supérieures à celles observées sur les courbes d'éloignements. Cette observation prouve la capacité de notre banc expérimental en champ proche à réaliser des images subsurfaces de composants.

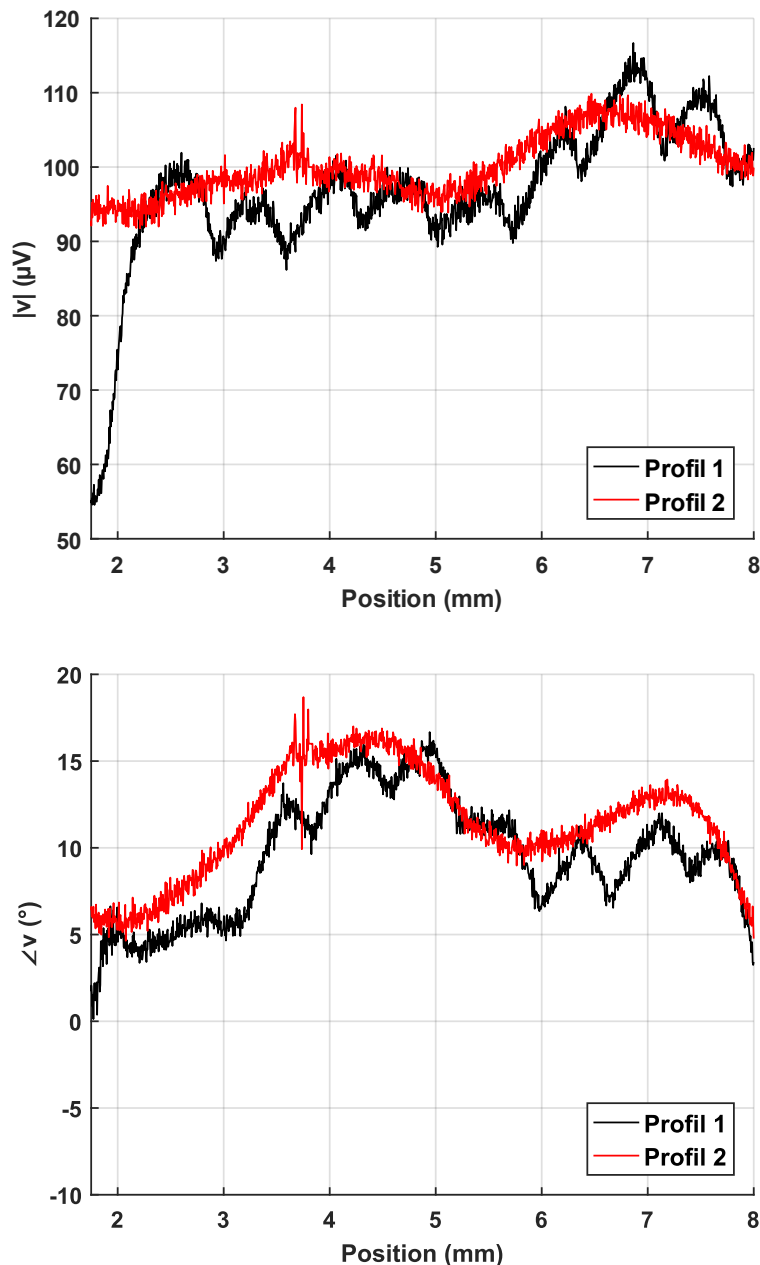


Figure 5-10 Profil au dessus du composant. Le profil 1 est réalisé au dessus de la structure interne tandis que le second profil est réalisé au dessus de métal recouvert de résine.

La valeur mesurée par nos sondes correspond à un matériau équivalent observé par cette dernière. En effet, du fait de sa taille, la sonde mesure une zone du matériau dont la proportion de métal et de résine fluctue. Cette observation explique pourquoi les contrastes entre les modules et les phases correspondant au métal et ceux observés pour la résine sont faibles. Actuellement, la profondeur maximale de mesure n'a pas été identifiée. Cette dernière dépend des propriétés du matériau en surface et de son épaisseur ainsi que de la différence de permittivité entre les matériaux enfouis et en surface. Ainsi, on observera mieux un métal recouvert d'un matériau transparent à nos fréquences. A contrario, le fort pouvoir réflecteur du métal nous empêchera d'aller voir plus en profondeur dans la structure d'un composant. En effet, le champ électromagnétique émis pénètre dans le métal jusqu'à une épaisseur d'environ 300 nm, correspondant à l'épaisseur de peau dans le métal à nos fréquences.

4 - Conclusion

Au travers du travail présenté dans ce chapitre, l'amélioration de la résolution en fonction de l'écart entre les pointes de nos sondes n'est pas visible. Une augmentation de l'espacement entre les pointes de nos sondes de 15 μm ne permet pas d'observer un effet notable sur la tension complexe mesurée. Une amélioration est tout de même visible mais celle-ci n'est pas significative. Il faudrait probablement un espacement entre les pointes plus faible que ce que nous pouvons fabriquer. Cependant, une amélioration de la résolution est observable lorsque le rang d'harmonique mesuré augmente. Une résolution de 5 μm est atteinte à l'harmonique 3 pour une fréquence de 59 GHz. Cette observation est cohérente avec la résolution observée lors des mesures réalisées lors de travaux antérieurs.

De plus, notre banc expérimental a prouvé sa capacité à réaliser des images de structures enterrées sous une épaisseur de résine de 13 μm . L'observation subsurface reste conditionnée à la nature du matériau en surface et de celui enfoui. L'épaisseur du matériau couvrant la structure influe également sur les résultats. Un travail sur la profondeur maximale atteignable en fonction des matériaux composant une structure pourrait être réalisé.

Chapitre 6 - Calibration des mesures

1 -	Introduction.....	90
2 -	Matériaux étudiés.....	91
3 -	Première procédure de calibration	95
4 -	Seconde procédure de calibration	98
5 -	Comparaison des résultats entre les deux calibrations.....	104
6 -	Mesure sur des échantillons d'Arséniure de Gallium dopés	105
7 -	Conclusion	107

1 -Introduction

Lors d'une mesure avec notre banc expérimental, nous obtenons, après le traitement des données, une tension complexe liée à la réflectivité du matériau étudié. Notre objectif est de mesurer le coefficient de réflexion de l'échantillon testé pour extraire des valeurs quantitatives locales de constantes diélectriques ou de conductivité. Ainsi, pour passer de la tension complexe au coefficient de réflexion, deux procédures de calibration ont été proposées. Elles visent à obtenir les constantes des matériaux tout en gommant l'impact de nos sondes sur les mesures. En effet le procédé de fabrication développé au laboratoire, ne nous permet pas d'obtenir une bonne répétabilité lors de la fabrication des sondes réalisées. Ceci empêche, de comparer les résultats obtenus avec deux sondes différentes.

Au travers des procédures de calibration, nous cherchons également à compenser les imperfections qui affectent nos tensions complexes et ainsi rapprocher au maximum les valeurs mesurées à l'aide de notre banc expérimental des valeurs des coefficients de réflexions propres aux matériaux. Ce coefficient dépend des constantes diélectriques des matériaux.

Une première partie présente les matériaux qui sont étudiés dans ce chapitre. Une seconde décrit les deux procédures de calibration et leurs résultats avant de les comparer. Enfin, afin de conclure sur la capacité de notre banc à discriminer et identifier les matériaux avec

plusieurs sondes, une étude de matériaux semi-conducteurs, de dopage différent, sera présentée.

2 - Matériaux étudiés

Afin de pouvoir vérifier les coefficients de réflexion obtenus suite à l'application de nos procédures de calibration, des matériaux de permittivité connue sont nécessaires. Ces valeurs de références seront comparées aux valeurs des parties réelles et imaginaires mesurées. Nous avons choisi de n'utiliser que des matériaux massifs dont l'épaisseur nous assure une mesure fiable afin d'avoir une analyse précise de l'impact de nos procédures de calibration sur les résultats.

Le coefficient de réflexion d'un matériau est relié à sa constante diélectrique par la relation 6.1 :

$$\Gamma = \frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 1} \quad (6.1)$$

Avec Γ le coefficient de réflexion complexe et ε la permittivité complexe.

Les miroirs d'or et d'argent, déjà introduits dans les chapitres précédents seront étudiés en raison de leurs propriétés bien connues. Ces échantillons, de chez Edmund Optics, ont une surface ultra plate ($\lambda/20$ dans la gamme de longueur d'onde 0.7 – 10 μm) recouverte par quelques nanomètres d'une couche protectrice de diélectrique. Ces miroirs présentent une réflectivité en champ lointain $\approx 97\%$ dans le moyen infrarouge. Cette valeur est également attendue dans l'infrarouge lointain et les ondes millimétriques car l'or et l'argent sont homogènes et bien connus à ces fréquences.

L'idéal aurait été de connaître les valeurs des permittivités des matériaux autour de 60 GHz. Cependant, les valeurs fournies par les fabricants de matériaux sont extraites à basses fréquences mais malheureusement pas dans la bande des fréquences millimétriques.

Afin d'obtenir des valeurs de permittivité aux alentours de 60 GHz, nous sommes rentrés en contact avec Mr Frédéric Garet, professeur d'université au laboratoire IMEP-LAHC de Chambéry. Nous avons convenu de plusieurs types de matériaux, qui ont été mesurés à l'IMEP-LAHC, afin d'avoir des valeurs de référence de permittivité complexe pour ces échantillons.

La mesure des permittivités complexes de ces matériaux est réalisée en utilisant un banc de spectroscopie térahertz en transmission dans le domaine temporel permettant une mesure sur la bande 100 GHz – 4 THz [52]. Afin d’obtenir les valeurs à 60 GHz, une extrapolation de ces résultats est réalisée. Cette opération ajoute une incertitude sur le résultat. De plus, en fonction des matériaux et de leurs épaisseurs, les résultats obtenus présentent des erreurs plus ou moins importantes liées à la méthode de mesure de spectroscopie en transmission. Ainsi, ces valeurs qui serviront de référence par la suite sont entachées d’erreur que nous ne pouvons pas précisément quantifier.

Nous allons surtout nous attacher à proposer des méthodes de calibration visant à permettre l’obtention des valeurs des constantes diélectriques des matériaux. Si nous parvenons dans la suite des travaux à obtenir des données d’entrées plus fiables nous pensons que la précision de nos résultats n’en sera que meilleure. Les échantillons sont principalement des diélectriques avec quelques semiconducteurs dont les informations sont regroupées dans le tableau 6-1. L’état de surface du plastique inconnu et de l’isoflon ne sont pas parfaits et risquent d’avoir un impact sur les résultats que nous allons mesurer.

Tableau 6-1 Propriétés de nos matériaux

Échantillon	Permittivité mesurée par spectroscopie THz	Épaisseur (mm)
Quartz	4.44 – i 6.45	4.96
Si- haute résistivité	11.7 – i 0.07	1
Si – faible résistivité	11.2 + i 3.18	0.28
ZnSe	8.9 – i 0.01	2.525
Verre	6.59 – i 0.77	0.98
Plexiglass GS umbra 802	2.62 – i 0.04	2.9
Plastique inconnu	2.87 – i 0.01	10.22
Isoflon	2.4 – i 0.09	1.99

En complément de ces matériaux, des wafers de silicium de résistivités et d’épaisseurs différentes ont été mis à notre disposition par des collègues de l’IES. Le tableau 6-2 donne les résistivités et les épaisseurs de ces substrats.

Tableau 6-2 Information sur les échantillons de silicium

Échantillon	ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Épaisseur
Si type N	1-5	Inconnue
Si type P	1-2	Inconnue
Si2	0.01-0.02	$150 \pm 25 \mu\text{m}$
Si3	0.001-0.005	$250 \pm 15 \mu\text{m}$
Si4	0.01-0.025	$250 - 300 \mu\text{m}$

Afin de déterminer la permittivité de ces semi-conducteurs, à partir de leur résistivité, le modèle de Drude est utilisé. Ce modèle [53] traite les porteurs libres dans un solide comme des charges ponctuelles classiques soumises à des collisions aléatoires. L'amortissement des collisions est considéré indépendant de l'énergie des porteurs. L'interaction linéaire entre un milieu isotrope et un rayonnement électromagnétique est, en général, décrite par une constante diélectrique complexe ε dépendant de la fréquence. Cette grandeur peut donc être exprimée comme suit :

$$\varepsilon = \varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_p^2}{\omega(\omega + i\Gamma)} \quad (6.2)$$

Avec ε_{∞} la permittivité du matériau intrinsèque, $\Gamma = 1/\tau$ le taux d'amortissement et τ le temps de collision moyen. La fréquence angulaire de plasma ω_p est définie par l'équation suivante : $\omega_p^2 = Ne^2/\varepsilon_0 m$ avec N la densité de porteur, e la charge électronique, ε_0 la permittivité en espace libre et m la masse des porteurs.

Dans [53], des valeurs utilisées dans l'équation 6.2 sont fournies. La fréquence plasma et le taux d'amortissement sont donnés pour un silicium dopé N et un dopé P, pour deux résistivités. Afin de déterminer les constantes en lien avec nos matériaux, une régression linéaire, basée sur ces deux points, permet d'extraire les valeurs des niveaux de dopages correspondant à ceux de nos échantillons. Cette procédure engendre peu d'erreur car les valeurs de résistivités de nos matériaux restent proche de celles exprimées dans l'article.

La figure 6-1 présente les résultats obtenus à partir du modèle de Drude couvrant la gamme de résistivité de nos échantillons, exprimés dans le tableau 6-2. Les tracés présentent les parties réelles et imaginaires d'échantillons de silicium de type N (à gauche) et de type P (à droite) en fonction de la fréquence. Pour tous les matériaux silicium, la partie réelle de la

permittivité augmente lorsque la fréquence augmente. A contrario, les parties imaginaires diminuent lorsque que la fréquence augmente. L'augmentation de la résistivité engendre un accroissement de la partie réelle de la permittivité et une diminution de sa partie imaginaire. Plus la résistivité augmente, plus le silicium s'éloigne d'un métal dont la partie imaginaire est très grande à cause des pertes par conduction.

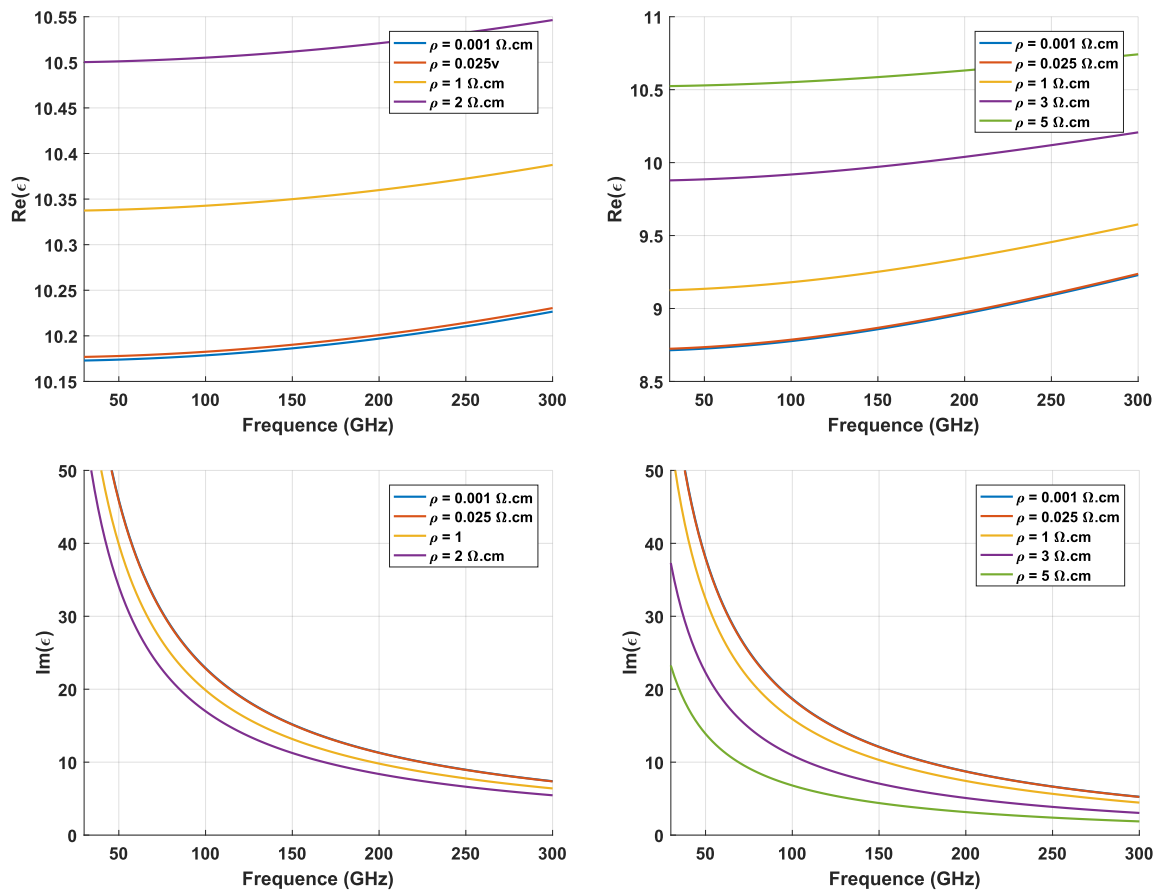


Figure 6-1 Résultats du modèle de Drude pour un silicium de type P à droite et de type N à gauche. Influence de la résistivité des matériaux sur les parties réelles et imaginaires de la permittivité.

Notre banc de fréquence fonctionnant de façon optimale entre 59 et 60 GHz, les permittivités liées aux résistivités de chaque matériau sont extraites à 60GHz. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 6-3. Les valeurs des échantillons Si2, Si3 et Si4 sont tirées du modèle obtenu pour un dopage de type P. Ces valeurs seront considérées comme des valeurs de références lors des comparaisons avec les mesures. Nous prendrons une valeur moyenne entre les valeurs obtenues pour la résistivité basse et celles obtenues pour la résistivité haute.

Tableau 6-3 Permittivités calculées à l'aide du modèle de Drude pour les Silicium

Échantillons	Résistivités ($\Omega\cdot\text{cm}$)	Permittivités			
Si type N	1-5	8.7419 +	32.063i --	10.532 +	11.732i
Si type P	1-2	10.339 +	33.768i --	10.502 +	28.868i
Si2	0.01-0.02	10.176 +	38.874i --	10.178 +	38.821i
Si3	0.001-0.005	10.175 +	38.922i --	10.175 +	38.901i
Si4	0.01-0.025	10.176 +	38.874i --	10.179 +	38.795i

Toutes les valeurs obtenues, à l'aide du modèle de Drude, des mesures de spectroscopie térahertz, réalisées au laboratoire IMEP-LAHC, ou obtenue auprès des fabricants, sont considérées comme des valeurs de référence dans la suite de ce chapitre.

3 - Première procédure de calibration

A partir des résultats obtenus après la réalisation de l'ajustement circulaire sur nos mesures, présenté chapitre 3, l'objectif est de déterminer le coefficient de réflexion complexe de nos matériaux à partir des tensions complexes réfléchies par les échantillons.

Ce coefficient est habituellement défini par l'amplitude du champ réfléchi à l'interface entre l'air et le matériau, divisé par l'amplitude du champ incident. En raison de la réflexion interne des sondes, nous ne connaissons pas la puissance incidente émise à proximité du matériau. C'est pourquoi, notre procédure de calibration est basée sur le rapport entre la tension complexe réfléchie mesurée pour un échantillon et celle mesurée sur un matériau de référence.

Afin de se rapprocher au maximum de la valeur de l'onde incidente, ce matériau de référence doit permettre une réflexion totale de cette dernière. On utilise le miroir d'or en raison de ses caractéristiques se rapprochant d'un réflecteur parfait. De plus, l'état de surface de cet échantillon est garanti à $\lambda/20$, dans la gamme de longueur d'onde 0.7 – 10 μm , et l'or ne s'oxyde pas dans le temps, garantissant des mesures fiables et répétables sur le long terme. Ainsi, ce rapport permet d'extraire le coefficient de réflexion d'un matériau d'après l'équation 6.3.

$$\Gamma = \frac{v_{ech}}{v_{ref}} \quad (6.3)$$

Avec v_{ech} la tension d'un échantillon et v_{ref} la tension obtenue pour la référence.

L'application de cette procédure de calibration sur nos résultats conduit aux résultats présentés figure 6-2. Ces mesures sont réalisées en respectant les conditions expérimentales définies au chapitre 3 pour les mesures ponctuelles.

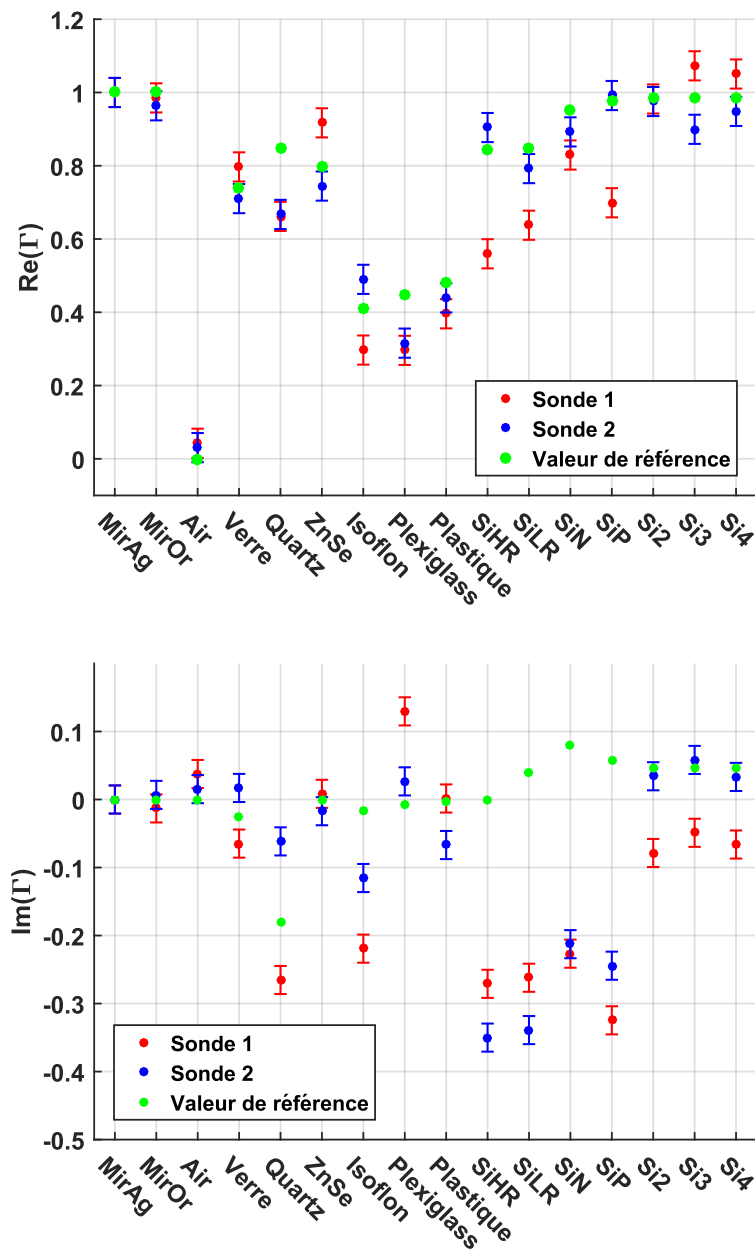


Figure 6-2 Parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus avec la procédure de calibration n°1 pour deux sondes

Les échantillons étudiés sont ceux dont la permittivité est connue, permettant ainsi de pouvoir comparer nos résultats avec ceux obtenus soit auprès du fabricant, soit avec le modèle de Drude, soit par la méthode de spectroscopie térahertz en transmission. Ces valeurs de référence sont tracées et comparées aux parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus lors de l'application de la procédure de calibration, via l'équation 6.3, sur des mesures réalisées avec deux sondes.

Pour chaque sonde, un intervalle de variation, correspondant à l'écart type des résultats qui a été mesuré lors du chapitre 3, est tracé. Les résultats présentent de fortes variations en fonction de la sonde utilisée. Ces variations sont liées aux différences d'allures entre nos sondes. Malgré ces variations, les parties réelles des mesures réalisées avec la sonde 2 sont plutôt cohérentes avec les résultats des références. Les mesures avec la sonde 1 présentent plus de différences avec les valeurs de référence des matériaux. Pour les parties imaginaires, les deux sondes montrent des écarts assez importants avec les valeurs attendues.

Afin de quantifier l'impact de la calibration sur nos résultats, nous calculons la somme des écarts au carré entre les résultats après calibration de nos matériaux et les valeurs de référence du coefficient de réflexion de chacun d'eux. Cette grandeur nous permet de voir si la sonde a un effet sur les résultats après calibration. La somme des écarts au carré sur la partie réelle de la première sonde est de 0.33 tandis qu'elle n'est que de 0.08 pour la seconde sonde. Les écarts sont moins importants entre les sondes pour les parties imaginaire avec 0.51 pour la première et 0.48 pour la seconde sonde. Des variations sont visibles entre les résultats en fonction de la sonde utilisée. Ainsi, cette première procédure de calibration ne permet pas de compenser leurs impacts sur les résultats.

Les différences obtenues entre les valeurs de référence et les mesures à l'aide des deux sondes mettent en évidence le besoin de faire évoluer notre procédure de calibration afin d'améliorer la concordance entre ces valeurs et de réduire l'impact de la sonde sur nos résultats. En effet, l'objectif de notre procédure de calibration est d'obtenir le coefficient de réflexion de nos matériaux afin d'utiliser notre banc de mesure pour identifier des matériaux, voire même pour être capable d'en extraire les permittivités électriques. Un second objectif est de compenser l'impact de nos sondes sur les résultats afin que les mesures réalisées par plusieurs sondes soit comparables.

4 - Seconde procédure de calibration

La seconde procédure de calibration est basée sur le travail de Guo et Al. [26]. Cette procédure repose sur celle utilisée pour les mesures réalisées dans le domaine des micro-ondes et plus particulièrement sur celle mise en œuvre lors de la calibration d'un analyseur de réseaux. L'objectif est de supprimer les contributions parasites affectant les parties réelles et imaginaires de la tension complexe réfléchie mesurée par notre système. Pour notre procédure de calibration, nous choisirons trois matériaux de référence, à l'image de ce qui est réalisé pour calibrer un analyseur de réseaux.

Dans le cas de notre banc expérimental de microscopie en champ proche, nous avons identifié trois termes d'erreur décrivant la dispersion du signal lors de son trajet entre la sonde et l'échantillon. Le but de la procédure de calibration est de corriger au mieux ces termes d'erreurs en utilisant des échantillons connus comme standards de calibration. Les trois termes d'erreurs qui affectent notre système sont :

- Un terme noté e_{00} correspondant à la partie du signal qui se recouple sur la sonde en ayant été modulée par l'actuateur piézoélectrique mais ne contenant pas d'informations liées à l'échantillon.
- Un terme t correspondant aux pertes dues à l'absorption et au délai tout au long du trajet entre les pointes de la sonde et l'échantillon.
- Un terme e_{11} dépendant de l'interaction entre la sonde et l'échantillon. Il s'agit de la partie du signal perdue en raison des multiples interactions entre ces deux éléments.

A partir de ces trois termes d'erreurs et en s'inspirant des techniques de correction d'erreurs utilisées dans les analyseurs de réseaux, nous sommes en mesure d'exprimer la tension complexe v_m mesurée après sa réflexion sur l'échantillon. Cette grandeur dépend des trois termes d'erreurs ainsi que de la valeur théorique du coefficient de réflexion du matériau Γ_{th} , obtenue à partir des valeurs de permittivités présentées plus haut dans ce chapitre, via l'équation 6.1. Cette tension complexe est exprimée équation 6.4.

$$v_m = e_{00} + \frac{t \Gamma_{th}}{1 - e_{11} \Gamma_{th}} \quad (6.4)$$

Avec v_m la tension complexe mesurée et Γ_{th} le coefficient de réflexion théorique du matériau.

Cette équation est identique dans sa forme à celle utilisée pour réaliser le calcul d'erreurs lors de la mesure du paramètre S11 avec un analyseur de réseau. Afin de réaliser une calibration

de notre système, il est nécessaire de réaliser trois mesures sur des échantillons dont les coefficients de réflexion sont bien connus afin de déterminer les trois termes d'erreurs. Cette calibration est dépendante de la fréquence. Ces trois mesures conduisent à l'obtention de trois équations dont les inconnues sont les termes d'erreurs de notre calibration e_{00} , e_{11} et t .

La résolution de ce système d'équation permet de déterminer les trois inconnues de notre système, permettant de calculer les coefficients de réflexion corrigés de nos matériaux à partir de e_{00} , e_{11} , t et de la tension complexe mesurée par notre banc expérimental.

Les termes d'erreur calculés sont dépendant des conditions expérimentales. En effet, un changement de fréquence, de distance sonde échantillon, d'amplitude d'oscillation ou de sonde engendre une modification de ces termes. Les conditions de mesures doivent donc être rigoureusement identiques afin de pouvoir appliquer cette procédure de calibration.

A partir de l'expression 6.4, Γ_{th} peut être exprimé en fonction des termes d'erreurs et de la tension complexe mesurée :

$$\Gamma_{th} = \frac{v_m - e_{00}}{(v_m - e_{00})e_{11} + t} \quad (6.5)$$

Afin de réaliser notre calibration, la première étape est de choisir les trois matériaux qui serviront à calculer les trois termes de corrections d'erreurs e_{00} , e_{11} et t . Nous cherchons trois matériaux de calibration qui induisent des coefficients de réflexion de 1, de 0 et d'une valeur intermédiaire dont les parties réelle et imaginaire seront comprise entre les valeurs des deux premiers standards, idéalement proche de 0.5, soit un matériau avec une permittivité proche de $1 + 2i$. Nous ne disposons pas d'échantillon avec cette valeur complexe de permittivité.

Pour les semi-conducteurs, la partie réelle est souvent beaucoup plus grande que 1 avec, par exemple pour le silicium intrinsèque, une partie réelle proche de 12. L'augmentation du niveau de dopage d'un semi-conducteur fait diminuer sa partie réelle mais fait augmenter sa partie imaginaire à des valeurs bien supérieures à celle que nous recherchons. Pour les isolants, la partie réelle peut être assez proche de 1 mais la partie imaginaire est très faible et proche de 0.

Nous avons néanmoins testé la méthode de calibration en utilisant comme troisième matériau plusieurs échantillons de permittivité connue. Afin d'avoir un coefficient de réflexion de 1, nous utilisons dans notre cas le miroir d'or ou le miroir d'argent du fait de leur excellente réflectivité. Une valeur de 0 est identifiable à une mesure dans l'air. Pour cela, nous réalisons,

pour un grande distance sonde échantillon, une mesure de la tension complexe afin d'obtenir l'influence des contributions parasites.

Afin d'identifier le troisième matériau, la procédure de calibration a été réalisée pour plusieurs matériaux dont nous connaissons les permittivités complexes. A partir de cette valeur, on détermine le coefficient de réflexion de référence de chaque matériau en utilisant l'équation 6.1. Afin de comparer les calibrations, la somme des écarts au carré est calculée entre les résultats après calibration de nos matériaux et les valeurs de références du coefficient de réflexion de chacun d'eux. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 6-4.

Tableau 6-4 Somme des écarts au carré après la procédure de calibration pour deux sondes

Échantillon	Permittivité	Sonde 1	Sonde 2
Verre	$6.59 - i 0.77$	$0.947 + i 0.497$	$4.807 + i 5.805$
Quartz	$4.44 - i 6.45$	$0.32 + i 0.896$	$3.967 + i 18.537$
ZnSe	$8.9 - i 0.013$	$2.498 + i 0.884$	$3.14 + i 3.516$
Isoflon	$2.4 - 0.094$	$0.382 + i 0.388$	$5.824 + i 1.4645$
Plexiglass GS umbra 802	$2.62 - i 0.043$	$1.093 + i 1.933$	$1.933 + i 5.14$
Plastique inconnu	$2.87 - i 0.013$	$0.39 + i 0.734$	$3.476 + i 2.397$
Si- haute résistivité	$11.7 - i 0.07$	$0.578 + i 0.391$	$1.5 + i 0.198$
Si – faible résistivité	$11.2 + i 3.1847$	$0.465 + i 0.681$	$1.072 + i 0.236$

Les résultats montrent des différences notables entre les deux sondes étudiées ici. En effet, la sonde 1 présente des écarts bien inférieurs à ceux observés pour la sonde 2. De plus, le standard de calibration conduisant aux meilleurs résultats semble varier en fonction de la sonde. Cette observation est liée à la forme des sondes, qui est différente pour chacune d'entre elles. Les matériaux étudiés ici n'ont pas beaucoup de pertes, la partie imaginaire de leur coefficient de réflexion est par conséquent proche de zéro. Cette observation explique la difficulté à être précis sur la partie imaginaire.

Les résultats des sommes des écarts au carré montrent que les meilleurs échantillons pour le troisième standard de calibration sont l'isoflon pour la sonde 1 et le Si – faible résistivité pour la sonde 2. Cependant, en raison du mauvais état de surface de l'isoflon, nous avons écarté cet échantillon et nous lui avons préféré le quartz, dont les valeurs sont certes plus élevées mais dont l'état de surface est bien meilleur, améliorant la répétabilité et la précision de nos mesures.

La figure 6-3 présente les parties réelles et imaginaires du coefficient de réflexion des échantillons comparées aux coefficients de réflexion de référence pour ces matériaux. Nous utilisons les trois standards de calibration introduit plus haut afin de procéder à la calibration en fonction de nos deux sondes. La comparaison entre les parties réelles des coefficients de réflexions mesurées pour la sonde 1 et les parties réelles des valeurs de référence montre une bonne concordance pour la majorité des matériaux. Cette observation n'est pas valable dans le cas de la sonde 2 où on observe un décalage de tous les résultats.

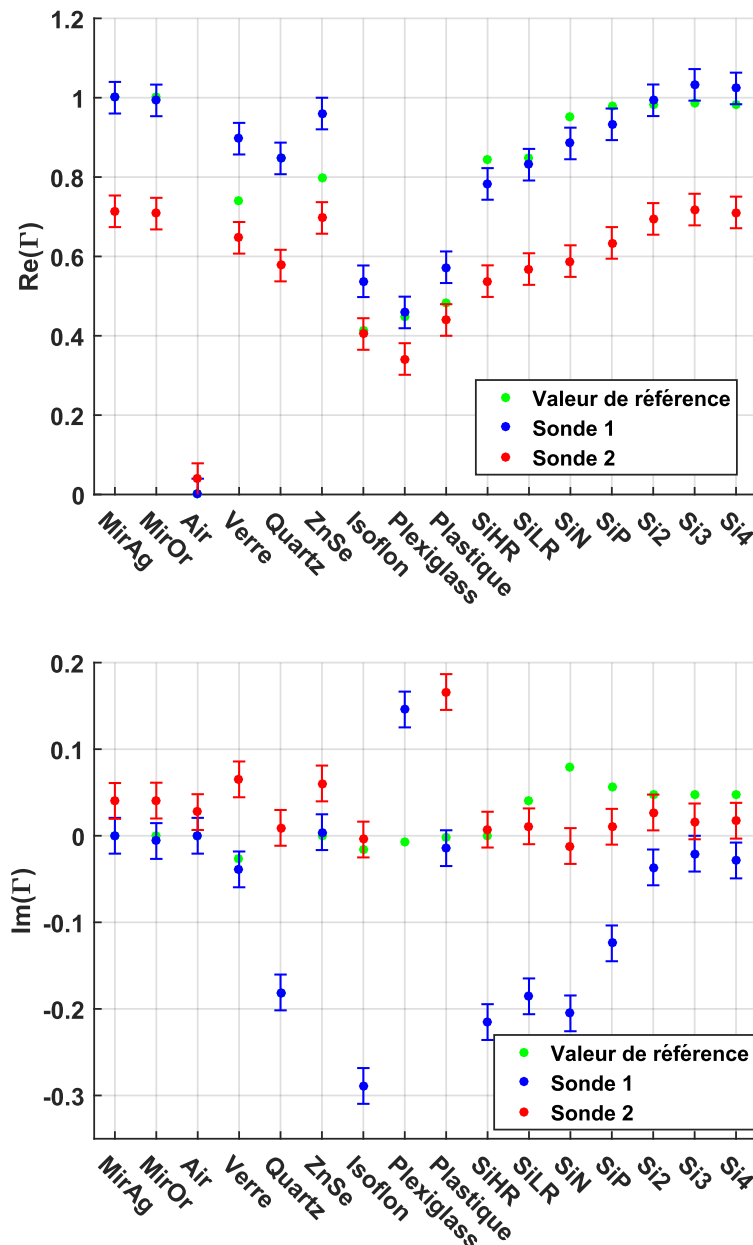


Figure 6-3 Parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus avec la seconde procédure de calibration pour deux sondes

Cette observation nous a conduit à envisager la mise en place d'un terme correctif visant à corriger ce décalage entre nos résultats et les valeurs de référence. Les résultats obtenus pour les parties imaginaires ne correspondent pas totalement aux coefficients de réflexion connus pour nos matériaux. En effet, on observe des variations assez importantes pouvant aller jusqu'à un écart entre notre mesure et la valeur de référence de 0.3 pour l'isoflon avec la sonde 1. Cette observation nous conforte dans le choix d'écarter ce standard de calibration en raison de son état de surface. Certains matériaux ont des résultats cohérents avec ceux attendus, en particulier les métaux et les semi-conducteurs silicium. Les diélectriques conduisent à des résultats moins convaincants.

Néanmoins, nous avons des incertitudes sur la valeur de référence de certains échantillons. La méthodologie mise en place semble indiquer la possibilité avec notre banc de test d'extraire les constantes diélectriques des matériaux. Une meilleure connaissance des valeurs de références des échantillons et en particulier des standards de calibration devrait nous permettre d'affiner nos résultats. De plus, il serait intéressant de trouver un troisième standard avec les caractéristiques que nous avons identifiées plus haut dans cette partie.

L'observation du décalage des parties réelles de la sonde 2 nous a poussé à déterminer le facteur de correction d à appliquer sur nos résultats de calibration. Afin de déterminer ce coefficient d , nous réalisons la somme des écarts à la moyenne au carré, en prenant en compte le facteur correcteur d , avant d'en minimiser les résultats d'après l'équation suivante :

$$\Gamma_{final} = \sum_1^{Nb\ ech} (\Gamma \times d - \Gamma_{th})^2 \quad (6.6)$$

La minimisation de l'équation 6.6 conduit à des coefficients de correction d différents pour les parties réelles et imaginaires et également différents en fonction du standard de calibration choisi.

En appliquant cette procédure à nos deux standards de calibration, définis plus haut dans ce chapitre, on fait passer la somme des erreurs au carré sur les parties réelles de 0.32 à 0.3 pour la sonde 1 et de 1.07 à 0.23 pour la sonde 2. Une amélioration de ces erreurs est également visible sur les parties imaginaires qui passe de 0.9 à 0.05 pour la sonde 1 et de 0.24 à 0.05 pour la sonde 2.

Les résultats présentés à la figure 6-4 sont obtenus en appliquant ces coefficients d à nos mesures. Ce tracé montre les parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion pour les sondes 1 et 2 ainsi que les valeurs de référence de ce coefficient. Le troisième échantillon

de calibration utilisé pour la première sonde est le quartz et le silicium haute résistivité est choisi pour la sonde 2. Les coefficients appliqués sur les parties réelles sont de 0.96 pour la première sonde et de 1.36 pour la seconde sonde. Pour la sonde 1, le coefficient d est proche de 1, par conséquent, il n'y a pas de changement significatif sur les résultats. Cependant, ce terme correctif, appliqué sur les résultats de la sonde 2, améliore grandement la concordance entre nos résultats et les valeurs attendues.

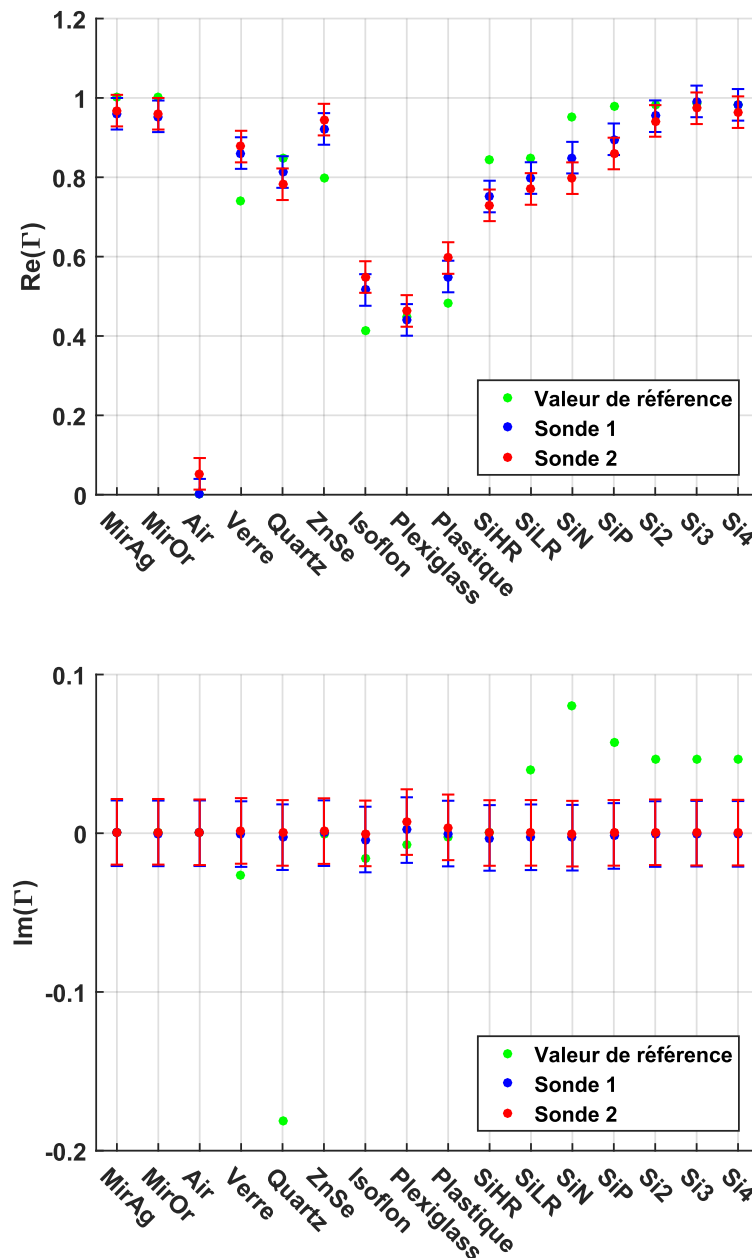


Figure 6-4 Parties réelles et imaginaires des coefficients de réflexion obtenus avec la seconde procédure de calibration et l'application du terme correctif d .

Les résultats de la partie imaginaire du coefficient de réflexion semblent complètement lissés par l'application de ces facteurs. Même si les écarts sont minimisés, ce terme ne permet pas une amélioration suffisante de nos mesures, en particulier lorsque la valeur de référence de la partie imaginaire s'éloigne de zéro.

L'application de ce facteur, propre à chaque sonde, et la procédure de calibration permettent d'obtenir des résultats très proches pour les deux sondes étudiées. Cette observation met en avant la capacité de notre procédure de calibration à corriger l'influence des sondes sur nos résultats.

5 - Comparaison des résultats entre les deux calibrations

Afin de voir l'apport de la seconde procédure de calibration par rapport à la première, un tracé présentant les parties réelles et imaginaires du coefficient de réflexion obtenu à partir des deux procédures de calibrations, pour la sonde 1, ainsi que les coefficients de réflexion de référence sont présentés figure 6-5. Les parties réelles de la seconde calibration montrent une amélioration des résultats en comparaison des valeurs de référence. En effet, à l'exception du verre, tous les résultats sont soit améliorés soit dans l'intervalle de l'écart type.

Dans le cas de la partie imaginaire, cette amélioration est plus discutable car la procédure conduit à un lissage des résultats autour de valeur très faible en négligeant les matériaux dont les valeurs sont plus grandes comme les siliciums sur la droite du graphe. Malgré tout, les résultats de la seconde calibration engendrent des erreurs plus faibles pour tous les matériaux à l'exception du verre.

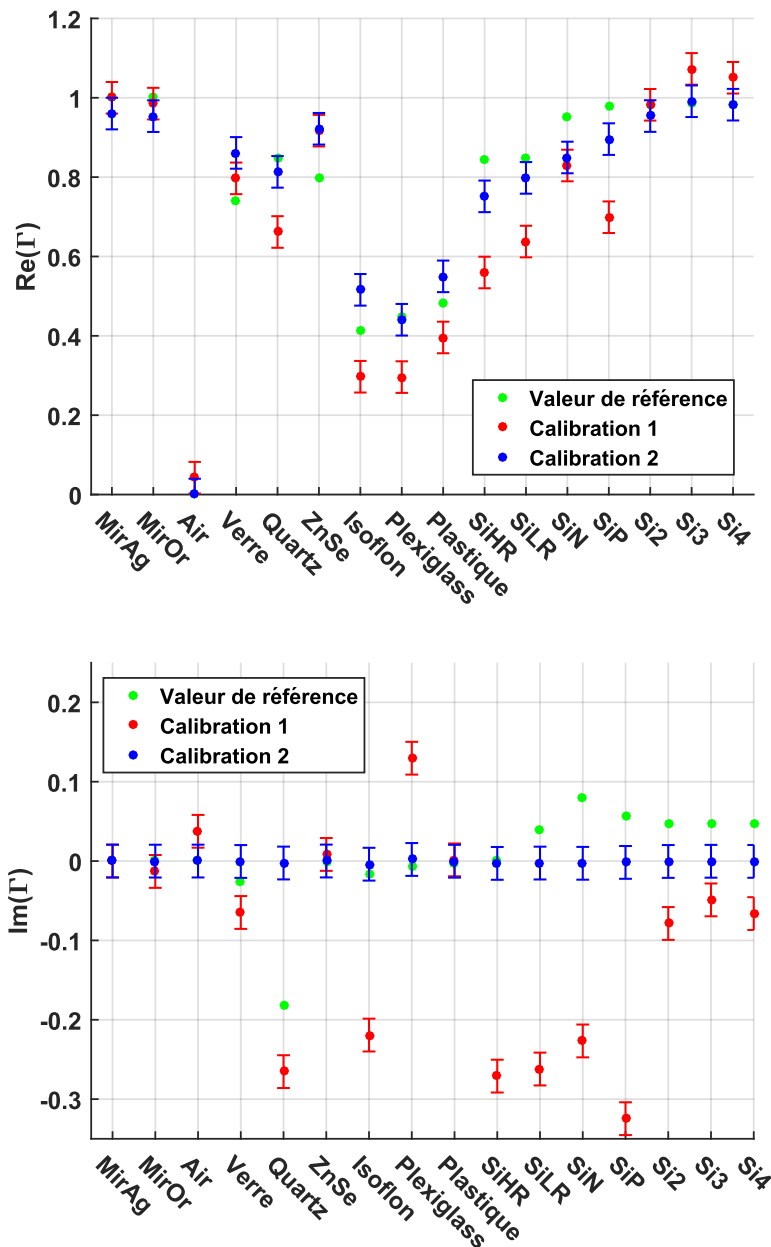


Figure 6-5 Comparaison entre les deux procédures de calibration

6 - Mesure sur des échantillons d'Arséniure de Gallium dopés

Nous avons présenté deux procédures de calibration visant à déterminer les coefficients de réflexion complexe de matériaux. Nous allons maintenant utiliser la seconde procédure sur des semiconducteurs dopés afin d'examiner la possibilité de différencier des niveaux de dopage et d'évaluer la sensibilité de nos mesures à des niveaux de dopage pouvant être assez proches.

Des échantillons de GaAs semi-isolants sur lesquels des couches de GaSb dopées Be de dopages et d'épaisseurs différentes, ont été épitaxiées par l'équipe NanoMIR de l'IES. Les informations sur ces matériaux sont présentées dans le tableau 6-5. La température du dopant correspond à une consigne sur le niveau de dopage : plus elle augmente, plus le dopage est fort. Des mesures ont été réalisées sur les échantillons afin de contrôler le résultat final du dopage sur les échantillons. Les valeurs de dopage mesurées sont issues d'abaque présentant le dopage en fonction de la température de consigne. Les chercheurs aimeraient disposer d'une méthode de mesure plus directe et plus fiable pour connaître ces valeurs. Cette étude suscite donc un intérêt de leur part.

Tableau 6-5 Propriétés des échantillons de GaSb sur substrat GaAs

Échantillon	Épaisseur	Dopant	Dopage mesuré
C342	14.5 μm	Résiduel	2e16 - 4e16
C343	1.7 μm	Be 900°C	2,11E+18
C347	1.7 μm	Be 920°C	4,93E+18
C655	1.5 μm	Be 820°C	2,46E+17
C912	2 μm	Be 860°C	6,28E+17
C1106	2 μm	Be 950°C	1,04e19
C1107	3 μm	Be 886°C	9,48E+17

L'objectif est de voir la capacité de notre banc de mesure à différencier les niveaux de dopage de ces matériaux. Les parties réelles des coefficients de réflexion sont présentées pour deux sondes sur la figure 6-6.

Tout d'abord, nous notons une très bonne correspondance entre les résultats obtenus lors des mesures avec les deux sondes prouvant la capacité de notre calibration à réduire l'impact des sondes sur les mesures. L'évolution de la partie réelle des résultats est cohérente avec les consignes de dopage ainsi qu'avec le niveau de dopage mesuré. En effet, lorsque que le dopage augmente, la partie réelle du coefficient de réflexion augmente. L'échantillon tend alors vers un métal avec un coefficient de réflexion qui tend vers 1 rendant difficile l'identification des matériaux en raison de la sensibilité et de la précision de notre banc expérimental.

Malgré des niveaux de dopages élevés, notre banc expérimental permet de discriminer ces échantillons et ce pour des niveaux de dopage proches. Seul l'échantillon C1107 ne suit pas

cette tendance avec une valeur plus importante de sa partie réelle malgré un dopage plus faible que pour l'échantillon C343.

Cependant, la capacité de notre banc de mesure à discriminer des matériaux dont les propriétés sont proches est visible. Pour les parties imaginaires, les valeurs mesurées sont toutes proches de 0. Cette observation est cohérente avec des échantillons plutôt fortement dopés. Cette proximité avec 0 rend délicate la distinction des valeurs selon le niveau de dopage. A terme l'objectif de notre banc expérimental sur ce type d'échantillon sera de pouvoir les identifier et d'estimer leur niveau de dopage. A l'heure actuelle, un travail sur le troisième standard de calibration ainsi qu'une réduction de la dispersion de nos mesures est nécessaire afin de pouvoir obtenir des valeurs de dopage fiables.

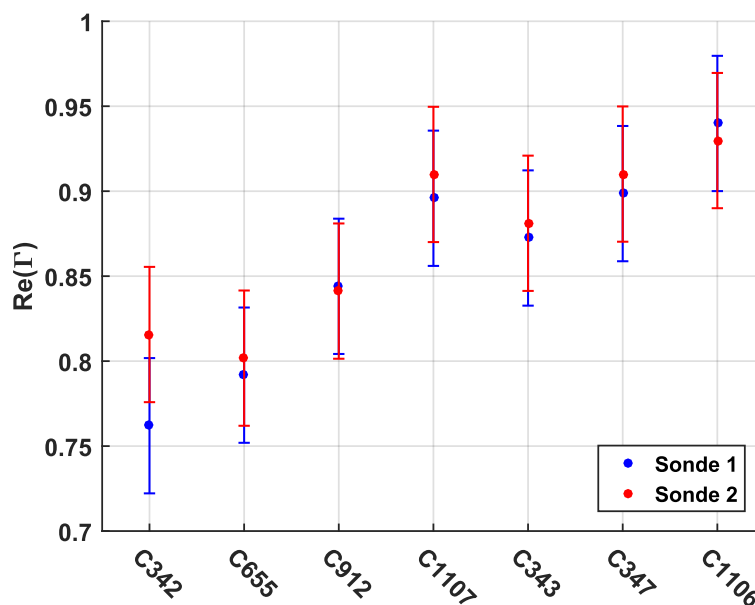


Figure 6-6 Influence du dopage sur la partie réelle du coefficient de réflexion mesurée sur des échantillons de GaSb sur un substrat GaAs.

7 - Conclusion

Nous avons proposé deux procédures de calibration permettant de s'approcher au maximum du coefficient de réflexion de nos matériaux tout en corrigeant l'impact de la sonde sur les résultats. La première est basée sur la définition du coefficient de réflexion et engendre des résultats plutôt intéressants sur la comparaison entre les valeurs mesurées et celle des échantillons de références. Cependant, elle ne permet pas de corriger l'impact des sondes sur les mesures. La seconde est basée sur le calcul d'erreur due à la dispersion du signal lors de

son trajet entre la sonde et l'échantillon. Cette procédure nécessite l'utilisation de trois standards de calibration. Les résultats obtenus montrent une bonne cohérence entre nos mesures et les valeurs de référence. De plus, là où la première calibration ne parvenait pas à réduire significativement l'impact des sondes, cette seconde procédure remplit très bien ce rôle avec une concordance des résultats, entre les sondes, quasi parfait.

Ainsi, notre banc de mesure permet une approximation du coefficient de réflexion de l'ordre de 0.1 sur la partie réelle et sur la partie imaginaire soit une erreur de l'ordre de 10%. On ne peut donc pas réaliser de mesure précise des constantes des matériaux même si nos procédures de calibration améliorent grandement la précision des valeurs obtenues.

Cependant, on peut identifier des matériaux par comparaison entre eux. En améliorant notre travail sur le choix du troisième échantillon de calibration, nous devrions être en mesure d'atteindre une plus grande précision. Idéalement, cet échantillon devra avoir un excellent état de surface et des parties réelles et imaginaires du coefficient de réflexion proche entre elles et voisine de 0.5.

Chapitre 7 - Conclusion

Ce travail de thèse, portant sur une technique de microscopie en champ proche dans le domaine des ondes millimétriques, a permis de mettre en évidence les capacités de notre banc expérimental en matière d'imagerie et d'identification de matériaux.

Un travail d'identification et de correction des sources d'imperfections a été engagé. Il a permis de définir une bande de fréquences de fonctionnement dans laquelle les imperfections sont minimales. De plus, au travers d'une procédure d'ajustement circulaire, nous sommes parvenus à réduire l'impact des imperfections sur nos résultats. Un second travail d'amélioration a été engagé afin de réduire la dispersion des mesures tout en conservant un temps de mesure raisonnable. Pour cela, une étude des paramètres de notre banc expérimental a été réalisée, conduisant à l'obtention de deux jeux de paramètres liés aux mesures ponctuelles et à la réalisation d'image. Afin d'assurer un temps de mesure raisonnable pour les images, des choix au niveau des paramètres ont dû être fait conduisant à une dispersion légèrement plus importante sur ce type de mesure, en comparaison des mesures ponctuelles.

Un modèle d'interaction sonde-échantillon en champ proche a également été développé au cours de cette thèse. Le calcul du champ réfléchi est réalisé en utilisant les coefficients de Fresnel en réflexion pour les polarisations p et s et la fonction dyadique de Green, permettant de considérer l'interaction électromagnétique entre un dipôle parfait et un matériau massif ou stratifié. Les comparaisons entre le modèle et les résultats expérimentaux pour des matériaux massifs montrent un bon accord entre eux. Il est nécessaire d'ajuster les paramètres utilisés pour le calcul du modèle. Ces ajustements ne sont dépendants que de la sonde utilisée et en aucun cas du matériau étudié. Dans le cas des matériaux stratifiés, le modèle met en évidence la possibilité de détecter des matériaux enfouis, mais aussi de détecter les matériaux en surface. Avec une seule configuration de test, nous pouvons obtenir des informations sur la couche superficielle et la couche enterrée en jouant sur les paramètres de mesure.

La capacité d'imagerie de notre banc expérimental a également été prouvée avec des images en surface et subsurface de matériaux et de composants. Nos mesures ont permis de confirmer une résolution de quelques micromètres à l'harmonique 3 soit $\lambda/2500$. De plus, une étude réalisée sur un composant de chez GaN Systems a prouvé la capacité de notre banc à obtenir des informations subsurfaces de la structure interne du composant. Des études

restent à mener sur la profondeur maximale de détection de notre banc expérimental en fonction du matériau de surface.

Enfin, afin de pouvoir réaliser des mesures quantitatives de constantes diélectriques et de conductivité de matériau, deux procédures de calibrations ont été proposées. La première procédure permet de réduire l'écart entre les valeurs mesurées et les valeurs de références. Cependant, elle ne permet pas de corriger l'impact de la sonde sur nos résultats. La seconde procédure de calibration permet d'obtenir une bonne cohérence entre nos résultats et les valeurs de références et permet de corriger l'impact des sondes sur les mesures. Cette seconde procédure de calibration permet d'avoir une erreur relative de l'ordre de 10%. Un travail sur le choix des échantillons de référence reste à faire et en particulier sur le troisième échantillon. En effet, cet échantillon doit avoir un excellent état de surface et des parties réelles et imaginaires du coefficient de réflexion proche entre elles et voisine de 0.5.

En termes de perspectives, des améliorations dans l'architecture du banc de mesures sont envisageables afin de réduire les imperfections de notre système. En effet, l'utilisation d'un circulateur à la place du coupleur bidirectionnel devrait permettre d'améliorer nos résultats. De plus, l'utilisation d'un mélangeur fondamental IQ à la place d'un mélangeur subharmonique, couplée à une méthode de contrôle de la puissance entrant sur la LO, devrait permettre de réduire les variations des pertes de conversion et donc réduire la dispersion de nos résultats. Une autre solution d'amélioration de notre banc est d'utiliser une détection hétérodyne afin de relâcher la contrainte sur le mélangeur IQ et ainsi réduire les imperfections et notamment les déséquilibres entre les voies I et Q.

De plus, afin d'affiner notre compréhension du comportement de nos sondes en fonction de leurs allures, il serait intéressant de réaliser des simulations électromagnétiques plus approfondies afin de statuer sur leur impact sur les mesures. Ce travail n'est pas trivial car il est nécessaire de modéliser la sonde avec ses imperfections de forme mais également son interaction avec un matériau en vibration pour réellement estimer une résolution spatiale de notre système d'imagerie.

Les simulations électromagnétiques pourraient nous permettre de déterminer les valeurs limites de résolution spatiale potentiellement accessibles avec ces sondes, et cette technique de mesure. Au-delà des simulations électromagnétiques, il faudra probablement mettre au point un nouveau procédé de fabrication des sondes permettant une bien meilleure répétabilité, et un meilleur contrôle de ses dimensions. Ceci nous permettrait probablement d'optimiser la résolution spatiale. Nous pourrions alors par la suite évaluer l'opportunité de monter en fréquence notre banc afin de viser des résolutions de plus en plus petites.

Annexe

Annexe 1 :

Active x2 multiplier

Active Frequency Doubler Test Data			
Voltage: 8 V, Current: 325 mA Max. Voltage: 12 V, Maximum Input Power: 12 dBm			
Input Frequency, GHz	Output Frequency, GHz	Input Power, dBm	Output Power, dBm
13.75	27.5	10	15.2
14	28	10	14.5
14.25	28.5	10	13.75
14.5	29	10	13
14.75	29.5	10	10.5
15	30	10	10.6
15.25	30.5	10	10.4
15.5	31	10	9.1
15.75	31.5	10	10.1
16	32	10	10.9
16.25	32.5	10	10.5

Active x4 multiplier

Spécifications :

Input frequency: 12.5 to 16.5 GHz

Output frequency: 50 to 66GHz

Harmonic suppression: -15dBc (Typ)

Bias : +8 to +12V_{DC}/280mA (Typ)

Absolute maximum ratings: Input Power: +1Dbm

Input Power: +0dBm (Typ)

Output Power: +10 dBm (Typ)

Spurious: -60dBc

DC Bias : +8V_{DC} /300mA

Maximum Bias Voltage: +15 V_{DC}

Input frequency (GHz)	Output Frequency (GHz)	Output Power (dBm)	Harmonic suppression (dBc)
12.5	50	11.8	-32
12.75	51	11.9	-28
13	52	11.9	-34
13.25	53	11.7	-4
13.5	54	11.1	-46
13.75	55	10.4	-45
14	56	10.5	-49

14.25	57	10.5	-48
14.50	58	10.5	-36
14.75	59	11.4	-36
15	60	11.5	-35
15.25	61	11.9	-25
15.5	62	11.9	-18
15.75	63	11.8	-14
16	64	11.8	-19
16.25	65	12	-22
16.50	66	12.1	-23

IQ Mixer

RF Freq., GHz	LO Freq., GHz	IF, MHz	LO Power, dBm	I-channel Conversion loss, dB	Q-channel Conversion loss, dB
55.1	27.5	100	10	19	18
56.1	28	100	10	18	17
57.1	28.5	100	10	18	18
58.1	29	100	10	16	15
59.1	29.5	100	10	15	15
60.1	30	100	10	15	16
61.1	30.5	100	10	14	14
62.1	31	100	10	17	17
63.1	31.5	100	10	15	16
64.1	32	100	10	16	18
65.1	32.5	100	10	17	18

Bibliographie

- [1] D. Courjon et C. Bainier, *Le champ proche optique: théorie et applications*. in Collection technique et scientifique des télécommunications. Paris: Springer, 2001.
- [2] E. H. Synge, « XXXVIII. A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region », *Lond. Edinb. Dublin Philos. Mag. J. Sci.*, vol. 6, n° 35, p. 356-362, août 1928, doi: 10.1080/14786440808564615.
- [3] C. A. Balanis, *Antenna theory: analysis and design*, 3rd ed. Hoboken, NJ: John Wiley, 2005.
- [4] P.-A. Lemoine et Y. De Wilde, « La nano-imagerie par microscopie optique en champ proche », *Opt. Photonique*, oct. 2007, doi: 10.51257/a-v1-nm7100.
- [5] X. Chen *et al.*, « Modern Scattering-Type Scanning Near-Field Optical Microscopy for Advanced Material Research », *Adv. Mater.*, p. 1804774, avr. 2019, doi: 10.1002/adma.201804774.
- [6] A. Imtiaz, T. M. Wallis, et P. Kabos, « Near-Field Scanning Microwave Microscopy: An Emerging Research Tool for Nanoscale Metrology », *IEEE Microw. Mag.*, vol. 15, n° 1, p. 52-64, janv. 2014, doi: 10.1109/MMM.2013.2288711.
- [7] C. Liewald, S. Mastel, J. Hesler, A. J. Huber, R. Hillenbrand, et F. Keilmann, « All-electronic terahertz nanoscopy », *Optica*, vol. 5, n° 2, p. 159, févr. 2018, doi: 10.1364/OPTICA.5.000159.
- [8] F. Blanchard *et al.*, « Real-time terahertz near-field microscope », *Opt. Express*, vol. 19, n° 9, p. 8277, avr. 2011, doi: 10.1364/OE.19.008277.
- [9] A. J. L. Adam, « Review of Near-Field Terahertz Measurement Methods and Their Applications: How to Achieve Sub-Wavelength Resolution at THz Frequencies », *J. Infrared Millim. Terahertz Waves*, vol. 32, n° 8-9, p. 976-1019, sept. 2011, doi: 10.1007/s10762-011-9809-2.
- [10] M. Horibe, S. Kon, et I. Hirano, « Measurement Capability of Scanning Microwave Microscopy: Measurement Sensitivity Versus Accuracy », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 68, n° 6, p. 1774-1780, juin 2019, doi: 10.1109/TIM.2018.2882937.

- [11] G. Dai, G. Geng, X. Zhang, J. Wang, T. Chang, et H.-L. Cui, « W-Band Near-Field Microscope », *IEEE Access*, vol. 7, p. 48060-48067, 2019, doi: 10.1109/ACCESS.2019.2907742.
- [12] V. V. Talanov, « Novel Non-contact Dielectric Constant Metrology for Low-k Films », in *AIP Conference Proceedings*, Richardson, Texas (USA): AIP, 2005, p. 512-516. doi: 10.1063/1.2063012.
- [13] O. Malyuskin et V. F. Fusco, « High-Resolution Microwave Near-Field Surface Imaging Using Resonance Probes », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 65, n° 1, p. 189-200, janv. 2016, doi: 10.1109/TIM.2015.2476277.
- [14] T. Grosjean, M. Mivelle, F. I. Baida, G. W. Burr, et U. C. Fischer, « Diabolo Nanoantenna for Enhancing and Confining the Magnetic Optical Field », *Nano Lett.*, vol. 11, n° 3, p. 1009-1013, mars 2011, doi: 10.1021/nl103817f.
- [15] R. Omarouayache, P. Payet, J. Raoult, et L. Chusseau, « Millimeter-wave near-field imaging with bow-tie antennas », *Opt. Express*, vol. 23, n° 9, p. 12144, mai 2015, doi: 10.1364/OE.23.012144.
- [16] S. V. Kalinin, Éd., *Scanning probe microscopy: electrical and electromechanical phenomena at the nanoscale*. New York, NY: Springer, 2007.
- [17] F. Topfer et J. Oberhammer, « Millimeter-Wave Tissue Diagnosis: The Most Promising Fields for Medical Applications », *IEEE Microw. Mag.*, vol. 16, n° 4, p. 97-113, mai 2015, doi: 10.1109/MMM.2015.2394020.
- [18] G. A. Stanciu *et al.*, « A New Technique in Scanning Near Field Optical Microscopy Used for Investigations on the Biological Samples », in *2018 20th International Conference on Transparent Optical Networks (ICTON)*, Bucharest: IEEE, juill. 2018, p. 1-3. doi: 10.1109/ICTON.2018.8473723.
- [19] M. Farina et J. C. M. Hwang, « Scanning Microwave Microscopy for Biological Applications: Introducing the State of the Art and Inverted SMM », *IEEE Microw. Mag.*, vol. 21, n° 10, p. 52-59, oct. 2020, doi: 10.1109/MMM.2020.3008239.
- [20] M. Tabib-Azar, J. L. Katz, et LeClair, « Evanescent microwaves: a novel super-resolution noncontact nondestructive imaging technique for biological applications », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 48, n° 6, p. 1111-1116, déc. 1999, doi: 10.1109/19.816123.
- [21] P. Polovodov *et al.*, « Operation of Near-Field Scanning Millimeter-wave Microscopy up to 67 GHz under Scanning Electron Microscopy Vision », in *2020 IEEE/MTT-S International*

Microwave Symposium (IMS), Los Angeles, CA, USA: IEEE, août 2020, p. 95-98. doi: 10.1109/IMS30576.2020.9224090.

[22] T. Auriac et J. Raoult, « Near-Field Millimetre Wave Vector Microscopy - Buried Structure Imaging », in *2022 52nd European Microwave Conference (EuMC)*, Milan, Italy: IEEE, sept. 2022, p. 824-827. doi: 10.23919/EuMC54642.2022.9924375.

[23] M. Azizi et R. R. Mansour, « Design and Sensitivity Improvement of CMOS-MEMS Scanning Microwave Microscopes », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 65, n° 8, p. 2749-2761, août 2017, doi: 10.1109/TMTT.2017.2671359.

[24] P. M. Adam, J. L. Bijeon, G. Viardot, et P. Royer, « Analysis of the influence of the tip vibration in the formation of images in apertureless scanning near-field optical microscopy », *Opt. Commun.*, vol. 174, n° 1-4, p. 91-98, janv. 2000, doi: 10.1016/S0030-4018(99)00700-2.

[25] J. D. Chisum et Z. Popovic, « Performance Limitations and Measurement Analysis of a Near-Field Microwave Microscope for Nondestructive and Subsurface Detection », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 60, n° 8, p. 2605-2615, août 2012, doi: 10.1109/TMTT.2012.2201739.

[26] X. Guo, K. Bertling, et A. D. Rakić, « Optical constants from scattering-type scanning near-field optical microscope », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 118, n° 4, p. 041103, janv. 2021, doi: 10.1063/5.0036872.

[27] A. P. Gregory *et al.*, « Traceable measurement and imaging of the complex permittivity of a multiphase mineral specimen at micron scales using a microwave microscope », *Ultramicroscopy*, vol. 172, p. 65-74, janv. 2017, doi: 10.1016/j.ultramic.2016.11.001.

[28] L. Chusseau, P. Payet, et J. Raoult, « Optimization of Near-Field Image Capture With Millimeter-Wave Bow-Tie Probes », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 66, n° 1, p. 61-68, janv. 2017, doi: 10.1109/TIM.2016.2618960.

[29] S. Kharkovsky, M. T. Ghasr, et R. Zoughi, « Near-Field Millimeter-Wave Imaging of Exposed and Covered Fatigue Cracks », *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. 58, n° 7, p. 2367-2370, juill. 2009, doi: 10.1109/TIM.2009.2022380.

[30] A. J. Huber, F. Keilmann, J. Wittborn, J. Aizpurua, et R. Hillenbrand, « Terahertz Near-Field Nanoscopy of Mobile Carriers in Single Semiconductor Nanodevices », *Nano Lett.*, vol. 8, n° 11, p. 3766-3770, nov. 2008, doi: 10.1021/nl802086x.

- [31] A. Tselev, « Near-Field Microwave Microscopy: Subsurface Imaging for In Situ Characterization », *IEEE Microw. Mag.*, vol. 21, n° 10, p. 72-86, oct. 2020, doi: 10.1109/MMM.2020.3008241.
- [32] K. Haddadi, D. Glay, et T. Lasri, « A 60 Ghz Scanning Near-Field Microscope With High Spatial Resolution Sub-Surface Imaging », *IEEE Microw. Wirel. Compon. Lett.*, vol. 21, n° 11, p. 625-627, nov. 2011, doi: 10.1109/LMWC.2011.2167744.
- [33] C. Plassard *et al.*, « Detection of defects buried in metallic samples by scanning microwave microscopy », *Phys. Rev. B*, p. 5, 2011.
- [34] M. R. Ramzi, M. Abou-Khousa, et I. Prayudi, « Near-Field Microwave Imaging Using Open-Ended Circular Waveguide Probes », *IEEE Sens. J.*, vol. 17, n° 8, p. 2359-2366, avr. 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2669301.
- [35] W. Sun *et al.*, « Penetrative imaging of sub-surface microstructures with a near-field microwave microscope », *J. Appl. Phys.*, vol. 116, n° 4, p. 044904, juill. 2014, doi: 10.1063/1.4891215.
- [36] K. Moon *et al.*, « Subsurface nanoimaging by THz pulse near-field microscopy », in *2015 40th International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz waves (IRMMW-THz)*, Hong Kong, China: IEEE, août 2015, p. 1-3. doi: 10.1109/IRMMW-THz.2015.7327871.
- [37] A. A. Govyadinov, S. Mastel, F. Golmar, A. Chuvilin, P. S. Carney, et R. Hillenbrand, « Recovery of Permittivity and Depth from Near-Field Data as a Step toward Infrared Nanotomography », *ACS Nano*, vol. 8, n° 7, p. 6911-6921, juill. 2014, doi: 10.1021/nn5016314.
- [38] F. Mooshammer, M. A. Huber, F. Sandner, M. Plankl, M. Zizlsperger, et R. Huber, « Quantifying Nanoscale Electromagnetic Fields in Near-Field Microscopy by Fourier Demodulation Analysis », *ACS Photonics*, vol. 7, n° 2, p. 344-351, févr. 2020, doi: 10.1021/acsphotonics.9b01533.
- [39] B. Hauer, A. P. Engelhardt, et T. Taubner, « Quasi-analytical model for scattering infrared near-field microscopy on layered systems », *Opt. Express*, vol. 20, n° 12, p. 13173, juin 2012, doi: 10.1364/OE.20.013173.
- [40] A. N. Reznik et N. V. Yurasova, « Electrodynamics of microwave near-field probing: Application to medical diagnostics », *J Appl Phys*, p. 10.
- [41] A. O. Oladipo, M. Kasper, S. Lavdas, G. Gramse, F. Kienberger, et N. C. Panoiu, « Three-dimensional finite-element simulations of a scanning microwave microscope cantilever for

imaging at the nanoscale », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 103, n° 21, p. 213106, nov. 2013, doi: 10.1063/1.4832456.

[42] T. Auriac et J. Raoult, « Experiments and Modeling of a Near-Field Millimeter Wave Vector Microscope », in *2023 Photonics & Electromagnetics Research Symposium (PIERS)*, juill. 2023, p. 177-182. doi: 10.1109/PIERS59004.2023.10221305.

[43] A. S. McLeod *et al.*, « Model for quantitative tip-enhanced spectroscopy and the extraction of nanoscale-resolved optical constants », *ArXiv13081784 Cond-Mat Physicsphysics*, juin 2014, doi: 10.1103/PhysRevB.90.085136.

[44] L. M. Zhang *et al.*, « Near-field spectroscopy of silicon dioxide thin films », *Phys. Rev. B*, vol. 85, n° 7, p. 075419, févr. 2012, doi: 10.1103/PhysRevB.85.075419.

[45] Z. Wei *et al.*, « Quantitative Theory for Probe-Sample Interaction With Inhomogeneous Perturbation in Near-Field Scanning Microwave Microscopy », *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 64, n° 5, p. 1402-1408, mai 2016, doi: 10.1109/TMTT.2016.2537801.

[46] B.-Y. Wu, « Full-wave modeling of broadband near field scanning microwave microscopy », *Sci. Rep.*, p. 10.

[47] R. Omarouayache, « Imagerie et injection électromagnétique en champ proche micro-onde et millimétrique ».

[48] L. Novotny et B. Hecht, « Principles of Nano-Optics », p. 584.

[49] M. Born et E. Wolf, *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light*, 7^e éd. Cambridge: Cambridge University Press, 1999. doi: 10.1017/CBO9781139644181.

[50] R. Krutokhvostov *et al.*, « Enhanced resolution in subsurface near-field optical microscopy », *Opt. Express*, vol. 20, n° 1, p. 593, janv. 2012, doi: 10.1364/OE.20.000593.

[51] P. Payet, « Injection électromagnétique et microscopie en champ proche ».

[52] J.-L. Coutaz *et al.*, « Terahertz time-domain spectroscopy of absorbing materials and of metamaterials », *Terahertz Sci. Technol.*, vol. 7, n° 2, p. 53-69, mai 2023, doi: 10.11906/TST.053-069.2014.06.05.

[53] M. van Exter et D. Grischkowsky, « Carrier dynamics of electrons and holes in moderately doped silicon », *Phys. Rev. B*, vol. 41, n° 17, p. 12140-12149, juin 1990, doi: 10.1103/PhysRevB.41.12140.

Publications et communications de l'auteur

Conférences nationales et internationales avec comité de lecture

- T. Auriac et J. Raoult, « Microscopie vectorielle en champ proche à 60 GHz : Détection subsurface », in 2022 XXIIème Journées Nationales Microondes, Limoges, France
- T. Auriac et J. Raoult, « Near-Field Millimetre Wave Vector Microscopy - Buried Structure Imaging », in *2022 52nd European Microwave Conference (EuMC)*, Milan, Italy: IEEE, sept. 2022, p. 824-827. doi: [10.23919/EuMC54642.2022.9924375](https://doi.org/10.23919/EuMC54642.2022.9924375).
- T. Auriac et J. Raoult, « Experiments and Modeling of a Near-Field Millimeter Wave Vector Microscope », in *2023 Photonics & Electromagnetics Research Symposium (PIERS)*, juill. 2023, p. 177-182. doi: [10.1109/PIERS59004.2023.10221305](https://doi.org/10.1109/PIERS59004.2023.10221305).

Résumé

La microscopie en champ proche est un outil de caractérisation et d'imagerie de matériaux et de composants. Au cours de ce travail, un banc de microscopie a été développé dans le domaine des ondes millimétriques. Afin d'extraire une information en module et en phase, un mélangeur IQ est utilisé, couplé à des détections synchrones. Des sondes bow-ties sont utilisées pour focaliser le champ sur l'échantillon. Une attention particulière a été portée à la caractérisation et la minimisation des imperfections de ce banc expérimental. Un modèle d'interaction dipôle-matériau en champ proche a été développé. L'imagerie de composant a permis d'atteindre des résolutions sub-longueur d'ondes de quelques micromètres soit $\lambda/2500$. Ce système permet aussi la réalisation d'image subsurface de composant en tirant partie des propriétés du champ proche. Une structure interne de composant a été observée sous une couche de $13\mu\text{m}$ de résine. Enfin, des procédures de calibration ont été développées afin de réduire l'impact de nos sondes sur nos résultats et de nous rapprocher des valeurs des propriétés électriques des matériaux sous test.

Abstract

Near-field microscopy is a tool for characterizing and imaging materials and components. In this work, microscopy bench was developed in the millimeter-wave range. In order to extract modulus and phase information, an IQ mixer is used, coupled with synchronous detections. Bow-tie probes are used to focus the field on the sample. Special attention has been paid to characterizing and minimizing the imperfections of this experimental set-up. A near-field dipole-material interaction model has been developed. Our measurements can reach subwavelength resolutions of a few micrometers, i.e. $\lambda/2500$. This system can also be used to produce subsurface images of components by taking advantage of near-field properties. An internal component structure was observed under a $13\mu\text{m}$ layer of resin. Finally, calibration procedures have enabled us to erase the impact of our probes on our results and to get closer to the physical values of the materials under test.