

# UNIVERSITE DE LIMOGES

ECOLE DOCTORALE Sciences et Ingénierie pour l'Information

Faculté des Sciences et Techniques de Limoges

Année : 2014

Thèse N° [xx-2014]

## Thèse

pour obtenir le grade de

*Docteur de l'Université de Limoges*

Discipline : «Electronique des Hautes Fréquences, Photonique et systèmes»

Présentée et soutenue par

**Jamal RAMMAL**

le 19 Novembre 2014

**Capteurs microondes en bande ISM pour la  
caractérisation de matériaux en champ proche et  
pour le suivi de l'évolution de la corrosion**

Thèse dirigée par Serge VERDEYME, Nicolas DELHOTE et Olivier TANTOT

### Jury :

<b>B. FLECHET</b>	Professeur à l'Université de Savoie - IMEP - LAHC	<b>Président</b>
<b>C. LEGRAND</b>	Professeur à l'IUT Calais Boulogne-LDSMM-ULCO	<b>Rapporteur</b>
<b>H. AUBERT</b>	Professeur à l'Université de Toulouse - LAAS	<b>Rapporteur</b>
<b>J. TAO</b>	Professeur à l'Université de Toulouse - LAPLACE	<b>Examineur</b>
<b>F. GALLÉE</b>	Maître de conférences, Télécom Bretagne - Lab-STICC	<b>Examineur</b>
<b>S. VERDEYME</b>	Professeur à l'Université de Limoges - Xlim	<b>Examineur</b>
<b>O. TANTOT</b>	Maître de conférences, à l'Université de Limoges - Xlim	<b>Examineur</b>
<b>N. DELHOTE</b>	Maître de conférences, à l'Université de Limoges - Xlim	<b>Examineur</b>
<b>S. RIOUAL</b>	Maître de conférences, à l'Université de Bretagne-LMB	<b>Invité</b>







*A celle qui m'a soutenu tout au long de ces trois années  
et qui me soutient toujours. Sans elle, tout cela n'aurait  
pas été possible.*

*À MA FEMME*

*A celle qui a attendu avec impatience les fruits de sa  
bonne éducation ...*

*À MA MÈRE*

*A celui qui m'a indiqué la bonne voie en me rappelant  
que la volonté fait toujours les grands hommes ...*

*À MON PÈRE*



## *Remerciements*

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été effectués au sein du département MINACOM (Micro et Nanotechnologies pour Composants Optoélectroniques et microondes) de l'Institut de Recherche XLIM UMR CNRS 7252, à l'Université de Limoges.

Je tiens dans un premier temps à remercier Monsieur **Dominique BAILLARGEAT**, directeur du laboratoire, de m'avoir accueilli et permis de réaliser ces travaux.

J'adresse particulièrement mes plus sincères remerciements à Monsieur **Serge VERDEYME**, Monsieur **Nicolas DELHOTE** et Monsieur **Olivier TANTOT**, respectivement Professeur et maîtres de conférences à l'Institut de Recherche XLIM de Limoges, pour avoir dirigé mes travaux de thèse de doctorat. Je les remercie pour leur encadrement, leurs expériences, leur disponibilité, leur aide, leur soutien et leurs conseils précieux et avisés tout au long de cette thèse.

Je suis très reconnaissant à Monsieur **Bernard FLECHET**, Professeur à l'Université de Savoie, pour avoir accepté de juger ces travaux ainsi que de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

J'exprime ma sincère gratitude à Monsieur **Christian LEGRAND**, Professeur à l'IUT Calis Boulogne et à Monsieur **Hervé AUBERT**, Professeur à l'Université de Toulouse, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ces travaux en acceptant de les rapporter.

Je remercie sincèrement Monsieur **Junwu TAO**, Professeur à l'Université de Toulouse, et à Monsieur **Francois GALLÉE**, Maître de conférences, Télécom Bretagne d'avoir accepté d'examiner ce rapport et d'assister à la soutenance de ces travaux.

Je remercie également, et très chaleureusement, Monsieur **Stéphane RIOUAL** Maître de conférences, à l'Université de Bretagne occidentale d'avoir accepté d'assister à cette soutenance et d'honorer par leurs jugements mon travail de thèse.

Mes remerciements s'adressent spécialement à Monsieur **Michel AUBOURG**, de m'avoir souvent apporté des solutions dans les études et la conception des composants.

Je remercie **Stéphane BILA**, et **Aurélien PERIGAUD** qui ont su par leur expérience m'aider à avancer dans ces travaux à divers moments.

Je remercie également Madame **Marie-Laure GUILLAT**, secrétaire du département MINACOM, pour son aide précieuse.

Je remercie Monsieur **Damien PASSERIEUX**, qui m'a apporté sa précieuse participation lors des manipulations.

Je remercie Monsieur **Frédéric SIDOR** et Monsieur **Patrick FRUGIER**, pour leur aide et leur compétence technique dans la fabrication des circuits.

Une thèse ne saurait être réduite à son aspect scientifique. Ce sont aussi des années de vie, au long desquelles l'amitié fut pour moi un carburant indispensable. De ce point de vue, je voudrais exprimer du fond du cœur mon immense joie de pouvoir compter sur mon frère **Jamil FOUANY** qui m'a aidé et m'a supporté à traverser la thèse sans trop de séquelles. Merci pour ton aide, ta disponibilité et tes conseils.

Je tiens à remercier mes collègues de bureau, pour l'aide qui m'ont rapporté pendant cette thèse.

Je dédie cette thèse à mes parents, mon frère et ma sœurs, et à ma femme pour leur soutien tout au long de ces années, en leur souhaitant des jours les plus beaux...

*Table de matière*

**INTRODUCTION GENERALE ..... 5**

**CHAPITRE I :METHODES DE CARACTERISATION MICROONDES DANS LA BANDE ISM ET  
CAPTEURS DE CORROSION ..... 11**

**PARTIE 1 ..... 13**

    I. INTRODUCTION ..... 15

    II. GENERALITES SUR LES MATERIAUX DIELECTRIQUES ..... 16

    III. TECHNIQUE DE CARACTERISATION DES MATERIAUX DANS LA BANDE ISM ..... 17

        III.1. Ligne de transmission ..... 18

        III.2. Guide d’onde ..... 19

        III.3. Espace libre ..... 20

        III.4. Cavité résonante fendue (Split-Cylinder Resonator) ..... 21

        III.5. Cavité Klystron ..... 22

        III.6. Résonateur diélectriques ..... 23

        III.7. Sonde coaxiale ..... 24

    IV. ETUDE COMPARATIVE DES DIFFERENTES METHODES ..... 25

    V. INTRODUCTION A LA MICROSCOPIE MICROONDE EN CHAMP PROCHE ..... 26

    VI. DEVELOPPEMENT DE LA MICROSCOPIE MICROONDE EN CHAMP PROCHE ..... 27

    VII. MODELE DE CHARGE D’IMAGE POUR LA CARACTERISATION DES DIELECTRIQUES EN CHAMP PROCHE ..... 33

    VIII. SYNTHESE SUR LA MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE ..... 35

    IX. CONCLUSION ..... 37

**PARTIE 2 ..... 39**

    X. INTRODUCTION ..... 41

    XI. LE PHENOMENE DE LA CORROSION ..... 41

    XII. FACTEURS INFLUANT SUR LA CORROSION ..... 42

    XIII. TECHNIQUES DE DETECTION DE LA CORROSION ..... 42

        XIII.1. Technique visuelle ..... 42

        XIII.2. Technique ultrasonique ..... 43

        XIII.3. Technique radiographie ..... 44

        XIII.4. Capteur électronique actif ..... 45

    XIV. SYNTHESE SUR LES TECHNIQUES CLASSIQUES DE DETECTION DE LA CORROSION ..... 46

    XV. VERS DES CAPTEURS DE CORROSION PASSIFS ..... 48

    XVI. CONCLUSION ..... 49

    XVII. BIBLIOGRAPHIE ..... 50

<b>CHAPITRE II MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE : DEVELOPEMENT OUTIL NUMERIQUE ET VALIDATION EXPERIMENTALE.....</b>	<b>55</b>
I. INTRODUCTION .....	57
II. PRINCIPE DE L'ELECTROSTATIQUE.....	58
III. INTRODUCTION A EMXD .....	61
IV. ETUDE ELECTROSTATIQUE .....	64
IV.1. Description générale de la structure .....	65
IV.2. Etude de l'impact nombre des tétraèdres.....	67
V. ETUDE PARAMETRIQUE .....	68
V.1. Etude de l'effet de la permittivité de l'échantillon.....	69
V.2. Etude de l'effet d'un gap d'air entre l'échantillon et la pointe .....	70
V.3. Etude de l'effet physique du rayon de la pointe.....	71
V.4. Dimensions nécessaires pour l'échantillon à caractériser .....	73
V.4.1. Etude de l'épaisseur de l'échantillon .....	74
V.4.2. Etude des dimensions latérales de l'échantillon (résolution quantitative).....	77
V.5. Etude d'un échantillon avec une surface courbée .....	79
VI. VALIDATION EXPERIMENTALE .....	81
VI.1. Choix de la structure.....	81
VI.2. Les cavités résonantes .....	82
VI.3. Caractérisation des résonateurs .....	84
VI.3.1. Les pertes d'insertion .....	84
VI.3.2. Coefficient de qualité en charge ( <b>Qch</b> ).....	85
VI.3.3. Coefficient de qualité à vide ( <b>Q0</b> ) .....	85
VI.4. Les résonateurs diélectriques.....	86
VI.5. Etude électromagnétique de la structure.....	87
VI.6. Réalisation de la structure .....	90
VI.7. Banc de mesure .....	91
VI.8. Dimensions physiques nécessaires de l'échantillon à caractériser .....	94
VI.8.1. Mesure de l'épaisseur des échantillons nécessaire pour la caractérisation .....	94
VI.8.2. Mesure de surface latérale des échantillons nécessaire pour la caractérisation.....	98
VII. CONCLUSION .....	100
VIII. BIBLIOGRAPHIE .....	102
<b>CHAPITRE III CARACTERISATION DE MATERIAUX PAR LA MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE .....</b>	<b>105</b>
I. INTRODUCTION .....	107
II. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS DIELECTRIQUES A 2,45GHZ PAR LE MODELE DE C. GAO .....	108
II.1. Optimisation de la sensibilité de la sonde .....	109
II.2. Etude de l'effet de l'épaisseur du matériau étalon et des échantillons diélectriques sur la caractérisation.....	113

## TABLE DE MATIERE

---

II.1. Alternative à l'utilisation des échantillons épais .....	116
II.2. Caractérisation des échantillons de faible volume à 2,45GHz par une pointe de 60µm de rayon .....	117
III. IMAGERIE MICROONDE DES ECHANTILLONS AYANT UNE INHOMOGENEITE DIELECTRIQUE A 2,45GHZ.....	119
III.1. Cartographie fréquentielle et diélectrique 2D du silicium .....	119
III.2. Cartographie fréquentielle et diélectrique 2D d'Alumine.....	122
IV. CARACTERISATION MULTI-FREQUENCES .....	124
IV.1. Description de la structure.....	124
IV.1.1. Modèle électromagnétique équivalent.....	125
IV.1. Caractérisation large bande de Ferro A6M.....	127
V. CARACTERISATION DES ECHANTILLONS DIELECTRIQUES A 2,45GHZ PAR COMBINAISON D'UN MODELE A ELEMENTS LOCALISES ET D'UN MODELE ELECTROSTATIQUE.....	129
V.1. Description du modèle à éléments localisés .....	129
V.2. Choix des valeurs des différents éléments du modèle à éléments localisés .....	131
V.3. Principe de mesure.....	134
V.4. Caractérisation des échantillons de différentes épaisseurs.....	137
V.4.1. Calcul de la permittivité relative des échantillons.....	138
V.4.1. Calcul de la tangente de pertes d'échantillons .....	139
V.1. Caractérisation des échantillons multicouches .....	141
VI. CONCLUSION .....	144
VII. BIBLIOGRAPHIE.....	147
<b>CHAPITRE IV CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION .....</b>	<b>149</b>
INTRODUCTION .....	151
I. CAPTEUR DE CORROSION DEVELOPPE A L'UBO .....	152
II. CAHIER DES CHARGES D'UNE NOUVELLE GENERATION DE CAPTEURS DE CORROSION .....	154
III. CHOIX DE LA TECHNOLOGIE .....	155
IV. CHOIX DE D'ALUMINE .....	155
V. ETUDE ELECTROMAGNETIQUE DES EFFETS DE LA CORROSION SUR UNE STRUCTURE RESONANTE A BASE D'ALUMINE.....	156
V.1. Capteur à base d'un résonateur en Alumine métallisé.....	156
V.1.1. Effet des fissures sur la résonance .....	159
V.1.2. Effet de la conductivité sur la résonance.....	161
V.1.1. Effet de l'épaisseur de métallisation sur la résonance.....	163
V.2. Conclusion .....	165
VI. PARTIE EXPERIMENTALE .....	166
VI.1. Réalisation de résonateur.....	166
VI.1.1. Métallisation par bains auto-catalytiques (electroless plating) .....	166
VI.1.1. Machine à ablation par laser .....	167
VI.2. Procédure de mesure .....	168

## TABLE DE MATIERE

---

VI.3. Mesure du résonateur en Alumine métallisé avec grille.....	169
VI.4. Conclusion.....	171
VII. ETUDE ELECTROMAGNETIQUE DU CAPTEUR DE CORROSION EVOLUE.....	172
VII.1. Description générale de la structure.....	173
VII.1.1. Effet des fissures sur la résonance.....	175
VII.1.1. Effet de la conductivité sur la résonance.....	178
VII.1.2. Effet de l'épaisseur de métallisation sur la résonance.....	180
VII.2. Conclusion.....	182
VIII. PARTIE EXPERIMENTALE.....	183
VIII.1. Réalisation d'un capteur étalon par lithographie.....	183
VIII.1.1. La lithographie [10].....	183
VIII.1.2. Différentes étapes de réalisation.....	184
VIII.2. Mesure du capteur étalon.....	185
VIII.3. Réalisation du capteur avec les fils en zinc.....	188
VIII.3.1. Réalisation de la partie zinc.....	188
VIII.4. Mesure des réponses du capteur.....	190
VIII.4.1. Mesure du capteur dans un milieu corrosif.....	192
VIII.4.2. Etude par imagerie microscopique.....	195
VIII.4.1. Extraction de la conductivité par retro-simulation.....	198
VIII.4.2. Étude du capteur étalon.....	200
VIII.4.3. Étude d'un capteur en zinc sans l'utilisation de chlorure de sodium.....	201
VIII.5. Conclusion.....	204
IX. TROISIEME GENERATION DE CAPTEURS DE CORROSION.....	204
IX.1. Description générale de la structure.....	205
IX.1. Effet de la conductivité sur la résonance.....	207
IX.2. Conclusion.....	208
X. CONCLUSION.....	208
XI. BIBLIOGRAPHIE.....	211
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>213</b>

# **INTRODUCTION GENERALE**



Les propriétés des matériaux utilisés dans la conception des circuits et des composants passifs à des fréquences microondes est un domaine très actif dans la science des matériaux, la physique du solide et l'ingénierie électrique et électronique. La connaissance précise de ces propriétés est extrêmement importante d'une part parce qu'elles font partie de l'ensemble des connaissances des propriétés spécifiques de la matière, d'autre part parce qu'elles doivent être maîtrisées dans la perspective d'applications fortement sensibles à la moindre de leur variation.

La valeur des caractéristiques diélectriques des matériaux dépend fortement de la fréquence de mesure qui est déterminée par le domaine d'application. Il est donc nécessaire de développer des méthodes de caractérisation capables de caractériser les matériaux à la fréquence désirée.

De nombreuses et diverses applications sont apparues dans les dernières années dans la bande de fréquence autour de 2,45GHz (bande ISM). La bande ISM a pour vocation d'être utilisée à des fins Industrielles, Scientifiques et Médicales. Son accès est gratuit et totalement libre en termes de licence d'exploitation. Cette bande est utilisée par les réseaux Wi-Fi, Bluetooth, radar, télécommunication par les périphériques sans-fil tels que les claviers ou les souris, les systèmes de surveillance vidéo sans fil, etc. Toutes ces applications exigent le développement de méthodes capables de caractériser les différents matériaux à cette fréquence.

De nombreuses techniques destructives ou non destructives, résonantes ou large bande permettent de caractériser les matériaux diélectriques et magnétiques à 2,45GHz. Ainsi, le bon choix des techniques de caractérisation microonde est important vu l'existence de différentes restrictions dans ces techniques. Il est idéalement cherché à privilégier des méthodes non destructives et capables de s'accommoder d'échantillons n'ayant pas de restrictions particulières quant à leur forme ou leur taille. Or ces deux facteurs sont souvent trop contraignant par les méthodes traditionnellement utilisées, un développement spécifique se révélant ici pertinent.

Un autre besoin demandé fortement par l'industrie est lié à sa propre sécurité. Cette demande nécessite par exemple une caractérisation mais surtout une détection de la corrosion des matériaux. La corrosion désigne l'altération d'un matériau par réaction chimique avec un oxydant.

D'un point de vue économique, la corrosion est un problème industriel important : le coût de la corrosion qui recouvre l'ensemble des moyens de lutte contre la corrosion, le

remplacement des pièces ou ouvrages corrodés et les conséquences directes et indirectes des accidents dus à la corrosion, est estimé à 2 % du produit brut mondial. Chaque seconde, ce sont quelque 5 tonnes d'acier qui sont ainsi transformées en oxydes de fer.

La compréhension, l'étude, la détection et la prévention de la corrosion sont d'une grande importance pour plusieurs raisons. En effet, la corrosion entraîne des coûts non seulement dus à la perte matérielle, mais aussi à cause des temps d'arrêt, des remplacements de pièces, de services, de l'assurance de prévention, la conception, et même la recherche.

Compte tenu de son importance, il est clair qu'il faut comprendre, surveiller et caractériser la corrosion des matériaux susceptibles d'être corrodés: les métaux en premier lieu.

Il existe plusieurs techniques de détection de la corrosion, ces techniques souffrent de nombreux inconvénients : équipements chers, difficultés d'analyse des résultats, mesures en contact, limitation à une durée d'exposition relativement courte et/ou des zones faciles d'accès. En effet, les capteurs utilisés par ces techniques sont dans la plupart du temps énergétiquement actifs et nécessitent ainsi une source d'alimentation permanente, ce qui présente un inconvénient majeur, compte tenu de la longue durée de vie des infrastructures exposées à la corrosion (plusieurs années). Ainsi, il existe un réel intérêt dans la conception des dispositifs pour la détection et la surveillance de la corrosion qui soient passifs et sans contact, afin de pouvoir les interroger à distance.

Deux objectifs principaux des travaux de recherche sont présentés dans ce mémoire de thèse :

Le premier objectif est l'étude et le développement de nouvelles techniques basées sur la microscopie microonde en champ proche pour la caractérisation résonante et non destructive de matériaux diélectriques dans la bande ISM (2,45GHz). Il est cherché ici la possibilité de caractériser des échantillons de faible volume dans leur contexte, sans aucun traitement préalable.

Le deuxième objectif de ce mémoire de thèse est l'étude et le développement d'un nouveau capteur céramique économique, sensible, et sans fil pour la détection et la caractérisation de la corrosion.

Ce manuscrit est organisé en quatre chapitres :

Le premier chapitre présentera et comparera tout d'abord différentes méthodes de caractérisation de matériaux à 2,45GHz. Ces méthodes seront décrites afin de distinguer leur

principe de fonctionnement, leurs points forts et points faibles, leur domaine de validité diélectrique, leurs précisions de caractérisation de la permittivité et de la tangente de pertes, et, le plus important, les conditions nécessaires imposées sur les échantillons. Ce premier chapitre se terminera en présentant et comparant différentes méthodes de détection et de caractérisation de la corrosion, ainsi que leurs avantages et inconvénients.

Dans le cadre de la caractérisation diélectrique par champ proche, le deuxième chapitre de ce manuscrit proposera un nouveau modèle électrostatique qui servira à étudier les différents effets physiques de l'interaction pointe-échantillon. Cette partie aura pour objectif de mieux comprendre les effets des différents paramètres sur la caractérisation par cette technique et ainsi d'optimiser les conditions de mesure afin d'obtenir des paramètres les plus précis possibles. Dans la première partie de ce chapitre nous rappellerons les principes de l'électrostatique ainsi que le logiciel EMXD développé dans notre laboratoire et qui est utilisé pour effectuer le calcul électrostatique de notre modèle. Ensuite dans la deuxième partie nous présenterons une description générale de notre structure modélisée ainsi que ses différents paramètres. Nous présenterons dans la troisième partie une étude des différents paramètres qui constituent notre modèle électrostatique (permittivité de l'échantillon, rayon de la pointe, hauteur de l'échantillon, valeur du champ, résolution spatiale, sensibilité) qui nous aidera à comprendre l'effet de chaque paramètre dans l'interaction pointe-échantillon. Dans la dernière partie de ce chapitre nous présenterons la réalisation de la structure utilisée dans les mesures, ainsi que les résultats des mesures obtenus afin de valider notre modèle théorique.

Le troisième chapitre de ce manuscrit sera composé de trois parties principales. La première partie sera consacrée à un protocole pour la caractérisation des échantillons diélectriques par la technique de microscopie en champ proche en se basant sur le modèle des charges d'images proposé par le professeur C. GAO. La deuxième partie présentera une nouvelle technique qui permettra de réaliser des caractérisations multi-fréquence en large bande à l'aide d'une microscopie microonde en champ proche. La dernière partie sera enfin consacrée au développement d'un nouveau modèle basé sur une combinaison entre deux modèles (électrique et électrostatique) pour la caractérisation des échantillons diélectriques de différentes épaisseurs, ainsi que celle d'échantillons bicouches, toujours par la microscopie en champ proche.

Le dernier chapitre de ce manuscrit proposera des capteurs de corrosion à base de céramique qui nous permettent un suivi de l'évolution de la corrosion d'un métal. Dans un premier temps nous présenterons le travail réalisé par notre partenaire sur ce travail à

l'Université de Bretagne Occidentale (UBO) sur l'interaction électromagnétique des structures microondes avec les effets de la corrosion. Ce travail a été la brique de base dans la conception et la réalisation des capteurs qui seront présentés dans ce chapitre. Sur cette base, nous présenterons par la suite le cahier des charges proposé par UBO et XLIM pour une nouvelle version de ces capteurs de corrosion. Dans la troisième partie nous présenterons des études électromagnétiques sur un résonateur en Alumine. Les études comprendront la variation de la réponse électromagnétique des structures affectées par les différents effets de la corrosion (fissures, diminution de la conductivité, diminution de la masse). Ces études préliminaires nous permettront de comprendre et prédire le comportement du capteur une fois exposé à un environnement corrosif. Dans la quatrième partie nous décrirons les différentes étapes de la réalisation des résonateurs de première génération et les différentes mesures expérimentales réalisées afin de valider les résultats théoriques obtenus précédemment. Dans la cinquième partie de ce chapitre nous présenterons les études électromagnétiques d'une seconde génération plus évoluée du capteur de corrosion. Nous nous arrêterons sur les différentes étapes de réalisation de ce capteur ainsi que sur les résultats des mesures réalisées à XLIM et dans le laboratoire de magnétisme de Brest. Dans la dernière partie de ce chapitre nous présenterons enfin l'étude d'une troisième génération de capteurs pouvant potentiellement être intégré dans un circuit de type tag RFID dans la bande 2,4GHz-2,5GHz.

**CHAPITRE I : METHODES DE  
CARACTERISATION MICROONDES DANS  
LA BANDE ISM ET CAPTEURS DE  
CORROSION**



# **PARTIE 1**



## **I. INTRODUCTION**

Dans un monde en perpétuelle évolution technologique, dans une industrie de plus en plus performante, les composants fabriquées avec ou sur des matériaux diélectriques deviennent de plus en plus petites et de plus en plus variées, ces matériaux étant spécialement sélectionnés pour un ensemble de caractéristiques électromagnétiques spécifiques. La connaissance de ces paramètres est essentielle pour fournir des informations critiques nécessaires pour la conception, la modélisation et la fabrication des circuits, et intégrer dans les bonnes conditions le système dans son environnement.

La valeur des paramètres électromagnétiques dépend fortement de la fréquence de mesure qui est imposée par le domaine d'application. Dans ces dernières années la bande de fréquence autour de 2,45 GHz (bande ISM) est de plus en plus utilisée pour des applications diverses du grand public. La bande ISM a pour vocation d'être utilisée à des fins Industrielles, Scientifiques et Médicales. Son accès est gratuit et totalement libre. Cette bande est utilisée par les réseaux Wi-Fi, Bluetooth, radar, télécommunication par les périphériques sans-fil tels que les claviers ou les souris, les systèmes de surveillance vidéo sans fil, etc. Ainsi, il est très intéressant de mesurer les propriétés électromagnétiques des matériaux à cette fréquence.

Différentes techniques microondes sont utilisées pour la mesure des propriétés diélectriques des échantillons dans la bande ISM. Le bon choix des techniques de caractérisation microonde est important et lié à l'existence de différentes restrictions dans ces techniques.

Le choix des techniques de mesure dépend de la nature du matériau à caractériser (liquide, gaz, solide,...), de l'altération du matériau apportée par la caractérisation (méthode destructive ou non destructive), de la forme de l'échantillon nécessaire pour la caractérisation, de la structure du matériau (homogène ou hétérogène), de la bande de fréquence de travail (large bande, bande étroite) et des paramètres électriques recherchés (permittivité diélectrique, perméabilité magnétique, conductivité, ...).

La mesure de la permittivité complexe d'un matériau se fait par le positionnement de l'échantillon sur le trajet d'une onde électromagnétique progressive, en espace libre ou dans une structure de propagation. De même, l'échantillon peut être déposé à l'intérieur d'un champ électrique ou magnétique d'une onde stationnaire (cavité résonante). Les propriétés électromagnétiques de l'échantillon entraînent une variation des coefficients de réflexion et/ou de transmission du dispositif pour le premier principe et par la modification de la

fréquence de résonance et du facteur de qualité pour le second. La permittivité complexe de l'échantillon peut être calculée à partir des mesures des coefficients de réflexion et de transmission du dispositif.

Dans la première partie de ce chapitre nous présentons les différentes méthodes utilisées et leurs limitations dans la caractérisation diélectrique des échantillons dans la bande ISM. Ensuite, nous décrivons les différentes techniques en champ proche qui permettent de surmonter ces limitations. Nous présentons de même les avantages et les inconvénients de chaque technique en champ proche.

## **II. GÉNÉRALITÉS SUR LES MATÉRIAUX DIÉLECTRIQUES**

Les matériaux diélectriques [1] sont classiquement assimilés aux matériaux isolants [2]. Les isolants sont des matériaux dont la résistivité est extrêmement élevée. A la différence des métaux et des conducteurs qui contiennent des charges libres, les isolants ont des charges liées qui ne sont susceptibles d'effectuer que de faibles déplacements par rapport à leur position d'équilibre. Le champ électrique pénètre au cœur du matériau dans un isolant, et agit sur les porteurs de charges en modifiant l'orientation des moments dipolaires à l'échelle microscopique et qui va se traduire à l'échelle macroscopique par l'apparition d'une polarisation  $P$  [3].

Pour des matériaux linéaires, la polarisation est proportionnelle au champ appliqué:

$$P = \varepsilon_0 \chi_{kj} E_j \quad (I.1)$$

Où  $\chi_{kj}$  est le tenseur de susceptibilité électrique et  $\varepsilon_0$  la permittivité du vide ( $\varepsilon_0 \sim 8,8854 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$ ). Ce tenseur se réduit à un scalaire  $\chi_e$  pour des matériaux isotropes et homogènes et l'équation (I.1) devient:

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi_{ij} \vec{E}_j \quad (I.2)$$

La permittivité relative  $\varepsilon_r^*$  s'obtient en combinant cette équation avec la définition du vecteur induction électrique (déplacement électrique des dipôles)  $\vec{D}$  :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (I.3)$$

$$\vec{D} = \varepsilon_0(1 + \chi_e) \vec{E} \text{ si nous posons } \varepsilon_r^* = 1 + \chi_e$$

$$\vec{D} = \varepsilon_r^* \varepsilon_0 \vec{E} \quad (I.4)$$

La permittivité diélectrique  $\varepsilon^*$ , appelée aussi constante diélectrique, est le produit de la permittivité du vide  $\varepsilon_0$  par la permittivité relative  $\varepsilon_r^*$  :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_r^* \varepsilon_0 \quad (I.5)$$

La permittivité  $\varepsilon^*$  est une grandeur complexe:  $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$ , ce qui traduit un déphasage entre la réponse du matériau et un champ excitateur.

La permittivité absolue  $\varepsilon$  est finalement définie comme le produit de la permittivité relative  $\varepsilon_r$  par la permittivité du vide  $\varepsilon_0$ , ( $\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r$ ): (ce qui correspond à la partie réelle de  $\varepsilon^*$ ). Mais la permittivité relative ou constante diélectrique relative ( $\varepsilon_r$ ) est plus souvent mentionnée pour caractériser un matériau diélectrique.

Les pertes diélectriques correspondent à l'énergie dissipée dans le matériau lorsque celui-ci est soumis à un champ électrique [4], [5]. Les pertes totales du diélectrique sont exprimées par le paramètre  $\varepsilon''$ , ou plutôt par la tangente de pertes qui est définie comme le rapport de la partie imaginaire par la partie réelle de la permittivité complexe.

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad (I.6)$$

### **III. TECHNIQUE DE CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX DANS LA BANDE ISM**

Plusieurs méthodes de caractérisation des matériaux diélectriques dans la bande ISM sont décrites dans la littérature [6], [7], [8]. Ces méthodes imposent la forme et les dimensions de l'échantillon à caractériser, certaines parmi elles nécessitent des échantillons de grand volume et d'autres nécessitent des échantillons de forme géométrique bien précise (pastille,

substrat,...). Parmi ces méthodes il existe des méthodes de caractérisation destructives qui nécessitent l'usinage de l'échantillon à caractériser ou à déposer sous forme de couche épaisse ou mince.

Les paragraphes qui suivent sont consacrés à une présentation générale des différentes méthodes et techniques de caractérisation des matériaux solides dans la bande ISM.

### **III.1. Ligne de transmission**

C'est une méthode de mesure large bande de la permittivité et de la perméabilité complexes des matériaux solides isotropes. La caractérisation des matériaux par cette méthode est basée sur la mesure de la constante de propagation d'une ligne de transmission chargée par un échantillon à caractériser [9], [10]. Tout d'abord, la mesure est faite en transmission à vide, avec la ligne non chargée afin d'étalonner les paramètres du modèle théorique, et ensuite, on procède à la mesure avec échantillon. A partir du coefficient de transmission, on remonte à la constante de propagation linéique de la ligne en charge. Puis, à partir d'un modèle théorique de la ligne reliant la constante de propagation et la permittivité du matériau, on détermine les propriétés diélectriques du matériau.

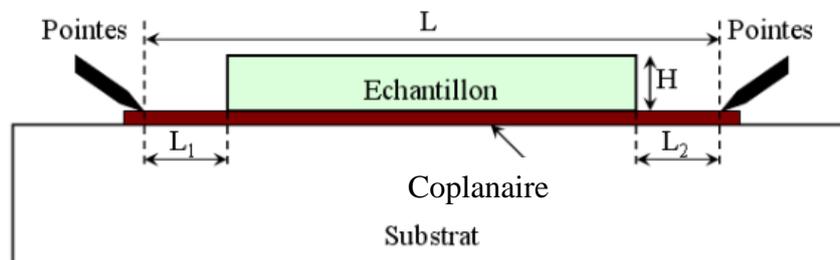


Figure I-1: Configuration de mesure pour une ligne de transmission [9], [10]

Dans le cas considéré, la hauteur de l'échantillon doit être aux moins deux fois la distance masse à masse de la ligne coplanaire pour que le champ soit en majorité dans le matériau et le substrat. L'échantillon doit avoir une longueur d'au moins  $\lambda_g/2$  [11] (pour un échantillon d'Alumine de permittivité 9,8 et d'épaisseur 0,5mm à 2,45GHz un échantillon de largeur 250 $\mu$ m et de longueur 27mm est nécessaire). La précision de mesure est limitée par l'effet de gap d'air entre l'échantillon et la ligne de transmission.

Cette méthode est utilisée pour caractériser les matériaux sur une large bande de fréquence, d'où la possibilité de caractériser des échantillons dans la bande ISM. Cette

méthode est aussi utilisée pour caractériser des couches minces déposées sur des substrats où une ligne de transmission est imprimée sur cette couche.

La caractérisation des échantillons ayant une inhomogénéité diélectrique est impossible à l'aide de cette méthode; de plus, cette méthode nécessite la préparation d'un échantillon (forme, dimension), cette méthode étant ainsi classée parmi les méthodes destructives.

### **III.2. Guide d'onde**

La mesure des paramètres de répartition et la mesure de l'admittance permettent de déterminer les caractéristiques diélectriques du matériau. Il existe deux familles de mesure en guide d'onde : celle du guide d'onde rempli de matériau sous test, et celle du guide d'onde rempli du matériau sous test et court-circuité [12] comme indiqué respectivement dans la Figure I-1.a, b.

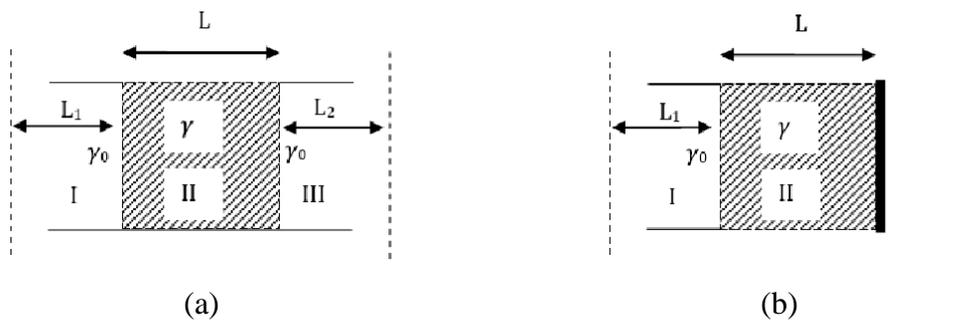


Figure I-2: (a) Guide d'onde rectangulaire rempli de matériau sous test, (b) Guide d'onde rectangulaire rempli de matériau sous test et court-circuité [12]

Le principe de mesure consiste à placer l'échantillon à l'intérieur du guide. L'extraction des paramètres diélectriques est faite à partir du mode de propagation  $TE_{10}$  dans le cas où le matériau à caractériser est homogène. Dans le cas où le matériau est hétérogène, les caractéristiques diélectriques sont déduites des modes de propagation d'ordres supérieurs.

Il existe une autre variante de la technique pour laquelle le matériau est en contact avec une sonde en guide d'onde [13] comme le montre la Figure I-3. Cette technique nécessite un contact parfait entre le guide d'onde et le matériau à caractériser et elle est adaptée à des mesures in-situ sur une large bande de fréquences.

L'extraction de la permittivité est faite en exploitant le coefficient de réflexion ou l'admittance mesurée via un analyseur de réseau vectoriel.

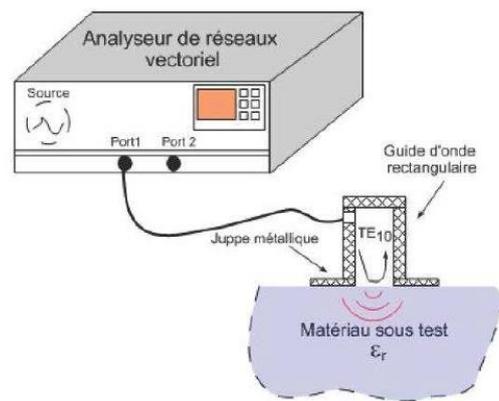


Figure I-3: Sonde en guide d'onde rectangulaire [13]

Cette méthode permet de caractériser le matériau sur une large bande de fréquences qui dépend de la dimension du guide, d'où la possibilité de caractériser un échantillon dans la bande ISM avec des échantillons relativement larges ( $> 86\text{mm}$ ). En revanche, la première méthode est destructive et nécessite l'adaptation de la forme de l'échantillon à celle des guides d'ondes. De plus, une caractérisation diélectrique des matériaux hétérogènes complexifie l'extraction des paramètres diélectriques.

### **III.3. Espace libre**

Dans une technique typique en espace libre, un échantillon plat est placé en parallèle entre deux antennes qui fonctionnent dans une certaine gamme de fréquences (Figure I-4). Les antennes étant alignées, l'une d'elles transmet le signal tandis que l'autre fonctionne comme un récepteur. Le signal incident passe à travers l'échantillon et est enregistré par l'autre antenne sur cette voie. L'atténuation et le déphasage du signal sont alors mesurés, et servent à déterminer les propriétés diélectriques de l'échantillon. En fonction de la fréquence et la taille de l'échantillon, des lentilles de focalisation peuvent être utilisées.

Les techniques en espace libre sont également des méthodes de mesure non destructives, sans contact, utilisées en large bande, ce qui permet une caractérisation dans la bande ISM, et sont particulièrement appropriées pour la mesure de matériaux à des températures élevées et pour des diélectriques homogènes et inhomogènes [14].

En revanche, cette technique nécessite un échantillon large et plat pour la caractérisation pour éviter les phénomènes de diffraction par les arêtes. A 2,5GHz, les dimensions de l'antenne sont de 310mm\*310mm [15], ce qui impose une dimension de même taille ou plus large de l'échantillon à caractériser.

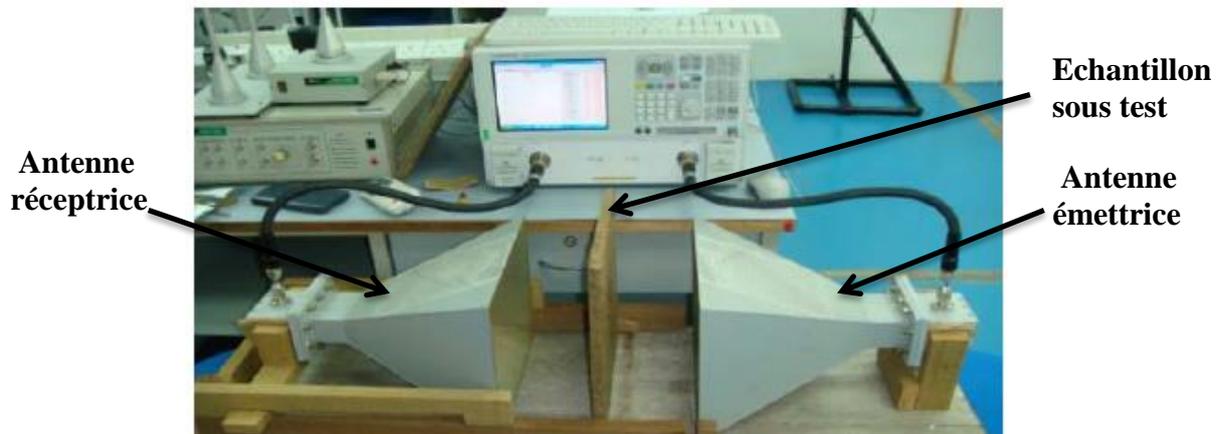


Figure I-4: Schéma d'un banc de mesure en espace libre [15]

### **III.4. Cavité résonante fendue (Split-Cylinder Resonator)**

La méthode de la cavité résonante fendue est une méthode pour la détermination de la permittivité de matériau à très faible pertes [16].

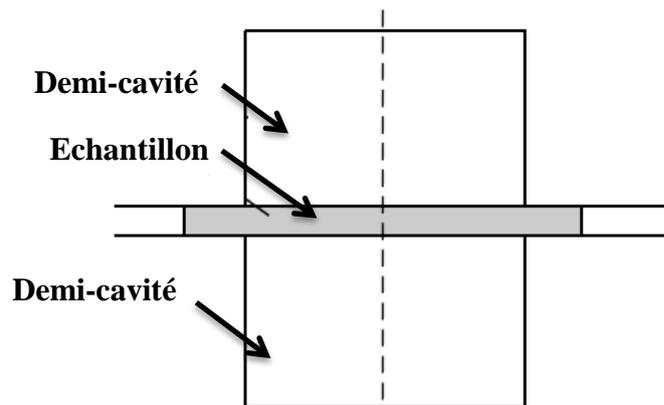


Figure I-5: Cavité résonante fendue [16]

Cette technique est basée sur une cavité cylindrique vide séparée en deux sections de guide d'onde cylindrique court-circuité. L'échantillon est placé dans la fente entre les deux sections comme montre la Figure I-5. Il doit couvrir la section cylindrique de la cavité. En utilisant deux des modes  $TE_{011}$ ,  $TE_{013}$  ou  $TE_{015}$ , le champ électrique qui possède une seule composante azimutale  $E(\varphi)$  est parallèle au plan de l'échantillon diélectrique.

Le champ électrique est quasiment nul au niveau de la fente de la cavité et des parois de celle-ci. Ainsi, le champ EM, une fois l'échantillon inséré dans la cavité, pourra être négligé dans la fente pour des échantillons d'épaisseurs inférieures à 7 millimètres pour une cavité

résonnante à 2,45GHz. Pour des échantillons de quelques millimètres d'épaisseur à des fréquences plus élevées, il devient nécessaire de tenir compte du champ EM qui s'étend dans l'échantillon au-delà de la section de la cavité avec un modèle numérique approprié [17].

Les mesures de la fréquence de résonance et du facteur de qualité en présence et en absence de l'échantillon, ainsi que l'épaisseur de l'échantillon, les dimensions de la cavité, et les pertes de la cavité sont utilisées pour le calcul de la constante diélectrique et la tangente de pertes de l'échantillon.

L'échantillon à caractériser doit être plan et prolongé au-delà du diamètre des deux sections de cavité. Ce dernier varie selon la fréquence désirée pour la caractérisation.

La méthode de la cavité résonante fendue est une méthode à fréquence de caractérisation discrète, non destructive, et à haute précision. Par contre, la caractérisation dans la bande ISM nécessite un échantillon de 200mm de dimensions latérales. La nécessité d'échantillons de cette taille est une vraie contrainte pour cette méthode.

### **III.5. Cavité Klystron**

Ce type de cavité microonde est étudié depuis plus de 50 ans pour différents types d'applications dont notamment les oscillateurs et amplificateurs de fortes puissances. V. Madrangeas et al. [18] proposent d'adapter leur fonctionnement à la caractérisation de matériaux. Ce type de structure est composé d'une cavité cylindrique à l'intérieur de laquelle est inséré un plot métallique central court-circuité à l'une des extrémités comme le montre la Figure I-6 créant ainsi une capacité entre le plot central et le blindage. La hauteur du guide coaxial ainsi créé (hauteur hcoax, Figure I-6) et celle du gap (hgap) déterminent la fréquence de résonance de la cavité.

Le champ électrique entre les armatures de la capacité est maximal, l'insertion d'un matériau dans cette zone modifie la fréquence de résonance et le facteur de qualité du mode TEM, et à partir d'un modèle basé sur la méthode des lignes, les caractéristiques diélectriques du matériau peuvent être déterminées.

Cette méthode est mono-fréquence, on peut caractériser des échantillons épais ainsi que des couches minces déposées sur des substrats.

La caractérisation dans la bande ISM à l'aide de cette cavité est possible mais elle nécessite une préparation des échantillons (épaisseur, longueur, largeur) avant la caractérisation.

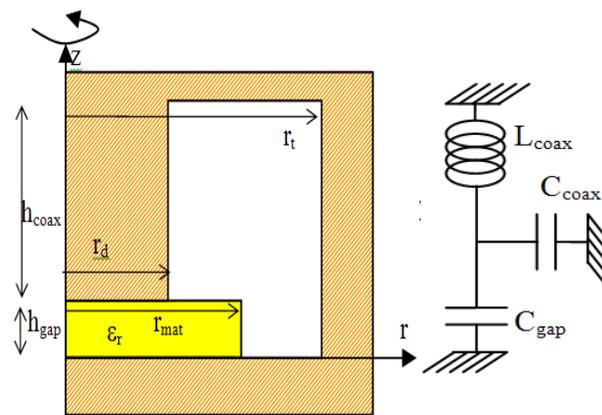


Figure I-6: Géométrie de la cavité et circuit de modélisation [18]

### III.6. Résonateur diélectriques

La méthode de résonateur diélectrique est une méthode pour la détermination de la permittivité de matériau à très faibles pertes [19]. La méthode consiste à insérer un résonateur diélectrique de forme cylindrique circulaire dans une cavité cylindrique métallique. Le résonateur diélectrique est déposé sur un support diélectrique de type Téflon ou Rohacell, Figure I-7.

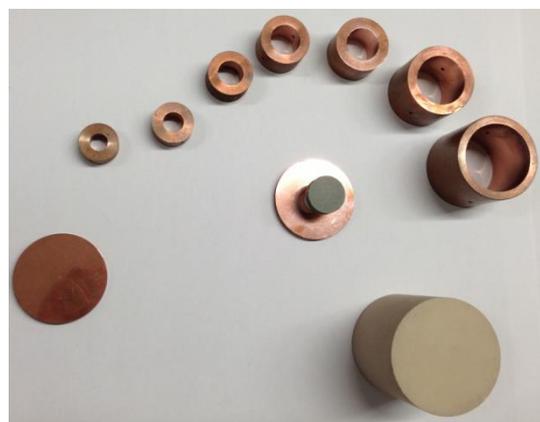


Figure I-7: Méthode de résonateur diélectrique [19]

Le mode utilisé dans cette technique pour la caractérisation est le mode  $TE_{01\delta}$ . Une fois l'échantillon diélectrique inséré dans la cavité cylindrique métallique, la fréquence de résonance du mode de  $TE_{01\delta}$  est mesurée. La valeur de cette fréquence, les dimensions du résonateur diélectrique et celles de la cavité sont introduites dans un programme de modélisation EM basé sur la méthode des éléments finis. Ce dernier calcule la valeur de la

permittivité et les composantes du champ électromagnétique à partir de l'équation de Helmholtz exprimée en coordonnées cylindriques. De même, à partir du facteur de qualité de la structure, la tangente de pertes du matériau est déduite par ce même type de résolution.

Cette méthode est dite non destructive, mono-fréquence et à haute précision. La caractérisation d'un échantillon à 2,45GHz nécessite une préparation de l'échantillon (forme cylindrique) ainsi qu'une préparation d'une cavité de dimension spécifique pour avoir une résonance du mode  $TE_{016}$  à 2,45GHz.

### **III.7. Sonde coaxiale**

Agilent Technologies a commercialisé une technique de caractérisation en température des échantillons liquides et solides. C'est la technique des sondes coaxiales [20]. Le système de sonde coaxiale typique se compose d'un analyseur de réseau vectoriel, d'une sonde coaxiale à extrémité ouverte et d'un logiciel 85070 d'Agilent afin d'exporter les données sur un ordinateur comme le montre la Figure I-8. La procédure de mesure consiste à immerger la sonde dans un échantillon liquide ou poser la sonde en contact avec un échantillon solide.



Figure I-8: Méthode de la sonde coaxiale par réflexion [20]

Le coefficient de réflexion est ensuite mesuré avec l'analyseur de réseau, et à partir d'un logiciel d'acquisition et de traitement des résultats, la permittivité complexe de l'échantillon est calculée. On note que la sonde a besoin d'un étalonnage avec 3 étalons : « Ouvert dans l'air », « Court-Circuit » et « Eau distillée ». Il est important que pendant la calibration, la sonde soit complètement immergée dans la solution (au moins 2mm d'immersion).

Cette méthode est non destructive, large bande [200MHz - 50GHz], par contre, le diamètre de la surface à mesurer doit être supérieur à 20mm et l'épaisseur de l'échantillon

doit être supérieure à la valeur de  $\frac{20}{\sqrt{|\epsilon_r^*|}}$  mm, où  $\epsilon_r^*$  est la permittivité du matériau sous test. La présence de gap d'air entre la sonde et le matériau pendant la mesure augmente l'incertitude de mesure de 100%, donc cette technique est plus dédiée à la caractérisation des échantillons liquides ou mous que des échantillons solides.

#### **IV. ETUDE COMPARATIVE DES DIFFÉRENTES MÉTHODES**

Dans ce paragraphe et sous forme d'un tableau nous résumons les caractéristiques des méthodes vues précédemment pour la caractérisation des matériaux dans la bande ISM et leurs contraintes.

Le Tableau I montre que la caractérisation à 2,45GHz par une ligne de transmission et par guide d'onde demande une forme particulière de l'échantillon, de plus, ces deux méthodes sont dites destructives dans le cas général où le matériau est déposé sur ou sous la ligne de transmission.

La méthode en espace libre nécessite un échantillon large pour une caractérisation à cette fréquence (quelques dizaines de cm) ce qui peut être non disponible pour certains types de matériaux. Le même problème est présent dans la méthode de la cavité résonante fendue qui nécessite un échantillon de 200mm\*200mm pour une caractérisation à 2,45GHz.

La méthode de cavité de Kyrilston et celle du résonateur diélectrique nécessitent une préparation spécifique de l'échantillon et qui doit être homogène. Ces techniques donnent une permittivité globale de l'échantillon en cas d'inhomogénéité diélectrique de celui-ci.

La méthode de la sonde coaxiale proposée par Agilent nécessite un échantillon de faible volume (> 20mm) mais elle est plus dédiée pour la caractérisation des milieux liquides du fait de présence d'un gap d'air entre la sonde et le milieu à caractériser qui augmente l'incertitude de plus de 100% pour les matériaux solides.

Pour résumer, les méthodes utilisées pour la caractérisation des échantillons à 2,45GHz ont besoin d'échantillons soit homogènes, soit de grandes dimensions, soit d'échantillons préparés dans certaines formes et dimensions. Ces différentes contraintes conduisent au besoin du développement d'une méthode de caractérisation non destructive d'échantillons pouvant avoir une inhomogénéité diélectrique et sans une forme géométrique bien définie.

Dans le Tableau I, les précisions données le sont pour des domaines de validité de permittivité et surtout de tangentes de pertes qui ne sont pas identiques. Les méthodes en

réflexion/transmission étant mieux adaptées aux matériaux à fortes pertes et celles dites résonnantes qui sont adaptées aux matériaux à plus faibles pertes.

Méthode	Forme échantillon	Type de bandes	Grandeur physique	Tangente de pertes	Précision $\Delta\epsilon_r/\epsilon_r$	Précision $\Delta\tan\delta/\tan\delta$	Caractérisation à 2,45 GHz
Ligne de transmission	Substrat	Large Bande	$\epsilon_r$ et $\mu_r$	$>10^{-3}$	$<5\%$	$>10\%$	-Destructive -Préparation d'échantillon
Guide d'onde	Pastille	Large Bande	$\epsilon_r$ et $\mu_r$	$>10^{-2}$	$<8\%$	$>10\%$	-Échantillon large ( $>87\text{mm}$ ) -Préparation d'échantillon
Espace libre	Substrat	Large Bande	$\epsilon_r$ et $\mu_r$	$>10^{-2}$	$<5\%$	$>10\%$	Échantillon large (310mm*310mm)
Cavité résonante fendue	Substrat	Fréquence discrète	$\epsilon_r$	$>10^{-4}$	$<3\%$	$<10\%$	Échantillon large (200mm*200mm)
Cavité Klystron	Pastille	Fréquence discrète	$\epsilon_r$	$>10^{-4}$	$<3\%$	$<10\%$	Préparation d'échantillon
Résonateur diélectriques	Pastille	Fréquence discrète	$\epsilon_r$	$>10^{-6}$	$<3\%$	$<10\%$	Préparation d'échantillon (forme cylindrique, grande dimension, fort $\epsilon_r$ )
Sonde coaxiale	Non	Large Bande	$\epsilon_r$	$>10^{-2}$	$<10\%$	$<15\%$	-Caractérisation des milieux liquides et mous

Tableau I: Synthèse sur les caractéristiques des méthodes de caractérisation

## **V. INTRODUCTION À LA MICROSCOPIE MICROONDE EN CHAMP PROCHE**

La microscopie se réfère à un processus dans lequel les propriétés locales de l'échantillon sont imagées ou caractérisées.

Un élément conducteur parcouru par un courant haute fréquence (antenne), rayonne des champs électriques et magnétiques dont la configuration spatiale et les amplitudes diffèrent selon la distance entre l'élément et le point d'observation. En général, deux zones sont distinctes : la zone de champ proche (zone de Fresnel) et la zone de champ lointain (zone de Fraunhofer). Le champ proche possède l'ensemble des composantes spatiales et se dégrade

rapidement avec la distance en s'éloignant de la source. Le champ lointain, quant à lui, ne possède plus que les composantes transverses à la direction de propagation. Des conditions de champ proche ou lointain se définissent par rapport à la distance entre le point d'observation et l'élément rayonnant, la dimension de l'antenne et la longueur d'onde d'utilisation. Dans les techniques de caractérisation en champ proche, on se situe à proximité immédiate de l'antenne.

La première personne à proposer l'utilisation d'un champ proche pour augmenter la résolution des microscopes est E. H. Synge en 1928 [21]. Synge a proposé que la limite de diffraction puisse être surmontée par éclairage d'un objet avec une source ponctuelle à une courte distance.

Le premier travail qui a démontré la microscopie en champ proche est attribué à Z. Frait en 1959 [22] et R. F. Soohoo en 1962 [23]. Soohoo a montré que, en plaçant un échantillon sur un trou d'un diamètre de 500 $\mu$ m dans un résonateur, une petite zone de l'échantillon pourrait être caractérisée individuellement. Cela signifie que la variation des propriétés de l'échantillon sur sa surface pourrait être mesurée.

Depuis l'utilisation de la technique de microscopie en champ proche à des fréquences microondes par Soohoo en 1962, plusieurs applications ont été développées par cette technique : l'examen non destructif, l'imagerie des circuits actifs et passifs, le contrôle de qualité, l'imagerie des échantillons métalliques, diélectriques et biologiques, l'étude des surfaces et la caractérisation qualitative et quantitative des matériaux diélectriques ferroélectrique, et semi-conducteurs.

## **VI. DÉVELOPPEMENT DE LA MICROSCOPIE MICROONDE EN CHAMP PROCHE**

Les techniques de microscopie microonde en champ proche incluent plusieurs types de sondes et différents montages expérimentaux. Le champ proche est utilisé en raison de la petite taille de l'extrémité de la sonde (si la sonde se termine par une pointe ou l'extrémité ouverte d'un guide d'ondes) par rapport à la longueur d'onde de fonctionnement. Le champ proche est ensuite couplé avec un échantillon placé à proximité de la sonde, ce qui entraîne une modification de l'impédance de la sonde. La variation de l'impédance de la sonde est mesurée et utilisée pour construire des cartographies qualitatives ou quantitatives des propriétés physiques de l'échantillon. Dans ce paragraphe, nous présentons les différents

types de sondes utilisées dans la microscopie microonde en champ proche et leurs différentes applications.

Dans la Figure I-9 nous présentons un dispositif proposé par M. Golosovsky et al. [24]. Une antenne fente de longueur  $l_f = \lambda/2$  usinée à l'extrémité d'un guide d'onde rectangulaire fermé est excitée à sa fréquence de résonance par une source microonde. L'antenne fente rayonne ainsi de l'énergie vers l'espace libre. Le balayage de l'antenne à proximité d'un échantillon va modifier la fréquence centrale et le facteur de qualité de l'antenne et donc l'amplitude et la phase du coefficient de réflexion du guide d'onde terminé par l'antenne fente.

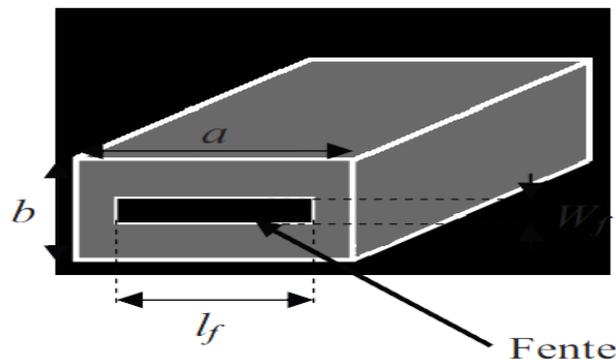


Figure I-9: Guide d'onde terminé par une antenne fente [24]

En mesurant les variations de l'amplitude et de la phase du coefficient de réflexion, il est possible de détecter les inhomogénéités dans les propriétés physiques présentes dans l'échantillon.

Ce type de structure a été utilisé à 80GHz dans la construction des cartographies 2D de la résistivité des échantillons avec une résolution spatiale de 100 $\mu$ m. Le manque d'un modèle analytique ou numérique pour l'extraction de la permittivité complexe du matériau reste la contrainte principale de ce type de structure.

Un deuxième type de sondes très connues sont les pointes AFM (Atomic Force Microscope). Ce type de pointe a été modifié pour qu'il fonctionne à des fréquences microondes (Figure I-10.a). Cette combinaison AFM-SNMM (Scanning Near Field Microwave Microscope) a été démontrée par D. W. Van der Weide [25]. Dans ce travail, Van der Weide a

modifié la pointe AFM en l'attachant à un système de mesure microonde par un guide d'onde coaxial.

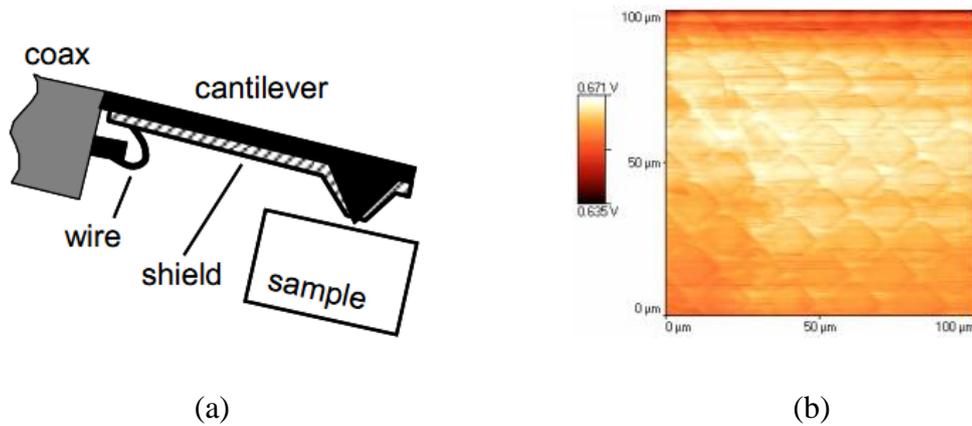


Figure I-10: (a) Sonde AFM modifiée [25], (b) Cartographie de l'état de surface d'un matériau  $\text{Si}_3\text{N}_4$  [26]

L'avantage de cette combinaison AFM-SNMM est que l'on peut effectuer des mesures topographiques simultanées. La résolution spatiale de ce type de sonde est proportionnelle à sa taille physique. La Figure I-10.b. montre une cartographie de l'état de surface d'une structure grillée de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Une étude réalisée par M. Tabib Azar et al. [26] montre une résolution spatiale de la sonde de l'ordre de 50nm à 2,8GHz. En raison de la petite taille de la sonde et de sa géométrie compliquée, des inductances et des capacités parasites inconnues peuvent présenter un problème en essayant pour modéliser analytiquement la pointe, induisant une difficulté dans l'extraction de la permittivité complexe du matériau.

La Figure I-11 présente un type de sonde planaire à base de résonateur micro-ruban. Ce type de sondes a été développé par M. Tabib Azar et al. [27]. Ce sont des lignes micro-ruban quart d'onde ( $\lambda/4$ ) ou demi-onde ( $\lambda/2$ ) terminées par une pointe rayonnante. La fréquence de résonance de la sonde est fixée par la permittivité effective liée à la nature du substrat recevant la sonde ainsi que par la longueur de la ligne résonante. Son facteur de qualité dépend aussi de la tangente de pertes du substrat et de la conductivité du résonateur. Le couplage dépend de la longueur du gap entre la ligne d'excitation et la ligne résonante. La présence de l'échantillon proche de la sonde ou en contact avec elle change la fréquence de résonance et le facteur de qualité du résonateur.

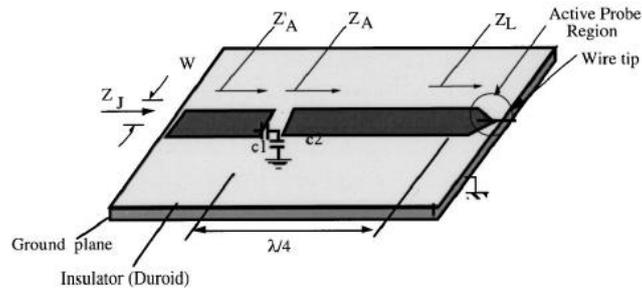


Figure I-11: Schéma du résonateur  $\lambda/4$  avec une pointe rayonnante [27]

M. Tabib-Azar et al. ont utilisé ce type de sonde pour construire des cartographies fréquentielles à 1 GHz avec une résolution inférieure à  $1\mu\text{m}$  pour des structures contenant des lignes métalliques de  $2\mu\text{m}$  de largeur et pour l'étude de surface de différents type de matériaux diélectriques, semi-conducteurs, magnétiques et de échantillons biologiques. Le faible facteur de qualité à vide de ce type de capteurs ( $Q_0 \cong 30$ ) diminue leur sensibilité pour l'extraction de la permittivité complexe de l'échantillon.

La Figure I-12 montre un capteur résonant en champ proche pour la caractérisation de milieux biologiques liquides développé par Nore Haase et al [28]. Ce capteur est basé sur un Half mode Substrate Integrated Waveguide (HMSIW) couplé avec une pointe planaire. Un HMSIW est obtenu en plaçant un circuit ouvert le long des plans de symétrie d'un SIW réduisant ainsi sa taille du quart, tout en conservant la performance de faible pertes obtenue à partir de structures SIW [29].

Le maximum du champ est situé au coin qui correspond au centre de la cavité rectangulaire non réduite. Le maximum de champ s'étend alors sur la pointe et la plus grande sensibilité est obtenue en plaçant l'échantillon le plus près possible de la pointe.

La présence de l'échantillon proche de la sonde ou en contact avec elle change la fréquence de résonance du résonateur. Ce changement de résonance contient les informations nécessaires pour déterminer les propriétés des matériaux.

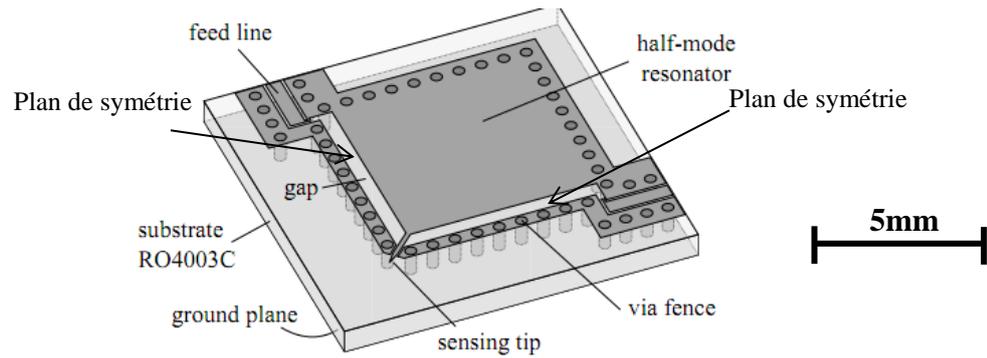


Figure I-12: La géométrie du capteur de champ proche à substrat intégré [28]

Nora Haase et al. ont utilisé ce capteur pour interpréter qualitativement les mesures de concentration des solutions contenant du sel et de l'éthanol à 5GHz. Le facteur de qualité à vide de ce type de capteurs ( $Q_0 \cong 70$ ) reste faible.

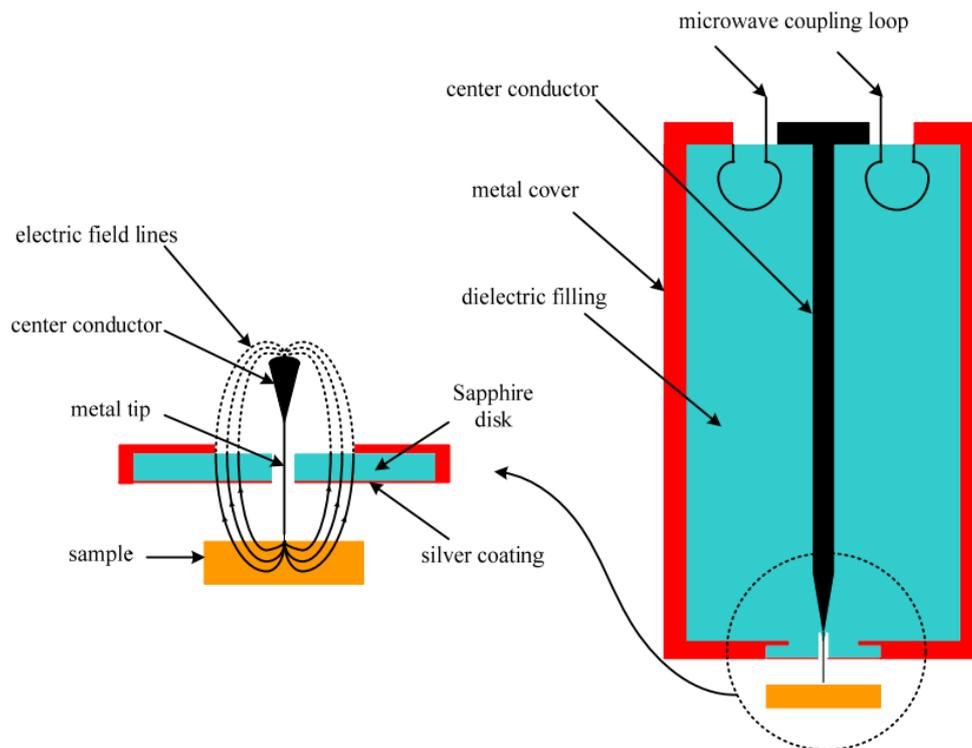


Figure I-13: Sonde basée sur un résonateur coaxial [30], [31]

Le type de sonde le plus utilisé dans la littérature est la sonde montrée dans la Figure I-13. Une pointe en métal est reliée au conducteur central d'un résonateur coaxial [30], [31]. L'extrémité ouverte du résonateur entraîne un champ électrique maximum

et un champ magnétique minimum à la pointe, ce qui le rend sensible et insensible respectivement à la permittivité et à la perméabilité de l'échantillon. Un champ proche est créé autour de la pointe à cause de sa petite taille par rapport à la longueur d'onde de fonctionnement du résonateur. Le champ proche électrique autour de la pointe est couplé à un échantillon diélectrique lorsqu'il est à proximité de la pointe. Les parties réelles et imaginaires de la permittivité de l'échantillon modifient la fréquence de résonance et le facteur de qualité du résonateur. Un modèle analytique basé sur le modèle de charge d'image décrit la réponse de ce type de sonde [31], ce modèle sera décrit dans le paragraphe suivant.

La résolution spatiale de ce type de pointe dépend de la distribution du champ électrique autour de la pointe. Cette distribution est proportionnelle au diamètre de la pointe [31]. De même, la résolution spatiale dépend de la permittivité de l'échantillon et de la distance qui sépare la sonde de l'échantillon [32]. Cependant, l'impédance de la sonde peut être affectée par la permittivité en dehors de cette zone si l'échantillon est non homogène [33].

Ce type de sonde a été utilisé pour mesurer l'accordabilité de dispositifs par couches minces ferroélectriques [30], [32], de dispositifs semi-conducteurs [34], de la conductivité dans les métaux [35] et des supraconducteurs [36] et de la mesure d'échantillons biologiques [37]. Ce type de sonde est aussi utilisé pour mesurer quantitativement les propriétés électromagnétiques des échantillons diélectriques [31]. En revanche, le protocole expérimental adopté pour le calcul de la valeur de permittivité complexe de l'échantillon n'est pas explicite.

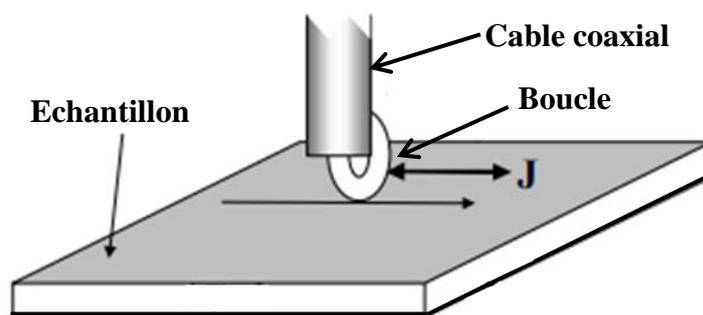


Figure I-14: Sonde magnétique basée sur un résonateur coaxial [38]

Bien que cette sonde soit limitée à la mesure de la permittivité, elle peut être facilement modifiée pour qu'elle soit sensible à la perméabilité des échantillons. En remplaçant la pointe par une petite boucle magnétique comme le montre la Figure I-14, un maximum de champ

magnétique et un minimum de champ électrique est créé, l'échantillon sera alors couplé par un champ proche magnétique. Ce type de concept a été démontré par S. C. Lee et al. [38]. Dans ce travail, Lee et al. ont démontré l'utilisation de la sonde afin de mesurer les propriétés magnétiques des échantillons paramagnétiques et ferromagnétiques avec une résolution spatiale de 200 $\mu\text{m}$ . Ce type de sonde fonctionne de la même manière que la sonde utilisée pour les mesures diélectriques expliquées précédemment.

## **VII. MODÈLE DE CHARGE D'IMAGE POUR LA CARACTÉRISATION DES DIÉLECTRIQUES EN CHAMP PROCHE**

Pour des mesures quantitatives des diélectriques, la microscopie microonde en champ proche doit être calibrée. Pour la calibration, le décalage fréquentiel et la dégradation du facteur de qualité dus à la présence de l'échantillon en contact ou proche de la sonde doivent être reliés à la permittivité et à la tangente de pertes d'un échantillon de référence respectivement. Cela peut être fait avec des modèles analytiques et des échantillons standards. Différents modèles analytiques ont été proposés pour décrire la réponse de la microscopie en champ proche. En général, les modèles les plus connus sont les modèles d'éléments localisés [39] et le modèle de charges d'image de C. GAO et X. D. XIANG [31].

Le modèle de charge d'image reste le modèle analytique le plus utilisé, car il ne décrit pas seulement la réponse des échantillons épais, mais aussi la réponse de couches minces [31]. Ce modèle donne aussi une image physique de l'interaction sonde-échantillon.

Ce modèle décrit le décalage fréquentiel et la dégradation du facteur de qualité d'un résonateur coaxial  $\lambda/4$  quand un échantillon diélectrique est présenté à proximité de la pointe. Le modèle présente la pointe comme une sphère infiniment chargée au-dessus d'un échantillon. La pointe est modélisée sous la forme d'une sphère, car le champ électrique à la surface d'un objet chargé est proportionnel à son rayon de courbure. Comme l'extrémité de la pointe a un rayon de courbure beaucoup plus faible que le reste de la pointe, et comme il est beaucoup plus proche de l'échantillon, le champ électrique du reste de la pointe est supposé avoir un couplage négligeable dans l'échantillon par rapport à l'extrémité de la pointe. L'épaisseur de l'échantillon est aussi supposée être beaucoup plus grande que le rayon de la pointe.

Le modèle suppose également la sphère comme étant chargée statiquement, ce qui est correct en raison de la nature non propagatrice du champ proche [40]. Le champ autour de la pointe peut être considéré comme un champ proche en raison de la petite taille de la pointe par rapport à la longueur d'onde de fonctionnement du résonateur couplé à cette même pointe.

Le modèle utilise ensuite des charges d'image itératives dans la pointe et le diélectrique pour calculer le champ électrique autour de la pointe et dans le diélectrique. Selon le modèle, le champ électrique de la sphère chargée polarise les dipôles dans l'échantillon diélectrique. Le champ de ces dipôles provoque ensuite une redistribution des charges dans la sphère (la pointe) afin de garder une surface équipotentielle sur la sphère. Cette redistribution provoque à son tour une autre redistribution des dipôles dans le diélectrique, et ainsi de suite. Par conséquent, l'effet est modélisé comme une série infinie de charges d'image. Les champs électriques autour de la pointe et l'échantillon peuvent être calculés à partir de ce modèle. La théorie des perturbations de la cavité est ensuite appliquée pour trouver le décalage de fréquence de résonance et le facteur de qualité dus à la présence d'un échantillon [40], [41].

Le modèle relie ensuite le décalage fréquentiel et la dégradation du facteur de qualité à la permittivité et la tangente de pertes de l'échantillon épais lorsque la pointe est en contact avec l'échantillon par les deux équations 1.7 et 1.8,

$$\frac{\Delta f_r}{f_r} = \frac{f_r - f'_r}{f_r} = A \left( \frac{\ln(1-b)}{b} + 1 \right) \text{ et } b = \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 1} \quad (1.7)$$

$$\Delta \left( \frac{1}{Q_0} \right) = \frac{1}{Q_0} - \frac{1}{Q'_0} = -(B + \tan \delta) \frac{\Delta f_r}{f_r} \quad (1.8)$$

où  $f_r$  et  $f'_r$  sont respectivement les fréquences de résonance en présence et en absence d'échantillon,  $\epsilon_r$  est la permittivité réelle de l'échantillon.  $Q_0$ ,  $Q'_0$  sont respectivement les facteurs de qualité à vide en présence et en absence d'échantillon.  $\tan \delta$  est la tangente de pertes de l'échantillon, A et B sont deux constantes de forme calculées à partir de la mesure d'un matériau étalon dont on connaît la permittivité complexe de manière précise et à la fréquence d'utilisation.

Le modèle de charge d'image [31] décrit aussi la réponse de la microscopie pour un film diélectrique mince déposé sur un substrat comme le montre les deux équations (1.9 et 10) : la somme infinie représente l'ensemble des séries infinies de charges d'images qui se créent

dans la pointe, le film et le substrat, A et B sont deux constantes de forme calculées à partir de la mesure d'un matériau étalon,  $\epsilon_r$  et  $\epsilon_1$  sont les permittivités du film mince et du substrat respectivement, avec  $a = d/R_0$ , où d est l'épaisseur de film mince et  $R_0$  est le rayon de la pointe, g est le gap entre la pointe et l'échantillon,  $\tan\delta_1$  et  $\tan\delta_2$  sont les tangentes de pertes du substrat et du film mince respectivement.

$$\left(\frac{\Delta f_r}{f_r}\right) = -A \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=0}^{\infty} b_{eff}^{n-1} b_{20}^m b_{21}^m \left[ \frac{b_{20}}{n+1+2mn\frac{g}{R_0}} - \frac{b_{21}}{n+1+2(m+1)n\frac{g}{R_0}} \right] \quad (1.9)$$

$$b_{eff} = b_{20} + (b_{10} - b_{20}) \exp \left[ -0.18 \frac{g}{R_0(1-b_{20})} \right]$$

$$b_{20} = (\epsilon_r - 1) / (\epsilon_r + 1)$$

$$b_{10} = (\epsilon_1 - 1) / (\epsilon_1 + 1)$$

$$b_{21} = (\epsilon_r - \epsilon_1) / (\epsilon_r + \epsilon_1)$$

$$\Delta\left(\frac{1}{Q}\right) = A \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=0}^{\infty} b_{eff}^{n-1} b_{20}^m b_{21}^m \left[ \frac{\tan\delta_2}{n+1+2mn\frac{g}{R_0}} - \frac{\tan\delta_2}{n+1+2(m+1)n\frac{g}{R_0}} + \frac{2\epsilon_1\epsilon_2\tan\delta_1}{(\epsilon_r+\epsilon_1)(\epsilon_r+\epsilon_0)2(m+1)na} \right] - B \frac{\Delta f_r}{f_0} \quad (1.10)$$

## **VIII. SYNTHÈSE SUR LA MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE**

Dans ce paragraphe et sous forme d'un tableau nous résumons les différentes sondes utilisées dans le domaine de la microscopie microonde en champ proche et nous présentons

## CHAPITRE I : METHODES DE CARACTERISATION MICROONDES DANS LA BANDE ISM ET CAPTEURS DE CORROSION

leurs applications et leurs limitations pour une mesure quantitative des propriétés électromagnétiques (permittivité complexe) des échantillons.

Le Tableau II montre les différentes sondes utilisées dans le domaine de la microscopie microonde en champ proche, la plupart de ces sondes étant utilisée pour tracer des images qualitatives 2D des échantillons diélectriques, magnétiques, super-conducteurs, métaux... L'absence de modèles analytiques qui décrivent l'interaction entre la sonde et l'échantillon, la faible sensibilité des sondes ou leur faible facteur de qualité sont les principaux inconvénients des sondes de type antenne fente, AFM modifiée, sonde micro-ruban planaire et SIW pour l'extraction de permittivité complexe de l'échantillon.

Les sondes de type résonateur coaxial sont les plus adaptées pour une caractérisation quantitative des échantillons diélectriques et magnétiques, ceci est dû à l'existence de modèles analytiques et électriques pour l'extraction des permittivités des échantillons. En revanche, la précision et la sensibilité sur les petites variations de la constante diélectrique est faible, de même, le protocole expérimental adopté pour le calcul des valeurs de la permittivité complexe de l'échantillon n'est pas explicite et l'incertitude des mesures n'est pas quantifiée. Ces contraintes sont les principales limitations de ce type de sondes.

Type de la sonde	Rayon pointe	Résolution spatiale	Application	Contraintes	Référence
Antenne fente	fente	100 $\mu$ m	Imagerie de la résistivité	-Absence de modèle pour l'extraction de la permittivité complexe	[24]
AFM modifiés	5nm	10nm	Mesures topographiques	-Absence de modèle pour l'extraction de la permittivité complexe	[26]
sonde planaire micro ruban	100nm	0.4 $\mu$ m	Imagerie de surface	-Sensibilité faible -Facteur de qualité à vide faible ( $Q_0 \cong 30$ )	[27]
Sonde SIW	?	?	Caractérisation des milieux biologiques	-Mesure qualitative -Facteur de qualité faible ( $Q_0 \cong 50$ )	[28]

résonateur coaxial	<100µm	<100µm	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Mesure de l'accordabilité en couches minces ferroélectriques</li> <li>-Imagerie de surface des semi-conducteurs</li> <li>-Mesure de la conductivité dans les métaux et les supraconducteurs</li> <li>-Caractérisation d'échantillons biologiques</li> <li>-Mesure quantitative de permittivité complexe des diélectriques</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Sensibilité faible</li> <li>-Incertitude élevée &gt;10%</li> <li>-Protocole expérimental peu explicite et contraint</li> </ul>	[31]
--------------------	--------	--------	--	--	------

Tableau II: Synthèse sur les caractéristiques des sondes utilisées

## **IX. CONCLUSION**

Les matériaux diélectriques ont un ensemble de caractéristiques électromagnétiques spécifiques qui doivent être connues pour fournir des informations critiques nécessaires pour la conception, la modélisation et la fabrication des circuits.

Dans cette partie de ce chapitre nous avons présenté différentes techniques microondes utilisées pour la caractérisation des échantillons diélectriques dans la bande ISM ainsi que leurs avantages et leurs limitations.

La caractérisation par une ligne de transmission et par guide d'onde demande une forme particulière d'échantillon, et ces méthodes sont pour la plus part destructives. La méthode en espace libre nécessite un échantillon large (quelques dizaines de cm), ce qui peut être non disponible pour certains types de matériaux. Le même problème est présent dans la méthode de cavité résonante fendue qui demande un échantillon de 200mm\*200mm. La méthode de cavité de Klystron et celle du résonateur diélectrique nécessitent une préparation spécifique de l'échantillon, et toutes ces méthodes ont besoin d'échantillons ayant une homogénéité diélectrique. Ces techniques donnent une permittivité globale de l'échantillon et l'inhomogénéité diélectrique ne peut pas être détectée.

Ces différentes contraintes nécessitent le développement d'une méthode de caractérisation non destructive d'échantillons qui ont une inhomogénéité diélectrique et qui n'ont pas une forme géométrique bien définie, si ce n'est localement une petite surface plane.

La microscopie en champ proche peut répondre à ces demandes. Différentes sondes de cette technique ont été présentées avec leurs utilisations et leurs contraintes.

D'un point de vue général, la plupart des sondes utilisées dans cette technique sont dédiées aux mesures qualitatives et à l'imagerie des échantillons. En revanche, les sondes basées sur des résonateurs coaxiaux sont les plus utilisées pour les mesures quantitatives des

caractéristiques diélectriques des matériaux. La précision et la sensibilité de ce type de sondes sur les petites variations de la constante diélectrique est faible ( $> 10\%$ ), de même le protocole expérimental adopté pour le calcul de la valeur de la permittivité complexe de l'échantillon n'est pas explicite et l'incertitude des mesures n'est pas quantifiée.

Tout ceci nous conduit à vouloir développer une nouvelle méthode de caractérisation à 2,45GHz qui soit fiable et précise. Cette méthode sera basée sur la technique de microscopie en champ proche pour une caractérisation non destructive et une analyse quantitative des échantillons de faible volume selon un protocole expérimental bien défini et explicite.

## **PARTIE 2**



## **X. INTRODUCTION**

La corrosion est l'un des principaux mécanismes d'endommagement affectant les différentes constructions, y compris les ponts, les canalisations, ainsi que les structures de transport telles que les navires marins ou les avions qui opèrent normalement dans un environnement corrosif.

D'un point de vue économique, les conséquences de la corrosion sont d'une importance primordiale. Le remplacement des équipements et matériels corrodés constitue pour l'industrie une charge financière très élevée à laquelle il faut ajouter le manque à gagner correspondant à l'arrêt des installations nécessaire pour effectuer les réparations. Les coûts annuels imputables à la corrosion et à ses conséquences s'élèvent à plusieurs milliards de dollars par an dans la plupart des pays industriels. Aux Etats-Unis par exemple, les pertes provoquées par la corrosion sont évaluées à plus de 7 milliards de dollars.

Le risque d'endommagement dû à la corrosion augmente avec l'âge de la structure, en particulier lorsque la durée de vie de conception originale est dépassée. Par conséquent, la détection de la corrosion au cours de ses premières étapes est très importante afin d'assurer la sécurité de ces structures et par conséquent celle de leurs utilisateurs. Pour cet aspect, il est intéressant de surveiller, de façon continue, l'état de la corrosion dans les structures qui fonctionnent dans un environnement corrosif, pour les trois principaux avantages suivants :

- 1- Fournir des informations sur l'état de l'équipement opérationnel de la structure cible dans l'intention d'éviter des arrêts imprévus,
- 2- Diagnostiquer le problème de corrosion, en identifiant la cause et les facteurs influents, tels que la pression, la température, le pH, le débit, etc. afin d'analyser son taux d'évolution,
- 3- Réduire les coûts de maintenance et de réparation des équipements.

## **XI. LE PHÉNOMÈNE DE LA CORROSION**

La corrosion est la destruction chimique ou électrochimique des matériaux métalliques par leur environnement. C'est, en fait, le phénomène suivant lequel les métaux ont tendance à revenir à leur état naturel d'oxyde, sulfate, carbonate ... plus stable par rapport au milieu corrosif, et ainsi à subir une dégradation de leurs propriétés [42] [43].

## **XII. FACTEURS INFLUANT SUR LA CORROSION**

Il existe plusieurs facteurs qui affectent la vitesse et le degré de corrosion. L'environnement joue un rôle important dans le processus de corrosion. Un milieu aqueux aura des effets différents de celui d'un gaz de combustion, par exemple. La concentration des ions oxygène et l'humidité dans l'environnement a des effets significatifs. La température a aussi un grand effet : en général, les températures plus élevées accélèrent la corrosion.

D'autre part, la composition des métaux est un facteur important. Le métal de base des éléments des alliages ainsi que les impuretés affectent la façon dont le métal se corrode, ceci est donc dépendant du processus de fabrication. Enfin, la géométrie et l'état de surface permettent de déterminer les sites susceptibles d'être plus affectés par la corrosion [44].

## **XIII. TECHNIQUES DE DÉTECTION DE LA CORROSION**

Il existe plusieurs techniques de détection et de surveillance de la corrosion. Dans ce paragraphe nous nous concentrons sur les quatre techniques les plus connues dans ce domaine.

### **XIII.1. Technique visuelle**

La technique visuelle est la technique la plus ancienne et la plus commune. La corrosion peut être détectée visuellement lorsque l'accès à la zone corrodée est obtenu. La détection visuelle est une méthode rapide et économique pour détecter différents types de défauts avant qu'ils provoquent une panne. Sa fiabilité dépend de la capacité et de l'expérience de l'inspecteur. L'inspecteur doit savoir comment rechercher des failles critiques et la façon de reconnaître les domaines où une défaillance pourrait se produire [45].

L'inspection visuelle peut être faite de plusieurs façons, soit directement ou à distance, en utilisant des endoscopes, des fibroscopes ou des caméras vidéo. Les méthodes visuelles peuvent fournir un moyen simple et rapide pour évaluer les composants douteux et peut aider à décider quoi faire ensuite. Les données permanentes peuvent être obtenues par la photographie ou l'imagerie et le stockage numérique.

Le coût réduit, la possibilité de surveiller une large zone et la portabilité sont les principaux avantages de la technique visuelle.

En revanche, il existe des inconvénients à l'inspection visuelle, la surface à contrôler doit être relativement propre et accessible soit à l'œil nu ou à l'aide d'une optique telle qu'un

endoscope. En général, les méthodes visuelles sont qualitatives et ne permettent pas une évaluation quantitative de la perte du matériel ou de la résistance résiduelle et nécessitent un contact direct avec la surface.

### **XIII.2. Technique ultrasonique**



Figure I-15: Sonde Ultrasonique [45]

La détection par ultrasons utilise des ondes sonores de faible longueur d'onde pour détecter les défauts ou mesurer l'épaisseur du matériau. Elle est utilisée pour localiser les défauts sous la surface dans tous les secteurs de l'industrie. Généralement, des faisceaux à des hautes fréquences ultrasoniques sont utilisés par un capteur à main (sonde) qui est placé sur l'échantillon comme le montre la Figure I-15. Tout bruit provenant de l'impulsion réfléchié et qui retourne vers la sonde (comme un écho) est affiché sur un écran, ce qui donne l'amplitude de l'impulsion et le temps nécessaire pour retourner à la sonde. Les défauts à travers l'épaisseur de l'échantillon reflètent le son vers la sonde. La taille des défauts et leur position peuvent être interprétées. Les systèmes automatisés sont utilisés pour les tests dans un environnement de production et dans certaines applications particulières [45].

### XIII.3. Technique radiographie

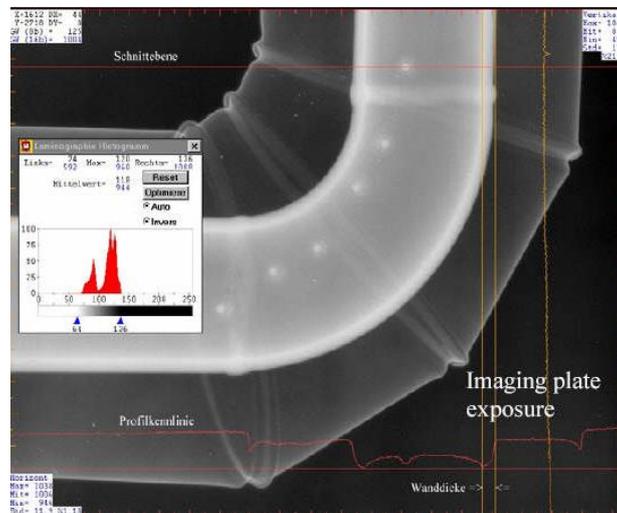


Figure I-16: Radiographie d'un tuyau [46]

La technique de la radiographie est principalement utilisée pour détecter des failles sous-surface dans les matériaux [46]. Des rayons X générés par des sources à haute tension ou des rayons gamma produits par des isotopes radioactifs (Iridium par exemple) sont utilisés par cette technique. La source de rayonnement choisie est placée à proximité du matériau à inspecter et le rayonnement passe à travers le matériau et est ensuite capturé numériquement. Le choix du type de rayonnement utilisé (rayons X ou gammas) dépend en grande partie de l'épaisseur du matériau à tester et de la facilité d'accès à la zone d'inspection. Les sources gammas ont l'avantage de la portabilité, ce qui les rend idéales pour une utilisation en chantier de travail. Les machines à rayons X à haute énergie portables sont disponibles pour des applications spéciales telles que les structures en béton. Cependant, les rayons X et les rayons gamma sont très dangereux et des précautions particulières doivent être prises lors de l'exécution de la radiographie. Par conséquent, la méthode est réalisée dans des conditions contrôlées, à l'intérieur d'une enceinte de protection ou après mise en place de protection par des barrières appropriées et des systèmes d'alerte pour s'assurer qu'il n'y a aucun danger pour le personnel.

La détection des défauts sur et sous les surfaces comme le montré sur la Figure I-16, la construction des images des zone corrodés, la surveillance d'une large bande de matériaux et le stockage permanent de données sont les principaux avantages de la radiographie.

Cependant, le coût élevé des équipements, la radiation émise, l'encombrement des matériels et la nécessité du contact direct avec la surface sous test sont les principaux inconvénients de cette technique.

### **XIII.4. Capteurs Luna Innovation et Aircorr actif**

Luna Innovation propose un capteur de corrosion actif intelligent pour la surveillance de la corrosion des avions, Figure I-17. Le capteur est basé sur l'architecture standard IEEE 1451 pour les interfaces des capteurs intelligents. Le système se compose d'un ensemble d'interfaces de capteurs intelligents qui contient des éléments sensibles à la corrosion (électrodes interdigitées), et au moins un processeur de réseaux [47]. En associant l'électronique de faible puissance aux techniques d'intégration avancées, les fonctions de diagnostic et de pronostic peuvent être intégrées au niveau du capteur en fournissant à l'avion des notifications sans interruption.

L'interrogation de ce capteur à distance et la surveillance de l'état de la corrosion sont les principaux avantages de ce capteur.

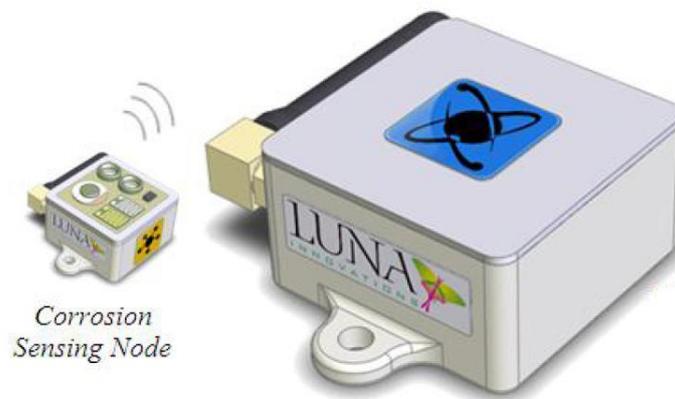


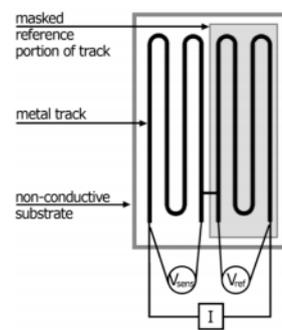
Figure I-17: Capteur de corrosion actif [47]

L'inconvénient de ce capteur est qu'il utilise des composants actifs, ainsi, une batterie d'alimentation doit être intégrée dans le capteur ; et comme la corrosion est un processus très long (plusieurs années), le capteur doit avoir une longue durée de vie. Ceci est très restrictif pour les capteurs actifs quand ils sont intégrés dans la structure et potentiellement inaccessibles.

Un capteur de corrosion atmosphérique (AirCorr) actif est proposé par l'institut de la corrosion [48], il mesure et enregistre la résistance électrique d'une fine piste métallique (élément sensible à la corrosion) appliquée sur un substrat isolant (Figure I-18.a, b). Si le métal se corrode, la section de la piste diminue et ER augmente. La variation de ER correspond à une profondeur de corrosion et à un taux de corrosion. Les avantages principaux de ce capteur sont la possibilité de surveiller l'état de la corrosion et la possibilité de changer la fine piste métallique où il existe une large gamme de métaux avec des épaisseurs différentes.



(a)



(b)

Figure I-18: (a) Capteur AirCorr, (b) Principe de mesure [48]

L'inconvénient de ce capteur est qu'il utilise des composants actifs, ainsi, une batterie d'alimentation doit être intégrée dans le capteur.

#### **XIV. SYNTHÈSE SUR LES TECHNIQUES CLASSIQUES DE DÉTECTION DE LA CORROSION**

Le Tableau III montre les différents avantages et inconvénients des techniques classiques de surveillance et de détection de la corrosion.

Technique	Avantages	Inconvénients
Technique visuelle	-Coût réduit -Surveillance de large zone -Portabilité	-Surface sous test doit être propre, -Méthodes qualitatives -Proximité de l'utilisateur

**CHAPITRE I : METHODES DE CARACTERISATION MICROONDES DANS LA BANDE ISM ET CAPTEURS DE CORROSION**

Technique ultrasonique	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Large gamme de matériaux</li> <li>-Différentes épaisseurs</li> <li>-Réponse rapide</li> <li>-Position et taille des défauts</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Haut degré d'expérience de l'opérateur</li> <li>-Difficulté d'analyse des résultats</li> </ul>
Technique de radiographie	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Défauts de surface et sous surface</li> <li>-Construction des images</li> <li>-Large bande de matériaux</li> <li>-Stockage numérique des données</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Équipements chers</li> <li>-Radiations émises nuisibles</li> <li>-Encombrement des matériels</li> <li>-Mesure en contact</li> </ul>
Capteur électronique actif	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mesure à distance</li> <li>Surveillance de l'état de la corrosion</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Durée de vie</li> </ul>

Tableau III: Synthèse des caractéristiques des techniques classiques de surveillance et de détection de la corrosion

Après l'étude de ces différentes techniques on peut conclure qu'il y a un fort besoin d'un capteur de corrosion qui puisse être à la fois :

**Economique** : Comme les structures qui fonctionnent dans des environnements corrosifs peuvent être des grandes structures (ponts, bateaux, ...), il est nécessaire pour surveiller la corrosion dans ces structures d'utiliser un grand nombre de capteurs. Ainsi, le coût de fabrication et d'installation de ces capteurs doit être faible. De même, ces capteurs doivent idéalement fonctionner sans l'utilisation de sources d'alimentation.

**Sensible** : Comme la détection de la corrosion au cours des premières étapes peut assurer la sécurité des structures et par conséquent celle de leurs utilisateurs, le capteur doit être très sensible de façon qu'il puisse détecter la corrosion dès son début d'apparition. Il est aussi important que ce capteur donne des informations sur le niveau de la corrosion.

**Sans fil** : Comme il existe souvent des endroits où on ne peut pas avoir accès direct au capteur, il est donc intéressant de développer des capteurs qui donnent des informations à distance de la structure à laquelle ils sont liés, idéalement par des techniques sans fil [49].

## **XV. VERS DES CAPTEURS DE CORROSION PASSIFS**

Pour toutes les raisons présentées dans les paragraphes précédents, il est intéressant de développer des capteurs passifs qui puissent être à la fois économiques, sensibles et interrogés à distance. Les articles qui développent ce type de capteurs ne sont pas nombreux. En 2011, P. Pasupathy et al. de l'université de Texas ont proposé un capteur totalement passif (Figure I-19).

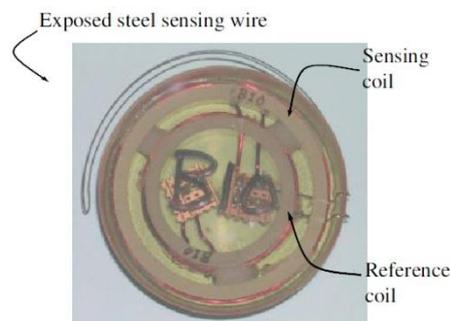


Figure I-19: Capteur de corrosion passif

Ce capteur est destiné à la surveillance de la corrosion de l'acier dans le béton armé et est basé sur un transducteur à couplage inductif. Le transducteur est exposé à l'environnement et couplé inductivement au résonateur. L'environnement affecte les propriétés du matériau du transducteur et entraîne un décalage fréquentiel de résonance du résonateur et un changement de leur résistivité. Ce capteur fonctionne à 2,5MHz. D'un point de vue économique, le coût de fabrication de ce capteur est faible. Néanmoins, l'interrogation de ce capteur n'est possible qu'à quelques centimètres. De même, ce capteur ne donne pas des informations sur le niveau de la corrosion, et il existe une transition entre les deux modes (non corrodé, corrodé), l'utilisateur ne connaissant donc pas le début d'apparition d'une éventuelle corrosion.

Kenneth Loh et al. de l'université de Michigan [50] ont présenté un capteur de corrosion à base d'un film mince de nano tube de carbone. Le film est fabriqué par une technique d'auto-assemblage polyvalent, couche par couche. Le film mince est déposé sur une antenne miniature plane pour obtenir un circuit résonant ( Figure I-20). La présence de la corrosion induit un changement de propriété du film mince de nano tube de carbone, et ceci entraîne un changement fréquentiel du circuit résonant. Ce capteur fonctionne à 2MHz.

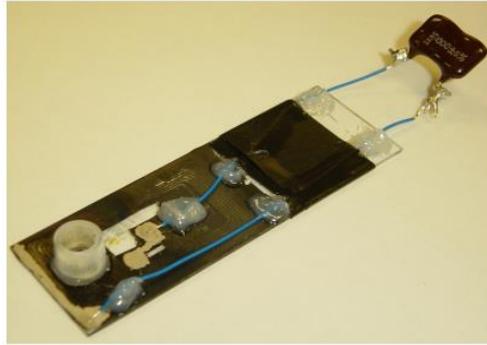


Figure I-20: Capteur de corrosion passif à base de nano tube de carbone [50]

Le principal inconvénient de ce capteur est son coût de fabrication élevé. L'interrogation de ce capteur se fait à quelques centimètres.

## **XVI. CONCLUSION**

Il existe plusieurs techniques classiques pour la détection de la corrosion comme la détection visuelle, la détection ultrasonore et la détection par radiographie. Ces types de techniques ont plusieurs inconvénients : équipements chers, difficultés d'analyse des résultats, mesure en contact... Pour éviter certaines contraintes, des capteurs de corrosion actifs ont été développés. Ce type de capteur peut être interrogé à distance, mais nécessite une source d'alimentation, et comme la corrosion est un processus très long (plusieurs années), le capteur doit avoir une longue durée de vie. Ceci est très restrictif pour les capteurs actifs quand ils sont intégrés dans la structure et inaccessibles. D'où cette nécessité de capteurs de corrosion économiques, sensibles, et sans fil. Les capteurs passifs peuvent répondre à toutes ces conditions. Dans la littérature il existe quelques capteurs passifs mais ces capteurs ont aussi quelques limitations : coût de fabrication élevé, sensibilité faible, fonctionnement à des basses fréquences (quelques MHz), ce qui limite l'interrogation du capteur à quelques centimètre.

Les limitations des capteurs classiques, actifs ou passifs, conduisent à développer un capteur de corrosion passif qui fonctionne dans la bande ISM, qui soit sensible, et qui puisse donner des informations sur le niveau de corrosion. De même, le coût de ce capteur ne doit pas être élevé, et l'interrogation de ce capteur à distance doit être améliorée par rapport aux autres capteurs passifs existants.

## **XVII. BIBLIOGRAPHIE**

- [1].C.Palmonari, G. Timellini, « Special ceramic », Ceramic (Florence), vol. 39, 1986, pp. 2-14.
- [2].J.M. Haussonne, « céramiques pour composants électriques », Techniques de l'ingénieur, 1996, E1820.
- [3].C. Huber, « Synthèse et caractérisation de nouveaux matériaux ferroélectriques accordables pour applications hyperfréquence », Thèse, Université Bordeaux I, 2003.
- [4].J.C. Mage, M. Labeyrie, « Les matériaux diélectriques pour résonateurs hyperfréquences », l'onde électrique, vol. 70 , 1990, pp. 6-13.
- [5].C. KITTEL, « Introduction to solid state physics », John Wiley and son, New York, 1961.
- [6].A. R. Von Hippel, « Dielectric Materials And Applications », New-York : Wiley, pp. 134-135, 310-332, 1954.
- [7].T. Bertaud, C. Bermond, T. Lacrevez, C. Vallee, Y. Morand, B. Flechet, A. Farcy, M. Gros-Jean and S. Blonkowski, « Wideband frequency and in-situ characterization of ultra thin ZrO<sub>2</sub> and HfO<sub>2</sub> films for integrated MIM capacitors », Microelectronic Engineering, vol. 87, no.3, Pages 301-305, March 2010.
- [8].A. H. Boughrit, C. Legrand, and A. Chapoton, « Noniterative stable transmission/reflection method for low-loss material complex permittivity determination », IEEE Trans. Microwave Theory Tech., Vol.MTT-45, No. 1, pp. 52-57, Jan. 1997.
- [9].A.Chandrasekhar, S.Brebels, S.Stoukatch, E.Beyne, W.Readt, « The influence of packaging materials on RF performance », Microelectronics Reliability Journal, New York, Elsevier, 2003, vol. 43, pp. 351-357.
- [10]. T.Zwick, A.Chandrasekhar, U.Pfeiffer, « Determination of the complex permittivity of Packaging Materials at Millimeter-Wave Frequencies », IEEE Trans. Microw. Theory Tech., vol. 54, no. 3, pp. 1001-10103, March. 2006.
- [11]. J.Hinojosa, « Dielectric permittivity measuring technique of film-shaped materials at low microwave frequencies from open-end coplanar waveguide », Progress in electromagnetics research C, vol. 5, pp. 57-70, 2008.
- [12]. Baker-Jarvis, J. and Vanzura, E. J. and Kissick, W. A., « Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method », Trans. Microwave Theory Tech, vol. 38, no. 8, pp. 1096–1103, 1990.

- [13]. S. Bakhtiari, N. Qaddoumi, S. I. Ganchev, R. Zoughi, « Microwave noncontact examination of disbond and thickness variation in stratified composite media », IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 42, no. 3, pp. 389–395, 1994.
- [14]. D. K. GhodC. GAOnkar, V. V. Varadan and V. K. Varadan, « A freespace method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies », IEEE Transactions on instrumentation and measurment, vol. 38, no. 3, pp. 789–793, 1989.
- [15]. Wee, F.H. et al, « Free space measurement technique on dielectric properties of agricultural residues at microwave frequencies », Microwave and Optoelectronics Conference (IMOC), 2009 SBMO/IEEE MTT-S International.
- [16]. P. Guillon, Y. Garault, « Complex Permittivity of MIC substrate », AEU, Band 35, Heft 3, pp. 102-104, (1981).
- [17]. M.D. Janezic, J.Baker Jarvis, « Full-Wave Analysis of a Split-Cylinder Resonator for Nondestructive Permittivity Measurements », IEEE MTT, vol. 47, No.10, pp. 2014 -2020, Octobre, (1999).
- [18]. Valérie Madrangeas et al., « Etude du potentiel de la cavité de type Klystron pour la caractérisation Microondes de matériaux », 13<sup>ème</sup> journée de caractérisation microonde, Nantes, Mars 2014.
- [19]. J.M. Durand, P. Guillon, « New method for complex permittivity measurement of dielectric materials », Electronic Letters, vol. 22, January 1986, pp. 63-65.
- [20]. Agilent 85070D dielectric probe kit, product overview, Discontinued product information.
- [21]. E. H. Synge, « A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region », Phil. Mag., vol. 6, pp. 356 1928.
- [22]. Z. Frait, Czech. Journ. Phys., vol. 9, pp. 403, 1959.
- [23]. R. F. Soohoo, « A microwave magnetic microscope », J. Appl. Phys., vol. 33, pp. 1276, 1962.
- [24]. A.F. Lann, M. Golosovsky and D. Davidov, « Microwave near-field polarimetry », Applied Physics Letters, vol. 75, no. 5, pp. 603-605, juin 1999.
- [25]. D. W. Van der Weide, « Localised picosecond resolution with near-field microwave/scanning-force microscope », Appl. Phys. Lett. vol. 70, pp. 677, 1997.
- [26]. Massood Tabib-Azar et al., « Design and Fabrication of Scanning Near-Field Microwave Probes Compatible With Atomic Force Microscopy to Image Embedded Nanostructures », IEEE Transactions on Microwave Theory, vol. 52, NO. 3, March 2004.

- [27]. M. Tabib-Azar, P. S. Pathak, G. Ponchak and S. LeClair, « Nondestructive super-resolution imaging of defects and non-uniformities in metals, semiconductors, dielectrics, composites and plants using evanescent microwaves », *Rev. Sci. Instrum.* vol. 70, pp. 2783, 1999.
- [28]. Nora haase, Arne F. Jacob, « Substrate-Integrated Half-Mode Resonant Near-Field Sensor for Liquid Characterization », 43<sup>rd</sup> European Microwave Conference, Nurmberg, October 2013.
- [29]. G. H. Zhai, W. Hong, K. Wu, J. X. Chen, P. Chen, J. Wei, and H. J. Tang, « Folded half mode substrate integrated waveguide 3 dB coupler », *Microwave and Wireless Components Letters, IEEE*, vol. 18, no. 8, pp. 512–514, aug. 2008.
- [30]. S. Hyun, J. H. Lee, S. S. Kim, K. Char, S. J. Park, J. Sok and E. H. Lee, « Anisotropic tuning behaviour in epitaxial Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>TiO<sub>3</sub> thin film », *Appl. Phys. Letts.*, vol. 77, pp. 3084, 2000.
- [31]. C. Gao and X.-D. Xiang, « Quantitative microwave near field microscopy of dielectric properties », *Rev. Sci. Instrum.* vol. 69, pp. 3846, 1998.
- [32]. D. E. Steinhauer, C. P. Vlahacos, F. C. Wellstood, S. M. Anlage, C. Canedy, R. Ramesh, A. Stanishevsky and J. Melngailis, « Quantitative imaging of dielectric permittivity and tunability with a near-field scanning microwave microscope », *Rev. Sci. Instrum.* vol. 71, pp. 2751, 2000.
- [33]. V. V. Talanov, A. Scherz, R. L. Moreland and A. R. Schwartz, « A near field scanned microwave probe for spatially localised electrical metrology », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 88, pp. 134106, 2006.
- [34]. R. A. Kleismit, and M. K. Kazimierzuk, « Evanescent microwave microscopy of thermally-damaged charge coupled devices », *IEEE Proc. Elec. Insl. Conf. and Elec. Manu. & Coil Winding*, pp. 485, 2003.
- [35]. A. Imtiaz, T. Baldwin, H. T. Nembach, T. M. Wallis, and P. Kabos, « Near-field microwave microscope measurements to characterize bulk material properties », *Appl. Phys Lett.*, vol. 90, pp. 243105, 2007.
- [36]. I. Takeuchi, T. Wei, F. Duewer, Y.K. Yoo and X.-D. Xaing. « Low temperature scanning-tip microwave near field microscopy of YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> films », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 71, pp. 2026, 1997.
- [37]. J. Park, S, Hyun, A. Kim, and K. Char, « Observation of biological samples using a scanning microwave microscope », *Ultra microscopy*, vol. 102, pp. 101, 2005.

- [38]. S.-C. Lee, C. P. Vlahacos, B. J. Feenstra, A. Schwartz, D. E. Steinhauer, F. C. Wellstood and S. Analage, « Magnetic permeability imaging of metals with a scanning near-field microwave microscope », *Appl. Phys. Lett.*, vol. 77, pp. 4404, 2000.
- [39]. S. Ramo, J. R. Whinery, T. V. Duzer, « Fields and Waves in Communication Electronics », John Wiley and Sons. 1<sup>st</sup> Edition. New-York, 1965.
- [40]. D. M. Pozar, *Microwave Engineering*, John Wiley and Sons, 3<sup>rd</sup> Edition, New York, 1998.
- [41]. R. A. Waldron, « Perturbation theory of resonant cavities », *Proc. IEE*, vol. 107C, pp. 272, 1960.
- [42]. Denny A. Jones, « Principles and prevention of corrosion », Prentice-Hall, Upper Saddle River, NJ, second edition, 1996.
- [43]. National Association of Corrosion Engineers, « Corrosion Basics: An Introduction », National Association of Corrosion Engineers, Houston, TX, 1984.
- [44]. Denny A. Jones, « Principles and prevention of corrosion », Prentice-Hall, Upper Saddle River, NJ, second edition, 1996.
- [45]. BDM Federal, Inc., « Corrosion Detection Technologies », Sector Study Final report, March 1998.
- [46]. Uwe Zscherpel et al., « Radiographic Evaluation of Corrosion and Deposits in Pipelines: Results of an IAEA Co-ordinated Research Programme », ECNDT 2006 - Mo.2.4.1.
- [47]. Demo, J. et al., « Wireless corrosion monitoring for evaluation of aircraft structural health », Aerospace Conference, 3-10 March 2012.
- [48]. <http://www.institut-corrosion.fr/wp-content/uploads/AirCorr-brochure.pdf>
- [49]. H. Aubert et al., « Wireless sensing and identification on radar cross section variability measurement of passive electromagnetic sensors », *Annals of Telecommunications*, Vol.68, N°7-8, pp.425-435, 2013.
- [50]. Kenneth J Loh et al., « Passive Wireless Sensing Using SWNT based Multifunctional Thin Film Patches », *International journal of Applied Electromagnetics and Mechanics* 28, 2008, 87-94.



**CHAPITRE II**

**MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE :**

**DEVELOPEMENT OUTIL NUMERIQUE ET**

**VALIDATION EXPERIMENTALE**



## **I. INTRODUCTION**

La conception des composants passifs et des circuits pour les télécommunications exige une connaissance préliminaire des caractéristiques diélectriques des matériaux utilisés. Dans la bande ISM, diverses méthodes peuvent être utilisées pour la caractérisation des matériaux. Elles peuvent être destructives et non destructives, résonantes à fréquence discrète, en réflexion/transmission large bande, plus ou moins précises sur la détermination de la permittivité et sur la tangente de pertes. Dans le premier chapitre nous avons présenté de manière non exhaustive les avantages et les inconvénients des méthodes utilisées pour la caractérisation des matériaux dans la bande ISM.

Parmi ces techniques de caractérisation, nous avons choisi la méthode de la microscopie microonde en champ proche pour les avantages suivants : faibles dimensions d'échantillon nécessaires pour la caractérisation, rapidité de mesure et diversité de ses applications.

Cette technique est utilisée en général pour des mesures qualitatives des échantillons, mais il existe des groupes de recherche qui ont développé cette technique pour l'utiliser dans des mesures quantitatives des échantillons (permittivité complexe) à l'aide de modèles en éléments localisés et de modèles analytiques.

Le modèle analytique le plus utilisé dans ce domaine est le modèle proposé par C. GAO et al. et détaillé par S. ANLAGE [1] Ce modèle relie le décalage fréquentiel et la dégradation du facteur de qualité obtenus quand un échantillon est en contact ou à proximité de la sonde avec la permittivité et la tangente de pertes de l'échantillon.

D'après C. GAO, si l'échantillon est placé dans la région du champ proche de la pointe, et que le rayon de la pointe est beaucoup plus petit que la longueur d'onde, l'onde électromagnétique peut être considérée comme quasi statique. Ainsi, le modèle présente la pointe comme une sphère infiniment chargée.

Du fait des différentes approximations utilisées par C. GAO dans son modèle analytique, certains effets d'interaction pointe-échantillon ne peuvent pas être étudiés. Ces effets peuvent fortement affecter la caractérisation des échantillons, d'où l'intérêt de développer un modèle numérique qui serve à étudier les différents effets physiques de l'interaction pointe-échantillon. Ceci nous permet de mieux comprendre les effets des différents paramètres sur la caractérisation par la technique de microscopie microonde en champ proche.

Dans la première partie de ce chapitre nous ferons un rappel bref sur les principes de l'électrostatique, après nous présenterons le logiciel EMXD [3] développé dans notre laboratoire et qui est utilisé pour faire le calcul électrostatique de notre modèle.

Dans la deuxième partie nous présentons une description générale de notre structure modélisée, et ses différents paramètres.

Dans la troisième partie nous réalisons une étude paramétrique des différents paramètres (permittivité de l'échantillon, rayon de la pointe, hauteur de l'échantillon, valeur du champ, résolution spatiale, sensibilité), ce qui nous aide à comprendre l'effet de chaque paramètre dans l'interaction pointe-échantillon.

Dans la dernière partie de ce chapitre nous présentons la réalisation de la structure utilisée dans pour les mesures. Les résultats théoriques obtenus par notre modèle électrostatique ont été validés par cette structure.

## **II. PRINCIPE DE L'ÉLECTROSTATIQUE**

C. GAO dans son modèle analytique dédié pour la caractérisation quantitative des échantillons diélectriques a utilisé le modèle de charge d'image pour modéliser l'interaction entre la pointe et l'échantillon diélectrique. Ce modèle étant basé sur les calculs électrostatiques, nous commencerons par effectuer un rappel sur les différentes grandeurs électrostatiques ainsi que les formules de base.

L'électrostatique est la branche de la physique qui étudie les phénomènes créés par des charges électriques statiques pour l'observateur [2]. En électromagnétisme l'électrostatique est le régime stationnaire (ou permanent) où les courant sont nuls. En électrostatique le champ magnétique est nul.

L'électrostatique est basée sur la loi de Coulomb qui exprime la force d'interaction électrique entre deux particules chargées électriquement.

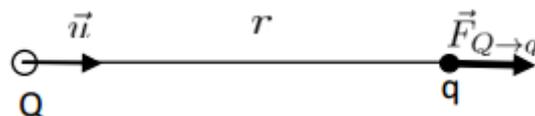


Figure II-1: Force électrostatique exercée par Q sur q

Pour deux particules chargées q et Q placées dans le vide, Figure II-1, la force exercée par la charge Q sur la charge q est donnée par :

$$\vec{F}_{Q \rightarrow q} = \frac{q Q}{4\pi\epsilon_0 r^2} \vec{u} \quad (\text{II. 1})$$

Où  $\vec{u}$  est le vecteur unitaire qui pointe de la position de Q vers la position de q, r représente la distance séparant les deux charges et  $\epsilon_0 = 8,854187817 \cdot 10^{-12} \text{ F.m}^{-1}$  est la permittivité du vide.

La présence de la charge Q dans une région de l'espace crée dans cette région un champ électrique noté  $E_Q$  qui est mis en évidence par la force agissant sur la charge q, ce qui peut se traduire par la relation :

$$\vec{F}_{Q \rightarrow q} = q \vec{E}_Q \quad (\text{II. 2})$$

Tenant compte de la loi de Coulomb, le champ électrique créé par la charge Q, dans une direction donnée par le vecteur unitaire  $\vec{u}$  et à une distance r, est alors défini par :

$$\vec{E}_Q = \frac{Q}{4\pi\epsilon_0 r^2} \vec{u} \quad (\text{II. 3})$$

Dans le cas des phénomènes indépendants du temps ou stationnaires, le champ électrique est appelé champ électrostatique.

La présence de N charges  $Q_i$  crée un champ électrique résultant égal à la somme vectorielle des champs électriques créés individuellement par chacune de ces charges :

$$\vec{E} = \sum_{i=1}^N \vec{E}_{Qi} = \sum_i \frac{Q_i}{4\pi\epsilon_0 r_i^3} \vec{r}_i \quad (\text{II. 4})$$

Vu que la circulation du champ E ne dépend pas du chemin suivi, on peut définir une grandeur scalaire appelée potentiel électrostatique U telle que :

$$dU = -\vec{E} \cdot d\vec{l} \quad (\text{II. 5})$$

Par intégration, on peut montrer que le potentiel électrostatique créé par une charge ponctuelle est :

$$U(\vec{r}) = \frac{Q}{4\pi\epsilon_0 r} \quad (\text{II. 6})$$

Le potentiel électrostatique créé par un ensemble N de charge est :

$$U(M) = \sum_{i=1}^N U_{Qi} = \sum_{i=1}^N \frac{Q_i}{4\pi\epsilon_0 r_i} \quad (\text{II. 7})$$

On définit l'énergie potentielle électrostatique d'une particule chargée placée dans un champ électrostatique comme le travail qu'il faut fournir pour amener de façon quasi-statique cette particule de l'infini à sa position actuelle.

Considérons une particule de charge  $q$  placée dans un champ  $\vec{E}$ . Pour déplacer cette charge de l'infini vers un point M, un opérateur doit fournir une force qui s'oppose à la force de Coulomb. Si ce déplacement est fait suffisamment lentement, la particule n'acquiert aucune énergie cinétique. Cela n'est possible que si, à tout instant,  $\vec{F} = q\vec{E}$ . Le travail fourni par l'opérateur sera donc :

$$W = qU \quad (\text{II. 8})$$

L'énergie potentielle électrostatique créée par un ensemble de charge est :

$$W = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N q_i V_i(P_i) \quad (\text{II. 9})$$

où

$$V_i(P_i) = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \sum_{j \neq i}^N \frac{q_j}{r_{ij}} \quad (\text{II. 10})$$

où  $P_i$  est la position de charge,  $V_i$  est le potentiel électrique de charge.

Soit un conducteur isolé, de charge  $Q$  distribuée de manière équipotentielle sur sa surface  $S$ . L'énergie potentielle électrostatique de ce conducteur est alors :

$$W_e = \frac{1}{2} QV = \frac{1}{2} CV^2 = \frac{1}{2} \frac{Q^2}{C} \quad (\text{II. 11})$$

Ceci est l'énergie nécessaire pour amener un conducteur de capacité  $C$  au potentiel  $V$ . Puisque cette énergie est toujours positive, cela signifie que, quel que soit  $V$  (et donc sa charge  $Q$ ), cela coûte toujours de l'énergie.

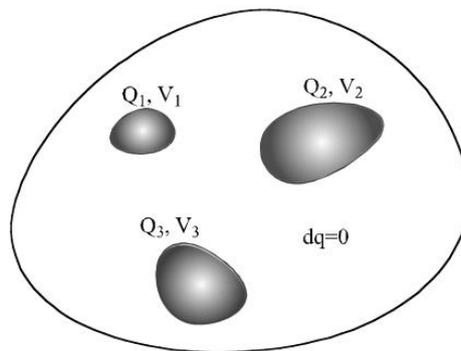


Figure II-2: Conducteurs chargés placés dans un volume

Soit un ensemble de  $N$  conducteurs chargés placés dans un volume comme le montre la Figure II-2. A l'équilibre, ils ont une charge  $Q_i$  et un potentiel  $V_i$ . En dehors du volume occupé par chaque conducteur, il n'y a pas de charge donc  $dq = 0$ . L'énergie électrostatique de cette distribution de charges est alors simplement :

$$W_e = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N Q_i V_i \quad (\text{II. 12})$$

### **III. INTRODUCTION À EMXD**

Il existe plusieurs variétés de techniques permettant de modéliser un dispositif hyperfréquence. Dans le cadre de ces travaux, la méthode des éléments finis (MEF) [3] a été employée via le logiciel EMXD. Ce logiciel, développé à XLIM par Michel Aubourg, est dédié à la résolution des équations de Maxwell dans le domaine fréquentiel. Il s'applique de

façon générale à l'étude de circuits planaires ou volumiques actifs ou passifs, fermés, c'est à dire bornés par des murs de court-circuit électriques (CCE) ou de court-circuit magnétiques (CCM), ou ouverts en utilisant de couche absorbante parfaitement adaptée (Perfectly matched layer -PML). La structure à analyser, dont la géométrie est définie par un maillage en 2 ou 3 dimensions, peut être composée de milieux linéaires, inhomogènes, isotropes ou anisotropes, avec ou sans pertes.

L'excitation des dispositifs microondes est réalisée par accès distribués définis par des plans, dans lesquels est effectuée une décomposition modale ou par accès linéiques représentés par des segments sur lesquels sont définis des relations de type tension-courant.

Non seulement des calculs fréquentiels peuvent être effectués à l'aide de EMXD, mais aussi des calculs électrostatiques et électrocinétiques. En effet, EMXD dans sa partie statique effectue le calcul des grandeurs énergétiques : énergie électrique emmagasinée (partie électrostatique), puissance dissipé (partie électrocinétique).

Les expressions de ces grandeurs étant formellement identiques, elles s'expriment par:

$$W = \frac{1}{2} \iiint_{\Omega} (a(x) \text{grad } v(x)) \cdot \text{grad } v(x) dx \quad (\text{II. 13})$$

Où  $v(x)$  est le potentiel scalaire sur un domaine de borne  $\Omega \subset \mathbb{R}^3$ ,  $a(x)$  peut être remplacée par la permittivité  $\mathcal{E}(x)$  pour obtenir l'énergie électrostatique ou par la conductivité  $\sigma(x)$  en électrocinétique, auquel cas cette expression représente la puissance dissipée.

Pour simplifier l'équation II.13 on utilise des conditions de Dirichlet et des conditions de Neuman (conditions aux limites). L'équation II.13 devient:

$$W = \frac{1}{2} (V^T M^{DD} V + R^T M^{NN} R) \quad (\text{II. 14})$$

$$\text{Avec } V = \begin{bmatrix} \tilde{V}_1 \\ \vdots \\ \tilde{V}_{n_D} \end{bmatrix}, R = \begin{bmatrix} \tilde{R}_1 \\ \vdots \\ \tilde{R}_{n_N} \end{bmatrix}$$

$$\tilde{V}_i = \frac{V_i}{V_0}, i = 1, \dots, n_D$$

Potentiel surfacique

$$\tilde{R}_l = \frac{R_l}{R_0}, l = 1, \dots, n_N$$

Densité surfacique de courant normal

$$M_{ij}^{DD} = \iiint_{\Omega} (a(x) \text{grad } v_j^D(x)) \cdot \text{grad } v_i^D(x) dx$$

$$M_{lm}^{NN} = \iiint_{\Omega} (a(x) \text{grad } v_m^N(x)) \cdot \text{grad } v_l^N(x) dx$$

Nous pouvons aussi écrire plus globalement:

$$M = \begin{bmatrix} M^{DD} & 0 \\ 0 & M^{NN} \end{bmatrix}, X = \begin{bmatrix} V \\ R \end{bmatrix} \text{ et } W = \frac{1}{2} X^T M X \quad (\text{II. 15})$$

Pour des calculs électrostatiques on applique uniquement des potentiels (R=0), autrement dit on applique que des conditions de Dirichlet. La matrice  $M^{DD}$  est fournie en résultat par EMXD.

Soit Q le vecteur-colonne:

$$Q = \begin{bmatrix} Q_1 \\ \vdots \\ Q_{n_D} \end{bmatrix} = M^{DD} V \quad (\text{II. 16})$$

Où les  $\tilde{Q}_i$  sont les charges sur les conducteurs, ces charges peuvent aussi s'exprimer en utilisant les capacités  $C_{ij}$  entre les conducteurs i et j,  $i < j$  ainsi que  $C_{ii}$  entre le conducteur i et la référence de potentiel (masse formé par le blindage).

Les charges :

$$\begin{aligned}\tilde{Q}_i &= C_{ii}\tilde{V}_i + \sum_{j \neq i}^{n_D} C_{ij}(\tilde{V}_i - \tilde{V}_j) \\ &= \left( \sum_{j=1}^{n_D} C_{ij} \right) \tilde{V}_i - \sum_{j \neq i}^{n_D} C_{ij} \tilde{V}_j \quad (\text{II. 17})\end{aligned}$$

Et aussi

$$\begin{aligned}\tilde{Q}_i &= \sum_{j=1}^{n_D} M_{ij}^{DD} \tilde{V}_j \\ &= M_{ii}^{DD} \tilde{V}_i + \sum_{j \neq i}^{n_D} M_{ij}^{DD} \tilde{V}_j \quad (\text{II. 18})\end{aligned}$$

On obtient alors par identification:

$$C_{ij} = -M_{ij}^{DD} \quad , \quad j \neq i \quad (\text{II. 19})$$

$$C_{ii} = M_{ii}^{DD} + \sum_{j \neq i}^{n_D} M_{ij}^{DD} = \sum_{j=1}^{n_D} M_{ij}^{DD} \quad (\text{II. 20})$$

Ces valeurs de capacité sont données par EMXD à l'aide de la résolution de la matrice M. Ce calcul est traité numériquement par la méthode des éléments finis avec des éléments de type Lagrange.

#### **IV. ETUDE ÉLECTROSTATIQUE**

Dans cette partie de ce chapitre, nous présentons notre modèle électrostatique 3D basé sur le calcul des éléments finis traités par EMXD. De même nous présentons différentes études paramétriques réalisées sur la base de notre modèle (on note que le calcul

électrostatique réalisé par EMXD nous permet d'étudier uniquement la partie réelle de la permittivité).

#### **IV.1. Description générale de la structure**

Les sondes les plus utilisés dans le domaine de la microscopie en champ proche sont celles constituées d'une pointe reliée au conducteur intérieur d'un résonateur coaxial comme le montre la Figure II-3. La présence de l'échantillon entraîne une modification de l'impédance de la pointe, ce qui entraîne un changement de la résonance du résonateur et une dégradation de son facteur de qualité.

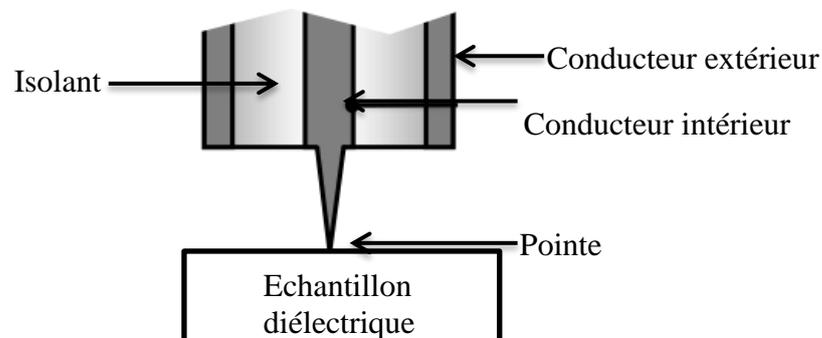


Figure II-3: Sonde coaxiale

La géométrie de ce type de sonde a été conçue au moyen du logiciel de maillage GMSH (3D finite element grid generator). Ce logiciel créé par Christophe Geuzaine et Jean-Francois Remacle [4] permet de générer des maillages 2D et 3D de type éléments finis avec des outils de pre/post-traitement. La géométrie 3D est constituée d'un conducteur central de rayon 0,27mm et de longueur 3mm qui se termine par une pointe de rayon  $R_0$  variable et d'un conducteur extérieur de longueur 1mm et de rayon standard 1,1mm. Un milieu isolant (Teflon) de longueur 1mm et de rayon 0,9mm est imposé entre les deux conducteurs, ce qui forme en total un bout d'un câble coaxial de longueur 1mm avec une âme centrale qui sort de 2mm à l'extérieur du câble. Au-dessous de la pointe nous avons conçu un milieu d'épaisseur  $E_{ech}$  variable qui modélise l'échantillon sous test en contact avec la pointe.

Une deuxième étape consiste à discrétiser la géométrie en éléments simples (tétraèdres) avant le calcul numérique. Pour diminuer le temps de calcul dans la simulation numérique, nous avons imposé des plans de symétrie qui ont comme rôle de réduire la taille du dispositif étudié comme le montre la Figure II-4

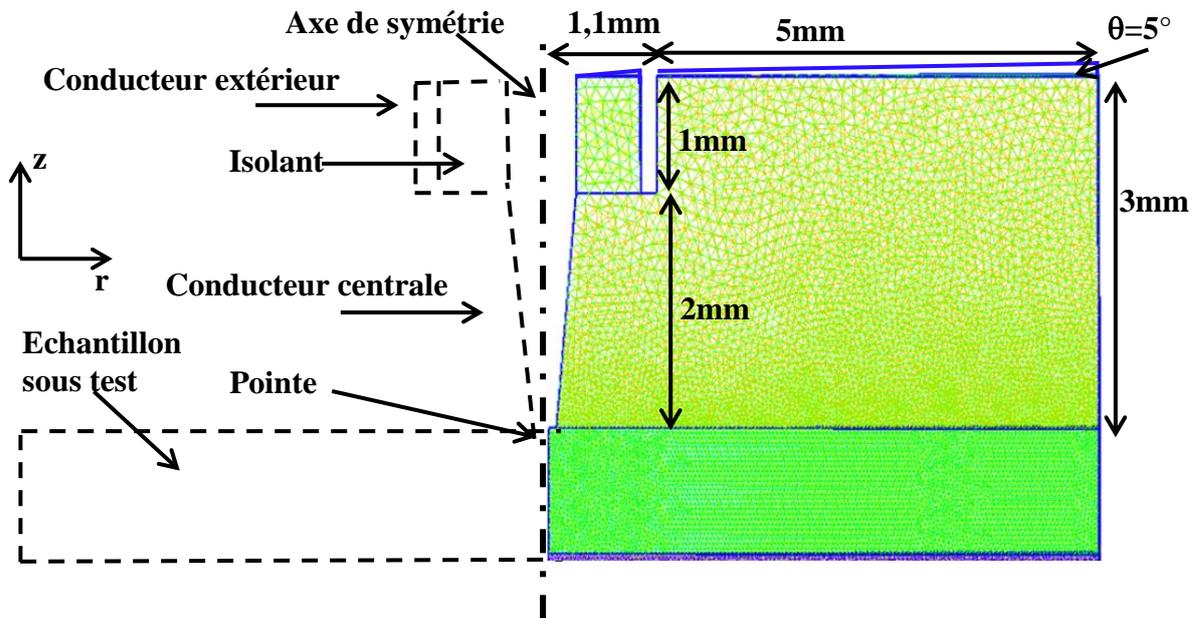


Figure II-4: Maillage 3D (60000 tétraèdres)

Une fois la structure maillée, la seconde étape consiste à identifier les conditions aux limites.

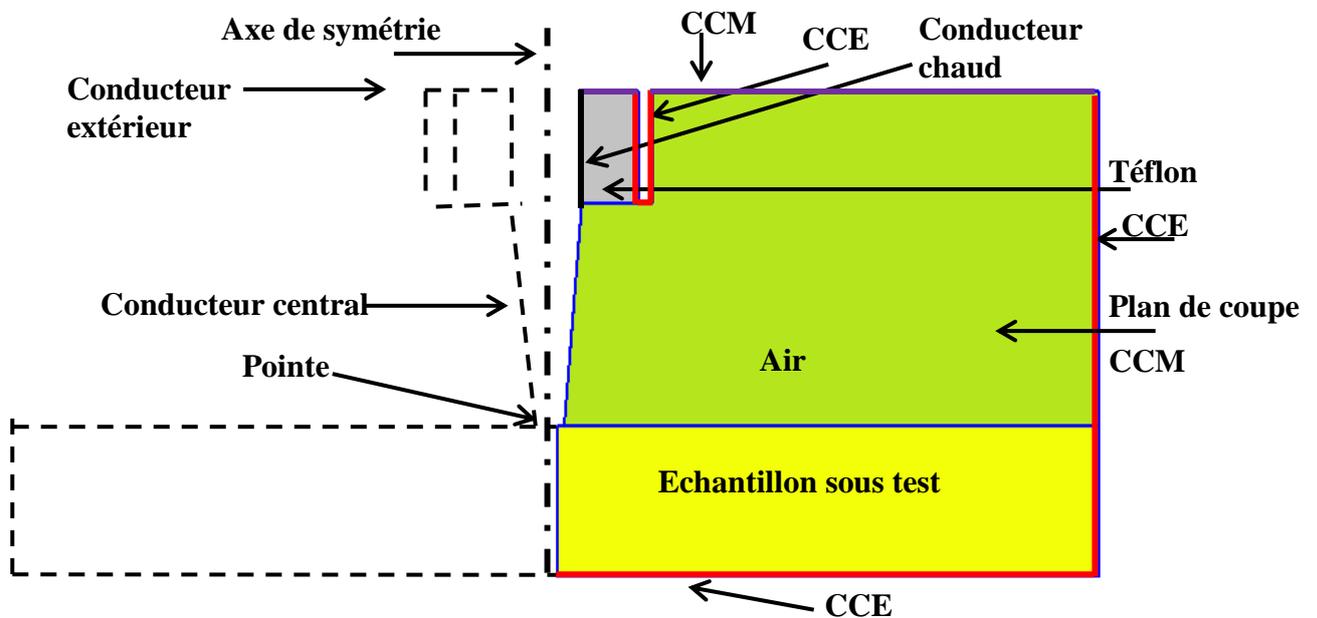


Figure II-5: Conditions imposées aux limites

Des courts-circuits électriques (CCE) ont été imposés sur la face inférieure de l'échantillon sous-test, sur les parois du conducteur extérieur et sur les bords extérieurs de la structure (contour en rouge). Des court-circuits magnetiques ont été imposés sur les plans de coupe et sur le bord supérieur de la structure (contour en violet). Finalement un conducteur chaud (potentiel électrique constant fixé, charge non nulle) est imposé au conducteur central (contour en noir). Trois milieux dielectriques ont été définis : le premier milieu est celui entre les deux conducteurs central et extérieur (couleur gris), une valeur de permittivité de 2,1 (Teflon) a été imposée pour ce milieu. Le deuxième milieu est celui de l'air qui entoure la sonde (couleur vert). Le troisième milieu dielectrique est l'échantillon sous test (couleur jaune), la valeur de permittivité imposée est une valeur variable  $\epsilon_r$ . La Figure II-5 montre les différentes conditions aux limites imposées à la structure.

L'utilisation du logiciel EMXD en approximation quasi statique sert à calculer la valeur de la capacité équivalente de la structure globale  $C_{eq}$ . La valeur de cette capacité est la somme d'une capacité entre la pointe et l'échantillon sous test et deux autres capacités parasites. La capacité entre la pointe et l'échantillon varie avec les paramètres de la pointe et l'échantillon sous test (rayon de la pointe, permittivité et épaisseur de l'échantillon, gap pointe-échantillon), ce qui nous permet d'étudier l'interaction entre la pointe et l'échantillon. La capacité parasite entre la sonde et le mur électrique au bord de notre structure peut être annulée car elle tend vers zéro avec l'augmentation de la distance entre la sonde et le mur électrique ( $> 3\text{mm}$ ). La deuxième capacité parasite est la capacité entre le conducteur chaud et le conducteur extérieur de la sonde. La valeur de cette capacité ne peut pas être annulée, par contre, comme elle dépend de paramètres qui sont fixes (longueur du conducteur chaud, longueur du conducteur extérieur, épaisseur et permittivité), alors la valeur de cette capacité parasite est fixe. Ainsi la variation de  $C_{eq}$  dépend uniquement de la variation de la capacité entre la pointe et l'échantillon et nous permettra alors d'étudier l'effet d'interaction pointe-échantillon.

## **IV.2. Etude de l'impact nombre des tétraèdres**

Se basant sur le fait que plus le maillage d'une structure est resserré, plus la solution que l'on obtient par la méthode des éléments finis sera précise et proche de la « vraie » solution de l'équation aux dérivées partielles, et afin d'obtenir une valeur précise de la capacité équivalente de la structure globale, une étude a été réalisée sur le nombre des tétraèdres utilisés dans la simulation. Dans cette étude où la pointe est en contact avec l'échantillon nous

avons fait évoluer le nombre des tétraèdres et nous avons fixé tous les autres paramètres de la structure.

La Figure II-6 montre une courbe qui présente la variation de la valeur de la capacité globale  $C_{eq}$  en fonction du nombre des tétraèdres. La permittivité de l'échantillon en contact avec la pointe est fixée à 8,9 (permittivité des échantillons d'alumine disponibles dans le laboratoire), le rayon de la pointe est fixé à  $60\mu\text{m}$  (rayon des pointes qui peuvent être réalisées au laboratoire). La valeur de la capacité diminue avec l'augmentation du nombre des tétraèdres, et, à partir de 75000 tétraèdres, la valeur de la capacité se stabilise (variation d'une valeur  $< 0,1\%$ ).

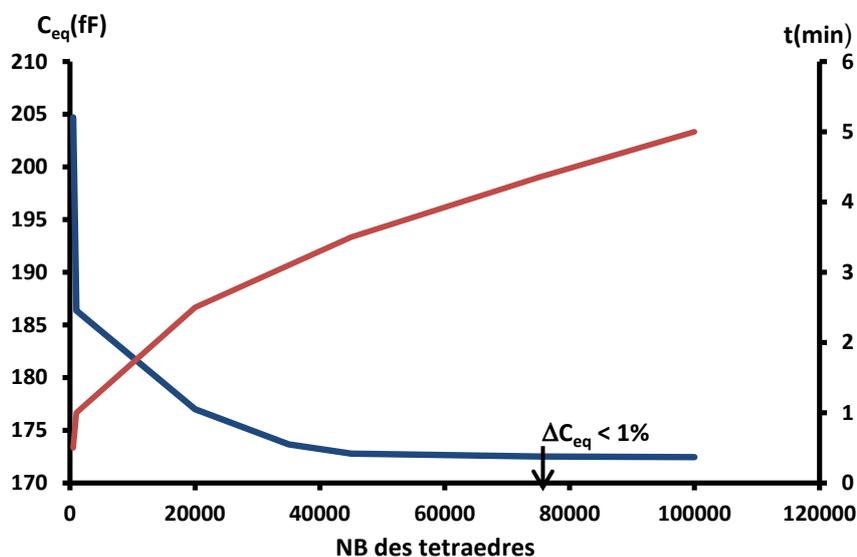


Figure II-6: Variation de la capacité équivalente en fonction de nombre des tétraèdres

Nous pouvons donc déduire que le nombre minimum des tétraèdres nécessaires pour un calcul précis de la valeur de la capacité  $C_{eq}$  est de 75000, un nombre plus petit de tétraèdres pouvant conduire à des résultats éloignés de la capacité  $C_{eq}$  réelle (on note qu'une simulation avec 75000 tétraèdres sur une machine de 250 GigaOctets de RAM et à 4 processeurs E74807 prend environ 4 minutes et trente secondes).

## **V. ETUDE PARAMÉTRIQUE**

Après la modélisation de la sonde et l'optimisation du nombre de tétraèdres, une étude paramétrique a été réalisée afin de comprendre les effets physiques de l'interaction entre la pointe et l'échantillon à caractériser. Cette étude est basée sur l'analyse de la variation de la

valeur de la capacité  $C_{eq}$  en fonction des variations des paramètres de la pointe et de l'échantillon diélectrique.

Les différents paramètres étudiés dans cette partie du chapitre 2 sont :

$E_{ech}$  : épaisseur de l'échantillon

$\epsilon_{ech}$  : permittivité de l'échantillon.

Gap : distance entre la pointe et l'échantillon

$R_0$  : rayon de la pointe

$d$  : forme de l'échantillon

### **V.1. Etude de l'effet de la permittivité de l'échantillon**

Une première étude a été réalisée sur la variation de la valeur de  $C_{eq}$  en fonction de la permittivité relative  $\epsilon_r$  de l'échantillon à caractériser en contact avec la pointe.

La Figure II-7 montre la courbe qui présente la variation de la capacité  $C_{eq}$  en fonction de la permittivité relative de l'échantillon pour différentes épaisseurs de celui-ci (0,5mm, 0,8mm et 1mm), le rayon de la pointe est fixé à  $60\mu m$ . La courbe montre une augmentation logarithmique de la valeur de  $C_{eq}$  avec l'augmentation de la valeur de la permittivité.

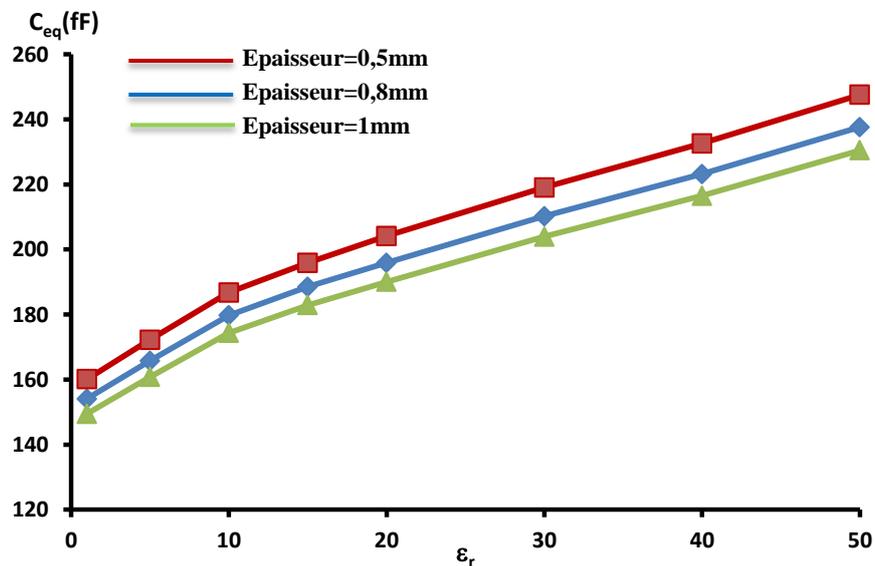


Figure II-7: Variation de la capacité équivalente en fonction de la permittivité relative de l'échantillon

Nous pouvons modéliser la pointe et le plan de masse imposé à la surface inférieure de l'échantillon par un condensateur plan équivalent de capacité  $C = \frac{S \cdot \epsilon_r}{d}$  avec  $\epsilon_r$  la permittivité

du diélectrique,  $S$  la surface des deux armatures,  $d$  la distance entre les deux armatures. La valeur de la capacité  $C$  diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du matériau et augmente linéairement avec  $\epsilon_r$ , donc l'augmentation de  $C_{eq}$  est due à l'augmentation de la valeur de la capacité entre la pointe et le plan de masse. Par contre l'augmentation logarithmique est due à la forme de la pointe qui n'est pas une armature plane avec une distribution de champ non homogène, en particulier quand  $\epsilon_r$  augmente.

## **V.2. Etude de l'effet d'un gap d'air entre l'échantillon et la pointe**

Une deuxième étude a été réalisée sur l'effet d'un gap d'air entre la pointe et l'échantillon. Pour cette étude nous avons fixé la permittivité de l'échantillon à 8,9, l'épaisseur de l'échantillon à 0,5mm (épaisseur des échantillons d'alumine disponibles dans le laboratoire) et le rayon de la pointe à 60 $\mu$ m et nous avons fait varier la distance entre la pointe et l'échantillon à caractériser.

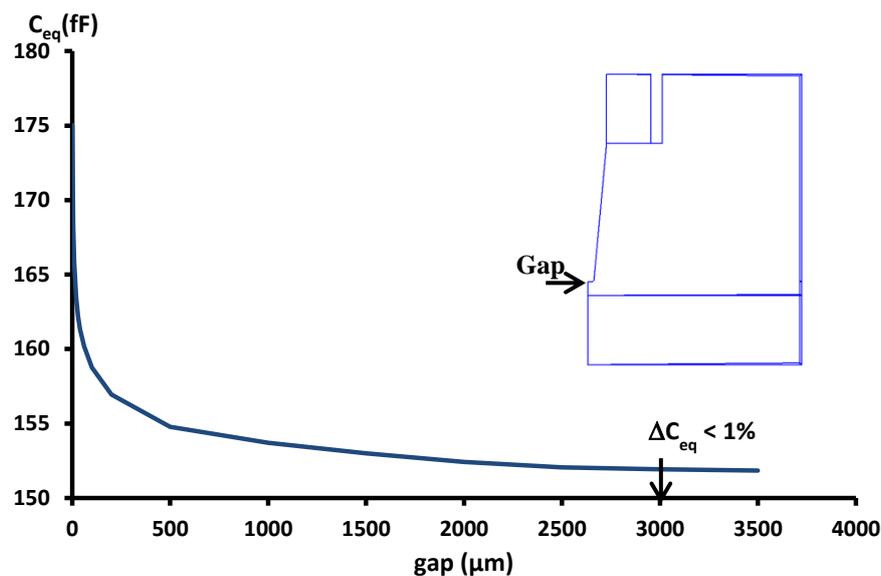


Figure II-8: Variation de  $C_{eq}$  en fonction du gap entre la pointe et l'échantillon

La Figure II-8 montre la variation de la capacité  $C_{eq}$  en fonction du gap entre la pointe et l'échantillon. Nous voyons bien qu'avec l'augmentation de la valeur du gap, la valeur de la capacité  $C_{eq}$  diminue suivant une fonction logarithmique. Cette diminution est due à la présence d'un nouveau milieu diélectrique (air) de permittivité 1 entre la pointe et l'échantillon, ainsi, la permittivité effective vue par la pointe est plus faible que la permittivité de l'échantillon sous test.

Après un gap de 3mm la variation des paramètres de l'échantillon (permittivité, épaisseur) n'a presque plus d'effet sur la valeur de la capacité globale  $C_{eq}$  (<1%). Ce qui peut être expliqué par le fait que la valeur de champ qui arrive à l'échantillon avec ce gap est considérée comme négligeable. Autrement dit, à un gap de 3mm, la présence ou l'absence de l'échantillon au-dessous de la pointe n'a plus d'effet sur la valeur de la capacité  $C_{eq}$ .

Cette simulation nous montre que durant une caractérisation quantitative ou qualitative, une simple erreur de position de la pointe par rapport à l'échantillon entraîne une incertitude supplémentaire sur les résultats obtenus: par exemple, pour un gap de 1 $\mu$ m entre l'échantillon et la pointe, la valeur de la capacité  $C_{eq}$  varie de 0,5% par rapport à la valeur de la capacité  $C_{eq}$  quand la pointe est en contact avec l'échantillon, et cette différence entraîne une erreur sur la valeur de la permittivité d'un échantillon sous test de 1%.

### **V.3. Etude de l'effet physique du rayon de la pointe**

Dans son équation dédiée à la caractérisation des matériaux épais (équation (II.21)) par un résonateur idéal  $\lambda/4$ , C. GAO a introduit une constante A qui peut être déterminée à partir d'un matériau étalon dont on connaît les paramètres diélectriques à une fréquence donnée. Une fois cette constante déterminée, nous pouvons réaliser des caractérisations. De même la valeur de A peut être estimée par l'expression II.22 introduite par C. GAO:

$$A \approx \frac{16R_0 \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right)}{\lambda} \quad (\text{II.22})$$

où  $R_1$  et  $R_2$  sont respectivement les rayons interne et externe du conducteur du résonateur coaxial, et  $R_0$  le rayon de la pointe. Ainsi, A augmente si le rayon de la pointe augmente. Et comme le montre l'équation II.21, le décalage fréquentiel en présence d'un matériau au-dessous de la pointe dépend de la permittivité de l'échantillon et de la valeur de A.

Pour un même matériau diélectrique en contact avec la pointe et pour deux pointes de rayons différents, le décalage fréquentiel le plus important sera observé pour la pointe la plus large. Donc la sensibilité d'un système de caractérisation de type microscopie augmente avec l'augmentation du diamètre de sa pointe.

L'augmentation de la sensibilité de la sonde entraîne une dégradation de sa résolution qualitative, due à l'augmentation du rayon de la pointe [5]. La résolution qualitative peut être définie comme la taille du plus petit élément qui peut être observé sur un échantillon de contraste élevé [6]. Une étude a été réalisée sur la résolution qualitative de la pointe en fonction de son rayon et en fonction de la permittivité de l'échantillon sous test en contact avec la pointe. Dans une première simulation nous avons fixé la permittivité de l'échantillon à 8,9 et pour différents rayons de la pointe, nous avons calculé les valeurs du module du champ électrique rayonné autour de la pointe.

La Figure II-9 montre les courbes qui représentent la variation de la valeur du champ électrique en ( $V.m^{-1}$ ) mesuré à un rayon  $Y$  et à l'extrémité de la pointe comme le montre le schéma de la Figure II-9, et ceci pour différents rayons de la pointe : 10, 40, 60, 80 et  $100\mu m$ . Seuls les  $Y > 0$  sont représentés de par la symétrie axiale de la structure. Les courbes montrent bien que plus on augmente le diamètre de la pointe, plus à une distance  $Y$  donnée, les valeurs de champ  $E$  augmentent, ce qui implique l'augmentation de la zone de rayonnement de la pointe. Pour ces différents points, nous avons calculé la résolution spatiale qualitative qui est égale à la zone de champ rayonné pour une valeur  $E_{max}/\sqrt{2}$  [7].

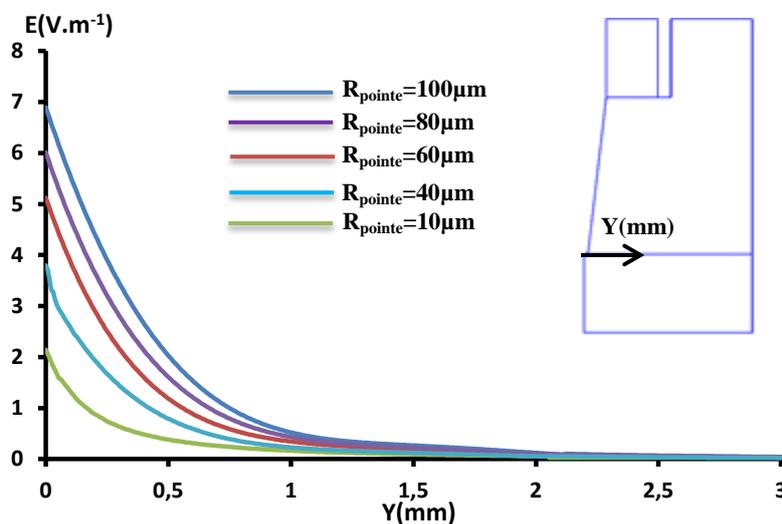


Figure II-9: Variation des valeurs du module du champ  $E$  en fonction de  $Y$ (mm) pour 5 rayons de pointe ( $R_{pointe}= 10\mu m, 40\mu m, 60\mu m, 80\mu m, 100\mu m$ )

La même étude a été réalisée pour trois autres échantillons de permittivité 20, 30 et 40. La Figure II-10 trace la valeur de la résolution qualitative de chaque pointe pour différentes permittivités des échantillons.

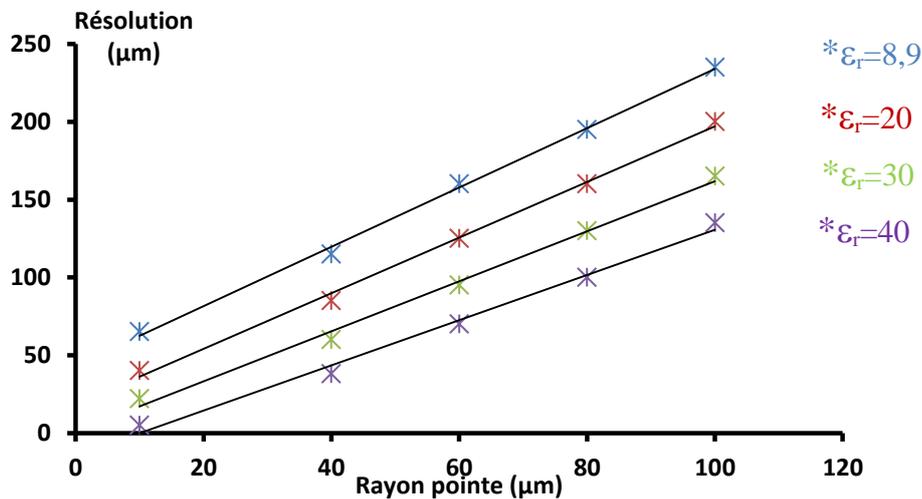


Figure II-10: Variation de la résolution spatiale en fonction du rayon de la pointe pour différentes permittivités

Nous pouvons observer que plus nous augmentons le rayon de la pointe plus la résolution spatiale de notre système se dégrade. Cette figure montre également que la résolution spatiale dépend aussi de la permittivité de l'échantillon qui augmente avec celle de la permittivité de l'échantillon. Cela peut s'expliquer par la concentration du champ dans une zone plus petite avec l'augmentation de la permittivité de l'échantillon.

La Figure II-10 montre la variation de la résolution spatiale en fonction du rayon de la pointe pour différentes permittivités. Nous pouvons bien observer la variation quasi linéaire entre le rayon de la pointe et la résolution spatiale et, de même, entre la résolution spatiale et la permittivité.

#### **V.4. Dimensions nécessaires pour l'échantillon à caractériser**

Parmi les paramètres essentiels dans une méthode de caractérisation, les plus importants seront les dimensions nécessaires de l'échantillon à caractériser. Comme rappelé dans le premier chapitre sur les techniques de caractérisation des échantillons dans la bande ISM (chapitre 1), chaque technique impose des conditions sur les dimensions de l'échantillon à caractériser, et la plupart des méthodes non destructives nécessitent des échantillons de

grandes dimensions pour les caractériser ( $\sim \lambda_g$ ). Par contre une hypothèse simplificatrice sur les dimensions de l'échantillon nécessaires pour une caractérisation par la technique de microscopie en champ proche [8], [9], [10] est imposée. Le modèle de C. GAO le plus utilisable pour la caractérisation quantitative des matériaux diélectriques en champ proche impose une condition sur l'épaisseur de l'échantillon pour qu'il puisse être caractérisé à l'aide de son modèle analytique : l'épaisseur de l'échantillon doit être infinie. Selon C. GAO, l'échantillon est considéré comme un milieu infini tant que son épaisseur ( $h$ ) est beaucoup plus grande que le rayon de la pointe  $R_0$  ( $h \gg R_0$ ). Par contre, C. GAO ne précise pas la valeur exacte de l'épaisseur qui doit être respectée avant la mesure afin d'éviter le rayonnement du champ de la surface inférieure de l'échantillon. Ainsi, cette condition générale apporte une certaine incertitude sur la permittivité mesurée. De même C. GAO ne précise pas les dimensions latérales nécessaires à l'échantillon pour une caractérisation dans de bonnes conditions.

Dans cette partie nous avons réalisé des études sur les différentes dimensions nécessaires de l'échantillon (épaisseur, dimension latérale) pour qu'il soit considéré comme un milieu infini pour une caractérisation quantitative basée sur le modèle analytique de C. GAO.

#### **V.4.1. Etude de l'épaisseur de l'échantillon**

Une première étude a été réalisée sur l'épaisseur nécessaire de l'échantillon à caractériser. Dans un premier temps nous avons fixé le rayon de la pointe à  $R_{\text{pointe}} = 60\mu\text{m}$  et la valeur de la permittivité de l'échantillon à 8,9 et nous avons fait varier l'épaisseur de l'échantillon.

La courbe en rouge dans la Figure II-11 représente la variation de la valeur de la capacité globale  $C_{\text{eq}}$  en fonction de l'épaisseur de l'échantillon de permittivité 8,9, pour une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ . On constate que la valeur de  $C_{\text{eq}}$  diminue avec l'augmentation de la hauteur de l'échantillon, et à partir d'une valeur de 2,7mm, la variation de  $C_{\text{eq}}$  est considérée comme stable (variation  $C_{\text{eq}} < 0,1\%$ ). Cette stabilisation indique qu'après cette épaisseur de l'échantillon, la valeur du champ électrique est très faible et la variation des propriétés physiques de l'échantillon n'a plus d'effet sur la valeur de la capacité  $C_{\text{eq}}$ . Par contre la variation des propriétés physiques de l'échantillon avant cette épaisseur entraîne un changement de la valeur de la capacité globale. Donc pour une pointe de  $60\mu\text{m}$  et pour un

échantillon de permittivité 8,9 et une épaisseur supérieure à 2,7mm l'échantillon peut être considérée comme un milieu infini.

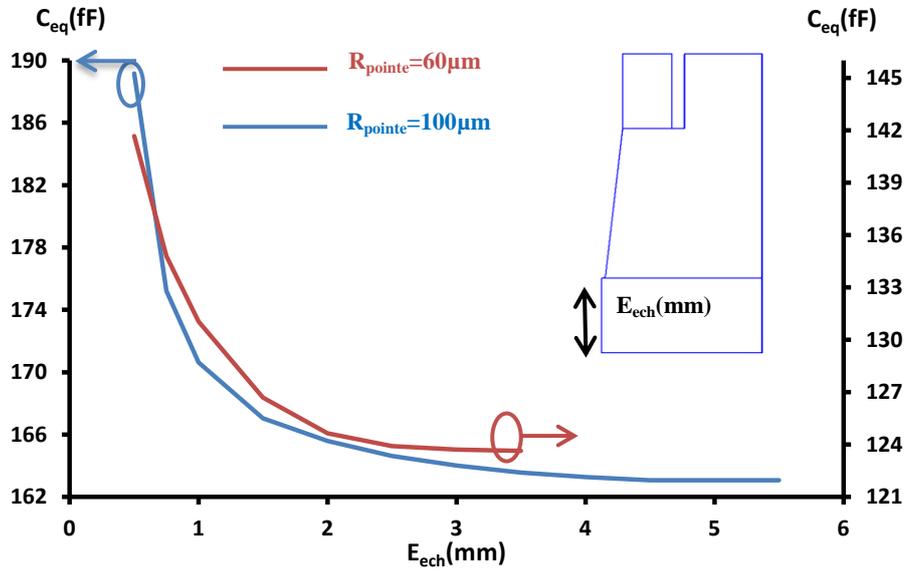


Figure II-11: Variation de  $C_{eq}$  en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour deux points différentes

La même étude à été réalisée mais cette fois-ci pour une pointe de rayon 100µm. La courbe bleue dans la Figure II-11 montre la variation de la valeur de capacité globale  $C_{eq}$  en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour un échantillon de permittivité 8,9.

Nous pouvons constater que la valeur de la capacité  $C_{eq}$  diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon  $E_{ech}$ , et qu'à partir de 4,6mm la valeur de  $C_{eq}$  peut être considérée comme stable (variation < 0,1%). Il apparait donc que le rayon de la pointe conditionne l'épaisseur minimum de l'échantillon à partir de laquelle nous pourrions considérer le milieu caractérisé comme infini en épaisseur. Plus le rayon de la pointe augmente, plus le champ électrique pénètre dans l'échantillon d'où l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini.

Pour un rayon de pointe  $R_{pointe}=100\mu m$ , nous avons réalisé la meme étude mais nous avons changé la permittivité de l'échantillon et nous l'avons fixée à  $\epsilon_r = 31$  (permittivité des échantillons E4000 disponibles dans le laboratoire).

La courbe en rouge dans la Figure II-12 présente la variation de la valeur de la capacité globale  $C_{eq}$  en fonction de l'épaisseur de l'échantillon dans ces nouvelles conditions.

Nous pouvons constater que la valeur de la capacité  $C_{eq}$  diminue avec l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon  $E_{ech}$ , et à partir de 4mm, la valeur de  $C_{eq}$  peut être considérée comme stable ( variation < 0,1%). Donc pour une pointe de 100 $\mu$ m de rayon et pour un échantillon de permittivité 31, une épaisseur de 4mm de l'échantillon peut être considérée comme un milieu infini.

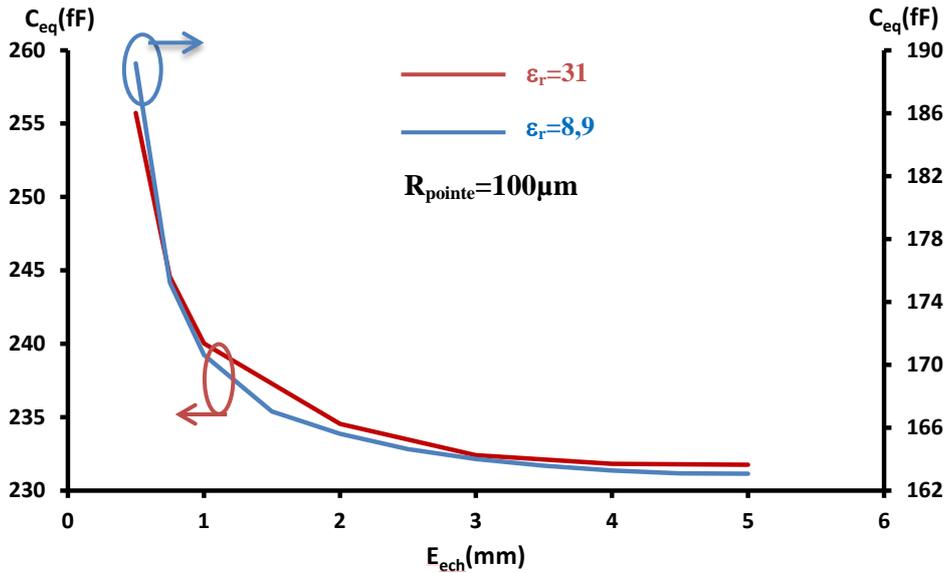


Figure II-12: Variation de  $C_{eq}$  en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour deux permittivités différente de l'échantillon

La permittivité de l'échantillon influe aussi sur le volume du champ dans l'échantillon. Plus la permittivité de l'échantillon augmente plus le volume du champ dans l'échantillon se concentre dans une zone plus petite. Ce qui induit une diminution de l'épaisseur de l'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini. Par contre nous pouvons constater que l'effet du diamètre de la pointe est beaucoup plus important que celui de la permittivité de l'échantillon sur la variation du volume du champ dans l'échantillon.

La Figure II-13 montre les épaisseurs nécessaires des échantillons pour qu'il soient considérés comme des milieux infinis en fonction du rayon de la pointe et pour différentes permittivités des échantillons. Nous pouvons observer pour les rayons des pointes étudiées et les différentes permittivités des échantillons, la variation linéaire entre l'épaisseur nécessaire de l'échantillon et le rayon de la pointe et celle de l'épaisseur nécessaire de l'échantillon et sa permittivité.

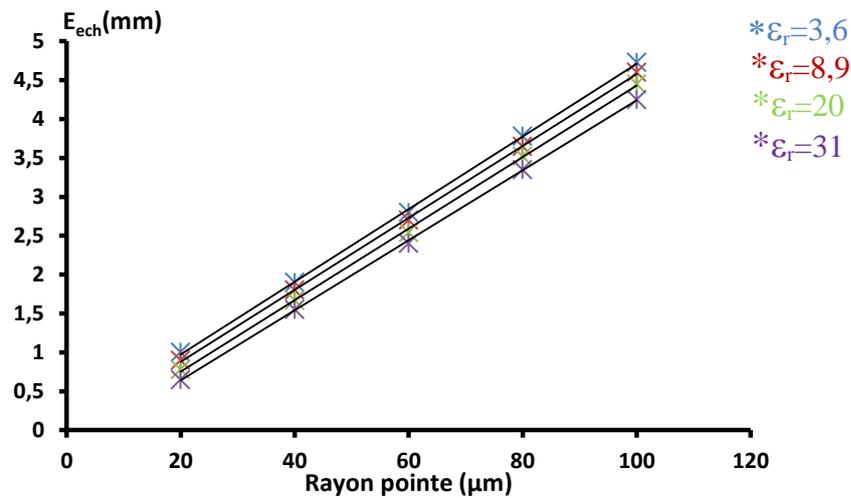


Figure II-13: Variation de l'épaisseur de l'échantillon pour qu'il soit considéré comme un milieu infini en fonction du rayon de la pointe et pour différentes permittivités

#### V.4.2. Etude des dimensions latérales de l'échantillon (résolution quantitative)

Avant de déterminer les dimensions de surface nécessaires d'un échantillon pour qu'il soit caractérisé par une technique de microscopie en champ proche (résolution quantitative), nous devons préciser que la résolution quantitative est différente de la résolution spatiale qualitative de la pointe présentée dans le paragraphe V.3. Cette dernière peut être définie comme la taille du plus petit élément qui peut être détecté sur un échantillon à contraste de permittivité élevé [6]. Elle présente la zone où 50% de l'énergie électrique est stockée. La résolution quantitative est définie quant à elle comme la taille d'une surface de telle sorte que la réponse de la sonde ne dépende pas des caractéristiques du matériau en dehors de cette surface.

L'étude sur la résolution qualitative est reprise ici pour déterminer les dimensions latérales de l'échantillon nécessaires pour une caractérisation par la technique de microscopie en champ proche. Dans un premier temps nous avons fixé la valeur de la permittivité de l'échantillon à 8,9, et pour différents rayons de la pointe, nous avons calculé les valeurs du champ électrique en fonction de la distance par rapport au point de contact entre la pointe et l'échantillon. La précédente courbe en bleu dans la Figure II-9 montre la variation de la valeur du champ électrique en fonction du rayon  $Y$  par rapport au point de contact entre la pointe et

l'échantillon, pour une pointe de rayon  $R_{\text{pointe}}=100\mu\text{m}$ : la valeur du champ E diminue avec l'augmentation du rayon Y. A partir d'un rayon de 2,6mm, la valeur du champ E est inférieure de 1% par rapport à la valeur maximale de celui-ci. Au-delà de ce rayon, le champ électrique n'a plus qu'un effet négligeable sur la permittivité extraite de l'échantillon diélectrique.

Nous pouvons déduire que pour une pointe de rayon 100 $\mu\text{m}$ , un échantillon ( $\epsilon_r = 8,9$ ) de surface plane de 21,5mm<sup>2</sup> est nécessaire pour une caractérisation quantitative. Pour un échantillon de surface plus réduite, le champ sera sensible aux parois latérales de l'échantillon, la caractérisation en sera entachée.

Ainsi, la forme et les caractéristiques physiques de l'échantillon à l'extérieur de la zone de 21,5mm<sup>2</sup> ne changent pas la réponse de la pointe. Par comparaison avec les techniques de caractérisation à 2,45GHz, du chapitre 1 nous rappelons qu'elles nécessitent des échantillons de grande surface. Par exemple, la technique en espace libre à 2,45GHz nécessite un échantillon de 96102mm<sup>2</sup> [11] et la technique de la cavité cylindrique fendue nécessite un échantillon de 40000mm<sup>2</sup> [12], [13].

La même étude a été réalisée pour d'autres rayons de la pointe. A partir d'un rayon 2,5mm, 2,4mm et 2,3mm par rapport au point de contact entre la pointe et l'échantillon, la valeur du champ est inférieure de 1% par rapport à la valeur maximale du champ pour les pointes 80 $\mu\text{m}$ , 60 $\mu\text{m}$  et 40 $\mu\text{m}$  respectivement, ce qui donne des surfaces planes minimales nécessaires d'échantillon respectivement de 19,5mm<sup>2</sup>, 18mm<sup>2</sup> et 16,6mm<sup>2</sup>.

La même étude a été réalisée pour trois autres échantillons de permittivités 20, 30 et 40. La Figure II-14 montre la variation de la surface nécessaire de l'échantillon (pour une caractérisation quantitative) en fonction du rayon de la pointe pour les différentes permittivités. Nous pouvons bien observer que la surface nécessaire de l'échantillon augmente avec l'augmentation du rayon de la pointe. Mais cette surface dépend aussi de la permittivité de l'échantillon, elle augmente avec la diminution de la permittivité. Cela peut s'expliquer par la concentration du champ dans une zone plus petite avec l'augmentation de la permittivité de l'échantillon.

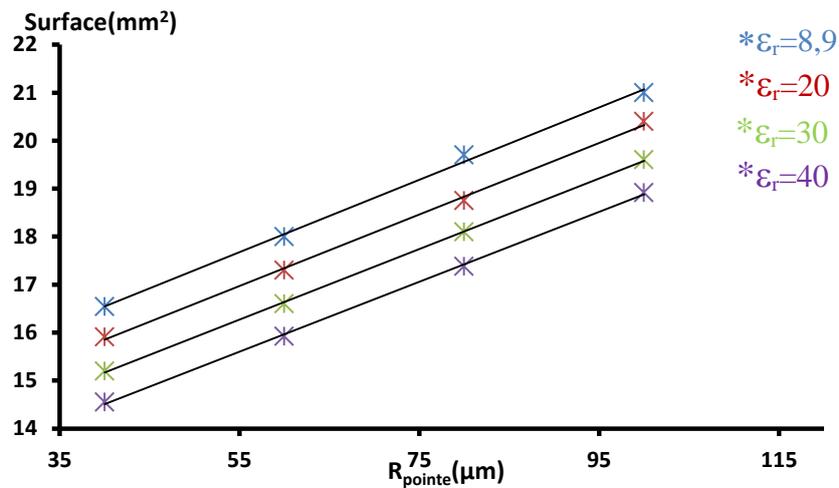


Figure II-14: Variation de la surface nécessaire de l'échantillon pour une caractérisation quantitative en fonction du rayon de la pointe et pour différentes permittivités

Ces résultats nous permettent de constater que les dimensions latérales de l'échantillon à caractériser augmentent légèrement avec l'augmentation du rayon de la pointe et diminuent aussi légèrement avec l'augmentation de la permittivité de l'échantillon. Dans ces conditions d'étude, un rayon de 2,6mm de matériau est considéré comme suffisant.

### **V.5. Etude d'un échantillon avec une surface courbée**

Les études réalisées dans le paragraphe précédent nous montrent que pour une pointe de rayon 100 $\mu\text{m}$  nous avons besoin d'une surface plane de 21,5mm<sup>2</sup> pour une caractérisation quantitative. Dans ce paragraphe nous réalisons une étude sur des échantillons ayant des surfaces courbes de 21,5mm<sup>2</sup>.

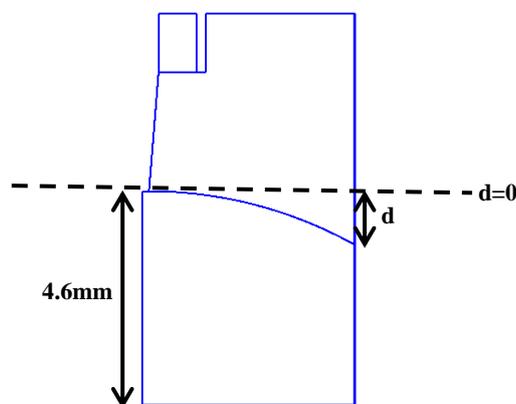


Figure II-15: Pointe en contact avec une surface courbée

La Figure II-15 montre la géométrie des échantillons étudiés. Le rayon de la pointe est de  $100\mu\text{m}$  et le rayon de l'échantillon est de  $2,6\text{mm}$  ( $E=E_{\text{max}}/100$ ). La surface de l'échantillon est courbée, elle forme un arc ayant une extrémité fixe (point de contact pointe-échantillon) et une deuxième extrémité qui varie suivant le paramètre « d ». La valeur de "d" est nulle quand la surface est plane et augmente avec la courbure de la surface. L'épaisseur de l'échantillon  $E_{\text{ech}}$  est de  $4,6\text{mm}$  quand d est nul (milieu considéré infini pour une pointe de rayon  $100\mu\text{m}$ ).

Les études ont été réalisées pour trois permittivités différentes 8,9, 20 et 30. Ces études montrent que la capacité équivalente  $C_{\text{eq}}$  diminue progressivement avec l'augmentation de « d ». Cela est dû à la diminution de la quantité de matière au-dessous de la pointe. En effet, avec l'augmentation de « d », le champ E dans l'échantillon se trouve dans un milieu de permittivité effective (air+diélectrique) plus faible que celle de l'échantillon quand  $d=0$  (surface plane), ce qui entraîne la diminution de la valeur de la capacité  $C_{\text{eq}}$ .

Ces résultats montrent que dans une caractérisation quantitative des échantillons ayant ce type de surface, la valeur de la permittivité calculée est inférieure à celle d'un échantillon plat.

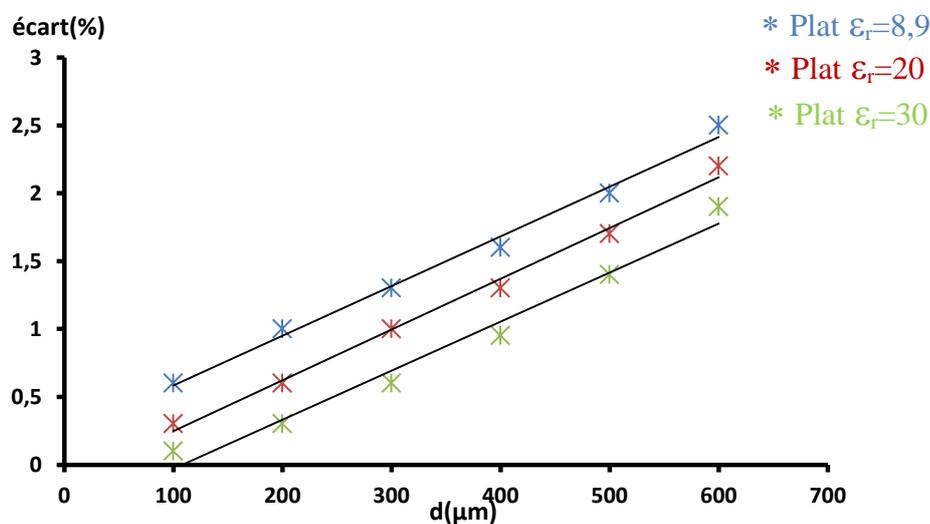


Figure II-16: Ecart en % entre la permittivité de l'échantillon ayant une courbure « d » et celle de l'échantillon plat

La Figure II-16 montre l'écart en % entre la permittivité caractérisée de l'échantillon ayant une certaine courbure (selon d) et celle de l'échantillon plat. Cet écart augmente avec l'augmentation de « d ». Pour  $d=200\mu\text{m}$ , cet écart est supérieur à 1% pour un échantillon de permittivité 8,9, mais pour des échantillons de permittivité 20 et 30 cette écart est inférieur à

1%. Cela peut s'expliquer par la concentration du champ E dans une zone plus faible avec l'augmentation de la permittivité de l'échantillon, ce qui diminue le rayonnement du champ E dans l'air et par suite diminue l'écart en question (les écarts sont calculés par processus itératif en faisant varier la permittivité de manière à retrouver la variation de capacité).

En conclusion, la forme de la surface (non plate) entraîne des erreurs relativement faibles sur la valeur de la permittivité déterminée par la microscopie en champ proche qui peuvent être estimées par notre modèle numérique.

## **VI. VALIDATION EXPÉRIMENTALE**

Des mesures expérimentales ont été réalisées afin de valider les résultats théoriques obtenues par notre modèle numérique. Pour ces mesures nous avons utilisé une sonde couplée magnétiquement à un résonateur diélectrique. Dans cette partie de ce chapitre nous décrivons la structure utilisée dans les mesures et nous présentons les résultats obtenus.

### **VI.1. Choix de la structure**

Comme présenté dans la première partie du chapitre 1, le premier objectif de cette thèse est le développement d'une méthode de caractérisation non destructive des matériaux diélectriques dans la bande ISM. Donc la structure de mesure doit être capable d'effectuer des mesures à 2,45GHz. Plusieurs structures basées sur des sondes ont été utilisées dans la littérature pour effectuer des caractérisations qualitatives et quantitatives des échantillons diélectriques (sonde couplée à un résonateur coaxial [8], sonde couplée à un résonateur SIW [14], sonde planaire [15]). Jooyoung Kim [16] a utilisé une structure originale basée sur une sonde couplée à un résonateur diélectrique cylindrique, ce qui entraîne une augmentation du facteur de qualité de la structure et par suite une augmentation de la sensibilité de la sonde. Comme la plupart des articles publiés sur cette technique, Jooyoung a réalisé des cartographies qualitatives des échantillons contenant des couches minces en cuivre et en or.

La caractérisation des matériaux nécessite l'utilisation de structures avec une grande sensibilité pour détecter la moindre variation des propriétés diélectriques de l'échantillon, la sensibilité étant reliée à une variation fréquentielle élevée entre la présence d'un échantillon et à vide. Ainsi, pour mesurer avec précision la permittivité et la tangente de pertes de l'échantillon diélectrique, la structure doit avoir un facteur de qualité élevé.

Pour toutes ces raisons nous avons décidé d'utiliser une structure basée sur une sonde couplée à un résonateur diélectrique cylindrique, principalement motivé par la sensibilité élevée qui peut être obtenue par ce type de sonde.

## **VI.2. Les cavités résonantes**

Le résonateur est l'élément qui fixe la fréquence d'oscillation dans des limites très étroites. Ses performances dépendent en grande partie des propriétés du résonateur (facteur de Surtension  $Q_0$ , sensibilité à la température, etc). En électronique, nous pouvons utiliser des résonateurs réalisés en éléments discrets, comme un circuit LC par exemple.

Ce circuit entre en résonance pour une fréquence  $f_0 = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$ . A cette fréquence, l'énergie électrique stockée dans le condensateur C est égale à l'énergie magnétique stockée dans l'inductance L. En tenant compte des pertes dans le résonateur, nous avons recourt à des modèles de type R, L, C pour l'analyse des circuits, R modélisant ces pertes, avec  $Q_0 = \frac{L2\pi f_0}{R}$ .

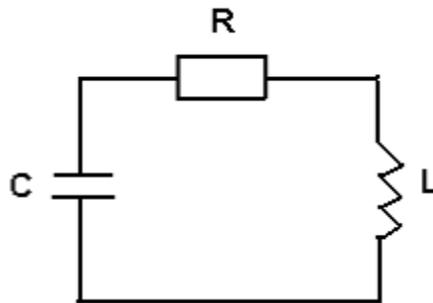


Figure II-17: Schéma équivalent d'un résonateur incluant les pertes

Pour la suite, nous nous concentrerons sur des résonateurs volumiques cylindriques. Ce type de résonateurs a été choisi pour les facteurs de qualité élevés accessibles (plusieurs milliers).

La fréquence de la résonance dans une cavité cylindrique est définie par:

$$v_{m,n,p} = \frac{1}{2\pi} \frac{1}{\sqrt{\epsilon\mu}} \sqrt{k_{c_{m,n}}^2 + \left(\frac{p\pi}{1}\right)^2} \quad (\text{II. 23})$$

avec

$$k_{c_{mn}}^2 = \begin{cases} \left(\frac{x'_{mn}}{a}\right)^2 \\ \left(\frac{x_{mn}}{a}\right)^2 \end{cases}$$

et  $\varepsilon$  : permittivité dielectrique ;

$\mu$  : perméabilité magnétique ;

$p$  : nombre longitudinal caractérisant le nombre de demi-périodes selon  $z$  ;

avec  $x'_{mn}$  et  $x_{mn}$  qui sont les zéros de la fonction de Bessel  $j'(x)$  et  $j(x)$  respectivement et  $a$  le rayon de la cavité.

Pour les modes transverses electriques  $TE_{mnp}$  la fréquence de résonance est :

$$v_{TE_{m,n,p}} = \frac{1}{2\pi} \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}} \sqrt{\left(\frac{x'_{mn}}{a}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{1}\right)^2} \quad (\text{II. 24})$$

Pour les modes transverses magnétiques  $TM_{mnp}$  la fréquence de résonance et :

$$v_{TM_{m,n,p}} = \frac{1}{2\pi} \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}} \sqrt{\left(\frac{x_{mn}}{a}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{1}\right)^2} \quad (\text{II. 25})$$

avec :

$m$  – nombre azimutal caractérisant le nombre de périodes des champs purement transverses (E pour les modes TE et H pour les modes TM) ;  $m \geq 0$ .

$n$  – nombre radial caractérisant le nombre de demi-périodes ;  $n \geq 1$ .

$p$  – nombre longitudinal caractérisant le nombre de demi-périodes selon  $z$  ;

Pour les modes TE :  $p \geq 1$  et pour les modes TM :  $p \geq 0$ .

Le mode fondamental d'une cavité cylindrique est soit le mode  $TM_{010}$ , soit le mode  $TE_{011}$ . La Figure II-18.a, b, c, d montre le champ électrique et magnétique de ces modes (la caractérisation des échantillons est basé sur la perturbation de ces modes).

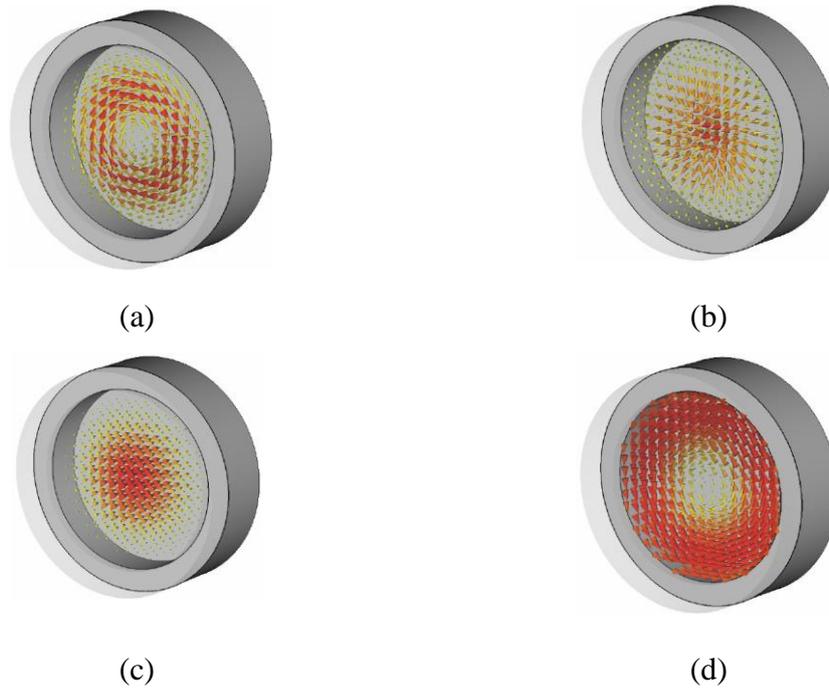


Figure II-18 : (a) Distribution du champ électrique du mode  $TE_{011}$  dans une cavité cylindrique, (b) Distribution du champ magnétique du mode  $TE_{011}$  dans une cavité cylindrique, (c) Distribution du champ électrique du mode  $TM_{010}$  dans une cavité cylindrique, (d) Distribution du champ magnétique du mode  $TM_{011}$  dans une cavité cylindrique

### **VI.3. Caractérisation des résonateurs**

Dans ce paragraphe nous allons présenter les paramètres permettant de mesurer les performances d'un résonateur à partir de sa réponse électrique.

#### **VI.3.1. Les pertes d'insertion**

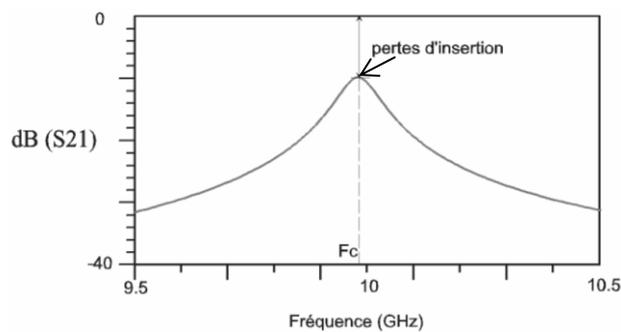


Figure II-19: Pertes d'insertion d'un résonateur

C'est le niveau de pertes mesuré à la résonance en transmission correspondant à l'atténuation du paramètre  $S_{21}$  à la fréquence de résonance (Figure II-19).

### VI.3.2. Coefficient de qualité en charge ( $Q_{ch}$ )

Le coefficient de qualité en charge, défini à la fréquence de résonance, est un indice sans dimension permettant de quantifier la sélectivité d'un résonateur. Plus ce coefficient est important, meilleure sera la sélectivité. Il est calculé à partir de la réponse électrique en transmission  $|S_{21}|$  comme suit :

$$Q_{ch} = \frac{F_0}{F_2 - F_1} \quad (\text{II. 26})$$

où les fréquences  $F_1$  et  $F_2$  correspondent à la bande passante prise à -3dB et  $F_0$  est la fréquence de résonance, c'est-à-dire la fréquence pour laquelle le niveau de pertes est minimal (Figure II-20).

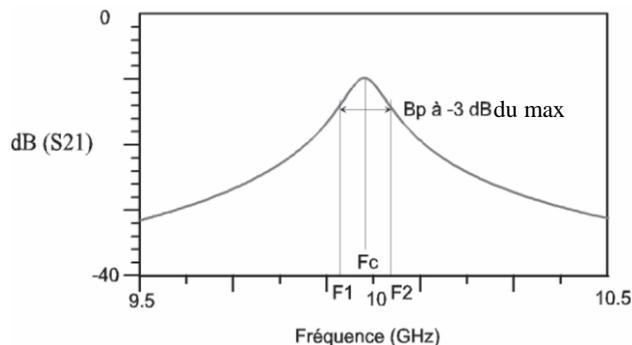


Figure II-20: Coefficient de qualité en charge d'un résonateur

Le calcul du coefficient de qualité en charge permet seulement de juger de la sélectivité d'un résonateur et de son dispositif d'alimentation. Cependant, il n'est pas suffisant pour juger les performances globales intrinsèques du résonateur car il prend en compte l'ensemble des pertes du dispositif et notamment celles liées aux couplages. Pour avoir un seul et unique indice qui permet de juger les performances électriques intrinsèques d'un résonateur, nous utilisons la notion de coefficient de qualité à vide.

### VI.3.3. Coefficient de qualité à vide ( $Q_0$ )

Le coefficient de qualité à vide est une grandeur sans dimension qui résume les performances électriques intrinsèques d'un résonateur. Typiquement, plus  $Q_0$  est élevé, plus

les pertes d'insertion seront faibles et/ou meilleur sera le niveau de réjection. Le facteur de qualité est défini de la manière suivante :

$$Q_0 = \omega_0 \frac{\text{énergie moyenne stockée}}{\text{énergie dissipée par période}} \quad (\text{II. 27})$$

Où  $Q_0$  est le coefficient de qualité à vide et  $\omega_0$  est la pulsation de résonance. L'exploitation de cette expression théorique est difficile, aussi, nous allons utiliser une méthode permettant d'obtenir le coefficient de qualité à vide à partir du niveau des pertes d'insertion et du coefficient de qualité en charge.

Pour cela, intéressons-nous à la manière dont un résonateur est alimenté,

$$\frac{1}{Q_{ch}} = \frac{2}{Q_{ext}} + \frac{1}{Q_0} \quad (\text{II. 28})$$

où  $Q_{ch}$  est le coefficient de qualité en charge.  $Q_{ext}$  est le coefficient de qualité externe, il modélise les pertes liées au système d'excitation du résonateur. Ici, on considère que les couplages entrée et sortie sont identiques.  $Q_0$  peut être obtenu par l'expression suivante :

$$Q_0 = \frac{Q_{ch}}{1 - |S_{21}(F_0)|} \quad (\text{II. 29})$$

Les mesures de facteur de qualité sont réalisées avec des faibles couplages ( $S_{21} < -30\text{dB}$ ) pour réduire fortement l'influence des systèmes d'excitation sur la résonance.

#### **VI.4. Les résonateurs diélectriques**

Les résonateurs diélectriques sont des pastilles céramiques polycristallines ou monocristallines nues ou métallisées, utilisées comme circuits résonants de base pour la réalisation de filtres et oscillateurs aux hyperfréquences.

Le terme résonateur diélectrique est apparu en 1939 lorsque Richtmyer a montré que des objets diélectriques non métallisés pouvaient fonctionner en tant qu'éléments résonants aux hyperfréquences [17]. Plus tard, en 1953, Schlike a rapporté l'existence de matériaux de permittivité  $\epsilon_r$  supérieure à 1000 [18]. Au début des années soixante, Okaya et Barash ont décrit la distribution et la propagation des modes d'ondes ( $TE_{xyz}$  et  $TM_{xyz}$ ) dans un corps diélectrique, et la composition des résonateurs [19], [20].

Dans les premières configurations, les guides d'ondes représentaient des tubes rectangulaires de section 35mm x 15mm, et les résonateurs étaient des cavités volumineuses et dont le volume dépendait de la fréquence à stabiliser. Ces dimensions étaient donc relativement grandes. Avec le développement du domaine des télécommunications et la miniaturisation des composants en microélectronique, les guides d'ondes classiques ont été remplacés par des bandes métalliques étroites (micro-ruban), et les résonateurs volumineux par des pastilles diélectriques de faibles dimensions.

Les résonateurs diélectriques (RD) sont logés dans des boîtiers métalliques, différentes voies de propagation de l'onde peuvent être envisagées, mais celles qui concentrent l'énergie dans le volume du résonateur sont privilégiées.

Les RD se présentent traditionnellement plusieurs formes géométriques (cylindre, cube). Un résonateur diélectrique se comporte comme un circuit oscillant RLC, selon le schéma équivalent préalablement représenté sur la Figure II-17 qui est ici tout aussi valide.

### **VI.5. Etude électromagnétique de la structure**

Après une brève présentation sur les cavités cylindriques résonantes et les résonateurs diélectriques dans les paragraphes précédents, nous décrivons dans ce paragraphe notre structure de mesure.

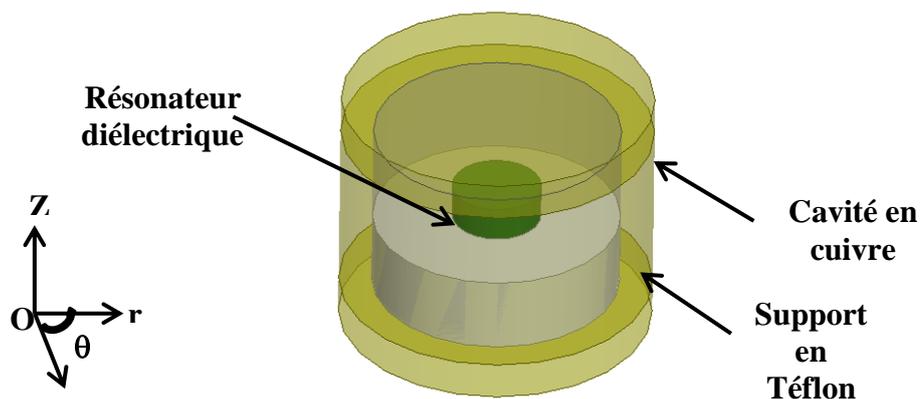


Figure II-21: Structure 3D en oscillation libre

Notre structure est basée sur la perturbation de résonance d'un résonateur diélectrique par un échantillon placé devant la sonde. Pour fixer notre caractérisation autour de 2,45GHz, nous nous appuyons sur un RD de forte permittivité afin d'obtenir un système relativement compact. Dans ce but un résonateur diélectrique fabriqué par TEMEX CERAMICS de

permittivité 78 et de tangente de pertes  $3,27 \cdot 10^{-4}$  a été utilisé. Une simulation en oscillation libre a été réalisée sur HFSS pour déterminer la fréquence de résonance du mode fondamental (HFSS un logiciel commercialisé par la société Ansoft et basé sur la méthode des éléments finis (MEF) appliquée dans le domaine fréquentiel pour résoudre les équations de Maxwell). Le résonateur diélectrique est déposé sur un support en téflon de hauteur 13mm et de rayon 20,9mm. Le résonateur et le support sont placés dans une cavité en laiton de hauteur 30mm et de rayon 20,9mm comme le montre la Figure II-21.

La simulation montre que le mode fondamental du résonateur  $TE_{01\delta}$  résonne à 2,406 GHz avec un facteur de qualité à vide  $Q_0=3000$ . Donc ce type de résonateur nous permet d'avoir une résonance dans la bande ISM comme souhaité et par suite nous permet de réaliser nos mesures dans cette bande. La Figure II-22.a, b montre le module du champ électrique et les lignes de champ électrique du mode  $TE_{01\delta}$  confiné dans le résonateur diélectrique.

Après le choix du résonateur diélectrique, la deuxième étape consiste à coupler ce dernier avec une sonde qui entraîne la perturbation du mode de résonance du résonateur diélectrique une fois un échantillon placé devant la sonde.

Un câble coaxial semi-rigide de diamètre externe de 2,2mm est dénudé sur ses deux extrémités. La première extrémité joue le rôle de la sonde avec une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$  réalisée par attaque chimique et la deuxième prend la forme d'une boucle de couplage magnétique de diamètre égale au diamètre du résonateur diélectrique posé juste au-dessus de ce dernier. Cette boucle sert à perturber la résonance du mode  $TE_{01\delta}$ .

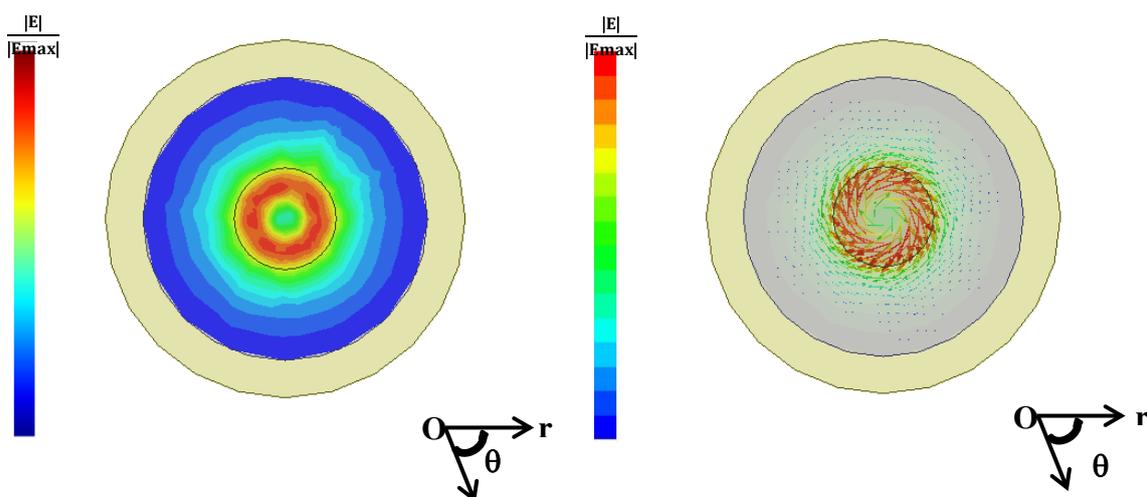


Figure II-22: (a) Isovaleurs du module du champ électrique –vue au-dessus, (b) Lignes du champ électrique – vue au-dessus

Le système d'excitation classique du mode  $TE_{01\delta}$  d'un résonateur diélectrique cylindrique est constitué de deux boucles magnétiques disposées horizontalement ( parallèle au plan  $r,\theta$  du résonateur ) pour exciter les composant  $H_z$  du mode  $TE_{01\delta}$ .

La structure complète qui contient le résonateur diélectrique, la boucle magnétique, la sonde et le système d'excitation comme le montre la Figure II-23.a, b, sont simulés sur HFSS en oscillations forcées afin de déterminer la fréquence de résonance du mode  $TE_{01\delta}$ .

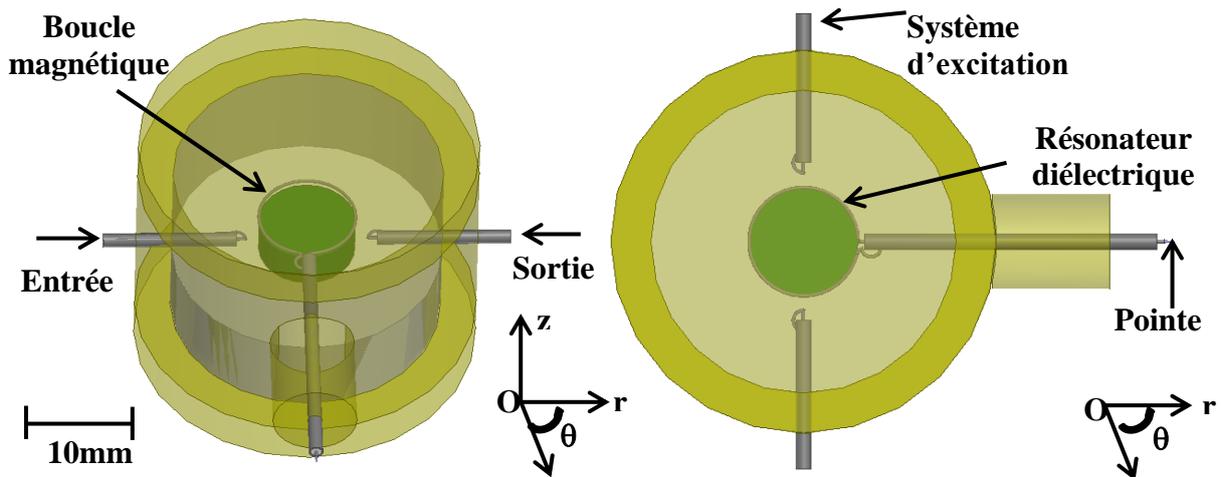


Figure II-23: (a) Structure complète 3D, (b) Vue de dessus

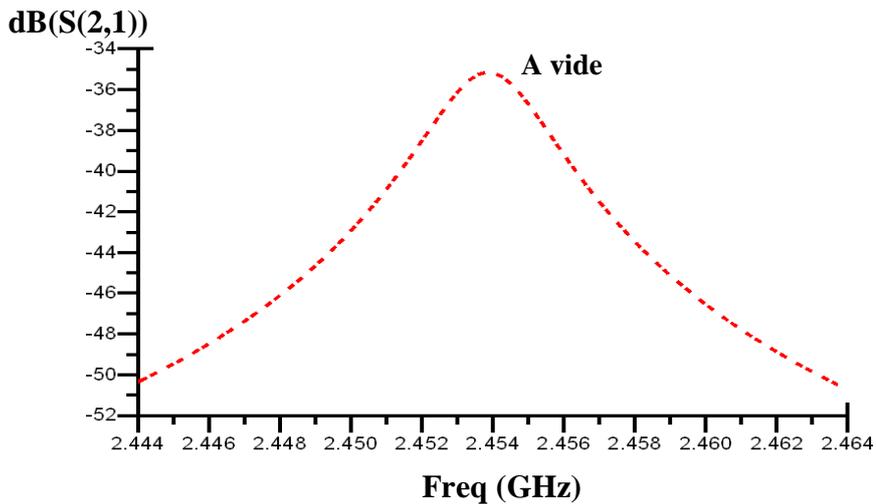


Figure II-24: Simulation du coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) de la structure complète

La Figure II-24 montre le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB de la structure complète: la fréquence de résonance du mode  $TE_{01\delta}$  est à 2,453GHz. Par comparaison avec la fréquence

de résonance de ce mode en oscillations libres du résonateur seul, on observe un décalage de 50MHz, dû fortement à la perturbation du mode par la présence de la boucle de couplage et la sonde. Etant dans la bande ISM, nous considérons cette configuration comme tout à fait satisfaisante.

Le niveau de  $S_{21}$  est de -35dB : ce faible couplage est choisi pour faciliter le calcul du facteur de qualité à vide  $Q_0$  qui est de l'ordre de 800 en limitant l'influence de  $|S_{21}|$  dans le calcul (pour des faibles couplages  $|S_{21}| < -30\text{dB}$  la valeur de  $|S_{21}(F_0)|$  tend vers zéro d'où  $Q_{ch}=Q_0$ ). Cette diminution de la valeur du facteur de qualité du résonateur diélectrique est due aussi aux pertes ramenées par la boucle, le câble coaxial et la pointe sur le résonateur diélectrique. Une étude est réalisée dans le chapitre 3 sur le positionnement de la boucle pour obtenir un facteur de qualité plus élevé.

## **VI.6. Réalisation de la structure**

Après l'étude électromagnétique sous HFSS, la cavité en laiton et le support en Teflon ont été fabriqués à l'atelier mécanique d'XLIM. Le résonateur diélectrique comme déjà présenté est un résonateur commercial fabriqué par TEMEX CERAMICS. Pour le système d'excitation nous avons réalisé des sondes magnétiques à partir de câbles semi-rigides de diamètre 2,2mm connectés à des connecteurs de type SMA (50 $\Omega$ ).



Figure II-25: Structure finale réalisée

Pour la partie sonde et boucle magnétique, nous avons aussi utilisé des câbles semi-rigides dénudés aux deux extrémités. Dans la première extrémité nous avons bouclé l'âme centrale du câble avec la masse pour obtenir une boucle magnétique et pour la deuxième extrémité nous avons dénudé 2mm du câble pour réaliser une pointe. Cette dernière est

réalisée en utilisant une solution de 60% d'acide nitrique et de 40% d'eau. Pour obtenir une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ , l'âme centrale du câble semi-rigide dénudé doit rester 3min dans la solution avec une agitation. La structure finale est présentée dans la Figure II-25.

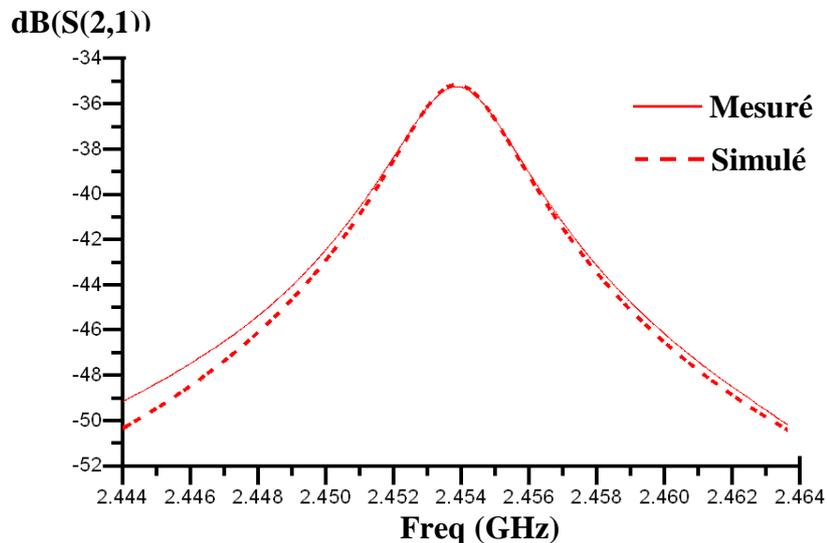


Figure II-26: Comparaison du coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) mesuré et simulé de la structure complète

Une première mesure de la structure fabriquée a été réalisée en utilisant un analyseur de réseau vectoriel HP8720C. La Figure II-26 montre le coefficient de transmission  $S_{21}$  mesuré en dB. La fréquence de résonance du mode  $\text{TE}_{01\delta}$  est 2,453GHz, le niveau de  $S_{21}$  est de -35 dB et le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est de l'ordre de 800. Ces résultats sont tout à fait en accord avec les simulations.

### **VI.7. Banc de mesure**

Dans ce paragraphe nous présentons le banc de mesure utilisé pour réaliser toutes nos mesures dans la partie caractérisation de ce mémoire de thèse.

Notre banc de mesure est présenté dans la Figure II-27. Il est constitué d'un analyseur de réseau vectoriel HP 8720C, d'un contrôleur de commande MM4005 connecté à un ordinateur pour le déplacement micrométrique de l'échantillon et de la sonde, au moyen de trois platines de déplacement: deux pour commander le déplacement de l'échantillon sur l'axe XY et le troisième pour contrôler le déplacement de la sonde sur l'axe Z. Le pas de déplacement est de  $1\mu\text{m}$ .

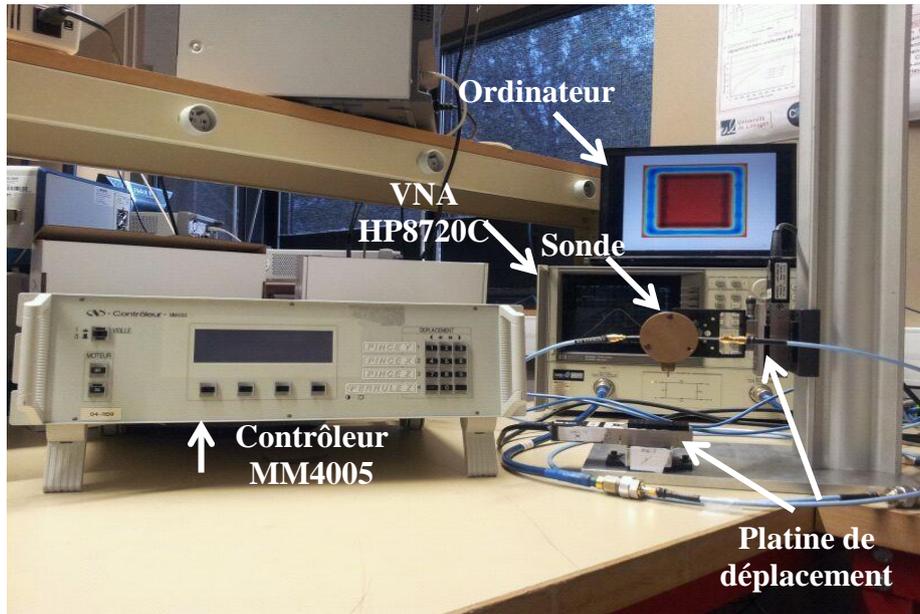


Figure II-27: Banc de mesure

Comme déjà présenté dans le paragraphe V.2, la présence d'un gap d'air entre la pointe et l'échantillon entraîne des erreurs supplémentaires sur les mesures, d'où l'intérêt de trouver une méthode capable de bien contrôler la distance entre la pointe et l'échantillon.

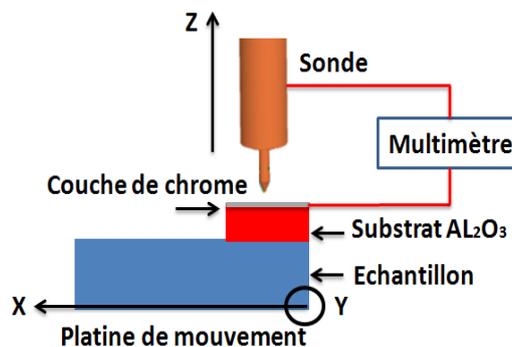


Figure II-28: Contrôle par courant

Dans notre système de mesure nous utilisons une technique de contrôle de la distance sonde échantillon basée sur le contrôle par courant. La première étape consiste à utiliser un substrat Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (surface = 4mm<sup>2</sup>, épaisseur = 0,4mm) avec une couche de chrome d'épaisseur de 100nm sur sa surface supérieure. Le substrat est déposé sur l'échantillon à mesurer,

ensuite, un multimètre est connecté entre la pointe de la sonde coaxiale et la couche de chrome comme le montre la Figure II-28.

La sonde se déplace dans la direction (descendante) de l'échantillon avec un pas de  $1\mu\text{m}$  jusqu'à ce qu'un court-circuit se produise, ce qui signifie qu'il y a eu un contact entre la sonde et la couche de chrome. A ce moment, l'écart entre la pointe et l'échantillon à caractériser est connu pour être de  $400\mu\text{m}$  (épaisseur de substrat d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Ensuite, nous enlevons la pointe, l'échantillon se déplace selon l'axe X et Y et la sonde redescend d'environ  $400\mu\text{m}$  pour être juste en contact avec l'échantillon. Le mouvement de la pointe, sur les derniers microns est contrôlé par une surveillance de la variation de fréquence de résonance.

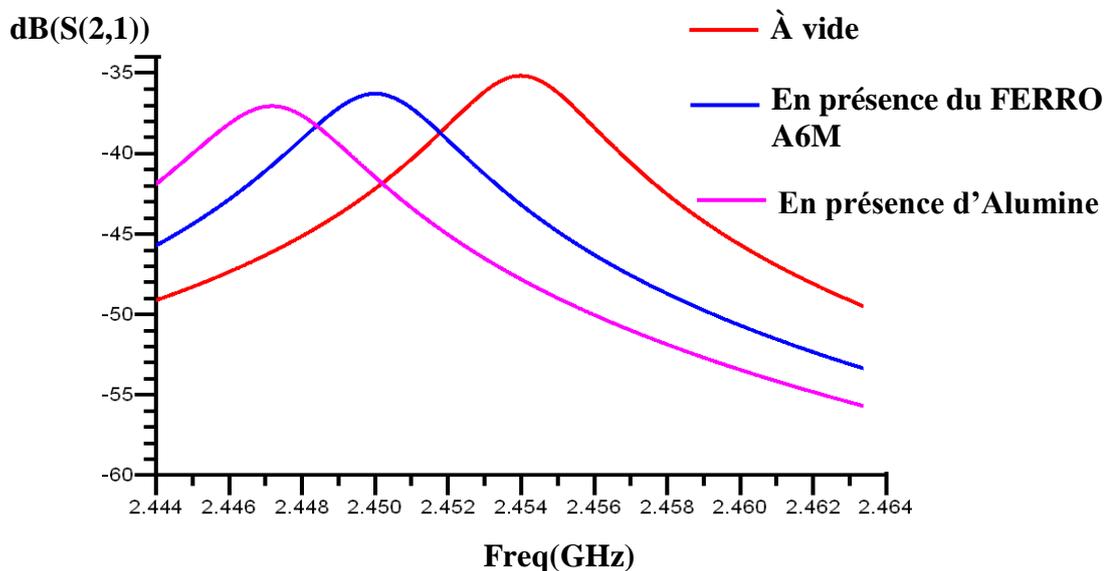


Figure II-29: Coefficient de transmission  $S_{21}$  mesuré du résonateur diélectrique sans échantillon et avec un échantillon de FERRO A6M et d'Alumine

Des mesures ont été réalisées pour observer l'effet de la présence d'un échantillon diélectrique en contact avec la sonde. Pour cette mesure nous avons utilisé deux échantillons de même ordre d'épaisseur ( $800\mu\text{m}$ ): une Alumine de permittivité 9,7 à 10GHz et un substrat de FERRO A6M de permittivité 5,6 à 10GHz. La courbe rouge dans la Figure II-29 montre la fréquence de résonance du résonateur en absence d'un échantillon en contact avec la pointe. Une fois l'échantillon de Ferro A6M placé en contact avec la pointe, la fréquence de résonance du résonateur se décale de 4MHz. Ce décalage est dû au changement de l'impédance d'entrée de la pointe ramenée au résonateur, ce qui entraîne une perturbation de la fréquence de résonance du dispositif. Par contre pour un échantillon d'Alumine le décalage

fréquentiel est de 7MHz. Donc plus la permittivité de l'échantillon augmente, plus le décalage fréquentiel du résonateur augmente comme attendu. Ces résultats valident le bon fonctionnement de notre stucture.

### **VI.8. Dimensions physiques nécessaires de l'échantillon à caractériser**

Comme déjà présenté dans le paragraphe V.4 de ce chapitre, pour une caractérisation quantitative des échantillons diélectriques C. GAO a imposé une condition sur l'épaisseur des échantillons à caractériser, en indiquant qu'ils doivent être considérés comme des milieux infinis. Cependant aucune valeur numerique ou de règle précise ne sont données pour l'épaisseur minimale à considérer. Nous avons démontré par notre modèle électrostatique que l'épaisseur de l'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini dépend du rayon de la pointe utilisée dans les mesures et de la permittivité de l'échantillon. Pour les dimensions latérales, une même démonstration a été effectuée par la surface minimum que l'échantillon doit présenter.

Dans cette partie, nous avons réalisé différentes mesures dans le but de valider les résultats obtenus par notre modèle électrostatique.

#### **VI.8.1. Mesure de l'épaisseur des échantillons nécessaire pour la caractérisation**

Pour ces mesures nous avons réalisé deux pointes de rayon  $60\mu\text{m}\pm 5\mu\text{m}$  et  $100\mu\text{m}\pm 5\mu\text{m}$  ayant une forme similaire à celle étudiée dans notre modèle électrostatique. Dans une première mesure nous avons utilisé des échantillons d'Alumine d'épaisseur 0,5mm et de permittivité 8,9 à 10GHz.

La procédure de mesure est présentée dans la Figure II-30. Elle consiste à déposer dans un premier temps un premier échantillon d'Alumine sur un plan de masse, puis nous déplaçons la sonde dans la direction (descendant) de l'échantillon jusqu'à ce que la pointe soit en contact avec l'échantillon. Nous mesurons le décalage fréquentiel du résonateur, ensuite, nous enlevons la pointe, nous déposons un deuxième échantillon, et le même processus est renouvelé.

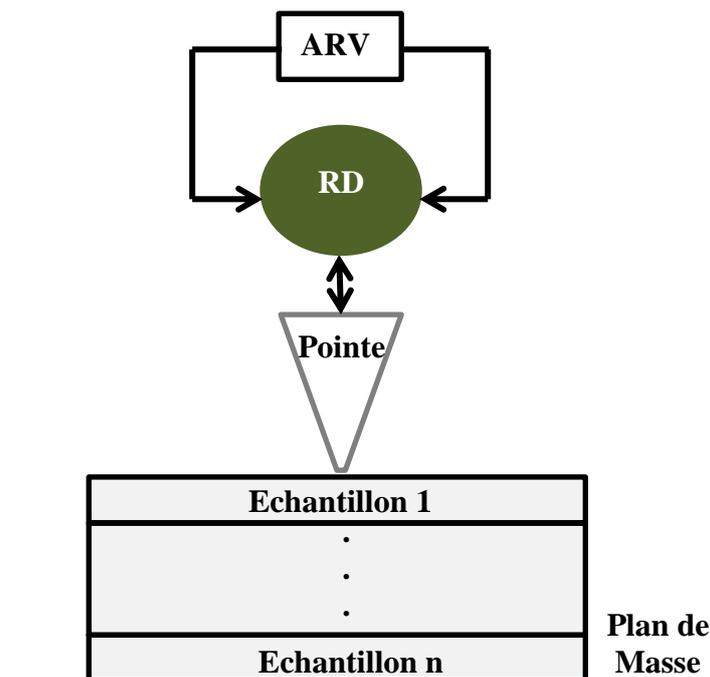


Figure II-30: Procédure de mesure

Nous recommandons cette procédure jusqu'au moment où le décalage fréquentiel se stabilise et que l'ajout de nouveaux échantillons n'entraîne plus une variation en fréquence. Cette saturation signifie que l'épaisseur de l'échantillon sous-test peut être considérée comme un milieu infini, c.à.d les nouveaux échantillons déposés ne sont plus vus par le champ électrique de la pointe et n'affectent plus la fréquence de résonance du résonateur. La même procédure est réalisée pour les deux pointes de rayons  $60\mu\text{m}$  et  $100\mu\text{m}$ .

La courbe en rouge dans la Figure II-31 montre la variation du décalage fréquentiel normalisé en fonction de l'épaisseur de l'échantillon, pour une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ . La courbe montre une diminution du décalage fréquentiel normalisé en fonction de l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon. Cette diminution se stabilise en déposant le 5<sup>ème</sup> échantillon d'Alumine, c.à.d après une épaisseur totale d'échantillons de 2,5mm. Après cette épaisseur, l'ajout de nouveaux échantillons n'a plus d'effet sur la fréquence de résonance du résonateur diélectrique. Cela signifie que le champ électrique de la sonde qui pénètre dans les échantillons ne dépasse pas l'épaisseur 2,5mm et tous les échantillons situés au-dessous de cette épaisseur ne sont pas vus par le champ électrique de la pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ . Dans cette configuration un échantillon d'Alumine de 2,5mm d'épaisseur peut être considérée comme un milieu infini pour cette pointe et un échantillon de permittivité 8,9.

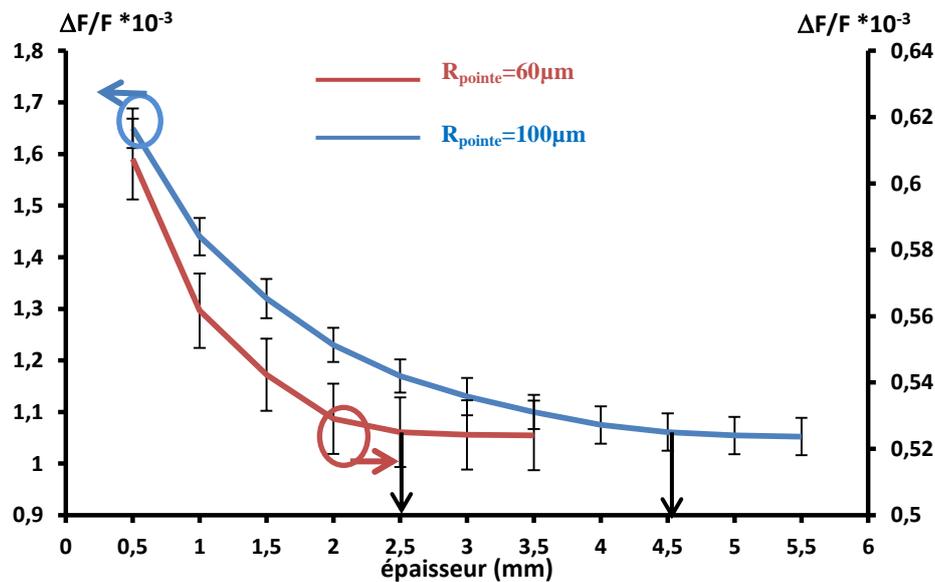


Figure II-31: Variation du décalage fréquentiel en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour deux points de rayons différents

La dispersion des mesures pour un même point représentée par une barre d'erreur provient de plusieurs facteurs: problème de contact pointe-échantillon, forme de la pointe qui peut varier durant les mesures (écrasement de partie sphérique) et incertitude de mesure de l'analyseur de réseau...

La courbe en bleu dans la Figure II-31 montre la variation du décalage fréquentiel normalisé en fonction de l'épaisseur de l'échantillon, pour une pointe de rayon 100µm. La courbe montre une diminution du décalage fréquentiel normalisé en fonction de l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon. Cette diminution se stabilise en déposant le 9<sup>ème</sup> échantillon d'Alumine c.a.d après une épaisseur totale des échantillons de 4,5mm.

Ces deux études expérimentales nous montrent donc que l'épaisseur nécessaire de l'échantillon pour qu'il soit considéré comme un milieu infini dépend bien du rayon de la pointe. Plus on augmente le rayon de la pointe, plus l'épaisseur de l'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini augmente. On note que les résultats d'épaisseurs des échantillons obtenus par les mesures pour les deux pointes sont tout à fait en accord avec les résultats de notre modèle électrostatique. Le Tableau I montre une comparaison entre les résultats théoriques et expérimentaux. Il est à préciser, en complément, que le test expérimental s'est borné ici à des valeurs d'épaisseurs multiples de 500µm.

Rayon de la pointe	Epaisseur de l'échantillon (mm)	
	Modèle électrostatique	Mesure expérimentale
60 $\mu$ m	2,7	2,5
100 $\mu$ m	4,6	4,5

Tableau I: Comparaison des résultats du modèle électrostatique et les mesures expérimentales

Une deuxième mesure a été réalisée en utilisant une pointe de rayon 100 $\mu$ m et des échantillons E4000 fabriqués par TEMEX CERAMIC de permittivité  $\epsilon_r=31$  à 10 GHz. La courbe en rouge dans la Figure II-32 montre la variation du décalage fréquentiel normalisé en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. La courbe montre une diminution du décalage fréquentiel normalisé en fonction de l'épaisseur de l'échantillon qui se stabilise pour une épaisseur d'échantillons de 4mm. Une comparaison est faite sur la Figure II-32 avec la configuration pointe 100 $\mu$ m/Alumine testée précédemment.

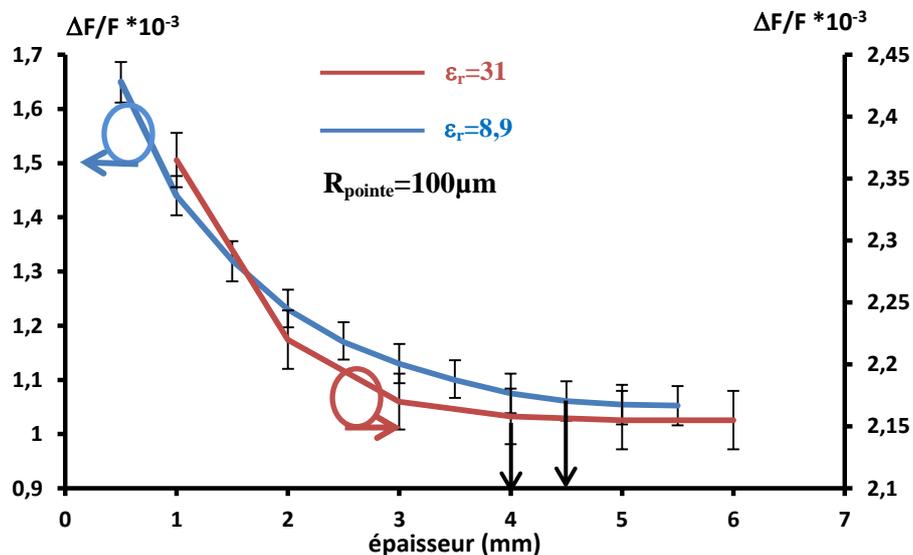


Figure II-32: Variation du décalage fréquentiel en fonction de l'épaisseur de l'échantillon pour deux échantillons de permittivités différentes

D'après ces deux résultats, nous pouvons déduire que la permittivité de l'échantillon influe aussi sur le volume du champ dans l'échantillon. Celui-ci se concentre dans une zone plus petite avec l'augmentation de la permittivité de l'échantillon. Ce qui induit une

diminution de l'épaisseur d'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini. Par contre, on peut constater que l'effet du diamètre de la pointe est beaucoup plus important que celui de la permittivité de l'échantillon sur la variation de volume de champ dans l'échantillon. On note que les résultats des épaisseurs des échantillons obtenus par les mesures pour les deux permittivités différentes sont tout également en accord avec les résultats obtenus par notre modèle électrostatique, confirmant la validité du modèle électrostatique.

Permittivité relative	Epaisseur de l'échantillon (mm)	
	Modèle électrostatique	Mesure expérimentale
31	4	4
8,9	4,6	4,5

Tableau II: Comparaison des résultats obtenus par le modèle électrostatique et les mesures expérimentales pour une pointe de rayon 100 $\mu$ m

Le Tableau II montre une comparaison entre les résultats théoriques et expérimentaux, confirmant la validité du modèle électrostatique.

#### VI.8.2. Mesure de surface latérale des échantillons nécessaire pour la caractérisation

Dans ce paragraphe nous avons réalisé des mesures de la surface nécessaire d'un échantillon pour qu'il soit caractérisé quantitativement par la microscopie en champ proche. Par contre, les études électrostatiques montrent que ces surfaces sont assez proches pour les deux rayons des pointes 60 $\mu$ m et 100 $\mu$ m (écart seulement de 3,5mm<sup>2</sup>), cette différence ne peut pas être déterminée facilement par des mesures expérimentales du fait des difficultés d'obtention d'échantillons dont la différence de surface est de l'ordre de 3mm<sup>2</sup>.

Pour cette étude nous avons réalisé une pointe de rayon 100 $\mu$ m et nous avons préparé des échantillons d'Alumine de permittivité 8,9 et de différentes dimensions. Le modèle électrostatique prédit qu'il faut au moins un échantillon de surface  $\geq 21,5\text{mm}^2$  dans une telle configuration. Par contre les dimensions de ces échantillons sont légèrement différentes de celles étudiées avec notre modèle, du fait de la difficulté de découper les échantillons avec une bordure nette (découpage par laser), mais cette étude nous permet d'avoir une idée sur

l'ordre de grandeur de la surface nécessaire d'un échantillon pour qu'il soit caractérisé quantitativement par la microscopie en champ proche.

Cinq échantillons d'Alumine de même épaisseur 0,5mm ont été préparés, avec des dimensions surfaciques différentes: 1500mm<sup>2</sup>, 625mm<sup>2</sup>, 64mm<sup>2</sup>, 25mm<sup>2</sup> et 9mm<sup>2</sup>. La procédure de mesure consiste à mesurer le décalage fréquentiel du résonateur une fois qu'un de ces échantillons est en contact avec la pointe. Le Tableau III montre les décalages fréquentiels obtenus pour chaque échantillon.

Pour des échantillons de dimension surfacique entre 25mm<sup>2</sup> et 1500mm<sup>2</sup>, le décalage fréquentiel est de l'ordre de 7MHz. Par contre pour l'échantillon de 9mm<sup>2</sup>, le décalage fréquentiel est de 5MHz. Comme les échantillons ont la même permittivité 8,9 et les mêmes épaisseurs 0,5mm, le changement du décalage fréquentiel entre les échantillons est dû, soit aux défauts de contact ou de positionnement de la pointe sur les échantillons, soit à la différence des dimensions surfaciques entre les échantillons. Cependant, les erreurs causées par le contact pointe-échantillon entraînent une incertitude entre 2% et 5% sur la valeur de la fréquence de résonance, donc les faibles variations en fréquence de résonance entre les échantillons de dimensions surfaciques entre 25mm<sup>2</sup> et 1500mm<sup>2</sup> sont dues aux erreurs de contact pointe-échantillon. Par contre la forte variation en décalage fréquentiel de l'échantillon de surface 9mm<sup>2</sup> par rapport aux autres échantillons (~30% de variation de la valeur de la fréquence de résonance) semble due principalement à la surface de l'échantillon.

Surface (mm <sup>2</sup> )	$\Delta F(\text{MHz}) \pm \text{incertitude positionnement}$
1500	7MHz $\pm$ 0,2MHz
625	6,8MHz $\pm$ 0,2MHz
64	7,1MHz $\pm$ 0,2MHz
25	6,9MHz $\pm$ 0,2MHz
9	5MHz $\pm$ 0,2MHz

Tableau III: Décalage fréquentiel mesuré pour différentes dimensions surfaciques

La distribution latérale du champ électrique est confinée à l'intérieur des échantillons diélectriques qui ont des surfaces entre 25mm<sup>2</sup> et 1500mm<sup>2</sup>, ce qui explique les décalages fréquentiels identiques obtenus. Pour l'échantillon de 9mm<sup>2</sup>, le champ électrique latéral non

nul sur les faces latérales de l'échantillon entraîne vraisemblablement une diminution du décalage fréquentiel due aux conditions limites diélectrique/air vues par le champ électrique.

Par comparaison avec les autres méthodes de caractérisation dans la bande ISM qui ont besoin d'échantillons de surfaces minimales de  $40000\text{mm}^2$ , cette technique nous permet de caractériser des échantillons de surface beaucoup plus petite. Nous pouvons déduire des mesures réalisées que l'échantillon à caractériser doit avoir au moins une surface de  $25\text{mm}^2$ . La comparaison avec les résultats théoriques obtenus par notre modèle électrostatique sont en bon accord, notre modèle prédisant une surface minimum de  $25\text{mm}^2$ .

## **VII. CONCLUSION**

Dans ce deuxième chapitre nous avons présenté dans un premier temps un modèle numérique basé sur le calcul électrostatique pour comprendre l'impact des différents paramètres physiques (taille, permittivité) de la sonde et de l'échantillon. Ce modèle est conçu à l'aide d'un logiciel développé dans notre laboratoire et basé sur la méthode des éléments finis. Le paramètre calculé par ce modèle est la valeur de la capacité  $C_{eq}$ , cette valeur dépend de différents paramètres parmi lesquels nous sommes intéressés par ceux reliés à l'interaction pointe-échantillon.

Des études paramétriques ont été réalisées à l'aide de ce modèle pour comprendre les effets des différents paramètres de la sonde et de l'échantillon sur la caractérisation quantitative et qualitative.

Dans une première étude nous avons démontré l'effet non linéaire de la variation de la valeur de la permittivité sur la valeur de capacité équivalente  $C_{eq}$  donné par le modèle électrostatique du système de mesure par sonde. Cet effet est dû à la forme géométrique de la pointe. Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus par C. GAO quant à l'effet de la permittivité des matériaux sur le décalage fréquentiel et nous avons observé le même comportement non linéaire prédit par les équations.

La deuxième étude a montré qu'un gap d'air entre la pointe et l'échantillon entraîne une diminution de la valeur de  $C_{eq}$ . Ce résultat montre l'importance du positionnement de la pointe et les incertitudes que peut ramener un mauvais positionnement. En particulier, le calcul de  $C_{eq}$ , quand la sonde est en contact ou à  $1\mu\text{m}$  de l'échantillon, montre une différence de 2,5% sur  $C_{eq}$ .

Une troisième étude a été réalisée pour comprendre l'effet de la variation du rayon de la pointe. L'étude nous montre que l'augmentation du rayon de la pointe entraîne une diminution de la résolution qualitative. Cette dernière par exemple est de  $250\mu\text{m}$  pour une pointe de rayon  $100\mu\text{m}$ , et de  $100\mu\text{m}$  pour une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ .

Une quatrième étude a été réalisée sur l'épaisseur de l'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini. Cette étude nous montre que cette épaisseur dépend du rayon de la pointe : plus on augmente le rayon de la pointe, plus nous avons besoin d'un échantillon épais pour qu'il soit considéré comme un milieu infini. La connaissance de cette épaisseur est très importante dans la caractérisation quantitative des échantillons à l'aide du modèle analytique de C. GAO. A noter que la permittivité de l'échantillon joue un rôle moins important sur ce paramètre d'épaisseur mais pourtant présent : les plus fortes permittivités nécessitent des épaisseurs moindres pour que l'échantillon soit considéré d'épaisseur infinie.

Une cinquième étude a été réalisée sur les dimensions latérales nécessaires de l'échantillon à caractériser. Les résultats montrent que les dimensions latérales de l'échantillon nécessaires pour considérer que ses bords ne viennent pas perturber la caractérisation augmentent faiblement avec le rayon de la pointe.

Les résultats théoriques obtenus par notre modèle nous aident à comprendre les effets d'interaction entre la pointe et l'échantillon. Ceci nous permet de contrôler les différents paramètres et éléments qui constituent notre banc de mesure pour bien comprendre et interpréter physiquement les résultats obtenus et surtout définir les conditions idéales de caractérisation.

Dans la dernière partie de ce chapitre nous avons présenté la conception et la réalisation de la structure utilisée dans les mesures. Celle-ci est basée sur la perturbation d'un résonateur diélectrique par une boucle magnétique une fois un échantillon déposé devant la sonde reliée à cette boucle. Des mesures expérimentales ont été réalisées afin de valider les résultats obtenus par notre modèle électrostatique. Les résultats concernant les épaisseurs nécessaires des échantillons pour qu'ils soient considérés comme milieux infinis, ainsi que les dimensions latérales nécessaires pour la caractérisation sont tout à fait en accord avec les résultats obtenus par notre modèle électrostatique.

## **VIII. BIBLIOGRAPHIE**

- [1].Steven M. Anlage, Vladimir V. Talanov, «Principles of Near Field Microwave Microscopy», chapitre I.7, 2006.
- [2].Jonathan Ferreira, « Cours d'électrostatique-electrocinétique », Université Joseph Fourier, 2001-2002.
- [3].M. Aubourg, P. Guillon, S. Verdeyme, V. Madrangeas, « Modelling microwave boxed structures by 2D and 3D finite element method », International Journal for Computation and Mathematics in Electrical and Electronic Engineering, No. 13, pp. 335-340, 1994.
- [4].C. Geuzaine and J.-F. Remacle, « Gmsh: a three-dimensional finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities», International Journal for Numerical Methods in Engineering, 79 (11), pp. 1309-1331, 2009.
- [5].V. V. Talanov, A. Scherz, R. L. Moreland and A. R. Schwartz, « A near field scanned microwave probe for spatially localised electrical metrology », Appl. Phys. Lett., vol. 88, pp. 134106, 2006.
- [6].Steven M. Anlage, Vladimir V. Talanov, Andrew R. Schwartz, « Principles of Near-Field Microwave Microscopy », in Scanning Probe Microscopy: Electrical and Electromechanical Phenomena at the Nanoscale, Volume 1, edited by S. V. Kalinin and A. Gruverman (Springer-Verlag, New York, 2007, ISBN: 978-0-387-28667-9), pp 215-253.
- [7].D. Baudry, « Conception, validation et exploitation d'un dispositif de mesure de champs électromagnétiques proches : Application CEM », thèse de l'université de Rouen, avril 2005.
- [8].C. Gao and X.-D. Xiang, « Quantitative microwave near field microscopy of dielectric properties », Rev. Sci. Instrum. vol. 69, pp. 3846, 1998.
- [9].Alexander N. Rezink, Vladimir V. Talanov, « Quantitative model for near-field scanning microwave microscopy: Application to metrology of thin film dielectrics », Review of scientific instruments 79, 113708, 2008.
- [10]. V.L. Launets, V.V. Oliynyk, « use of near-field microwave microscope for measurement of dielectric constant msmw », Symposium Proceedings, Ukraine, June 21-26, 2004.
- [11]. Wee, F.H. et al., « Free space measurement technique on dielectric properties of agricultural residues at microwave frequencies », Microwave and Optoelectronics Conference (IMOC), 2009 SBMO/IEEE MTT-S International.

- [12]. Michael D.Janezic, James Barker-Jarvis, « Full-Wave Analysis of a Split-Cylinder Resonator for Nondestructive Permittivity Measurements », IEEE MTT, vol. 47, No.10, pp. 2014 -2020, Octobre, 1999.
- [13]. 85072A 10-GHZ, « Split Cylinder Resonator », Agilent Technologies, Tech. Product Note, Feb. 2008.
- [14]. Nora haase, Arne F. Jacob, « Substrate-Integrated Half-Mode Resonant Near-Field Sensor for Liquid Characterization », 43rd European Microwave Conference, Nurmberg, October 2013.
- [15]. M. Tabib-Azar, P. S. Pathak, G. Ponchak and S. LeClair, « Nondestructive super-resolution imaging of defects and non-uniformities in metals, semiconductors, dielectrics, composites and plants using evanescent microwaves », Rev. Sci. Instrm. vol. 70, pp. 2783, 1999.
- [16]. Jooyoung Kim, Hyun Kim, Myungsik Kim, Barry Friedman, and Kiejun Lee, « near-field scanning microwave microscope using a dielectric resonator », Review of Quantitative Nondestructive Evaluation Vol. 22, pp. 1032 – 1034, 2003.
- [17]. R.D. Richtmyer, « Dielectric Resonators », J.Appl. Phys., Vol. 10, pp. 391–398, June 1939.
- [18]. H. Schlike, J. Appl. Phys., v.24, (1953), 187.
- [19]. A. Okaya, « The rutile microwave resonator », Proc. IRE ( correspondence), vol 48, p. 1921, November, 1960.
- [20]. A. Okaya and L.F. Barash, « The Dielectric Microwave Resonator », Proc. IRE, Vol. 50, pp. 2081–2092, October 1962.



**CHAPITRE III**

**CARACTERISATION DE MATERIAUX**

**PAR LA MICROSCOPIE EN CHAMP**

**PROCHE**



## **I. INTRODUCTION**

La connaissance précise des propriétés diélectriques des matériaux est extrêmement importante, d'une part parce qu'elles font partie de l'ensemble de connaissances des propriétés spécifiques de la matière, et d'autre part parce qu'elles doivent être maîtrisées dans la perspective d'application. Comme la valeur des paramètres électromagnétiques dépend fortement de la fréquence de mesure qui est déterminée par le domaine d'application, il est nécessaire de développer des méthodes de caractérisation capables de caractériser les matériaux à la fréquence désirée.

Les nombreuses et diverses applications qui sont apparues dans les dernières années dans la bande de fréquence autour de 2,45GHz (bande ISM) exigent le développement des méthodes de caractérisation capables de caractériser les différents matériaux à cette fréquence.

Dans le premier chapitre nous avons présenté de manière non exhaustive les avantages et les inconvénients des méthodes existantes pour la caractérisation des matériaux dans la bande ISM. Parmi ces méthodes nous avons sélectionné la technique de la microscopie microonde en champ proche pour ses différents avantages par rapport aux autres techniques. En revanche, cette technique souffre de nombreux problèmes : la précision et la faible sensibilité sur les petites variations de la constante diélectrique, le protocole expérimental adopté pour le calcul de la valeur de la permittivité complexe de l'échantillon qui n'est pas explicite, l'incertitude des mesures qui n'est pas quantifiée et l'absence d'un modèle numérique qui prend en compte les différents paramètres ayant des effets sur la caractérisation des échantillons.

Après le développement du modèle électrostatique présenté dans le deuxième chapitre qui nous a permis de comprendre l'effet physique des différents paramètres de la sonde et de l'échantillon, plusieurs études basées sur ces résultats ont été réalisées dans ce chapitre.

Dans la première partie de ce chapitre nous présentons des caractérisations de différents échantillons à 2,45GHz en se basant sur le modèle analytique de C. GAO. L'optimisation de la sensibilité de la sonde ainsi que les effets des épaisseurs du matériau étalon et de l'échantillon à caractériser ont fait également l'objet d'une étude approfondie. Des mesures expérimentales des échantillons de faible volume ont été réalisées afin de valider une alternative à l'utilisation d'échantillons épais pour respecter le critère du milieu infini étudié dans le chapitre 2.

Dans la deuxième partie de ce chapitre nous présentons des imageries microondes des échantillons diélectriques ayant une inhomogénéité diélectrique ou surfacique.

La caractérisation large bande par cette technique en champ proche constitue la troisième partie de ce chapitre.

Dans la dernière partie de ce chapitre nous présentons un nouveau modèle basé sur une combinaison entre deux modèles électrique et électrostatique pour la caractérisation d'échantillons diélectriques de différentes épaisseurs, et pour caractériser des échantillons bicouches.

## II. CARACTERISATION DES ÉCHANTILLONS DIÉLECTRIQUES À 2,45GHZ PAR LE MODÈLE DE C. GAO

Le développement d'une méthode de caractérisation non destructive des matériaux diélectriques de faible volume dans la bande ISM est l'un des principaux objectifs de cette thèse. La technique de caractérisation en champ proche a été sélectionnée pour ce but.

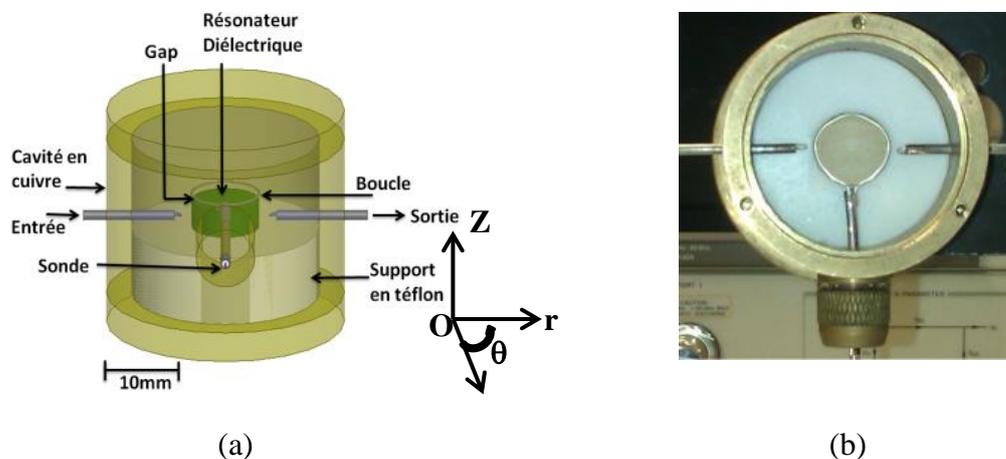


Figure III-1: (a) Structure schématique du dispositif, (b) Photographie de la cavité

La Figure III-1.a et b montre la structure présentée dans le chapitre 2 qui sera utilisée pour les mesures quantitatives des échantillons diélectriques à 2,45GHz. Comme présentée dans le chapitre 2, la structure est constituée d'une sonde qui se termine par une pointe de rayon 60µm couplée magnétiquement par une boucle à un résonateur diélectrique. Une fois l'échantillon en contact avec la pointe, la boucle perturbe le mode de résonance du résonateur

$TE_{10\delta}$ , ce qui entraîne un décalage fréquentiel et une dégradation du facteur de qualité de ce mode. A partir de ce décalage on peut calculer la permittivité complexe de l'échantillon. Bien que différents modèles électriques et analytiques existent pour caractériser quantitativement un échantillon diélectrique en champ proche, le modèle de charge d'image proposé par C. GAO reste le modèle analytique le plus utilisé. Ce modèle, pour la caractérisation des échantillons épais, relie le décalage fréquentiel et la dégradation du facteur de qualité du résonateur couplé à la sonde, induit par l'échantillon, une fois en contact avec la sonde, à la permittivité et la tangente de pertes de l'échantillon par les deux équations III.1 et III.2:

$$\frac{\Delta f_r}{f_r} = \frac{f_r - f'_r}{f_r} = A \left( \frac{\ln(1-b)}{b} + 1 \right), b = \frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 1} \quad (\text{III. 1})$$

$$\Delta \left( \frac{1}{Q_0} \right) = \frac{1}{Q_0} - \frac{1}{Q'_0} = -(B + \tan \delta) \frac{\Delta f_r}{f_r} \quad (\text{III. 2})$$

où  $f_r$  et  $f'_r$  sont respectivement les fréquences de résonance en présence et en absence d'échantillon,  $\epsilon_r$  est la permittivité réelle de l'échantillon,  $Q_0$  et  $Q'_0$  sont respectivement les facteurs de qualité à vide en présence et en absence d'échantillon,  $\tan \delta$  est la tangente de pertes de l'échantillon, A et B sont deux constantes de forme calculées à partir de la mesure d'un matériau étalon dont on connaît la permittivité complexe de manière précise.

Des études théoriques et expérimentales réalisées dans le chapitre 2 ont permis de montrer les différentes dimensions nécessaires pour une caractérisation quantitative des échantillons diélectriques par le modèle de C. GAO. Dans cette partie de ce chapitre nous présentons une méthode d'optimisation de la sensibilité de la sonde permettant d'augmenter sa sensibilité pour de faibles variations des propriétés physiques de l'échantillon. Nous étudions également l'effet de l'épaisseur d'échantillons pour la caractérisation. Ensuite nous présentons une alternative à l'utilisation d'échantillons épais pour la caractérisation, et finalement nous réalisons des caractérisations de différents échantillons qui n'ont pas une forme géométrique bien précise.

## **II.1. Optimisation de la sensibilité de la sonde**

L'amélioration de la réponse fréquentielle en présence d'un échantillon en contact avec la sonde entraîne une augmentation de la sensibilité de celle-ci. Cette amélioration peut être obtenue par l'augmentation du décalage fréquentiel du résonateur en présence d'un

échantillon et par l'augmentation du facteur de qualité à vide du résonateur. L'équation III.1 montre que le décalage fréquentiel  $\Delta fr$  augmente avec la permittivité relative de l'échantillon. Ce décalage peut aussi augmenter pour un même échantillon diélectrique (même permittivité relative) avec l'augmentation de la constante A. Cependant, la valeur de A est proportionnelle à la permittivité relative du matériau étalon et au décalage fréquentiel de la résonance du résonateur entraîné par ce matériau, une fois que ce dernier est en contact avec la sonde. Pour un même matériau étalon, il est donc souhaitable d'arriver à augmenter ce coefficient A, ce qui permettra enfin d'augmenter le décalage fréquentiel lors d'une mesure.

Une étude a été réalisée sur le gap entre le résonateur diélectrique et la boucle. Cette étude montre qu'en diminuant le gap entre la boucle magnétique et le résonateur diélectrique, le décalage fréquentiel en présence d'un même matériau étalon augmente. Cette augmentation est due à l'augmentation du couplage magnétique entre le résonateur et la boucle, ce qui entraîne une augmentation de la perturbation du mode de résonance  $TE_{108}$  du résonateur diélectrique. L'augmentation du décalage fréquentiel d'un même matériau étalon (même permittivité relative) entraîne une augmentation de la constante A, ce qui est recherché.

Dans une première étude, une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$  a été réalisée et, comme présenté dans le chapitre 2, l'épaisseur optimum d'un échantillon, pour qu'il soit considéré comme un milieu infini devant une pointe de  $60\mu\text{m}$ , de rayon est de  $2,5\text{mm}$ . Pour calculer la valeur de la constante A, nous avons utilisé un matériau étalon (E2000, TEMEX CERAMICS) d'épaisseur  $3\text{mm}$  et de permittivité relative 37 à  $10\text{GHz}$  (caractérisé par la méthode du résonateur diélectrique), l'échantillon est déposé sur un support en mousse de permittivité estimé à 1.

Gap (mm)	A*( $10^{-3}$ )
5	0,7
4	1,1
3	1,5
2	1,9
1	2,3

Tableau I: Variation de A en fonction du gap boucle/RD

Le Tableau I montre différentes valeurs de la constante A pour différents gaps entre le résonateur diélectrique et la boucle.

Pour chaque valeur de A, nous pouvons tracer la variation du décalage fréquentielle  $\Delta f_r$  en fonction de la permittivité relative  $\epsilon_r$  donnée par l'équation III.1 comme le montre les courbes de la Figure III-2. La courbe en rouge montre la variation du décalage fréquentiel en fonction de  $\epsilon_r$  pour  $A=7.10^{-4}$ . Pour deux points de permittivités proches (9,1 et 9,9), la différence fréquentielle est de 120kHz. Cette différence augmente à 200kHz comme le montre la courbe en bleu pour une valeur de  $A =1,1.10^{-3}$ , et pour une valeur de  $A=2,3.10^{-3}$ , la différence atteint 400kHz comme le montre la courbe en noir. Ainsi, l'augmentation de la valeur de A augmente la différence fréquentielle entre deux valeurs proches de permittivité et augmente donc la sensibilité de la sonde.

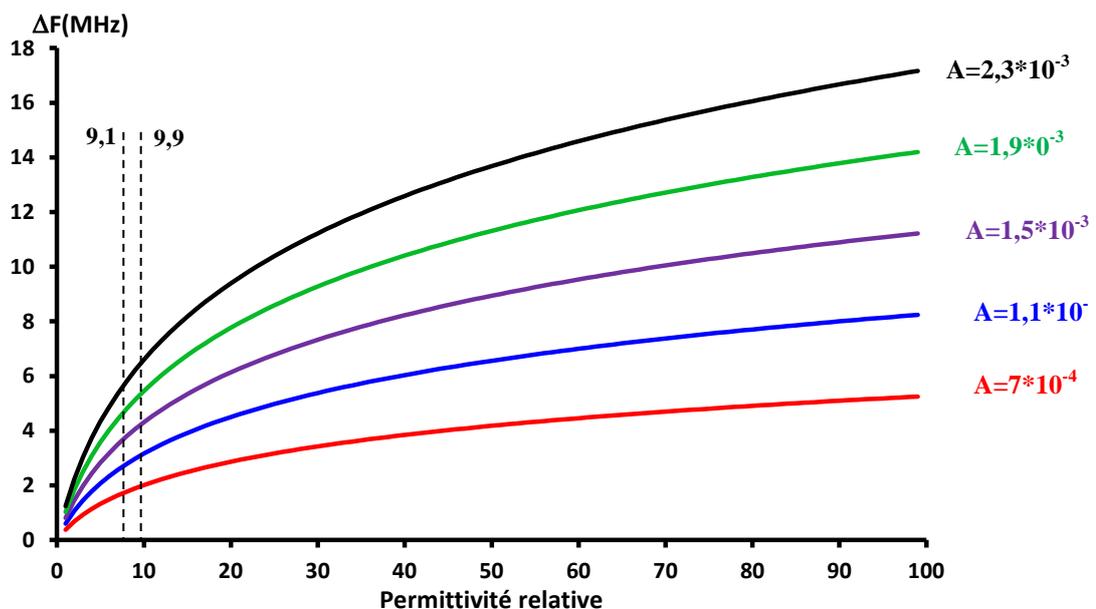


Figure III-2: Variation du décalage fréquentiel en fonction de la permittivité relative pour différentes valeurs de A

En résumé, la diminution du gap entre le résonateur diélectrique et la boucle magnétique entraîne une augmentation du couplage, ce qui augmente la perturbation du résonateur en présence d'un échantillon en contact avec la pointe, et par suite, la sensibilité de la sonde pour une faible variation de la permittivité relative de l'échantillon.

Pour valider cette étude plusieurs mesures de la permittivité relative d'un échantillon diélectrique (E4000, TEMEX CERAMICS) d'épaisseur 5mm (considéré comme un milieu infini) ont été réalisées avec différents gaps entre la boucle et le résonateur diélectrique.

### CHAPITRE III : CARACTERISATION DE MATERIAUX PAR LA MICROSCOPIE EN CHAMP PROCHE

---

La valeur de la permittivité relative de l'échantillon (E4000) mesurée par la technique du résonateur diélectrique est de 31 à 10GHz. Le Tableau II montre les valeurs de la permittivité relative mesurée par notre technique ainsi que les incertitudes de mesure pour différents gaps entre la boucle et le résonateur diélectrique.

Gap (mm)	$\epsilon_r$ (mesuré)	$\pm\Delta\epsilon_r/\epsilon_r$
5	27	15%
4	26	9%
3	32	7%
2	29,8	5%
1	30,2	2,5%

Tableau II: Valeur de la permittivité relative de l'échantillon (E4000) pour différents gaps entre la boucle et l'échantillon

Pour chaque valeur de la permittivité relative mesurée nous avons réalisé plusieurs mesures ( $> 10$ ) afin de déterminer l'incertitude de mesure. Les valeurs de  $\pm\Delta\epsilon_r/\epsilon_r$  sont déterminées en calculant l'écart relatif maximal des mesures répétitives ce rapport à la valeur mesurée figurant dans la colonne 2 du Tableau II.

Le Tableau II montre bien la diminution des erreurs de mesure avec la diminution du gap entre la boucle et le résonateur diélectrique, ce qui valide notre approche.

Avec l'augmentation du couplage (diminution du gap) entre le résonateur diélectrique et la boucle, le facteur de qualité à vide du résonateur diélectrique se dégrade fortement, et ceci est dû aux pertes ramenées par la boucle métallique sur le résonateur diélectrique. La dégradation du facteur de qualité du résonateur diminue la sensibilité de la mesure de la tangente de pertes d'un échantillon.

Ces études réalisées sur le couplage entre le résonateur diélectrique et la boucle magnétique montrent qu'un fort couplage (faible gap) augmente la sensibilité de la sonde pour une faible variation de la permittivité relative de l'échantillon ; en revanche, un faible couplage augmente la sensibilité de la sonde sur la mesure de la tangente de pertes de l'échantillon. Donc pour la suite ces deux types de couplage sont utilisés pour mesurer les permittivités relatives et les tangentes de pertes des échantillons.

## **II.2. Etude de l'effet de l'épaisseur du matériau étalon et des échantillons diélectriques sur la caractérisation**

Comme déjà présenté dans le paragraphe II, pour calculer la permittivité complexe d'un échantillon diélectrique à l'aide du modèle de C. GAO, il faut utiliser un matériau étalon dont on connaît la permittivité complexe de manière précise à la fréquence d'utilisation. La permittivité complexe du matériau étalon sert à calculer les constantes A et B dans les équations III.1 et III.2. Une fois les deux constantes A et B calculées, nous pouvons réaliser les mesures des permittivités complexes d'échantillons diélectriques inconnus. Les épaisseurs des échantillons à caractériser et du matériau étalon doivent être considérées comme des milieux infinis pour qu'ils puissent être caractérisés par le modèle de C. GAO. Dans le chapitre 2 nous avons déterminé les épaisseurs nécessaires des échantillons diélectriques pour qu'ils soient considérés comme des milieux infinis. Dans ce paragraphe nous avons étudié l'effet de l'épaisseur du matériau étalon et des échantillons diélectriques sur la valeur de la permittivité relative mesurée. Pour ceci, une sonde avec une pointe de 60 $\mu$ m de rayon a été réalisée. Comme présenté dans le chapitre 2, l'épaisseur optimum d'un échantillon pour qu'il soit considéré comme un milieu infini devant une pointe de 60 $\mu$ m de rayon est de 2,5mm.

### **Étude 1 :**

Dans une première étude, un matériau étalon (BMT) de permittivité relative 24,7 à 10GHz et d'épaisseur 3mm a été utilisé pour mesurer la permittivité relative d'un échantillon diélectrique (E2000,  $\epsilon_r=37$  à 10GHz) d'épaisseur 3mm. Les épaisseurs des deux matériaux (étalon, échantillon) sont supérieures à 2,5mm, donc les deux matériaux sont considérés comme des milieux infinis et le champ électrique de la pointe sera confiné dans les deux matériaux.

La valeur de la permittivité relative de l'échantillon mesurée par notre technique à 2,45GHz est  $\epsilon_r=36,1$  avec une incertitude de  $\pm 2,5\%$ . En effet, nous avons réalisé d'autres mesures pour cette permittivité et nous avons trouvé un écart relatif maximal de  $\pm 2,5\%$  par rapport à la valeur  $\epsilon_r=36,1$  mesurée. Nous rappelons que les incertitudes de mesure proviennent de plusieurs facteurs: problème de contact pointe-échantillon, forme de la pointe qui peut varier durant les mesures, incertitudes sur le facteur A, incertitude de mesure de l'analyseur de réseau, ...

La permittivité relative de cet échantillon rapportée par la méthode du résonateur diélectrique est  $\epsilon_r=37$  à 10GHz, ainsi, le résultat obtenu par notre technique de mesure est en bon accord avec celui obtenu par la méthode du résonateur diélectrique.

#### **Étude 2 :**

Une deuxième étude a été réalisée pour mesurer la permittivité relative du même échantillon diélectrique (E2000) d'épaisseur 3mm, mais cette fois-ci en utilisant un matériau étalon (E4000) de permittivité relative 31 à 10GHz et d'épaisseur 5mm. Les épaisseurs des deux matériaux (étalon, échantillon) sont supérieures à 2,5mm, donc les deux matériaux sont considérés comme des milieux infinis et le champ électrique de la pointe sera confiné dans les deux matériaux.

La valeur de la permittivité relative de l'échantillon déterminée par notre technique à 2,45GHz est  $\epsilon_r=36,1$  avec une incertitude de  $\pm 2,5\%$ . Ainsi, le résultat obtenu par notre technique de mesure montre que l'utilisation d'un étalon d'épaisseur plus grande n'a pas d'effet sur la valeur de la permittivité mesurée. Ceci s'explique par le fait que la profondeur de pénétration du champ électrique de la pointe, comme présenté dans le chapitre 2, ne dépasse pas l'épaisseur 2,5mm. Les propriétés physiques de l'échantillon situé au-dessous de cette épaisseur ne sont pas vues par le champ électrique et donc n'a plus d'effet sur la valeur de la permittivité mesurée (la valeur de la constante A calculée dans les deux premières études sont identiques). La différence de permittivité des deux étalons ne semble pas faire varier  $\epsilon_r$  ni  $\Delta\epsilon_r/\epsilon_r$  de l'échantillon caractérisé.

#### **Étude 3 :**

Une troisième étude a été réalisée pour mesurer la permittivité relative du même échantillon diélectrique (E2000) d'épaisseur 3mm, en utilisant un matériau étalon (E4000) de permittivité relative 30 à 10GHz et d'épaisseur 1mm. L'épaisseur de l'échantillon à caractériser est supérieure à 2,5mm, donc il peut être considéré comme un milieu infini. Par contre l'épaisseur du matériau étalon est inférieure à 2,5mm, donc une partie du champ rayonne de la surface inférieure du matériau étalon, ce qui produit une erreur sur la valeur de la constante A calculée et par suite, sur la valeur de la permittivité de l'échantillon.

La valeur de la permittivité relative de l'échantillon déterminée par notre technique à 2,45GHz est  $\epsilon_r=46,3$ . La valeur obtenue par notre technique est supérieure de 25% par rapport à celle rapportée par la technique du résonateur diélectrique.

Le champ électrique rayonné par la sonde fuit de la surface inférieure de l'étalon et se trouve dans un autre milieu (air) ayant une autre permittivité qui est égale à 1. Autrement dit, le milieu diélectrique vu par la sonde n'est pas un milieu diélectrique homogène, ce dernier est un milieu inhomogène constitué du matériau étalon et de l'air. La valeur de la permittivité effective de ce milieu est plus petite de celle de l'étalon, ce qui produit une erreur sur la valeur de la constante A calculée (valeur de A calculée plus petite que celle obtenue dans les deux études précédentes). Cette sous-estimation de A produit une erreur sur la valeur de la permittivité relative de l'échantillon calculée.

#### Étude 4 :

La même étude a été réalisée mais en utilisant cette fois-ci l'échantillon utilisé dans la troisième étude (E2000) d'épaisseur 3mm comme matériau étalon, et le matériau étalon utilisé dans la troisième étude (E4000) d'épaisseur 1mm comme un échantillon à caractériser. L'épaisseur du matériau étalon est supérieure à 2,5mm, donc il peut être considéré comme un milieu infini. La valeur calculée de la constante A à partir de ce matériau étalon est égale à celles calculées dans les deux premières études. Par contre l'épaisseur de l'échantillon à caractériser est inférieure à 2,5mm, donc une partie du champ fuit de la surface inférieure de l'échantillon, ce qui produit une erreur sur la valeur de la permittivité calculée.

La valeur de la permittivité relative de l'échantillon mesurée par notre technique à 2,45GHz est  $\epsilon_r=23$ . La valeur obtenue par notre technique est inférieure de 23% par rapport à celle rapportée par la technique du résonateur diélectrique.

Le champ électrique rayonné par la sonde fuit de la surface inférieure de l'échantillon et se trouve dans un autre milieu (air) ayant une autre permittivité qui est égale à 1. Cela ici produit aussi une valeur de permittivité effective plus petite de la permittivité diélectrique réelle de l'échantillon.

Les différentes études réalisées dans ce paragraphe montrent l'intérêt du choix de l'épaisseur du matériau étalon et celui de l'échantillon à caractériser. La fuite du champ électrique de la surface inférieure du matériau étalon (échantillon étalon trop peu épais) entraîne une incertitude plus élevée sur la valeur de la permittivité de l'échantillon à caractériser, même si ce dernier présente une épaisseur suffisante pour le considérer d'épaisseur infinie (étude 3). De même, si l'échantillon étalon est suffisamment épais, la fuite du champ de la surface inférieure de l'échantillon à caractériser dans le cas où celui est trop

peu épais entraîne aussi une augmentation de l'incertitude sur la valeur de sa permittivité (étude 4). En conclusion, la distribution non uniforme du champ électrique dans les matériaux étalons et les échantillons entraîne une augmentation des erreurs sur la valeur de la permittivité déterminée.

Le Tableau III résume des différents cas étudiés dans ce paragraphe et les résultats des mesures obtenues.

	<b>Épaisseur étalon</b>	<b>Échantillon</b>	<b>Erreur sur la permittivité</b>
<b>Cas 1</b>	3mm (Milieu infini > 2,5mm)	3mm (Milieu infini > 2,5mm)	Bon accord avec la permittivité référencée avec une incertitude de mesure de $\pm 2,5\%$
<b>Cas 2</b>	5mm (Milieu infini > 2,5mm)	3mm (Milieu infini > 2,5mm)	Bon accord avec la permittivité référencée avec une incertitude de mesure de $\pm 2,5\%$
<b>Cas 3</b>	1mm (Milieu fini < 2,5mm)	3mm (Milieu infini > 2,5mm)	Différence de 25% par rapport à la permittivité rapportée
<b>Cas 4</b>	3mm (Milieu infini > 2,5mm)	1mm (Milieu fini < 2,5mm)	Différence de 23% par rapport à la permittivité rapportée

Tableau III: Erreurs sur la valeur de la permittivité dans les différents cas étudiés

On note que, du fait du très faible niveau des tangentes de pertes des étalons et des matériaux à caractériser, la caractérisation de la tangente de pertes n'a pas été possible, dans des incertitudes raisonnables.

### **II.1. Alternative à l'utilisation des échantillons épais**

Comme démontré dans le paragraphe précédent, pour diminuer les incertitudes de mesure de la permittivité relative des échantillons, le matériau étalon et l'échantillon doivent être considérés comme des milieux infinis. Dans le cas de l'utilisation d'une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ , l'épaisseur d'un matériau nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini est de 2,5mm comme montré dans le chapitre 2.

La plupart des substrats utilisés aux hyperfréquences ont cependant une épaisseur de quelques centaines de micromètres. Sur la base des outils du chapitre 2, on montre alors qu'il faudrait pour caractériser de tels substrats des pointes de rayon  $< 15\mu\text{m}$ , pour que ce type d'échantillons puisse être considéré comme milieu infini, bien que l'utilisation de ce type de pointes soit peu intéressante dans le domaine de la caractérisation des matériaux solides par le risque de la dégradation de la pointe après quelques mesures, ce qui entraîne des incertitudes supplémentaires sur la permittivité complexe mesurée. De plus, de telles pointes très fines présentent une faible sensibilité quantitative (faible décalage fréquentiel en présence d'un échantillon en contact avec la pointe), ce qui augmente l'incertitude de mesure de la permittivité complexe des échantillons jusqu'à plus de 15% dans un tel cas.

D'après les études numériques et expérimentales réalisées sur la distribution de champ dans les échantillons et l'effet du rayon de la pointe sur cette distribution dans le chapitre 2, et d'après les résultats obtenus dans le paragraphe **II.2** dans ce chapitre, nous avons déterminé que nous pouvons utiliser des pointes de rayon  $\geq 60\mu\text{m}$  qui permettent un bon compromis entre une faible incertitude de mesure ( $\pm 2,5\%$ ) et pour protéger la pointe de la dégradation après quelques mesures. Par contre, toujours sur la base des équations de C. GAO, il semble difficile de caractériser des échantillons de faibles épaisseurs (quelques centaines de micron) avec une pointe large ( $\geq 60\mu\text{m}$ ). On pourra cependant contourner cette limite si et seulement si le matériau étalon et l'échantillon sont dans le même ordre d'épaisseur et dans la même plage de permittivité. Par une hypothèse simplificatrice nous pouvons considérer que les lignes des champs électriques sont uniformément distribuées dans ces deux matériaux, tant que leurs épaisseurs et leurs permittivités restent proches. Cette hypothèse simplificatrice nous permet de caractériser des échantillons de faible épaisseur avec une sensibilité élevée grâce à l'utilisation de larges pointes.

#### **II.2. Caractérisation des échantillons de faible volume à 2,45GHz par une pointe de 60 $\mu\text{m}$ de rayon**

Pour valider cette nouvelle approche proposée, nous avons réalisé des mesures de permittivité complexe de différents échantillons qui n'ont pas des formes géométriques précise (carré, cercle, demi-cercle, rectangle) mais qui ont des surfaces planes  $\geq 25\text{mm}^2$  et des épaisseurs de l'ordre de  $700\mu\text{m} \pm 100\mu\text{m}$ . Le matériau étalon utilisé est un substrat d'Alumine d'épaisseur  $700\mu\text{m}$ , de permittivité relative 9,4 et de tangente de pertes  $4.10^{-4}$  à 9GHz. La pointe utilisée dans ces mesures à un rayon de  $60\mu\text{m}$ .

Le Tableau IV montre les valeurs de la permittivité relative et de la tangente de pertes des différents échantillons mesurés par notre technique à 2,45GHz, et celles mesurées par d'autres techniques de mesures.

Échantillon	Épaisseur (µm)	$\epsilon_r$ (mesuré)	$\pm \frac{\Delta\epsilon_r}{\epsilon_r}$	$\epsilon_r$ (rapporté)	$\tan\delta$ (mesurée)	$\pm \frac{\Delta\tan\delta}{\tan\delta}$	$\tan\delta$ (rapportée)
<b>Silice fondu</b>	600	3,77	2,4%	3,7 @ 10GHz*	————	————	$1,4 \cdot 10^{-4}$ @ 10GHz*
<b>Ferro A6M</b>	800	5,5	2,2%	5,6 @ 10GHz*	$0,9 \cdot 10^{-3}$	5%	$1,05 \cdot 10^{-3}$ @ 10GHz*
<b>Silicium</b>	600	11,5	2,5%	11,7 @ 8GHz [1]	$4,5 \cdot 10^{-3}$	4,8%	$5 \cdot 10^{-3}$ @ 8GHz [1]
<b>Epoxy HT</b>	650	3,72	2,3%	3,6 @ 16GHz*	$4,9 \cdot 10^{-3}$	5%	$5,4 \cdot 10^{-3}$ @ 16GHz*

Tableau IV: Détermination et comparaison de permittivités complexes (\*caractérisation par la méthode de la cavité cylindrique fendue SCR)

Le manque de valeur de tangente de pertes de la silice fondue est dû à la limitation du facteur de qualité de notre résonateur, ce qui nous empêche de caractériser des échantillons de très faibles pertes. En effet, pour déterminer une tangente de pertes d'un échantillon de l'ordre de  $10^{-4}$ , le résonateur utilisé dans les mesures doit avoir un facteur de qualité à vide supérieur à 10000. Cependant, dans notre système de mesure le facteur de qualité à vide maximal qu'on peut atteindre du mode  $TE_{018}$  est  $Q_0=1500$ , ce qui rend impossible le calcul de la tangente de pertes de la silice fondue qui est égale à  $1,4 \cdot 10^{-4}$ . Les incertitudes de mesure sont déterminées par la réalisation de plusieurs mesures (> 10 mesures), ce qui nous permet d'estimer les incertitudes dues aux appareils de mesure (analyseur de réseau vectoriel, contact sonde-échantillon, ...) à  $\pm 2,5\%$  sur la permittivité relative de l'échantillon et à  $\pm 5\%$  sur la tangente de pertes. Une deuxième source d'erreur est due aux incertitudes sur la valeur de la permittivité complexe du matériau étalon qui entraîne une incertitude sur la valeur de la permittivité relative et la tangente de pertes de l'échantillon estimée à 0,5%.

En comparant les valeurs de la permittivité complexe obtenues par notre technique et les résultats obtenus par d'autres techniques de mesure comme le montre le Tableau IV, nous constatons bien que les valeurs sont très proches, ce qui permet de valider l'approche proposée.

Différentes études et mesures expérimentales ont été réalisées afin de déterminer les limites de validité de cette hypothèse. Ces études montrent que la différence entre l'épaisseur de l'échantillon à caractériser et l'épaisseur du matériau étalon ne doit pas dépasser 100µm en valeur absolue. Si cette condition n'est pas satisfaite, la différence entre les valeurs de la permittivité mesurée et celle rapportée par d'autres techniques de caractérisation augmente progressivement ( $> 5\%$ ) avec l'augmentation de l'écart entre ces deux épaisseurs. De même, la différence entre la permittivité de l'échantillon à caractériser et la permittivité du matériau étalon ne doit pas dépasser 8 en valeur absolue. Si cette condition n'est pas satisfaite, la différence entre les valeurs de la permittivité mesurée et celle rapportée par d'autres techniques de caractérisation augmente progressivement ( $> 5\%$ ) avec l'augmentation de l'écart entre ces deux permittivités.

### **III. IMAGERIE MICROONDE DES ÉCHANTILLONS AYANT UNE INHOMOGENÉITÉ DIÉLECTRIQUE À 2,45GHZ**

Le contrôle non destructif de la qualité et des performances des matériaux est l'un des domaines qui sont principalement basés sur l'imagerie par la microscopie microonde en champ proche.

Dans cette partie de ce chapitre nous présentons des études qui ont été réalisées pour évaluer la capacité de notre système utilisé dans la caractérisation quantitative des échantillons diélectriques (Paragraphe **II.2** et **II.3**) à la réalisation d'imageries 2D des propriétés diélectriques et surfaciques des différents échantillons. Nous déterminerons de même expérimentalement la résolution spatiale de notre sonde de rayon 60µm afin de confirmer la résolution de 135µm déterminée dans le chapitre 2.

#### **III.1. Cartographie fréquentielle et diélectrique 2D du silicium**

Pour tester la capacité de notre sonde à détecter l'inhomogénéité surfacique et diélectrique des échantillons, quatre fissures de longueur 1,7mm, de largeur 150µm et de

profondeur  $30\mu\text{m}$  ont été gravées sur un wafer de silicium par un faisceau de laser ( $\lambda=1064\text{nm}$ ) comme le montre la Figure III-3.

L'échantillon est déposé sur les platines de déplacement qui servent à le déplacer selon les axes XY par pas de  $50\mu\text{m}$ . Une troisième platine sert à déplacer la sonde selon l'axe de Z grâce à un logiciel de pilotage et d'acquisition (HPVEE).

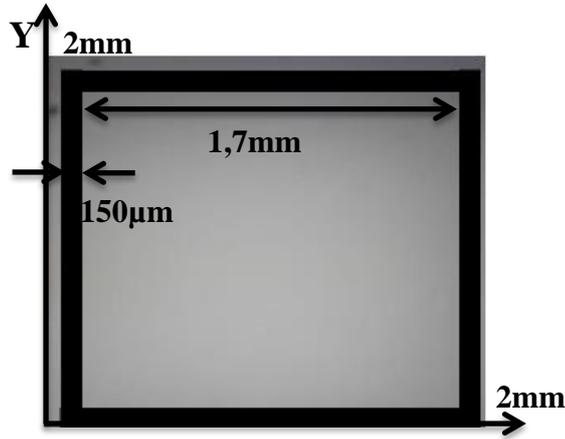


Figure III-3: Photographie des fissures gravées sur un substrat de silicium

Après chaque pas de déplacement de l'échantillon dans le plan XOY, la sonde se déplace dans le sens de l'échantillon (descendant) pour mesurer la fréquence de résonance et, après chaque mesure, la sonde retourne à sa position haute initiale.

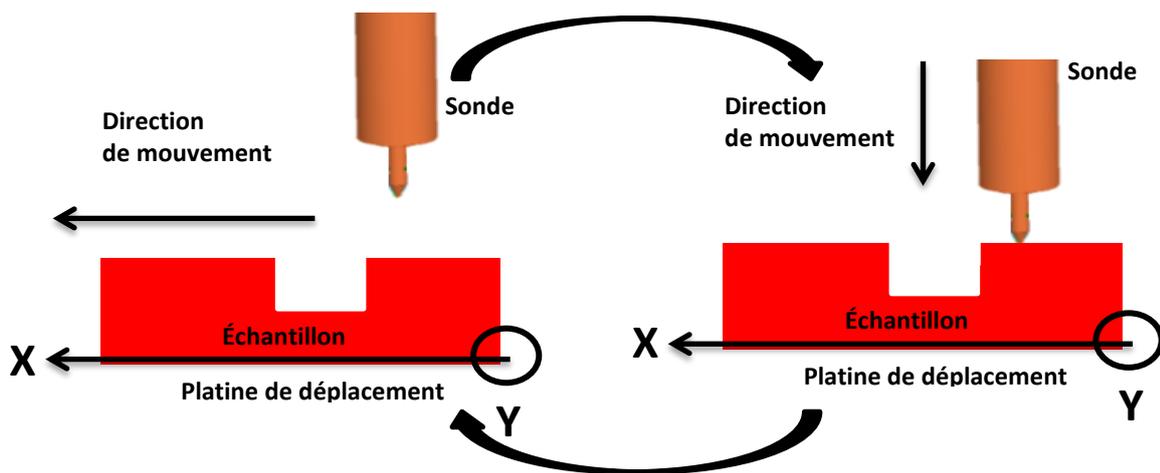


Figure III-4: (a) Déplacement de l'échantillon quand la sonde est dans l'air, (b) Mesure de la fréquence de résonance quand la sonde est en contact avec l'échantillon

Une fois que la sonde est en contact avec l'échantillon, la fréquence de résonance du résonateur est soustraite de la fréquence de résonance du résonateur à vide pour obtenir le décalage fréquentiel induit par l'échantillon sur chaque point de mesure. La Figure III-4.a, b montre un schéma qui décrit la procédure de mesure.

La Figure III-5.a. montre la cartographie des décalages fréquentiels de l'échantillon de silicium. Les quatre fissures gravées sur le silicium apparaissent clairement par la couleur bleu foncé, et les zones non gravées de l'échantillon apparaissent par la couleur rouge. La couleur bleu foncé montre un décalage fréquentiel faible, par contre, la couleur rouge montre un décalage fréquentiel fort.

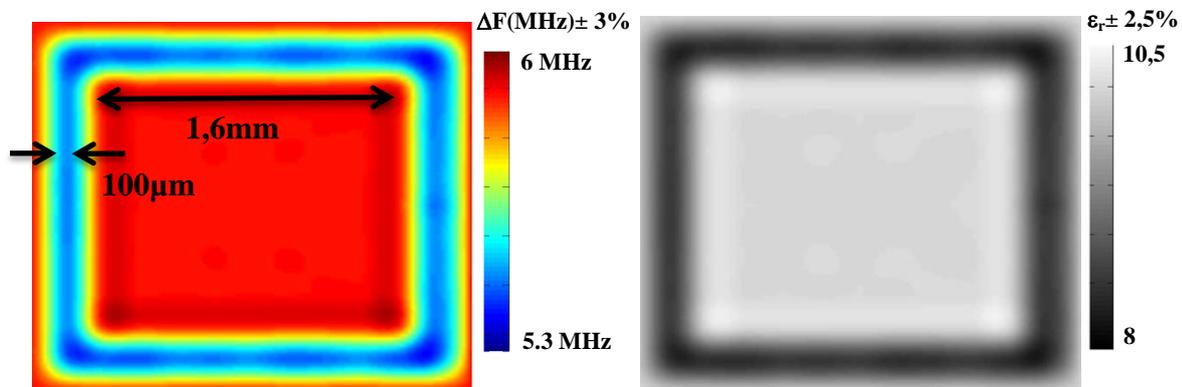


Figure III-5: (a) Cartographie fréquentielle, (b) Cartographie diélectrique des fissures gravées sur un substrat de silicium

Les fissures gravées sur le silicium entraînent un décalage fréquentiel plus faible par rapport à ceux entraînés par les zones non gravées. En effet, les fissures sont remplies par l'air ayant une permittivité inférieure à celle du silicium, cette différence entraîne donc un décalage fréquentiel plus faible. Ainsi, les décalages fréquentiels entraînés par ces fissures sont plus faibles que ceux entraînés par les zones non gravées.

Comme déjà défini dans le chapitre 2, la résolution spatiale est la taille du plus petit élément qui peut être observé sur un échantillon à contraste diélectrique élevé. La largeur des fissures gravées est de 150 μm, par contre, la largeur de ces fissures obtenue par la cartographie fréquentielle et diélectrique est de 100 μm. Nous pouvons donc estimer la résolution spatiale de notre pointe à 100 μm. Nous pouvons aussi noter que si les fentes sont de 50 μm de largeur, notre pointe n'est pas capable à les observer.

La Figure III-5.b. montre la cartographie diélectrique de l'échantillon de silicium. Cette cartographie est obtenue en introduisant les décalages fréquentiels dans l'équation III.1 qui nous permet de calculer la permittivité relative de chaque point mesuré dans l'échantillon. Un matériau d'Alumine de permittivité relative 9,4 et de même épaisseur que l'échantillon de silicium est utilisé comme un matériau étalon.

Les quatre fissures gravées apparaissent en couleur noire, et les zones non gravées de l'échantillon apparaissent en couleur blanche. La couleur noire dans la cartographie montre une valeur de permittivité plus faible par rapport à la couleur blanche. Comme déjà expliqué, cela est dû à la présence de l'air qui remplit les fissures. On note que les valeurs des permittivités mesurées et présentes dans la cartographie sont inférieures de 10% par rapport à celles rapportées pour un échantillon de silicium (valeur rapportée à 8GHz est 11,6 [1]). Cela est dû aux dimensions de surface de l'échantillon qui sont inférieures aux dimensions nécessaires pour une caractérisation quantitative ( $25\text{mm}^2$ ).

En conclusion, l'étude présentée dans ce paragraphe nous a montré la capacité de notre système de mesure à la réalisation des mesures de l'état de surface des échantillons avec une résolution spatiale de  $100\mu\text{m}$ . On note que la résolution spatiale obtenue par notre modèle électrostatique présenté dans le chapitre 2 est de  $135\mu\text{m}$ . Cette faible différence entre la résolution spatiale obtenue par notre modèle et celle estimée par la mesure peut être expliquée par une erreur dans la modélisation de la forme de la pointe utilisée dans les mesures qui peut ajouter une erreur sur la valeur de la résolution spatiale de 10%. De plus, la faible dégradation de la forme de la pointe pendant les mesures ( $\sim 5\mu\text{m}$ ) peut ajouter aussi une erreur sur la valeur de la résolution spatiale de 10%.

### **III.2. Cartographie fréquentielle et diélectrique 2D d'Alumine**

La même étude du paragraphe précédent a été réalisée mais cette fois-ci pour un échantillon d'Alumine d'épaisseur  $0,7\text{mm}$  et  $\epsilon_r=8,9$ . Pour créer une homogénéité diélectrique et surfacique dans cet échantillon, nous l'avons percé par un faisceau de laser ( $\lambda=1064\text{nm}$ ) pour créer un via d'air elliptique d'axe principale  $a=360\mu\text{m}$  et d'axe secondaire  $b=250\mu\text{m}$  comme le montre la Figure III-6.a. Pour mesurer le décalage fréquentiel et pour calculer la permittivité de l'échantillon nous utilisons la même procédure que celle réalisée dans le paragraphe précédent.

La Figure III-6.b. montre la cartographie des décalages fréquentiels de l'échantillon de d'Alumine percé. La couleur bleu foncé montre un décalage fréquentiel faible, et la couleur

rouge montre un décalage fréquentiel fort. Le via d'air peut être clairement identifié par sa forme elliptique, il entraîne un décalage fréquentiel plus faible par rapport à ceux entraînés par les zones d'Alumine, cela est dû à l'air qui remplit ce via et qui a une permittivité inférieure à celle l'Alumine.

La Figure III-6.c. montre la cartographie diélectrique de l'échantillon d'Alumine percé. La zone sombre montre une permittivité relative faible, par contre, la zone claire montre une permittivité relative forte.

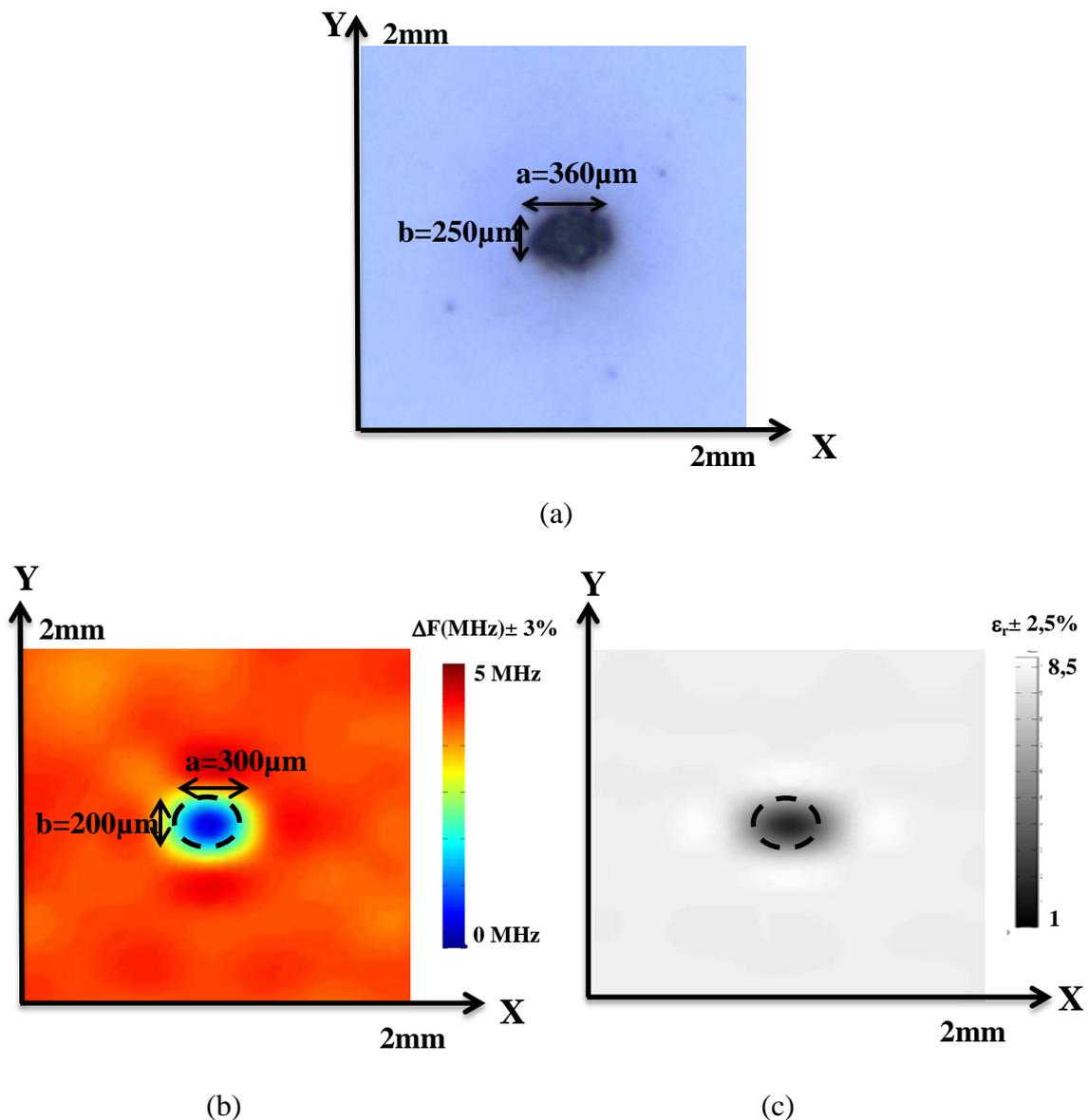


Figure III-6: (a) Photographie du via d'air percé dans un substrat d'Alumine, (b) Cartographie fréquentielle, (c) Cartographie diélectrique du via d'air percé dans un substrat d'Alumine

Les dimensions du via obtenues par la cartographie diélectrique sont de 300 $\mu\text{m}$  pour l'axe principal et de 200 $\mu\text{m}$  pour l'axe secondaire.

En conclusion, l'étude présentée dans ce paragraphe nous a montré la capacité de notre système de mesure à la réalisation des cartographies de l'inhomogénéité diélectrique des échantillons avec une résolution spatiale de l'ordre de 100 $\mu\text{m}$  lors d'utilisation d'une pointe de 60 $\mu\text{m}$  de rayon.

### **IV. CARACTÉRISATION MULTI-FREQUENCES**

La technique de la microscopie en champ proche est une technique à fréquence discrète et les différents auteurs ont travaillé avec un seul mode de résonance (le fondamental de manière générale) [2], [3], [4], [5], [6]. Ceci rend délicat le suivi de la permittivité complexe des échantillons en fonction de la fréquence, ces informations peuvent être utilisées dans la conception de structures accordables (filtres, capteurs ...). Pour pouvoir réaliser une caractérisation à d'autres fréquences, soit d'autres résonateurs sont conçus avec des dimensions adaptées aux fréquences recherchées, soit il est possible d'utiliser d'autres modes du même résonateur.

Dans cette partie de ce chapitre nous présentons cette deuxième approche qui nous permet de réaliser des caractérisations diélectriques par la microscopie en champ proche sur plusieurs points de fréquences en utilisant un seul et même résonateur.

#### **IV.1. Description de la structure**

La structure présentée dans les chapitres 2 et 3 pour la caractérisation des échantillons diélectriques à 2,45 GHz est utilisée pour la caractérisation sur plusieurs points de fréquence mais sans utiliser le résonateur diélectrique qui règle la fréquence de résonance à 2,45GHz comme le montre la Figure III-7.

La technique consiste à perturber les modes de résonance de la cavité TE ( $E_z=0$ ) et/ou TM ( $H_z=0$ ) une fois l'échantillon en contact avec la pointe. L'excitation de la cavité est réalisée par des boucles magnétiques disposées horizontalement (plan  $r,\theta$ ) pour exciter les composantes  $H_z$  des modes  $TE_{mnp}$ , et verticalement (plan  $z$ ) pour exciter les modes  $TM_{mnp}$ .



Figure III-7: Photographie de la cavité sans résonateur diélectrique

De même, la boucle de perturbation des modes est disposée horizontalement (plan  $r,\theta$ ) pour perturber les modes  $TE_{mnp}$ , et verticalement (plan  $z$ ) pour perturber les modes  $TM_{mnp}$ .

Après un balayage des modes  $TM_{mnp}$  et  $TE_{mnp}$  de la cavité (en utilisant les deux orientations des boucles magnétiques de couplage et de sonde), nous avons remarqué que le nombre de modes  $TM_{mnp}$  perturbés lorsqu'un échantillon est en contact avec la sonde est plus grand que le nombre de modes  $TE_{mnp}$ . Après un balayage entre 1 et 20GHz, six résonances des modes  $TM_{mnp}$  les plus perturbés en présence d'un échantillon ( $\Delta F > 5\text{MHz}$ ) ont été sélectionnées (il existe d'autres modes  $TM_{mnp}$  qui se décalent en présence d'un échantillon mais ces décalages sont faibles ( $\Delta F < 1\text{MHz}$ ), ce qui augmente les incertitudes de mesure à  $> 10\%$ ).

#### IV.1.1. Modèle électromagnétique équivalent

Les expressions analytiques des fréquences de résonance présentées dans le chapitre 2 ne sont pas directement exploitables, du fait de la présence du guide coaxial de la sonde qui plonge profondément dans la cavité et qui vient fortement perturber les résonances et décaler leur fréquence. Un modèle électromagnétique numérique devient alors nécessaire pour leur identification.

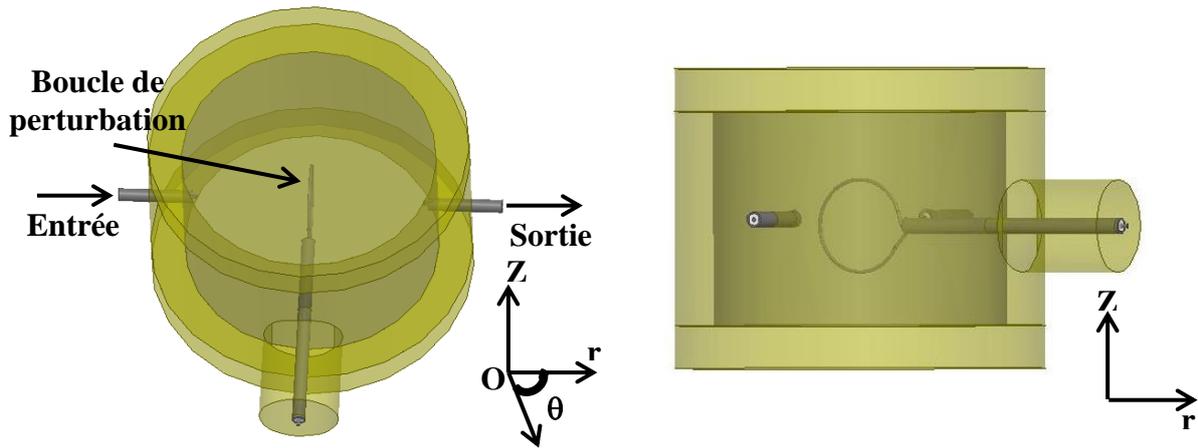


Figure III-8: (a) Structure schématique 3D du dispositif, (b) Structure schématique du dispositif, vue de face

Le modèle électromagnétique 3D conçu avec le logiciel Ansoft/HFSS est présenté dans la Figure III-8.a, b. Le tableau V montre les valeurs mesurées et simulées des fréquences de résonance qui se décalent suffisamment en présence d'échantillons en contact avec la sonde, les valeurs mesurées et simulées de leurs facteurs de qualité à vide, ainsi que les modes correspondants.

Fréquence Mesurée (GHz)	Q <sub>0</sub> mesuré	Fréquences HFSS (GHz)	Q <sub>0</sub> HFSS	Mode Correspondant
<b>4,922</b>	500	5,08	540	TM <sub>010</sub>
<b>7,501</b>	600	7,55	620	TM <sub>011</sub>
<b>9,127</b>	2200	9,057	2300	TM <sub>110</sub>
<b>10,24</b>	550	10,293	600	TM <sub>111</sub>
<b>14,474</b>	2500	14,552	2600	TM <sub>310</sub>
<b>16,022</b>	450	16,089	500	TM <sub>120</sub>

Tableau V: Fréquences mesurées et simulées sur HFSS et modes correspondants

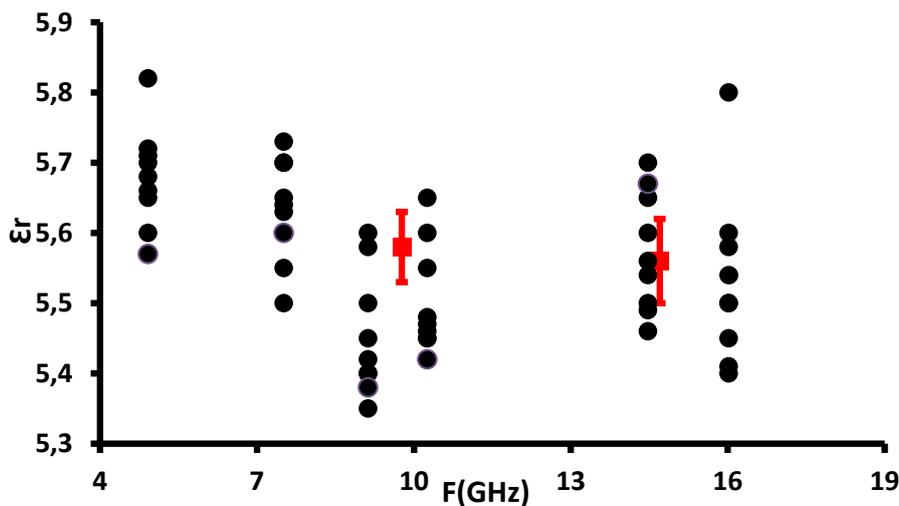
Les simulations sont effectuées sur HFSS en oscillations forcées en prenant une conductivité des parois métalliques de 14S/μm et  $\epsilon_r=2,1$  et  $\tan\delta=1,5.10^{-4}$  pour le Téflon. Les petites différences entre les valeurs mesurées de la fréquence de résonance et du facteur de qualité à vide, et celles simulées sur HFSS sont dues à la difficulté de modéliser exactement la forme de la boucle magnétique de couplage de la sonde.

### IV.1. Caractérisation large bande de Ferro A6M

Après la sélection des modes de résonance qui se décalent suffisamment en fréquence une fois l'échantillon en contact avec la pointe, une caractérisation sur plusieurs fréquences a été réalisée pour un échantillon Ferro A6M d'épaisseur 800 $\mu\text{m}$ . Un matériau d'Alumine d'épaisseur 700 $\mu\text{m}$  et de permittivité relative 9,4 et de tangente de pertes  $4.10^{-4}$  à 9GHz est utilisé comme un étalon.

Idéalement, afin d'obtenir une caractérisation large bande en utilisant le modèle analytique de C. GAO, la permittivité complexe du matériau étalon doit être connue à l'ensemble des fréquences de mesure. Il convient donc de commencer par caractériser notre étalon en Alumine sur plusieurs points de fréquence. Une caractérisation par la technique de cavité cylindrique fendue (SCR) de cet échantillon étalon en Alumine montre que sa permittivité relative et sa tangente de pertes varient quasi linéairement de 0,75% et de 2,75% respectivement entre 9GHz et 15GHz.

Comme les variations de la permittivité complexe de l'étalon sont très faibles, et comme 9GHz est la fréquence centrale de notre bande d'analyse [4GHz - 16GHz], nous avons proposé une hypothèse simplificatrice qui consiste à considérer la permittivité et la tangente de pertes du matériau étalon comme constantes sur cette bande et égales à celles obtenues à la fréquence centrale 9GHz. Cette hypothèse simplificatrice entraîne une incertitude supplémentaire de 0,6% et 0,45% sur les valeurs de la permittivité relative et la tangente de pertes de l'échantillon Ferro A6M respectivement. Par conséquent, les erreurs menées par notre hypothèse simplificatrice restent faibles.



(a)

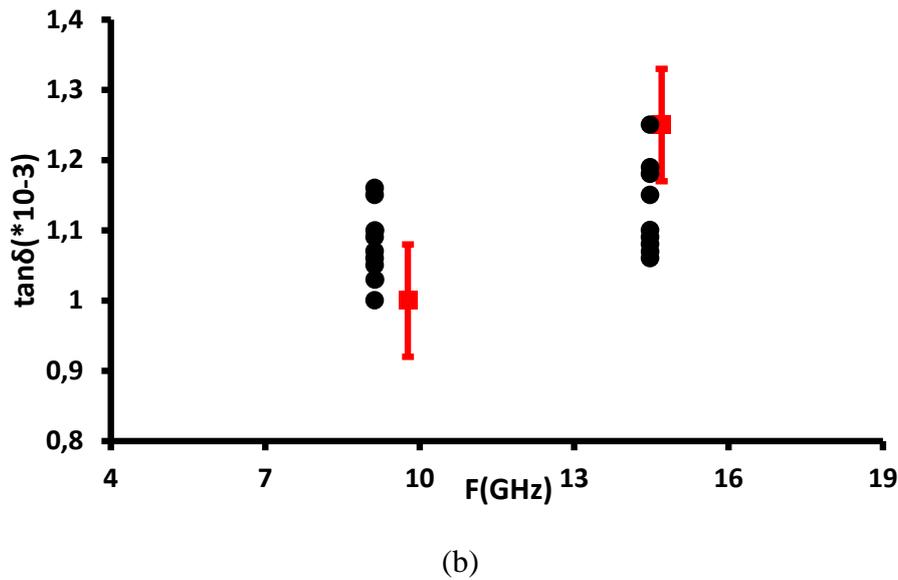


Figure III-9: (a) Mesures multi-fréquences de la permittivité du FERRO A6M, (b) Mesures multi-fréquences de  $\tan\delta$  du FERRO A6M

Les Figure III-9.a, b montrent la variation de la permittivité et de la tangente de pertes respectivement du matériau FERRO A6M en fonction de la fréquence. Chaque point noir dans les Figure III-9.a, b représente un point de mesure réalisé. L'incertitude de mesure sur la permittivité estimée pour tous les modes est de l'ordre de 5%. Seul le mode  $TM_{120}$  présente une incertitude de 8% (faible décalage fréquentiel).

Le manque de valeurs de tangentes de pertes dans la Figure III-9.b est dû au faible facteur de qualité de certains modes, ce qui en limite la sensibilité. En effet, pour déterminer une tangente de pertes d'un échantillon de l'ordre de  $10^{-3}$ , le résonateur utilisé dans les mesures doit avoir un facteur de qualité à vide  $> 1000$ . Dans notre système de mesure, seuls les modes  $TM_{110}$  et  $TM_{310}$  ont des facteurs de qualité à vide supérieurs à 1000, ce qui nous permet de calculer la tangente de pertes du FERRO A6M pour ces deux fréquences avec une incertitude de 12%. Les points en rouge dans les Figure III-9.a, b montrent la permittivité relative et la tangente de pertes du FERRO A6M obtenues par la méthode SCR en utilisant plusieurs cavités et échantillons de différentes dimensions [7]. Les résultats obtenus par notre dispositif sont très proches de ceux obtenus par la méthode SCR mais avec une incertitude supérieure. Cependant, la méthode proposée n'a besoin que d'un seul résonateur et d'un seul échantillon de faible volume.

## **V. CARACTÉRISATION DES ÉCHANTILLONS DIÉLECTRIQUES À 2,45GHZ PAR COMBINAISON D'UN MODÈLE À ÉLÉMENTS LOCALISÉS ET D'UN MODÈLE ÉLECTROSTATIQUE**

Dans les paragraphes **II.2** et **II.3** de ce chapitre nous avons présenté des caractérisations à 2,45GHz par la technique en champ proche en utilisant le modèle de charge d'image proposé par C. GAO (équation III.1 et III.2). Dans ces deux paragraphes nous avons constaté que pour réduire les incertitudes de mesure sur la permittivité relative des échantillons à caractériser, ce dernier et le matériau étalon doivent avoir soit une épaisseur large (suffisante pour qu'ils soient considérés comme des milieux infinis (paragraphe **II.2**)), soit des épaisseurs du même ordre de grandeur  $\pm 100\mu\text{m}$  et dans la même plage de permittivité  $\pm 10$  (paragraphe **II.3**). Ces conditions dues aux équations de C. GAO qui ne prend en compte ni le rayon de la pointe utilisé dans la mesure ni l'épaisseur des échantillons à caractériser, limitent la caractérisation des échantillons par la technique de microscopie en champ proche, d'où l'importance de développer un modèle pour la caractérisation des échantillons de différentes épaisseurs et qui prend en compte tous les paramètres qui affectent la caractérisation en champ proche (rayon de la sonde, épaisseur de l'échantillon, permittivité de l'échantillon, ...). Dans cette partie, nous présentons un modèle basé sur une combinaison entre un modèle à éléments localisés et un modèle électrostatique pour la caractérisation d'échantillons diélectriques de différentes épaisseurs à 2,45GHz.

### **V.1. Description du modèle à éléments localisés**

Dans le but de réaliser un modèle capable de calculer la permittivité complexe d'un échantillon diélectrique sans contrainte sur l'épaisseur à 2,45GHz, une modélisation électrique sur ADS (Advanced Design System, Agilent) de la sonde utilisée dans la caractérisation a été réalisée.

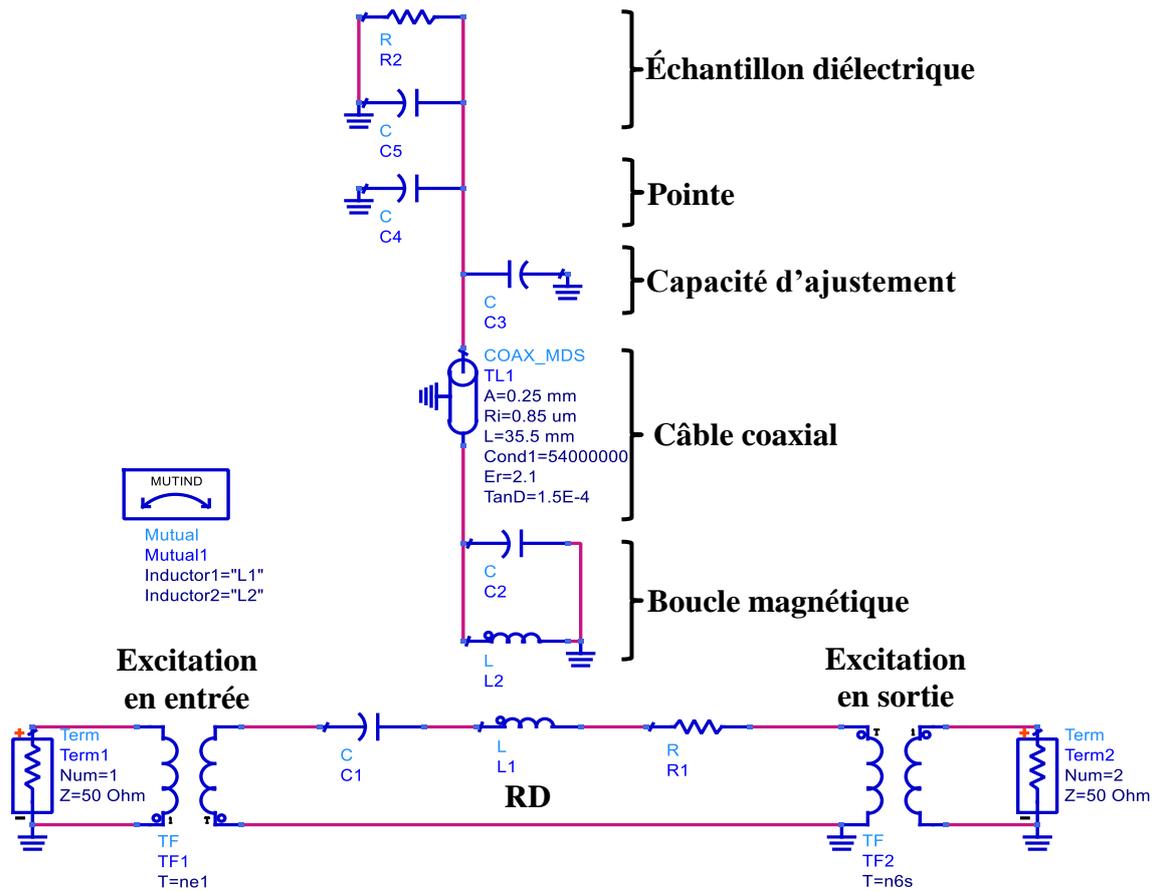


Figure III-10: Circuit des éléments localisés qui modélise la sonde

Le modèle proposé est présenté dans la Figure III-10. Il est composé de trois parties. La première partie est un circuit RLC qui modélise le résonateur diélectrique RD (cf chapitre 2), ce circuit est composé des éléments  $R_1$ ,  $L_1$  et  $C_1$ . Les couplages entrée-sortie du résonateur sont modélisés par les deux transformateurs (TF1 et TF2). La deuxième partie du modèle est constituée d'un circuit LC parallèle (éléments  $L_2$  et  $C_2$ ) et modélise la boucle magnétique du câble coaxial [8] qui, à son tour, est modélisé par une ligne coaxiale TL1.

La pointe avec une partie de longueur 1mm du câble coaxial est modélisée par une capacité  $C_4$  parallèle au câble coaxial,  $C_3$  est une capacité d'ajustement. La troisième partie du modèle est constitué d'un circuit RC parallèle qui est composé des éléments  $R_2$  et  $C_5$  et qui modélise l'échantillon diélectrique à caractériser en contact avec la pointe [9], [10].

## V.2. Choix des valeurs des différents éléments du modèle à éléments localisés

Les valeurs des différents éléments qui constituent notre modèle à éléments localisés ont été choisies suivant l'un des deux critères :

1. ajustement des valeurs de ces éléments pour que les résultats des simulations soient en accord avec les résultats des mesures,
2. utilisation des équations théoriques qui relient les valeurs de ces éléments par les paramètres qui les modélisent.

Comme déjà présenté dans le paragraphe V.1, notre modèle est composé de trois parties. La première partie est un circuit RLC qui modélise le résonateur diélectrique. Dans un premier temps, la valeur de la self-inductance  $L_1$  est fixée à 1nH, les valeurs de la capacité  $C_1$  et de la résistance  $R_1$  sont choisies pour que la courbe du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB simulé de cette partie soit conforme avec la courbe de mesure du résonateur diélectrique tout seul introduit dans la cavité, sans la sonde. Les valeurs de la capacité  $C_1$  et de la résistance  $R_1$  choisies sont 4,4pF et 0,005 $\Omega$  respectivement. La Figure III-11 montre le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB simulé et mesuré.

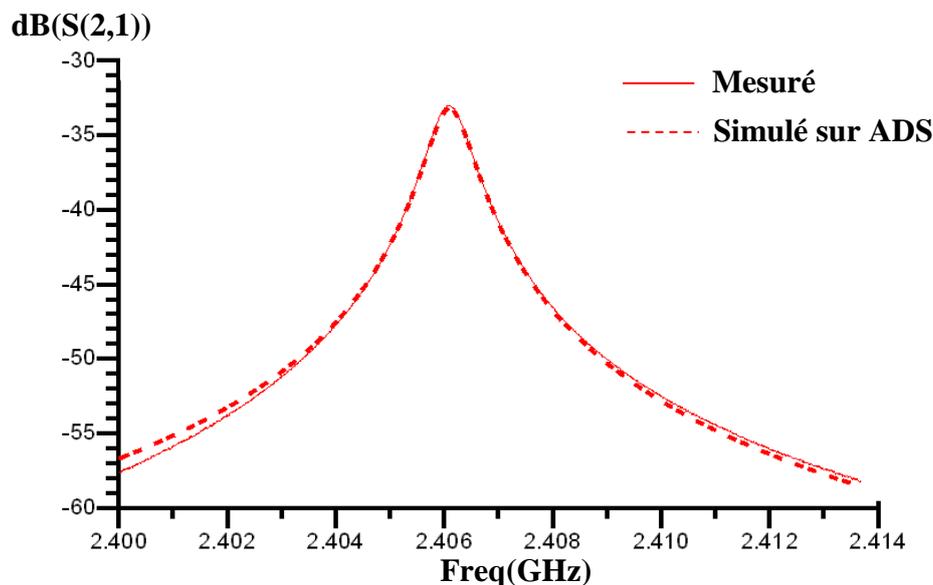


Figure III-11: Comparaison du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB simulé par le circuit  $R_1L_1C_1$  et mesuré du résonateur (pas de sonde couplée)

Une fois que les valeurs de  $C_1$  et  $R_1$  sont choisies, une étude a été réalisée sur la phase simulée du coefficient de transmission  $S_{21}$  du circuit RLC et celle mesurée. Cette étude montre que la phase simulée est conforme avec la phase mesurée du résonateur diélectrique tout seul.

La deuxième partie de notre modèle est constituée d'un circuit  $L_2$ ,  $C_2$  parallèle qui modélise la boucle magnétique couplé au résonateur diélectrique, comme déjà présenté dans le paragraphe V.1. Les valeurs de ces deux éléments sont calculées à partir des deux équations analytiques III.3 et III.4 donnés par M. Kanda [8]:

$$L = \mu_0 r_w \ln \left( \frac{8r_l}{r_w} - 2 \right) \quad (\text{III. 3})$$

$$C = \frac{2\varepsilon_0 r_l}{\ln \left( \frac{8r_l}{r_w} - 2 \right)} \quad (\text{III. 4})$$

avec  $r_l$ : rayon de la boucle

$r_w$ : rayon de l'âme centrale

$\mu_0$ : perméabilité magnétique du vide =  $4\pi \cdot 10^{-7}$

$\varepsilon_0$ : permittivité du vide =  $8,85418782 \cdot 10^{-12}$

Comme le rayon de l'âme centrale est de 0,25mm et le rayon de la boucle est de 7mm, les valeurs de la self-inductance  $L_2$  et de la capacité  $C_2$  calculés sont 1,7nH et 23fF respectivement.

La deuxième partie de notre modèle est constituée aussi d'une ligne coaxiale qui modélise le câble coaxial de la sonde utilisé dans la caractérisation. Cette ligne contient plusieurs paramètres qu'il faut définir : rayon de l'âme centrale  $R_i$  (0,25mm), rayon du conducteur extérieur  $R_e$  (1,1mm), permittivité relative de l'isolant entre le conducteur extérieur et intérieur (Teflon,  $\varepsilon_r=2,1$ ), tangente de pertes de l'isolant ( $\tan\delta=1,5 \cdot 10^{-4}$ ), conductivité du métal (54S/ $\mu\text{m}$ ) et finalement la longueur de la ligne, qui est égale à la longueur du câble coaxial 36,5mm. Par contre nous avons défini pour la ligne une longueur de 35,5mm pour une raison que nous allons expliciter par la suite.

La capacité  $C_4$  dans la deuxième partie modélise la pointe avec une partie du câble coaxial de longueur 1mm. En effet, la partie rayonnante de la sonde utilisée dans la caractérisation est constituée d'un conducteur central de longueur 2mm qui sort du câble coaxial et se termine par une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ . Cette partie de la sonde est déjà modélisée par un modèle électrostatique présenté dans le chapitre 2 (pointe de rayon variable, conducteur central de longueur 2mm, câble coaxial de longueur 1mm). A l'aide de ce modèle nous pouvons extraire la valeur de la capacité équivalente de ce dispositif une fois que le rayon de la pointe dans le modèle est fixé à  $60\mu\text{m}$ , et la valeur de la permittivité relative de milieux diélectrique au-dessous de la pointe est fixée à  $\epsilon_r=1$  pour imiter la présence du conducteur central et de la pointe dans l'air. Donc la valeur de  $C_4$  est égale à la valeur de la capacité calculée par notre modèle électrostatique du dispositif constitué d'une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ , d'un conducteur central de longueur 2mm et d'un câble coaxial de longueur 1mm. Ceci explique la longueur du câble coaxial qui a été modélisée par une ligne coaxiale mais avec une longueur inférieure de 1mm de la longueur réelle. La valeur de la capacité obtenue par notre modèle électrostatique est 150fF donc  $C_4=150\text{fF}$ .

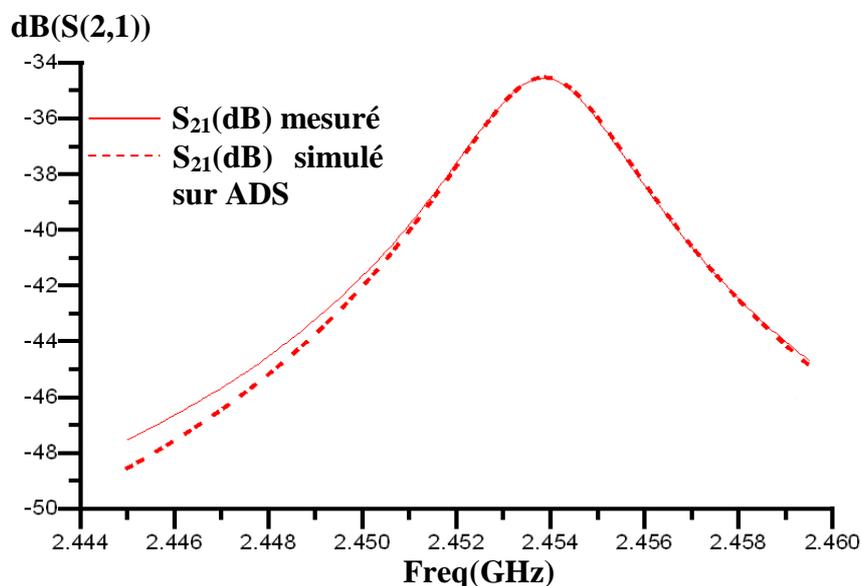


Figure III-12: Comparaison du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB simulé et mesuré de la sonde couplée au résonateur diélectrique

La capacité  $C_3$  dans la deuxième partie est une capacité d'ajustement. Celle-ci a été introduite dans le circuit à cause des différentes incertitudes sur le rayon de la boucle magnétique (la boucle ne prend pas une forme circulaire parfaite), la forme de la pointe et la longueur du câble coaxial. La valeur de cette capacité est déterminée par une mesure d'un matériau dont on connaît bien la permittivité à 2,45 GHz. La valeur estimée de cette capacité par cette manipulation expérimentale est  $C_3=63\text{fF}$

La Figure III-12 montre une comparaison entre le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB mesuré de la sonde couplée au résonateur diélectrique en absence d'un échantillon en contact avec la pointe et celle obtenue par notre modèle à éléments localisés qui contient seulement les deux premières parties (sans la troisième partie à cause de l'absence d'un échantillon en contact avec la pointe). On voit bien l'accord entre notre modèle et la mesure en termes de fréquence de résonance, de niveau de  $S_{21}$  et de facteur de qualité.

La troisième et dernière partie de notre modèle est constituée d'un circuit RC parallèle composé des éléments  $R_2$  et  $C_5$ . Ce circuit modélise un échantillon diélectrique en contact avec la sonde. La capacité  $C_5$  est reliée à la permittivité relative de l'échantillon ( $\epsilon'_r$ ) et la résistance  $R_2$  est reliée aux pertes de l'échantillon ( $\epsilon''_r$ ). Les valeurs de ces deux éléments sont ajustées jusqu'à ce que la courbe du coefficient de transmission  $S_{21}$  de notre modèle soit conforme avec celle mesurée une fois qu'un échantillon est en contact avec la pointe de la sonde. Ainsi, les valeurs de ces deux éléments ( $R_2$  et  $C_5$ ) varient d'un échantillon à un autre selon la permittivité relative et les pertes de l'échantillon mesuré.

### **V.3. Principe de mesure**

Après avoir présenté notre modèle à éléments localisés, nous expliquons dans ce paragraphe le principe de mesure qui nous permet de caractériser des échantillons de différentes épaisseurs à l'aide de notre modèle électrique-électrostatique.

En effet, comme présenté dans le paragraphe précédent, notre modèle à éléments localisés est constitué de trois parties: les deux premières parties ne dépendent pas de l'échantillon à caractériser. Les valeurs des éléments qui constituent ces deux parties une fois déterminées peuvent être fixées, et seule la troisième partie de notre modèle varie et dépend de l'échantillon à caractériser en contact avec la pointe.

Le principe de mesure consiste donc à réaliser une mesure du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB de la sonde à vide en premier temps pour fixer les valeurs des éléments qui constituent les deux premières parties du modèle. Après, une deuxième mesure

du coefficient de transmission  $S_{21}$  est réalisée une fois qu'un échantillon est déposé en contact avec la pointe. La troisième partie est ajoutée à notre modèle et les valeurs des deux éléments  $C_5$  et  $R_2$  sont ajustées pour que la courbe du coefficient de transmission  $S_{21}$  simulé à l'aide de notre modèle à éléments localisés soit conforme avec celle mesurée. Une fois que les deux courbes sont en accord, les valeurs de la capacité  $C_5$  et de la résistance  $R_2$  sont retenues, pour passer à la deuxième étape de calcul.

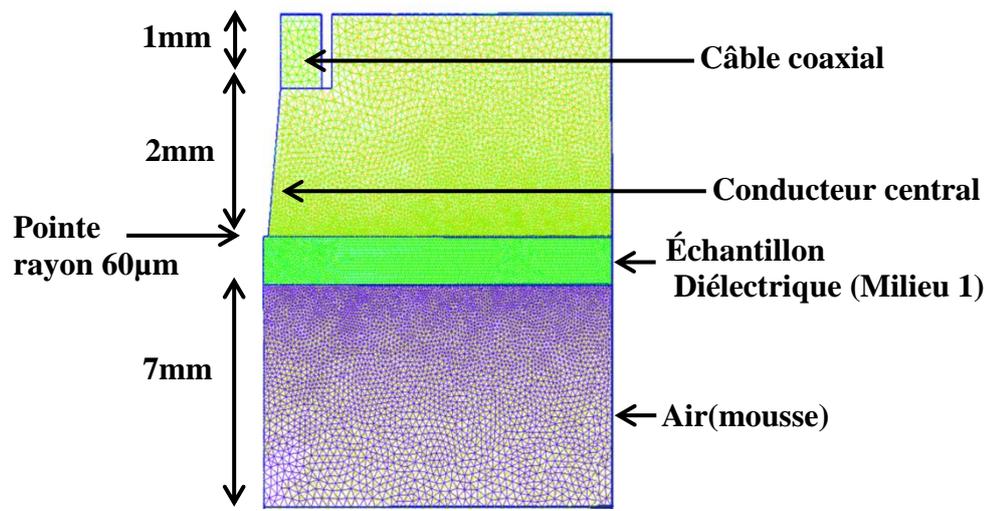
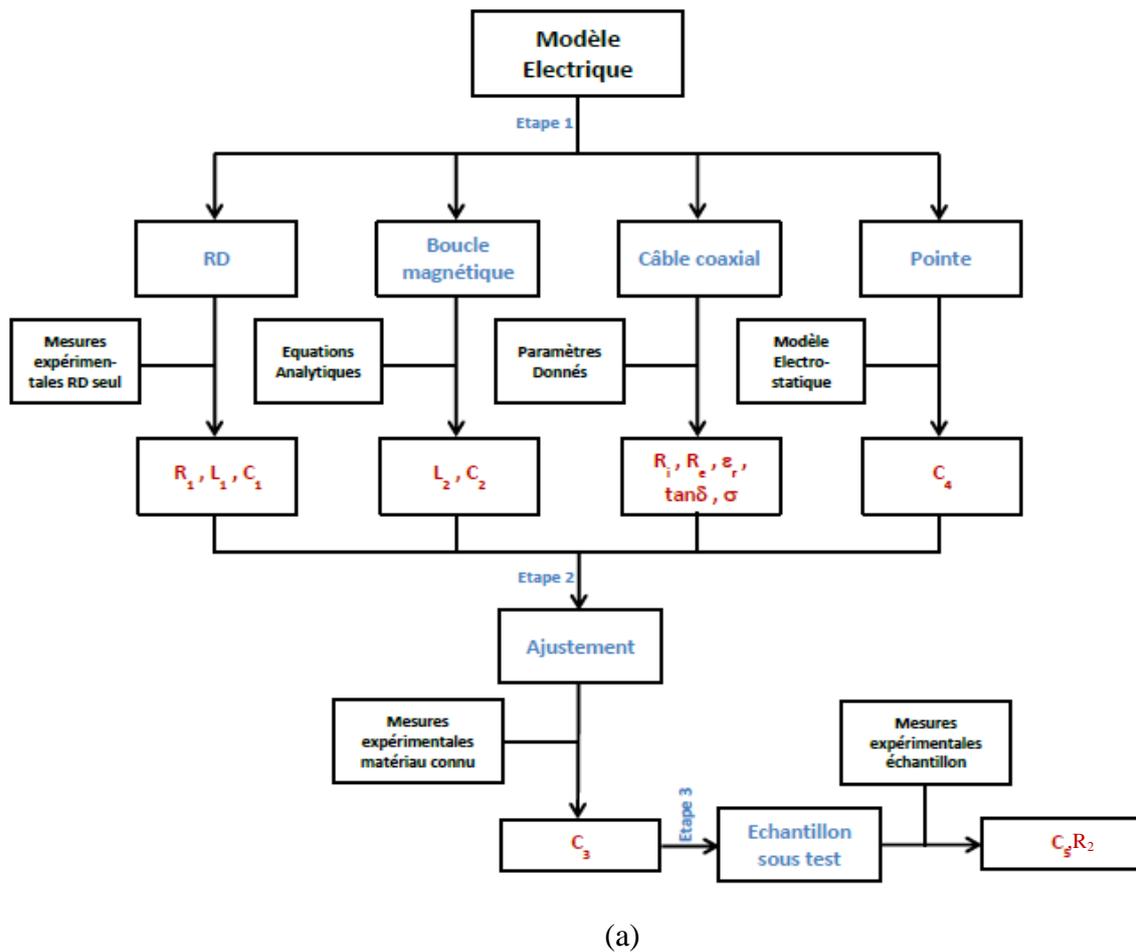


Figure III-13: Modèle électrostatique utilisé pour calculer la permittivité relative des échantillons diélectriques

Cette deuxième étape de calcul est basée sur l'utilisation de notre modèle électrostatique pour calculer la permittivité relative d'échantillon inconnu. Le modèle électrostatique utilisé dans le calcul est déjà présenté dans le chapitre 2, mais nous avons introduit dans ce modèle un nouveau milieu diélectrique de permittivité relative  $\epsilon_r=1$  et d'épaisseur 7mm au-dessous de milieu diélectrique à caractériser. Ce nouveau milieu imite la présence d'un support en mousse de permittivité estimée à 1, au-dessous de l'échantillon à caractériser. L'épaisseur de 7mm est déterminée pour négliger l'effet du plan de masse dans notre modèle électrostatique. La Figure III-13 montre notre modèle électrostatique utilisé pour déterminer la permittivité relative des échantillons diélectriques.

Le calcul de la permittivité relative à l'aide de notre modèle électrostatique s'effectue de la manière suivante: l'épaisseur du milieu diélectrique qui modélise l'échantillon diélectrique au-dessous de la pointe (milieu 1) est fixée à la même épaisseur que celle de l'échantillon mesuré. Ensuite la permittivité de ce milieu est modifiée d'une manière itérative jusqu'à ce que notre modèle électrostatique donne une valeur de capacité  $C_{ech}$  égale à celle donnée par notre modèle à éléments localisés. A ce moment, la permittivité trouvée est celle de l'échantillon mesuré.



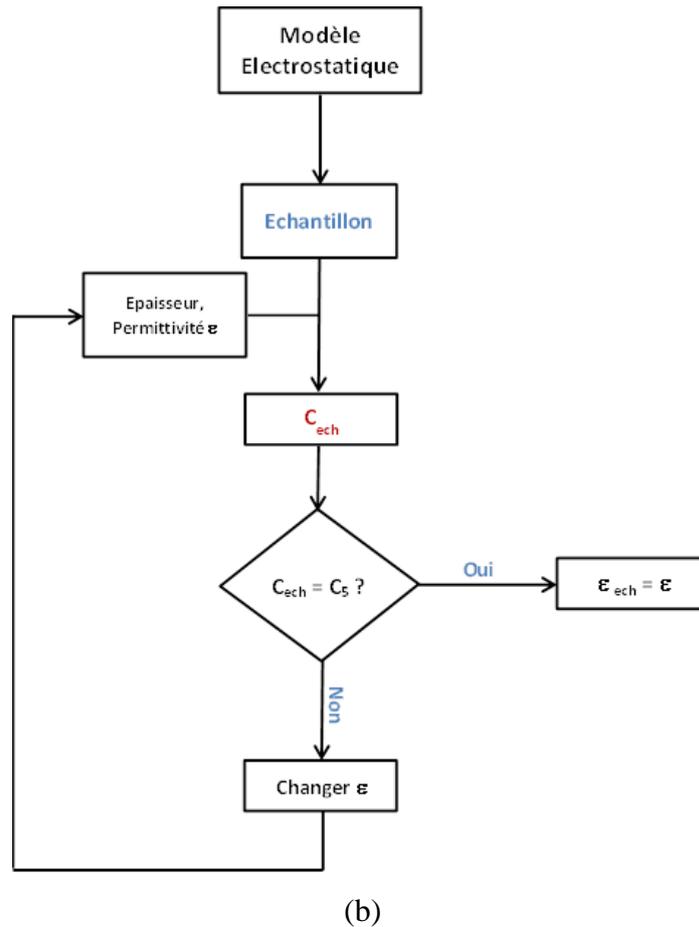


Figure III-14: Schémas blocs des étapes de mesure et de calcul de la permittivité d'un échantillon

La Figure III-14.a, b présente deux schémas blocs qui décrivent les différentes étapes de mesure et de calcul pour déterminer la permittivité d'un échantillon à l'aide de notre modèle électrique-électrostatique.

#### **V.4. Caractérisation des échantillons de différentes épaisseurs**

Après avoir développé notre modèle électrique-électrostatique et afin de le valider, plusieurs caractérisations d'échantillons diélectriques de différentes épaisseurs ont été réalisées.

Les mesures du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du résonateur, une fois que les échantillons sont en contact avec la pointe, nous ont permis, à l'aide de notre modèle à éléments localisés, d'identifier la capacité équivalente  $C_5$  et la résistance équivalente  $R_2$  qui modélisent chaque échantillon comme le montre le Tableau VI. Les incertitudes sur la valeur

de la capacité  $C_5$  et de la résistance  $R_2$  ont été calculées à partir de dix mesures répétées pour chaque échantillon.

Echantillon	Epaisseur (mm)	$C_5$ (fF)	$R_2$ (K $\Omega$ )
Arlon 45N	0,2	6,2±0,15	115±3
Alumine	0,66	21,2±0,5	120±3
Ferro-A6M	0,8	13,95±0,35	150±4
Silice fondue	0,6	8,6±0,25	385±8
Epoxy	0,65	8,45±0,23	130±3
Teflon	1	4,8±0,1	400±10
Alumine	1	20,8±0,42	105±2
Silicium	0,6	20,6±0,4	110±2

Tableau VI: Identification de la capacité  $C_5$  et la résistance  $R_2$  équivalentes de différents échantillons diélectriques

#### V.4.1. Calcul de la permittivité relative des échantillons

Les calculs de la permittivité relative des échantillons sont effectués comme déjà présenté à l'aide de notre modèle électrostatique. Le Tableau VII montre les valeurs de la permittivité relative des échantillons mesurées et celles calculées par notre modèle ainsi que les permittivités rapportées de ces échantillons.

Echantillon	Epaisseur (mm)	$\epsilon_r$ (mesurée)	$\pm\Delta\epsilon_r / \epsilon_r$	$\epsilon_r$ (rapportée)
Arlon 45N	0,2	4,2	2,8%	4,27@2,45GHz*
Alumine	0,66	8,9	2,7%	9,2@10GHz*
Ferro-A6M	0,81	5,5	3%	5,6@10GHz*
Silice fondue	0,589	3,78	2,5%	3,7@10GHz*
Epoxy	0,65	3,77	2,9%	3,6@16GHz*
Teflon	1	2,11	3%	2,1@3GHz*
Alumine	1	11,5	3%	11,7@10GHz[1]
Silicium	0,6	9,5	2,9%	9,37@10GHz*

Tableau VII: Détermination et comparaison des permittivités relatives (\*caractérisation par la méthode de la cavité cylindrique fendue SCR)

Comme le montre le Tableau VII, les valeurs des permittivités relatives obtenues par notre modèle sont tout à fait en accord avec les valeurs des permittivités relatives rapportées de ces échantillons, ce qui valide notre nouveau modèle de caractérisation. On note que les incertitudes sur la permittivité relative sont de l'ordre de  $\pm 3\%$ .

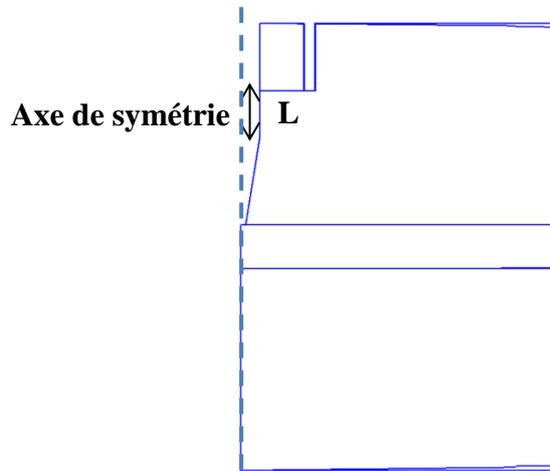


Figure III-15: Modélisation des différentes formes de la sonde

En complément, une étude a été réalisée pour analyser l'influence de la forme de la sonde (en gardant toujours la longueur 2mm du conducteur central) sur la valeur de la permittivité relative calculée par notre modèle. Différentes formes de sonde ont été modélisées en modifiant la longueur L (0,2mm, 0,5mm, 0,7mm, 1mm) comme montré dans la Figure III-15. Le même calcul de permittivité des échantillons réalisé précédemment a été refait avec les nouvelles modélisations. Les calculs montrent un écart maximum de 1% sur la valeur de permittivité calculée par rapport à celle déjà calculée par le modèle initial de la sonde (Figure III-13). Donc une mauvaise modélisation de sonde peut entraîner une incertitude supplémentaire maximum de 1% sur la valeur de la permittivité déterminée par ce modèle.

#### V.4.1. Calcul de la tangente de pertes d'échantillons

Comme présenté dans les paragraphes précédents, le calcul de la permittivité relative des échantillons a été réalisé en utilisant notre modèle électrostatique. En revanche, notre modèle électrostatique ne prend pas en compte les pertes de l'échantillon, ce qui rend impossible la détermination des tangentes de pertes des échantillons avec ce modèle. Une première étude a été réalisée pour quantifier les pertes des échantillons caractérisés seulement

à l'aide de la résistance équivalente qui modélise les pertes de l'échantillon  $\epsilon''_r$  dans le modèle à éléments localisés.

Le facteur de qualité du résonateur est de l'ordre de 1000, donc les pertes des échantillons ayant une  $\tan\delta$  de l'ordre de  $10^{-4}$  (Alumine, silice fondue, Teflon) ne peuvent pas être mesurées par notre système. Cette étude ne prend pas donc en compte les échantillons de très faibles pertes (Alumine, silice fondue). Le Ferro A6M, le silicium et l'Arlon sont trois échantillons dont nous avons déjà déterminé les permittivités complexes par d'autres techniques de caractérisation paragraphe II.4. Le Tableau VIII montre la valeur de  $\epsilon''_r$  de ces échantillons.

Echantillon	$\epsilon''_r = \tan\delta * \epsilon'_r$
Ferro A6M	$5,88.10^{-3}$ (SCR)
Silicium	$5,75.10^{-2}$ [1]
Arlon 45N	$4,98.10^{-2}$ (SCR)

Tableau VIII: Valeur des pertes des échantillons déterminées par SCR

Pour ces différentes valeurs de pertes diélectriques nous avons tracé la courbe qui présente la variation de  $\epsilon''_r$  en fonction de la valeur de la résistance équivalente  $R_2(K\Omega)$  de ces échantillons calculée par notre modèle électrique (Figure III-16). La courbe de tendance est une droite ( $\epsilon''_r = 93.7e^{-0.06R^2}$ ) qui décrit une variation linéaire des pertes diélectriques en fonction de la valeur de résistance  $R_2$ . Pour tester la validité de cette droite nous avons appliqué son équation sur l'échantillon qui n'a pas servi à construire cette droite, le matériau Epoxy. La valeur des pertes trouvée par l'équation est de  $\epsilon''_r = (1.76 \pm 0,3) * 10^{-2}$ . En calculant la tangente de pertes à partir de cette valeur nous trouvons  $\tan\delta = (4.6 \pm 0,8) * 10^{-3}$ . En comparant cette valeur à celle rapportée par la technique de la cavité cylindrique fendue ( $\tan\delta = 5,4 * 10^{-3}$ ) de cet échantillon, nous trouvons une erreur relative de 13% par rapport à la valeur de la tangente de pertes rapportée.

Nous pouvons déduire d'après cette étude que la valeur de la résistance calculée par notre modèle électrique varie dans le bon sens avec les pertes diélectriques des échantillons. Cependant, pour trouver des relations plus précises entre la résistance et les pertes

diélectriques, nous avons besoin de réaliser d'autres mesures sur d'autres échantillons, afin d'enrichir notre base d'apprentissage.

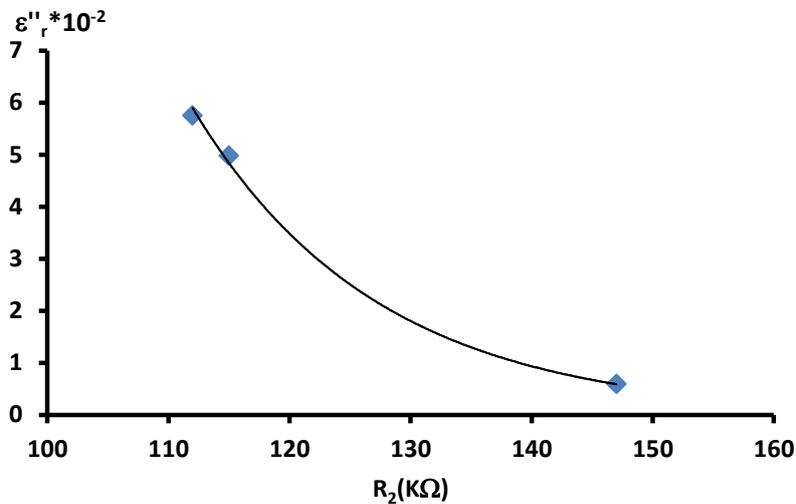


Figure III-16: Variation des pertes d'échantillons  $\epsilon''_r$  en fonction de  $R_2$ (K $\Omega$ )

### V.1. Caractérisation des échantillons multicouches

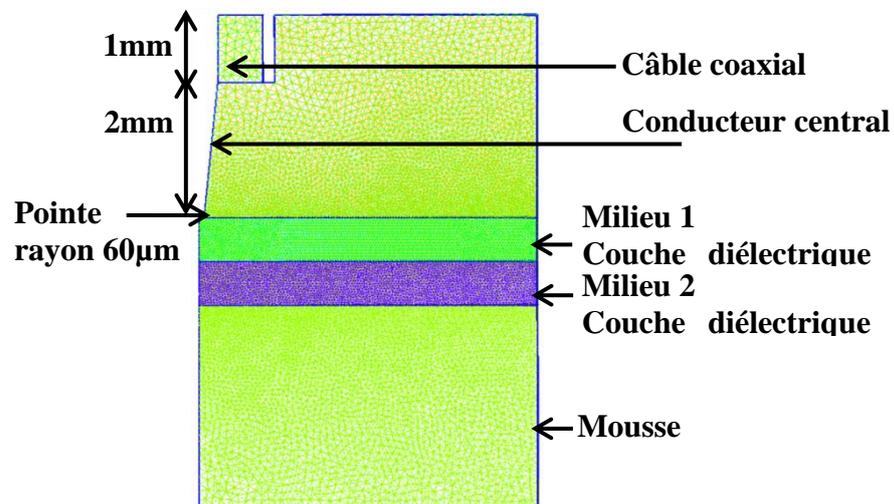


Figure III-17: Modèle électrostatique utilisé pour calculer la permittivité relative des échantillons diélectriques multicouches

Compte tenu de l'évolution des systèmes et des technologies de communication, la réalisation de nouveaux matériaux en hyperfréquence se fondent de plus en plus sur les matériaux multicouches ayant des propriétés diélectriques spécifiques. La compréhension des

caractéristiques de propagation des ondes électromagnétiques dans ces milieux suppose d'avoir une bonne connaissance des propriétés diélectriques, et donc de pouvoir les caractériser en hyperfréquence. La caractérisation de ces échantillons est un enjeu principal pour plusieurs techniques de caractérisation.

Pour étudier la capacité de notre modèle électrique-électrostatique à déterminer les permittivités des couches d'un échantillon multicouches, plusieurs études ont été réalisées.

Une première étude a été réalisée sur des échantillons à deux couches de permittivités différentes. Pour cela nous avons modélisé trois milieux diélectriques dans notre modèle électrostatique au-dessous de la pointe comme le montre la Figure III-17. Le premier milieu diélectrique modélise la première couche de l'échantillon, le deuxième milieu modélise la deuxième couche de l'échantillon et le dernier milieu modélise l'air. Quatre échantillons multicouches ont été préparés :

- 1) Le premier échantillon est constitué d'une couche d'Alumine d'épaisseur  $500\mu\text{m}$  plaquée sur une couche de Ferro A6M d'épaisseur  $810\mu\text{m}$ ,
- 2) Le deuxième échantillon est constitué d'une couche de Ferro A6M d'épaisseur  $810\mu\text{m}$  plaquée sur une couche d'Alumine d'épaisseur  $500\mu\text{m}$ ,
- 3) Le troisième échantillon est constitué d'une couche d'Alumine d'épaisseur  $500\mu\text{m}$  plaquée sur une couche de Silice fondue d'épaisseur  $589\mu\text{m}$ ,
- 4) Le quatrième échantillon est constitué d'une couche de Silice fondue d'épaisseur  $589\mu\text{m}$  plaquée sur une couche d'Alumine d'épaisseur  $500\mu\text{m}$ .

Une fois la pointe en contact avec l'un de ces échantillons, le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB est mesurée, ce qui nous permet, à l'aide du modèle électrique, d'extraire la valeur de la capacité  $C_5$  qui modélise l'échantillon mesuré. Après la détermination de la capacité équivalente  $C_5$ , nous fixons dans notre modèle électrostatique les deux épaisseurs des deux milieux diélectriques qui modélisent les deux couches de notre échantillon aux mêmes épaisseurs des couches qui constituent notre échantillon réel. Le même calcul itératif utilisé dans la détermination de la permittivité des échantillons monocouche, est utilisé pour calculer les permittivités des couches de l'échantillon multicouche. Cependant, dans le calcul multicouche il faut fixer la permittivité relative de l'une des deux couches pour déterminer la permittivité relative de l'autre. La Figure III-18.a, b, c, d montre une représentation schématique des différents échantillons caractérisés, les couches en couleur

rouge représentent les couches où nous avons fixé la permittivité durant la détermination de la permittivité à l'aide du modèle électrostatique.

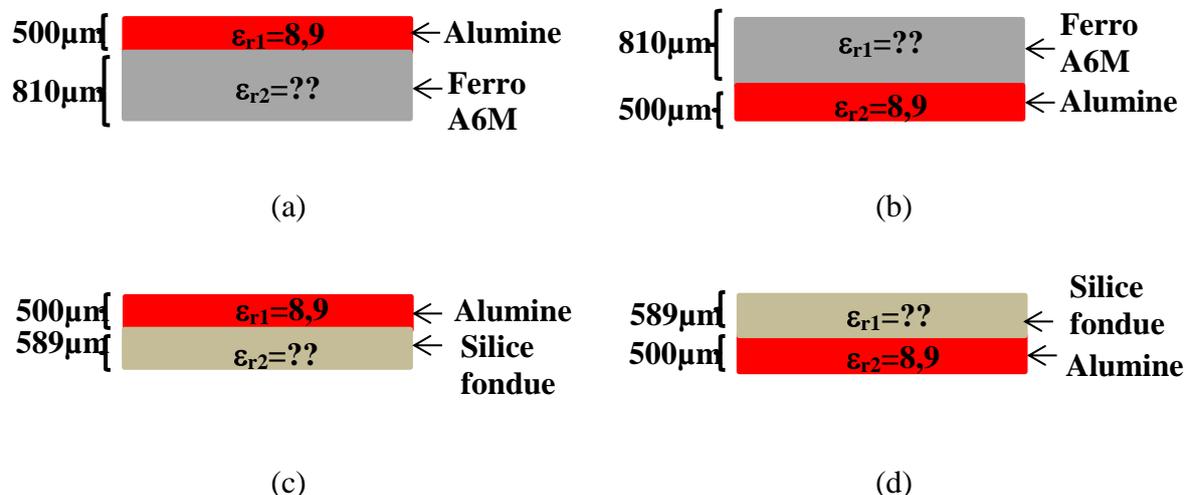


Figure III-18: (a) échantillon Alumine-A6M, (b) échantillon A6M-Alumine, (c) échantillon Alumine-Silice, (d) échantillon Silice-Alumine

Après avoir fixé la permittivité de la couche d'Alumine  $\epsilon_r=8,9$ , nous avons déterminé la permittivité relative de la deuxième couche de chaque échantillon. Le Tableau IX et le Tableau X montrent les permittivités relatives des couches déterminées ainsi que celles rapportées.

échantillon	$\epsilon_{r\_couche\ Alumine}$	$\epsilon_{r\_couche\ A6M}$ (mesurée)	$\pm\Delta\epsilon_r / \epsilon_r$	$\epsilon_{r\_couche\ A6M}$ (mesurée par SCR)
Alumine-A6M	8,9	5,45	2,9%	5,6@10GHz
A6M-Alumine	8,9	5,35	3%	5,6@10GHz

Tableau IX: Détermination et comparaison de la permittivité de la couche de Ferro-A6M

échantillon	$\epsilon_{r\_couche\ Alumine}$	$\epsilon_{r\_couche\ Silice}$ (mesurée)	$\pm\Delta\epsilon_r / \epsilon_r$	$\epsilon_{r\_couche\ Silice}$ (mesurée par SCR)
Alumine-Silice	8,9	3,48	2,9%	3,7@10GHz
Silice-Alumine	8,9	3,46	2,8%	3,7@10GHz

Tableau X: Détermination et comparaison de la permittivité de la couche de Silice fondue

Comme le montrent le Tableau IX et le Tableau X, les valeurs des permittivités relatives des couches obtenues par notre modèle sont tout à fait en accord avec les valeurs des permittivités relatives rapportées de ces couches, ce qui valide notre modèle pour la caractérisation en un premier temps des échantillons bicouches. On note que les incertitudes sur la permittivité relative sont de l'ordre de  $\pm 3\%$ . La tendance de valeur faible de la permittivité caractérisée par rapport à celle de référence peut s'expliquer en partie par la présence de la lame d'air entre les deux couches de matériaux qui ne sont pas parfaitement planes.

En perspective, il serait intéressant de développer un modèle avec une quatrième couche qui représenterait la lame d'air (en épaisseur équivalente approximée) entre les deux couches diélectriques.

## **VI. CONCLUSION**

Dans ce troisième chapitre nous avons présenté dans un premier temps une caractérisation des échantillons diélectriques à 2,45 GHz en se basant sur le modèle de C. GAO. Après l'optimisation de la sensibilité de la sonde sur la permittivité relative et la tangente de pertes des échantillons, nous avons démontré l'effet de l'épaisseur du matériau étalon étudié pour la caractérisation des échantillons sur la valeur de la permittivité relative déterminée. Les résultats montrent que pour déterminer correctement la permittivité d'un échantillon avec une incertitude de mesure de  $\pm 2,5\%$ , le matériau étalon utilisé dans la caractérisation et l'échantillon diélectrique doivent avoir des épaisseurs suffisantes pour être considérés comme des milieux infinis et ainsi pouvoir utiliser les équations sans approximation. Si les épaisseurs de l'échantillon ou de l'étalon ne sont pas suffisantes, la différence entre la valeur de la permittivité déterminée et celle rapportée peut être supérieure à 25%, cela peut s'expliquer par la distribution non uniforme du champ électrique dans les matériaux étalons et les échantillons.

L'existence d'échantillons d'épaisseur de quelques centaines de micromètre (substrats peu épais) exige des pointes de rayon  $< 15\mu\text{m}$  pour que ce type d'échantillons soit considéré comme milieu infini. L'utilisation de ce type de pointes est limitée par la dégradation de la pointe après quelques mesures en contact et sa faible sensibilité quantitative. Une hypothèse simplificatrice a été proposée dans la première partie de ce chapitre et nous a permis de caractériser des échantillons de faibles épaisseurs avec une sensibilité élevée grâce à l'utilisation de larges pointes. Cette hypothèse est basée sur l'utilisation d'un échantillon

étalon dans le même ordre d'épaisseur ( $\pm 100\mu\text{m}$ ) et de permittivité ( $\pm 8$ ) de l'échantillon à caractériser. Ceci nous permet de considérer que les lignes de champ électriques sont uniformément distribuées dans ces deux matériaux, tant que leurs épaisseurs et leurs permittivités restent proches. Les valeurs de la permittivité relative et de la tangente de pertes des échantillons de faibles épaisseurs déterminées par la nouvelle approche montrent un bon accord avec celles rapportés par d'autres techniques de mesure avec une incertitude de mesure de  $\pm 2,5\%$  sur la permittivité relative et de  $\pm 5\%$  sur la tangente de pertes. Ensuite, des études ont été réalisées dans la deuxième partie de ce chapitre pour tester la capacité de notre système dans la caractérisation quantitative des échantillons diélectriques à la réalisation des imageries 2D des propriétés diélectriques et surfaciques de différents échantillons. Pour rendre l'état de surface d'un échantillon inhomogène, quatre fissures ont été gravées par un faisceau laser sur un substrat de silicium. De même, pour créer une inhomogénéité diélectrique plus importante dans un échantillon, nous avons percé un via elliptique dans un substrat d'Alumine par faisceau laser. Des cartographies surfaciques et diélectriques ont été réalisées à l'aide de notre système de mesure, ces cartographies montrent que la sonde utilisée dans la caractérisation quantitative des échantillons (rayon  $60\mu\text{m}$ ) a une résolution spatiale de l'ordre de  $100\mu\text{m}$ . Par comparaison avec la résolution spatiale obtenue par notre modèle électrostatique présentée dans le chapitre 2 ( $135\mu\text{m}$ ), nous constatons une faible différence. Celle-ci peut être expliquée par une erreur dans la modélisation de la forme de la pointe utilisée dans les mesures qui peut ajouter une erreur sur la valeur de la résolution spatiale de 10%. De plus, la faible dégradation de la forme de la pointe pendant les mesures ( $\sim 5\mu\text{m}$ ) peut ajouter aussi une erreur sur la valeur de la résolution spatiale de 10%.

Connue comme une technique de caractérisation mono fréquence, dans la troisième partie de ce chapitre nous avons démontré que nous pouvons utiliser la microscopie microonde en champ proche dans des caractérisations multi-fréquences [4GHz-16GHz]. La technique consiste à perturber les modes de résonance de la cavité TM une fois l'échantillon en contact avec la pointe. Après la sélection des modes de résonance qui se décalent suffisamment ( $\Delta F > 5\text{MHz}$ ) en fréquence une fois l'échantillon en contact avec la pointe, une caractérisation sur plusieurs points de fréquences a été réalisée pour un échantillon Ferro A6M. Les résultats de caractérisation obtenus sont très proches des résultats obtenus par la méthode SCR mais avec une incertitude supérieure. Cependant, la méthode proposée n'a besoin que d'un seul résonateur et d'un seul échantillon de faible volume. Par comparaison,

pour réaliser ce type de mesure avec la méthode SCR nous avons besoin de différents résonateurs avec plusieurs échantillons de différentes dimensions au sein du laboratoire.

Dans la quatrième partie de ce chapitre nous avons présenté notre propre modèle électrique-électrostatique qui est capable de déterminer la permittivité relative des échantillons diélectriques de différentes épaisseurs sans utiliser un matériau étalon. Ce nouveau modèle prend en compte les différents paramètres qui ont des effets sur la caractérisation des échantillons (rayon de la pointe, épaisseur de l'échantillon, permittivité de l'échantillon). Les permittivités relatives des échantillons déterminées à l'aide de ce modèle sont très proches des permittivités rapportées avec une incertitude de mesure de l'ordre de  $\pm 3\%$ .

Vu que le modèle électrostatique ne prend pas en compte les pertes de l'échantillon, il est impossible de déterminer la tangente de pertes des échantillons avec ce modèle. Une première étude a été réalisée pour quantifier les pertes des échantillons caractérisés seulement à l'aide de la résistance équivalente qui modélise les pertes de l'échantillon  $\epsilon''_r$ . Nous avons réussi à établir une relation entre les valeurs de pertes de matériaux déjà connues et leurs résistances équivalentes  $R_2$  calculées par le modèle électrique, en calculant une courbe de tendance. A partir de cette équation nous avons estimé les pertes d'un échantillon Epoxy, ce qui nous a permis de calculer sa tangente de pertes. Nous avons trouvé une erreur de 13% par rapport à la valeur de cette tangente de pertes rapportée par la technique SCR. Nous pouvons déduire d'après cette étude que la valeur de la résistance calculée par notre modèle électrique varie dans le bon sens avec les pertes diélectriques des échantillons. Par contre, pour trouver des relations plus précises entre la résistance et la perte diélectrique, nous avons besoin de réaliser d'autres mesures sur d'autres échantillons, afin d'enrichir notre base d'apprentissage.

Un autre avantage de notre nouveau modèle étudié dans cette partie du chapitre 3, est la possibilité de caractériser des échantillons multicouches avec une précision satisfaisante de  $\pm 3\%$ . Différents échantillons bicouches ont été préparés et mesurés, montrant que si un des matériaux de l'empilement bicouche est connu, nous pouvons déterminer la permittivité de la couche inconnue. En perspective, il serait intéressant de développer un algorithme capable de donner en sortie les valeurs des permittivités de chacune des couches d'un échantillon, sans connaître nécessairement les valeurs des permittivités de certaines couches en multipliant les conditions de mesures telles que le retournement de l'empilement des couches ou l'application d'un plan conducteur en face arrière de l'empilement.

## **VII. BIBLIOGRAPHIE**

- [1].P.Banerjee & al., «A Simple Method to Determine the Dielectric Constant of Small Sized Medium-Loss Samples at X-and Frequencies », International journal of electromagnetics and application 2011, pp. 12-15.
- [2].Constantine P. Vlahacos, David E. Steinhauer, Steven M. Anlage, Fred C. Wellstood, Sudeep K. Dutta, and Johan B. Feenstra, « Non-Contact Imaging of Dielectric Constant with a Near-Field Scanning Microwave Microscope », The Americas Microscopy and Analysis, January, 2000, pp. 5-7.
- [3].D. J. Barker, P. M. Suherman, T. J. Jackson and M. J. Lancaster, « Comparison of Scanning Evanescent Microwave Microscopy with Co-Planar Waveguide Methods of Characterization of Ba<sub>0.5</sub>Sr<sub>0.5</sub>TiO<sub>3</sub> Thin Films », Proceedings of the 18th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics, 2009.
- [4].C. Gao & al, « Quantitative microwave near field microscopy of dielectric properties », Review of scientific instruments, volume 69, number 11, November 1998.
- [5].María F. Córdoba-Erazo, Thomas M. Weller, « Liquids Characterization using a Dielectric Resonator-Based Microwave Probe », 43<sup>rd</sup> European Microwave Conference, 2012, pp. 655-658, Amsterdam, Netherlands.
- [6].N. Haase and Arne F. Jacob, « Resonant substrate-Integrated Near-Field Sensors with Improved Sensitivity », 42<sup>nd</sup> European Microwave Conference, 2013, pp. 1439-1442, Nuremberg, Germany.
- [7].H. Alaaeddine & al., « Resonance of stacked rings in LTCC technology for non-destructive characterization sensor at 150 GHz », 42<sup>nd</sup> European Microwave conference 2012, pp. 109-111.
- [8].M. Kanda, « Standard Probes for Electromagnetic Field Measurements », IEEE on Antennas and Propagation, vol 41, n°10, October 1999.
- [9].M. Tabib-Azar, & al., « 0.4 mm spatial resolution with 1 GHz ( $\lambda=30\text{cm}$ ). evanescent microwave probe », Rev. Sci. Instrm. vol. 70, pp. 1725-1729, 1999.
- [10]. Tamara Monti, Andrea Di Donato, Davide Mencarelli, Giuseppe Venanzoni, Antonio Morini, Ivan V. Vlassioug, Alexander Tselev, Marco Farina, « Liquids characterization, using a dielectric resonator-based microwave probe », 42<sup>nd</sup> European Microwave Conference 2012, Amsterdam, Netherlands.



**CHAPITRE IV**

**CONCEPTION ET REALISATION D'UN**

**CAPTEUR POUR LA CARACTÉRISATION**

**DE LA CORROSION**



## **INTRODUCTION**

La corrosion est l'un des principaux mécanismes d'endommagement affectant les différentes constructions. D'un point de vue économique, les effets de la corrosion sont d'une importance primordiale. Le remplacement des équipements et matériels corrodés constitue pour l'industrie une charge financière très élevée à laquelle il faut ajouter le manque à gagner correspondant à l'arrêt des installations nécessaires pour effectuer les réparations.

La surveillance de façon continue des structures qui fonctionnent dans des environnements corrosifs est intéressante, surtout au niveau des informations sur l'état de l'équipement opérationnel de la structure cible, et ceci dans l'intention d'éviter des arrêts imprévus et de restreindre les coûts de maintenance et de réparation des équipements.

Il existe plusieurs techniques classiques pour la détection de la corrosion comme la détection visuelle, la détection ultrasonore et la détection par radiographie. Ce type de techniques a plusieurs inconvénients : équipements chers, difficultés d'analyse des résultats, mesure en contact, ... Pour éviter ces contraintes, des capteurs de corrosion actifs ont été développés. Ce type de capteur peut être interrogé à distance, mais il a besoin d'une source d'alimentation, et comme la corrosion est un processus très long (plusieurs années), le capteur doit avoir une longue durée de vie. Ceci est très restrictif pour les capteurs actifs quand ils sont intégrés dans la structure et donc inaccessibles, d'où la nécessité de développer des capteurs de corrosion économiques, sensibles, sans fil et qui nous permettent de suivre d'une manière continue l'évolution de la corrosion des structures fonctionnant dans des milieux corrosifs.

Dans la première partie de ce chapitre nous présentons le travail réalisé à l'Université de Bretagne Occidentale (UBO) sur l'interaction électromagnétique des structures microondes avec les effets de la corrosion. Ce travail a été la brique de base dans la conception et la réalisation de nos capteurs dans cette collaboration entre XLIM et UBO.

Dans la deuxième partie nous présentons le cahier de charge proposé par UBO et XLIM pour un nouveau capteur de corrosion, ainsi que des études électromagnétiques sur une structure résonante à base d'Alumine. Les études comprennent la variation de la réponse électromagnétique des structures affectées par les différents effets de la corrosion (fissures, diminution de la conductivité, diminution de la masse). Ces études primaires nous permettront de comprendre le comportement du capteur final une fois exposé à un environnement corrosif.

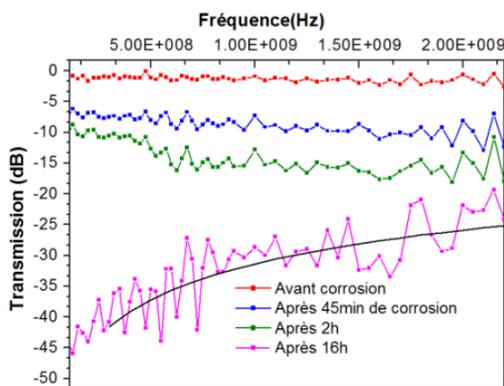
Dans la troisième partie nous décrivons les différentes étapes de la réalisation des résonateurs présentés dans la partie précédente et les différentes mesures expérimentales réalisées afin de valider les résultats théoriques obtenus.

Dans la quatrième partie de ce chapitre nous présentons une étude électromagnétique d'un capteur de corrosion capable de détecter les différents niveaux de dégradation du zinc par processus de corrosion. Les études comprennent la variation de la réponse électromagnétique du capteur affecté par les différents effets de la corrosion sur le zinc. De même nous présentons les différentes étapes de réalisation du capteur et les résultats des mesures réalisées à XLIM et dans le laboratoire de magnétisme de Brest.

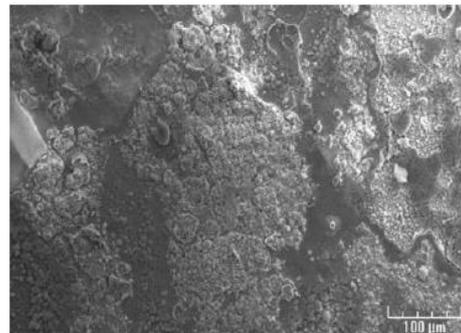
Dans la dernière partie de ce chapitre nous présentons une partie importante d'une étude d'un capteur qui a été réalisée à XLIM et qui n'a pas pu être achevée par un vrai test de corrosion. Ce capteur a une réponse fréquentielle limitée dans une bande de fréquence de 80MHz, ce qui nous permet de l'interroger par un tag RFID 2,4GHz-2,5GHz.

## **I. CAPTEUR DE CORROSION DÉVELOPPÉ À L'UBO**

En collaboration entre l'institut de la corrosion, le Lab-STIC et le laboratoire de magnétisme de Bretagne, Maria Yasri Segalen et al. ont développé un capteur de corrosion passif sans contact [1]. Dans ce paragraphe nous présentons les différentes études concernant l'effet de la corrosion sur les métaux réalisées par Maria Yasri et qui ont été une base pour concevoir et réaliser notre capteur.



(a)



(b)

Figure IV-1: (a) Mesure de la transmission d'une ligne au cours de la corrosion, (b)

Morphologie MEB

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

Une ligne micro-ruban en zinc déposée sur un substrat en FR4 a été réalisée pour étudier l'effet de la corrosion sur le zinc. Cette ligne est déposée dans une solution saline (3,3g/l (NaCl+CH<sub>3</sub>OH) + HR97%) qui a pour but de simuler la corrosion de cette ligne dans un environnement réaliste [1]. Des mesures en transmission ont été réalisées pour cette ligne. La Figure IV-1.a montre une variation de -10dB de la transmission pendant les deux premières heures, ce qui s'explique par une baisse relativement homogène de l'épaisseur du zinc et un changement de la conductivité du zinc dus à la création de produits de corrosion relativement isolants comme l'hydrozincite Zn<sub>5</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>6</sub>, l'oxyde de zinc ZnO et l'hydroxyde du zinc Zn(OH)<sub>2</sub> [2]. Après 16 heures d'exposition, nous observons l'apparition d'un passe haut traduisant la présence d'une coupure au milieu du ruban.

La Figure IV-1.b montre une cartographie réalisée dans la partie corrodée de l'échantillon par la microscopie SEM (Secondary Electron Microscope). Nous pouvons remarquer la présence de fissures et de zones de produit de corrosion isolant dans le zinc qui ont entraîné la coupure de la ligne et l'apparition du comportement passe haut.

Après l'étude des effets de la corrosion sur le zinc, Maria Yasri et al. ont développé un capteur de corrosion en zinc basé sur une ligne de transmission microstrip présentant un résonateur à stub. Le capteur est réalisé sur un substrat FR4, la longueur du stub est de 4cm. La ligne et le stub sont protégés contre la corrosion sauf une petite zone au milieu du stub comme le montre la Figure IV-2.a.

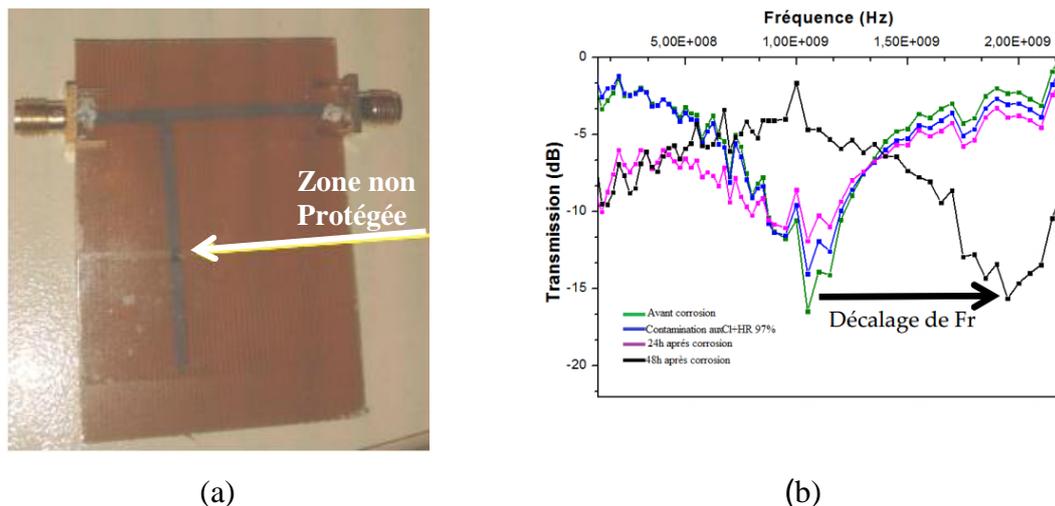


Figure IV-2: (a) Le résonateur à stub protégé, (b) Mesure de la transmission au cours de la corrosion

Le capteur est déposé dans une solution saline (6,6g/l (NaCl+CH<sub>3</sub>OH) + HR97% ). Des mesures en transmission ont été réalisées pour cette ligne. La Figure IV-2.b montre la mesure du coefficient de transmission du capteur non corrodé après 24h et 48h de corrosion. La fréquence de résonance du capteur non corrodé est de 1,1 GHz, après 48h de corrosion cette fréquence est décalée de 800MHz vers les hautes fréquences. Ce décalage est dû à la coupure de la zone non protégée, ce qui entraîne une diminution de la longueur du stub de 4cm à 2cm et par suite un décalage de résonance vers les hautes fréquences.

A la suite de ces études préliminaires, il a été déduit que les effets de la corrosion sur un métal peuvent être présentés par une combinaison de plusieurs phénomènes :

1. Apparition progressive de fissures,
2. Dégradation progressive de la conductivité,
3. Perte progressive en masse,
4. Présence progressive de zones isolantes.

## **II. CAHIER DES CHARGES D'UNE NOUVELLE GÉNÉRATION DE CAPTEURS DE CORROSION**

Comme présenté dans l'introduction de ce chapitre, ce travail est réalisé en collaboration avec Lab-STIC et le laboratoire de magnétisme de Bretagne. Au début de ce projet nous avons imposé un cahier des charges sur les nouveaux capteurs de corrosion dont le fonctionnement est basé sur le monitoring de la fréquence de résonance et du facteur de qualité pour étudier l'évolution de la corrosion des métaux. Ces capteurs doivent respecter plusieurs conditions :

1. Utilisation de substrats ayant une haute résistivité à la corrosion,
2. Compacité des capteurs afin d'éviter tout impact mécanique ou environnemental susceptible de les endommager,
3. Forme plate des capteurs pour pouvoir les intégrer facilement aux endroits exposés à la corrosion (bâtiments, bateaux, avions, ponts, ...),
4. Avoir un facteur de qualité à vide  $> 100$ , d'une part pour augmenter la sensibilité du capteur sur des faibles variations fréquentielles, et d'autre part parce que la lecture de  $Q_0$  permettra de connaître l'évolution de la corrosion des métaux,
5. Fréquence de fonctionnement dans la bande ISM, en particulier autour de 2,45GHz,

6. Avoir un décalage fréquentiel de 20MHz au moins pour faciliter la lecture de la réponse du résonateur.
7. Possibilité d'interroger le capteur à distance par une antenne.

### **III. CHOIX DE LA TECHNOLOGIE**

La technologie planaire est très souvent utilisée en raison de son faible encombrement, de son intégration aisée et son faible coût de fabrication, elle pâtit cependant d'un facteur de qualité faible. En réponse à cela, la technologie SIW (substrate integrated waveguide) [3] se présente comme un compromis entre le planaire, peu encombrant, et le volumique dont les dimensions sont souvent rédhibitoires mais qui offre d'excellentes performances électriques.

Les structures SIWs sont des guides d'ondes rectangulaires formés dans un substrat. Les parois latérales sont réalisées à l'aide de rangées de trous métallisés (vias) intégrés dans un substrat diélectrique qui est pris en sandwich par deux plans métalliques. Les trous métalliques peuvent être aussi remplacés par des métallisations des parois du substrat [4].

La technologie SIW est sélectionnée dans notre application pour son facteur de qualité élevé ( $> 100$ ), et aussi pour la possibilité de réaliser ce type de structure dans notre laboratoire.

### **IV. CHOIX DE D'ALUMINE**

Par rapport à nos objectifs, le capteur réalisé sera basé sur un substrat résonant. Ce dernier doit avoir une faible tangente de pertes pour avoir un capteur avec un fort facteur de qualité à vide  $Q_0$ . De même, ce substrat doit être de faible encombrement, plat, de faible coût, et le plus important, ce support doit résister à la corrosion pour qu'il ne modifie pas la réponse du capteur. Cela nous ramène à sélectionner l'Alumine. En effet, l'Alumine  $Al_2O_3$  peut répondre à nos exigences vu que sa résistivité contre la corrosion est plus élevée que les matériaux organiques, ceci est dû à la faible solubilité chimique des composants de la céramique et à sa bonne stabilité chimique [5], [6]. De même, le matériau  $Al_2O_3$  a une tangente de pertes faible (de l'ordre de  $10^{-4}$ ), ce qui augmente le facteur de qualité du circuit réalisé et par suite la sensibilité du capteur. En termes de compacité, l'Alumine a une bonne résistance mécanique et une bonne dureté et résistance à l'usure [7]. Enfin, ce matériau est relativement moins cher que certains des composés utilisés actuellement.

Donc dans la suite de ce chapitre, des substrats d'Alumine sont utilisés comme des résonateurs pour les capteurs conçus et réalisés.

## **V. ETUDE ÉLECTROMAGNÉTIQUE DES EFFETS DE LA CORROSION SUR UNE STRUCTURE RÉSONANTE À BASE D'ALUMINE**

Dans cette partie nous présentons différentes études électromagnétiques réalisées sur des structures résonantes à base d'Alumine. Les études comprennent la variation de la réponse électromagnétique des structures affectées par les différents effets de la corrosion (création des fissures, dégradation de la conductivité et diminution de la masse des métaux déposés à leur surface). Ces études primaires nous permettent de prédire et d'optimiser le comportement du capteur une fois exposé à un environnement corrosif. Toutes les structures présentées dans cette partie ont été modélisées par le logiciel HFSS.

### **V.1. Capteur à base d'un résonateur en Alumine métallisé**

Un premier modèle d'un capteur de corrosion à base d'un résonateur en Alumine métallisé a été conçu. Les effets de la corrosion sont appliqués à cette métallisation afin d'observer leur impact sur la fréquence de résonance, le coefficient de transmission à la résonance et le facteur de qualité à vide du résonateur.

La Figure IV-3.a, b montre le capteur conçu : celui-ci est constitué d'un substrat d'Alumine 96% de surface 25,5mm\*25,5mm, d'épaisseur 0,5mm, de permittivité 9,4 et de tangente de pertes  $4.10^{-4}$  (à 10GHz). Les dimensions du substrat ont été choisies pour utiliser des dimensions classiques pour de tels substrats d'origine commerciale. Le substrat est couvert par une couche en cuivre d'épaisseur 5 $\mu$ m et ayant une conductivité de 45S/ $\mu$ m, sauf le centre de sa face supérieure où nous avons prévu une grille ayant une longueur et une largeur de 13mm, les lignes verticales et horizontales qui composent la grille ont une largeur de 250 $\mu$ m et sont séparées par une distance de 700 $\mu$ m. La grille est définie comme la zone sensible à la corrosion dans notre capteur, et le reste de la métallisation dans notre capteur est considéré protégé contre la corrosion. Le choix d'une grille était basé sur les résultats obtenus par Maria Yasri et al. qui ont détecté l'apparition de fissures dans les métaux corrodés, ces fissures sont de l'ordre de quelques centaines de microns en longueur et quelques dizaines de microns en largeur [1]. Donc nous n'aurons certainement pas des fissures longues et continues sur les métaux, c'est pour cela que nous avons optimisé une forme de métallisation de la partie sensible du capteur (la grille) pour faciliter sa dégradation et sa fissuration d'une manière plus prédictible et donc améliorer le suivi de la corrosion.

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

Le système d'excitation utilisé est composé d'une ligne coplanaire court-circuitée placée sur la partie supérieure du résonateur. Ce type d'accès a été déjà validé dans une précédente étude [8]. Les lignes court-circuitées permettent la concentration du champ électromagnétique en ce point et par conséquent le couplage avec le champ électromagnétique du mode de résonance de la cavité  $TE_{101}$ . Ce dernier a été choisi en raison de son facteur de qualité à vide  $Q_0$  élevé ( $\sim 170$  à 2,45GHz pour l'Alumine utilisée) par rapport aux autres modes et sa bonne isolation fréquentielle par rapport aux modes supérieurs. Finalement les lignes de champ magnétique produites par le système d'excitation coplanaire sont colinéaires avec les lignes de champ magnétique de ce mode, ce qui facilite le couplage par des accès planaires.

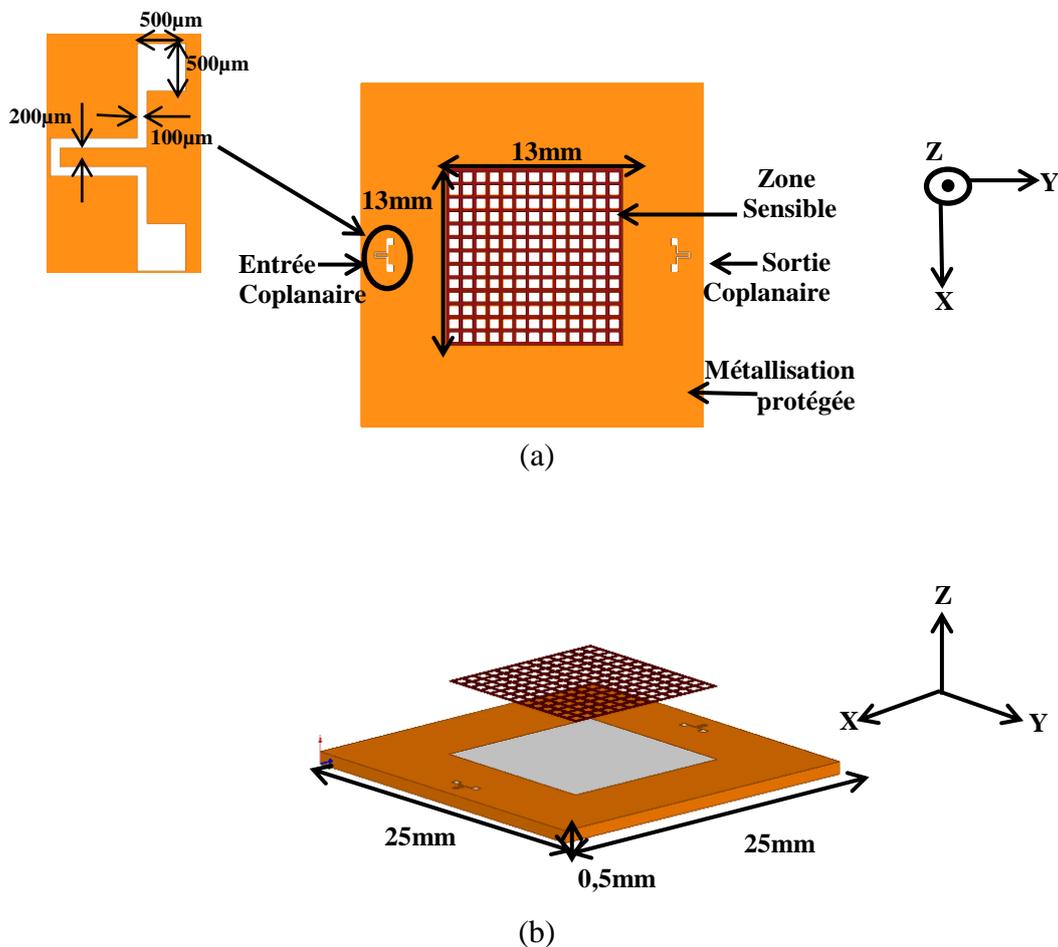


Figure IV-3: (a) Résonateur avec grille en vue de dessus, (b) Résonateur avec grille en vue 3D

Le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur présenté dans la Figure IV-3.a, b est présenté dans la Figure IV-4. La fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  est de 2,745 GHz, le niveau de  $S_{21}$  est de -12,3dB et le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est de 166. La réponse de ce premier capteur est satisfaisante pour notre application et constitue une bonne base pour étudier les effets de la corrosion au niveau de cette grille (zone sensible à la corrosion).

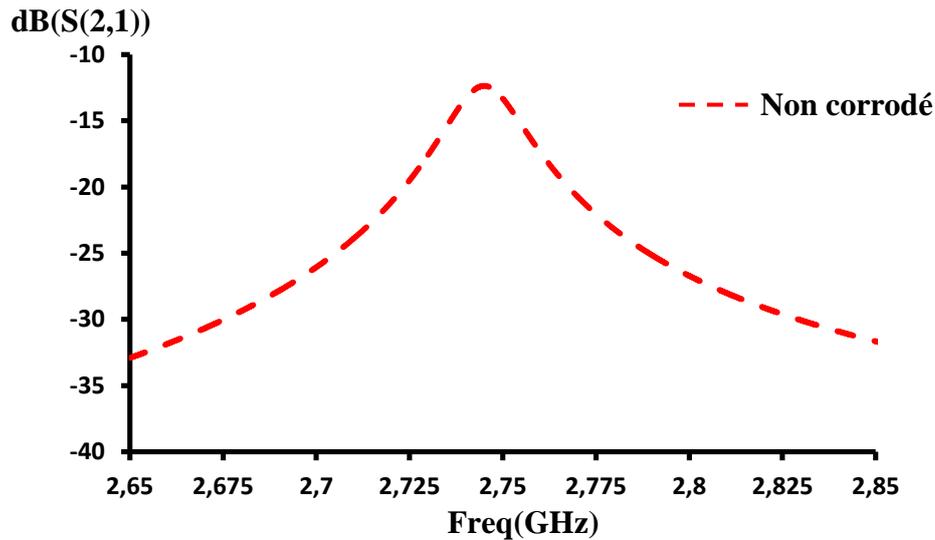


Figure IV-4: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) du résonateur avec grillage

Les lignes de champs électrique et magnétique du mode de résonance  $TE_{101}$  sont présentés dans la Figure IV-5.a, b.

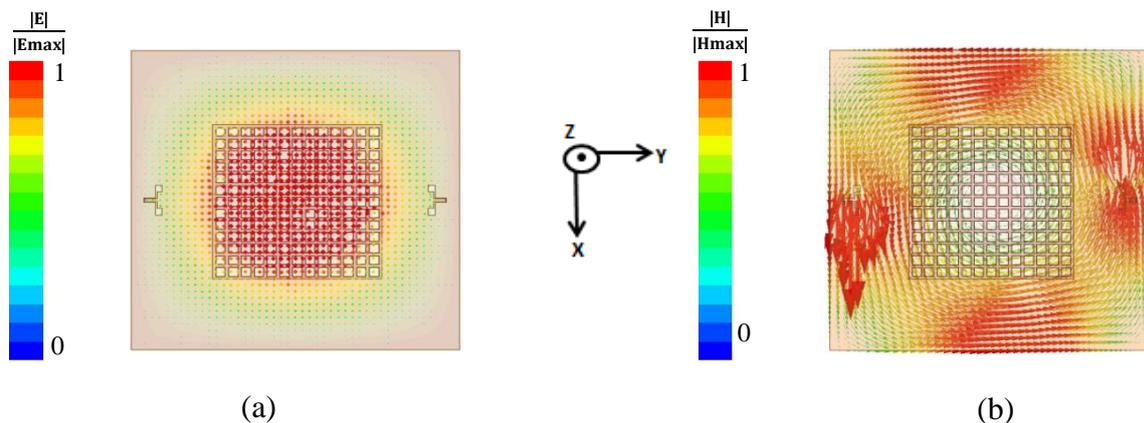


Figure IV-5: (a) Lignes de champ électrique du mode  $TE_{101}$ , (b) Lignes de champ magnétique du mode  $TE_{101}$

Le champ électrique est maximum au centre du résonateur et les directions de ces lignes sont perpendiculaires au plan XOY, par contre les lignes de champ magnétique sont maximales sur l'extrémité et les directions de ces lignes sont tangentielles au plan XOY.

**V.1.1. Effet des fissures sur la résonance.**

Une première étude a été réalisée pour analyser l'effet de la présence de fissures dans la grille du résonateur sur la fréquence de résonance du mode TE<sub>101</sub>. Pour simuler le phénomène de la corrosion, des fissures de longueur égale à la largeur des lignes qui constituent la grille (250µm) et de largeur de 50µm ont été conçues sur la grille d'une manière progressive comme le montre la Figure IV-6.a, b, c, d. Ces fissures préfigurent d'une manière simple l'un des types de dégradation physique observés dans le paragraphe II.

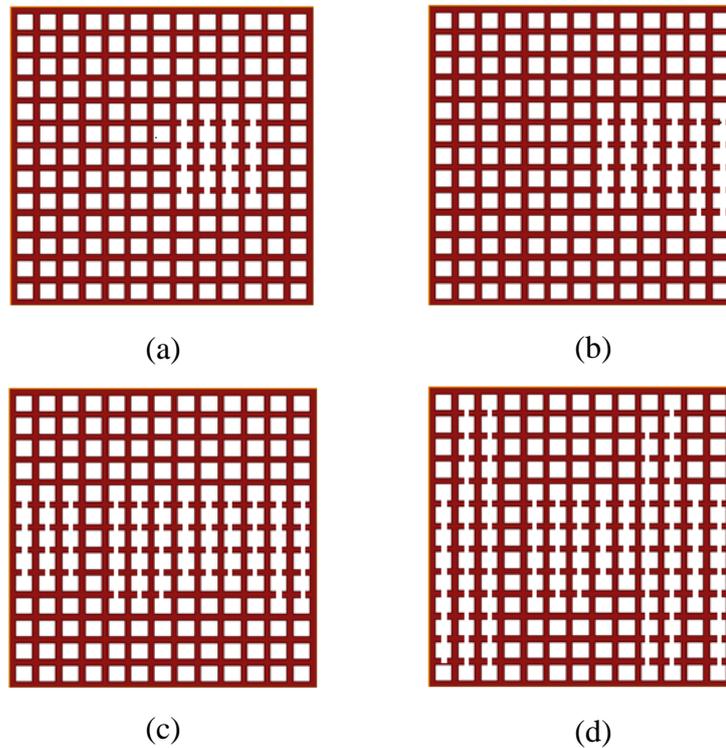


Figure IV-6: Distribution aléatoire et progressive du nombre de fissures: (a)=16 fissures, (b)=26 fissures, (c)=53 fissures, (d)=91 fissures

La Figure IV-7 montre les coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB du résonateur en présence et en absence des fissures. Chaque courbe présente un des quatre cas présentés dans la Figure IV-6.

La courbe bleue montre un décalage de fréquence de 11MHz par rapport à la fréquence de résonance du résonateur sans fissures, et une dégradation de 3,5% du facteur de qualité à vide. Le décalage fréquentiel et la dégradation du facteur de qualité à vide sont dus à la présence de 16 fissures dans la grille (Figure IV-6.a). La courbe en rose (26 fissures) montre un décalage fréquentiel de 31MHz par rapport à la fréquence de résonance du résonateur sans fissures, une dégradation de 6,5% du facteur de qualité à vide et une baisse du niveau de  $S_{21}$  de -2dB. Les courbes en marron et noir (respectivement 55 et 94 fissures) montrent un décalage fréquentiel de 52MHz et de 275MHz, respectivement, une dégradation du facteur de qualité à vide de 12,6% et 30% respectivement, et une baisse du niveau de  $S_{21}$  de -2,5dB et -13,7dB respectivement.

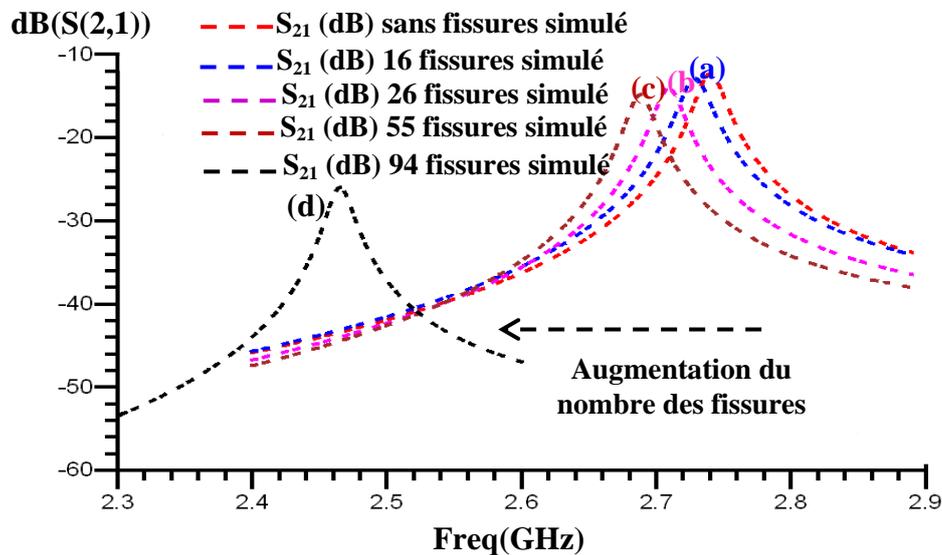


Figure IV-7: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) avec et sans fissures

Les décalages fréquentiels observés sont liés à la création d'effets capacitifs à la surface du résonateur chaque fois qu'une fissure est créée sur la grille. La dégradation du  $Q_0$  et la baisse du niveau de  $S_{21}$  sont dues aux pertes par rayonnement,  $Q_0$  étant dégradé de plus de 5% à partir de 26 fissures.

En conclusion, l'apparition progressive de fissures sur la grille entraîne un décalage vers les basses fréquences pour le mode  $TE_{101}$ , une dégradation du facteur de qualité à vide et une baisse du niveau du coefficient de transmission, donc si la corrosion crée progressivement des fissures sur la grille du capteur, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du métal par

le monitoring de la fréquence de résonance, du facteur de qualité à vide et du coefficient de transmission.

### **V.1.2. Effet de la conductivité sur la résonance**

Une deuxième étude a été réalisée pour analyser l'effet de la diminution de la conductivité de la zone sensible du capteur sur la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  du résonateur. Pour cette étude nous avons fixé la conductivité de métallisation qui couvre le résonateur à  $45S/\mu m$ , et nous avons fait varier la conductivité de la zone sensible (la grille) de  $45S/\mu m$  à  $0,5S/\mu m$ . Le manque de valeurs des conductivités des métaux corrodés nous a conduit à réaliser des études avec différentes valeurs de conductivité. Le choix de ces valeurs est basé sur les résultats présentés dans le paragraphe II qui montrent que la conductivité du métal corrodé diminue progressivement avec la dégradation du métal à cause de la création progressive de produits de corrosion relativement isolants. Donc la valeur de conductivité choisie peut aller de la valeur de conductivité du métal non corrodé vers une conductivité égale à zéro qui présente un milieu isolant parfait.

La Figure IV-8 montre les coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB pour différentes valeurs de conductivités. La courbe en rouge montre que, pour une conductivité de  $45S/\mu m$ , la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  est de 2,745 GHz, le niveau de  $S_{21}$  est de -12,3dB et le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est 166. La courbe en vert ( $\sigma=30S/\mu m$ ) montre une baisse du niveau de  $S_{21}$  de 0,5dB et une dégradation du facteur de qualité de 5,8% par rapport au cas précédent. La baisse du niveau de  $S_{21}$  et la dégradation du facteur de qualité sont dues à la diminution de la valeur de la conductivité de la partie sensible du capteur (grille) et par suite l'augmentation de sa résistivité. La courbe en violet montre de la même manière que, pour une conductivité de  $20S/\mu m$ , le niveau de  $S_{21}$  a diminué de 1,5dB et le facteur de qualité est dégradé de 17% ( $Q_0=140$ ). Pour des valeurs de conductivité de  $10S/\mu m$  et de  $5S/\mu m$ , les courbes en bleu et en orange montrent respectivement que le niveau de  $S_{21}$  diminue respectivement de 3dB et de 6dB et le facteur de qualité est dégradé respectivement de 40% et 58%. Les deux courbes en jaune et en noir montrent que pour des conductivités de  $1S/\mu m$  et de  $0,5S/\mu m$  respectivement le niveau de  $S_{21}$  diminue respectivement de 17dB et de 22dB et le facteur de qualité est dégradé de 87% et 95% respectivement. On note ainsi que pour des valeurs de conductivité inférieures à  $0,5S/\mu m$  nous avons une perte totale de la résonance du mode  $TE_{101}$ .

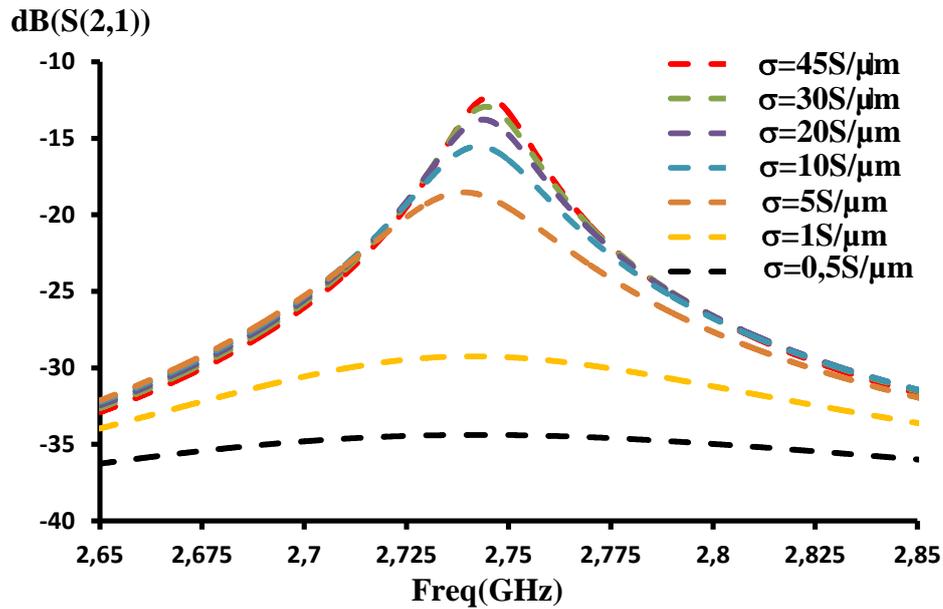
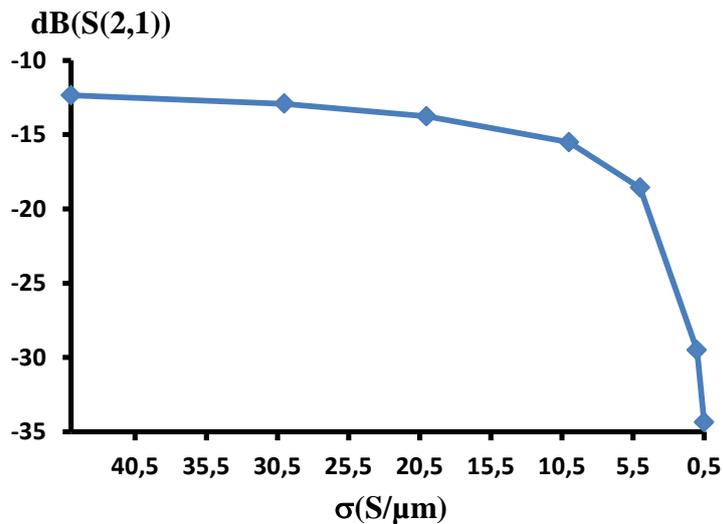


Figure IV-8: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) pour différentes valeurs de conductivité

La Figure IV-9.a, b résume la variation de la valeur du facteur de qualité à vide et du niveau de  $S_{21}$  respectivement en fonction de la conductivité de la partie sensible du capteur (grille).



(a)

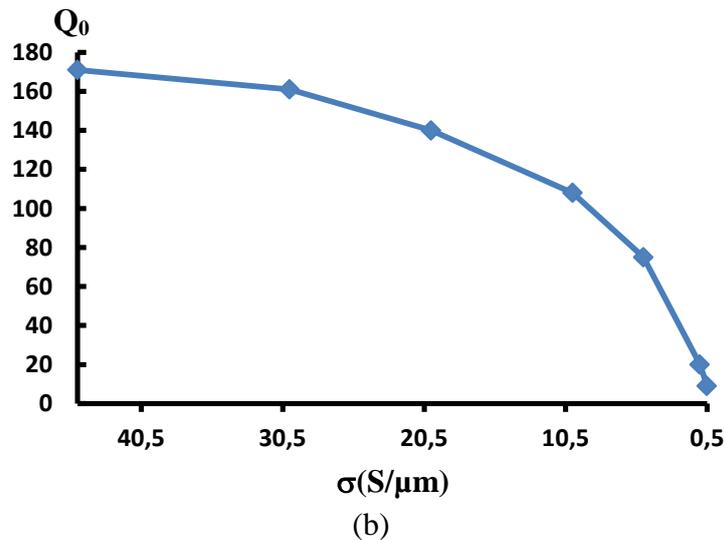


Figure IV-9:(a) Variation du coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) à la résonance en fonction de la conductivité, (b) Variation du facteur de qualité à vide  $Q_0$  en fonction de la conductivité

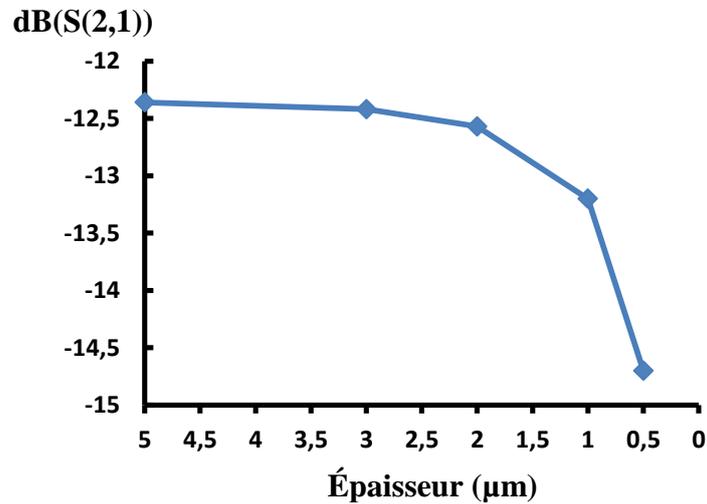
En conclusion, la diminution progressive de la conductivité de la grille entraîne une baisse progressive du niveau de  $S_{21}$  et une dégradation progressive du facteur de qualité à vide du capteur, et pour des valeurs de conductivité inférieures à  $0,5\text{S}/\mu\text{m}$ , nous avons une perte totale de la résonance du mode  $\text{TE}_{101}$ . Par contre, la diminution progressive de la conductivité de la grille entraîne un décalage fréquentiel très faible du mode  $\text{TE}_{101}$  ( $< 5\text{MHz}$ ) qui peut être considéré comme négligeable, donc si la corrosion entraîne une dégradation progressive de la conductivité du métal, nous pouvons suivre l'évolution de sa corrosion par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission jusqu'à une conductivité de grille  $\sigma=1\text{S}/\mu\text{m}$ , après cette valeur nous ne pouvons plus suivre l'évolution de la corrosion car nous perdons totalement le pic de résonance.

#### V.1.1. Effet de l'épaisseur de métallisation sur la résonance

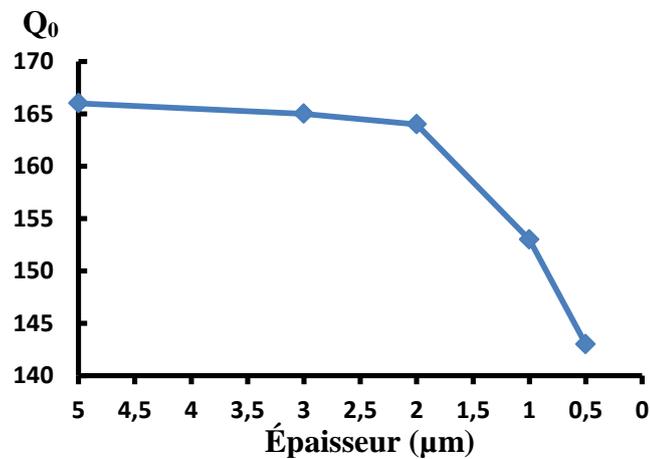
Une troisième étude a été réalisée pour analyser l'effet de la diminution de l'épaisseur de la métallisation de la zone sensible sur le mode  $\text{TE}_{101}$ . Pour cette étude nous avons fixé l'épaisseur de métallisation qui couvre le résonateur à  $5\mu\text{m}$ , et nous avons fait varier l'épaisseur de la zone sensible de  $5\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$ .

La Figure IV-10.a montre la variation des coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB en fonction de l'épaisseur de métallisation. Pour une épaisseur de  $5\mu\text{m}$ , le niveau de  $S_{21}$  est de

-12,3dB, ce dernier diminue légèrement de 0,2dB et de 0,3dB pour des épaisseurs de métallisation de 3 $\mu$ m et 2 $\mu$ m, respectivement. Pour des épaisseurs de 1 $\mu$ m et de 0,5 $\mu$ m, le niveau de  $S_{21}$  diminue de 1dB et de 2,3dB respectivement par rapport au cas initial.



(a)



(b)

Figure IV-10: (a) Variation du coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) en fonction de l'épaisseur de métallisation, (b) Variation du facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de métallisation

La Figure IV-10.b montre la variation du facteur de qualité à vide en fonction de l'épaisseur de métallisation. Pour une épaisseur de 5 $\mu$ m, le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est de 166, ce dernier reste constant pour des épaisseurs de métallisation de 3 $\mu$ m et de 2 $\mu$ m,

respectivement. Pour des épaisseurs de  $1\mu\text{m}$  et de  $0,5\mu\text{m}$ , le facteur de qualité à vide diminue de 7% ( $Q_0=153$ ) et de 12% ( $Q_0=143$ ) respectivement par rapport au cas initial.

La diminution de l'épaisseur de métallisation de la partie sensible du capteur (la grille) entraîne une augmentation de la résistivité de cette partie ce qui explique la baisse du niveau de  $S_{21}$  et la dégradation de facteur de qualité. Par contre, dû à limitation du calcul numérique du logiciel HFSS, nous ne pouvons pas étudier des épaisseurs de métallisation inférieures à  $0,5\mu\text{m}$ .

En conclusion, la diminution progressive de l'épaisseur de métallisation de  $5\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$  entraîne une faible baisse du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  et une dégradation faible du facteur de qualité. Par contre, la diminution de l'épaisseur de la métallisation de la grille n'a entraîné qu'un décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  très faible, et la limitation du calcul numérique ne nous permet pas d'étudier des épaisseurs de métallisation inférieures à  $0,5\mu\text{m}$ , donc si la corrosion entraîne une diminution progressive de l'épaisseur de métallisation de  $5\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$  de la grille, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du métal par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission.

## **V.2. Conclusion**

Les études réalisées sur un résonateur en Alumine métallisé avec grille montrent que l'apparition progressive des fissures (de 16 à 94 fissures) dans la grille entraîne un décalage fréquentiel progressif, une dégradation du facteur de qualité et une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  du résonateur. Donc si la corrosion crée progressivement des fissures dans la grille, l'évolution de la corrosion du métal peut être suivie par le monitoring de la fréquence de résonance, du facteur de qualité à vide et du coefficient de transmission.

La dégradation progressive de la conductivité de la grille (de  $45\text{S}/\mu\text{m}$  à  $0,5\text{S}/\mu\text{m}$ ) entraîne une forte baisse au niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une forte dégradation du facteur de qualité à vide du résonateur. Donc si la corrosion entraîne une dégradation progressive de la conductivité du métal, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion de métal par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau de coefficient de transmission jusqu'à une conductivité de grille  $\sigma=1\text{S}/\mu\text{m}$ , après cette valeur nous ne pouvons plus suivre l'évolution de la corrosion car nous perdons totalement le pic de résonance.

La perte progressive de l'épaisseur de métallisation (de 5 $\mu$ m à 0,5 $\mu$ m) entraîne une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode TE<sub>101</sub> et aussi une dégradation du facteur de qualité du mode TE<sub>101</sub>, mais ces variations restent faibles devant le fort impact de la présence des fissures et la dégradation de la conductivité sur ce mode. Donc si la corrosion entraîne une diminution progressive de l'épaisseur de métallisation de 5 $\mu$ m à 0,5 $\mu$ m de la grille nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du métal par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission.

Nous pouvons donc conclure qu'un résonateur en Alumine métallisé avec une partie sensible à la corrosion comme celui présenté peut potentiellement être utilisé comme un capteur pour suivre l'évolution de la corrosion d'un métal.

## **VI. PARTIE EXPERIMENTALE**

Dans cette partie de ce chapitre, nous décrivons les différentes étapes de la réalisation des résonateurs présentés dans la partie précédente ainsi que les différentes mesures expérimentales réalisées afin de valider les résultats théoriques proposés.

### **VI.1. Réalisation de résonateur**

Les résonateurs ont été réalisés dans notre laboratoire en passant par deux étapes. La première étape est la métallisation des substrats en Alumine vierge par un dépôt chimique en cuivre. La deuxième étape consiste à graver les motifs d'excitations et la grille par une machine à ablation laser.

#### **VI.1.1. Métallisation par bains auto-catalytiques (electroless plating)**

De nombreuses techniques nous permettent de réaliser des dépôts métalliques (dépôt chimique en phase vapeur, dépôt physique en phase vapeur, projection plasma). Ces techniques sont utilisées pour réaliser des dépôts homogènes sur une à quelques faces d'un objet à métalliser. En revanche, nos résonateurs doivent être métallisés sur toutes les surfaces (métallisation 3D), donc il est nécessaire d'utiliser un procédé permettant idéalement métalliser l'objet en 3D d'une manière simple avec un très bon conducteur. Le dépôt chimique « electroless-3D » [9] apparait comme une bonne solution en termes de simplicité de mise en œuvre, de coût mais surtout pour obtenir des dépôts homogènes sur les pièces 3D non conductrices (substrat Alumine) que nous souhaitons métalliser.

La procédure de métallisation par bains auto-catalytiques (electroless plating) nécessite l'utilisation de différentes solutions chimiques pour obtenir la couche en cuivre désirée sur l'objet à métalliser (5 $\mu$ m dans notre cas). Ce dernier est plongé successivement dans trois solutions chimiques: la première est un conditionneur qui sert à fournir une uniformité de polarité du matériau diélectrique de telle sorte que l'adsorption ultérieure du catalyseur soit plus facile. La deuxième solution est le catalyseur qui permet l'activation de la surface diélectrique avant l'étape de dépôt et, enfin, la troisième solution est dédiée à la croissance de la couche de cuivre.

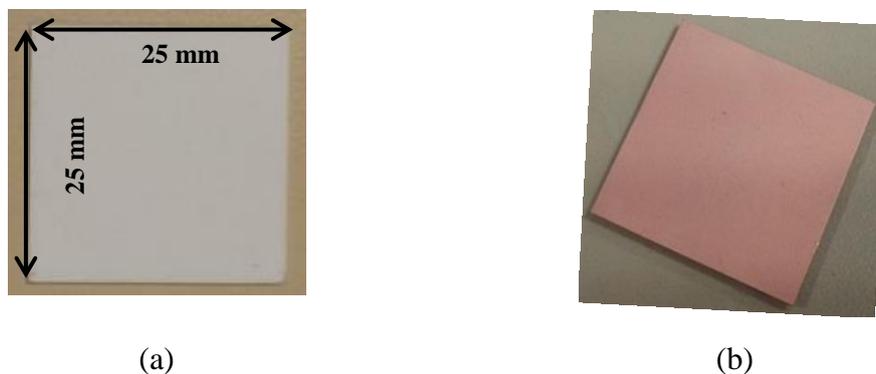


Figure IV-11: (a) Substrat Alumine vierge, (b) Substrat Alumine métallisé par electroless 3D (cuivre)

La Figure IV-11.a, b montre un substrat d'Alumine de surface 25mm\*25mm et d'épaisseur 0,5mm vierge et après métallisation par electroless 3D.

Après la réalisation du dépôt nous avons mesuré sa conductivité en utilisant une cavité résonante à 10GHz. La valeur de la conductivité mesurée est de 38S/ $\mu$ m, cette valeur est suffisante pour avoir le facteur de qualité du résonateur proche de celui désiré.

#### **VI.1.1. Machine à ablation par laser**

La deuxième étape dans la réalisation des résonateurs consiste à graver les motifs d'excitation coplanaires et la grille sur la face supérieure du substrat métallisé par electroless 3D. Pour cela nous avons utilisé une machine à ablation laser avec un faisceau laser de  $\lambda=1\mu$ m. Ce dernier peut graver d'une manière extrêmement souple le système excitation et la grille à la surface du substrat métallisé comme le montre la Figure IV-12.

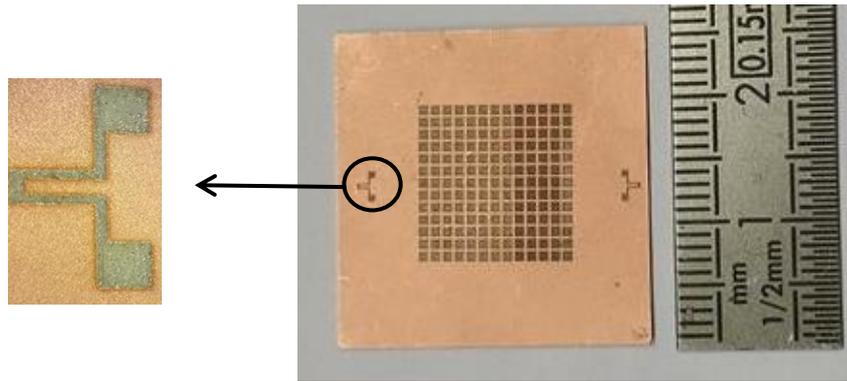


Figure IV-12: Résonateur en Alumine métallisé réalisé avec grille et systèmes d'excitation

## **VI.2. Procédure de mesure**

L'utilisation des chambres pour essai au brouillard salin ou la vaporisation d'une solution salée ou l'utilisation des chambres d'essai d'humidité qui produisent une atmosphère propice à la corrosion qui attaque les objets est le meilleur endroit pour tester nos résonateurs. En revanche, ce type de chambre n'était pas disponible dans les premières mesures. Pour cela et pour valider les effets des fissures dans la métallisation sur la réponse électromagnétique du résonateur, nous avons utilisé la machine à ablation laser pour créer des fissures imitant celles créées par la corrosion.



Figure IV-13: Banc de mesure des résonateurs

La caractérisation hyperfréquence est réalisée dans un banc de mesure présenté dans la Figure IV-13. Ce dernier est composé d'une station sous pointes (équipée de pointes coplanaires) et d'un analyseur de réseau vectoriel Rohde and Schwarz ZVA 24-4. Des pointes

RF ACP40AGSG125 ont été utilisées dans les mesures. Ces pointes de type GSG (Ground-Signal-Ground), consistent en trois aiguilles parallèles dont deux, latérales, feront contact avec les plans de masse et une, centrale, fera contact avec le signal. Ce système présente un espacement (pitch) de 250 $\mu$ m compatible avec les dimensions de la ligne coplanaire utilisée pour l'excitation des résonateurs.

Un étalonnage de type LOST (Load Open Short Through) est effectué à l'aide d'un substrat de calibrage coplanaire adapté à nos pointes de mesure. Il comporte tous les standards dont nous avons besoin pour notre étude (court-circuit, circuit ouvert, charge adaptée et ligne de transmission). Ces étalonnages permettent à l'analyseur de corriger les diverses erreurs de mesure.

### **VI.3. Mesure du résonateur en Alumine métallisé avec grille**

Une mesure a été réalisée pour le résonateur en Alumine métallisé avec grille. La fréquence de résonance du mode TE<sub>101</sub> est de 2,74 GHz, le niveau de S<sub>21</sub> est de -12,3dB et le facteur de qualité à vide Q<sub>0</sub> est 166. La Figure IV-14 montre la fréquence de résonance mesurée du mode TE<sub>101</sub> est celle obtenue par la simulation EM. Les deux résultats sont en bon accord.

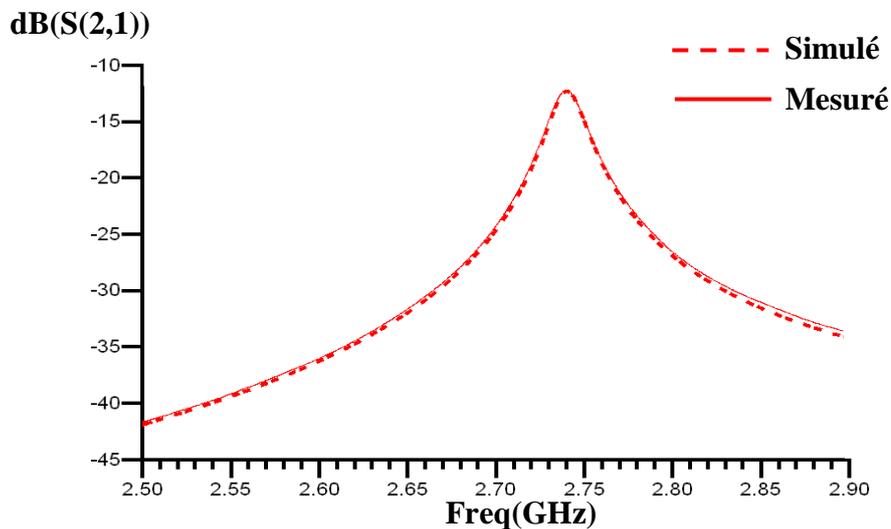


Figure IV-14: Coefficient de transmission S<sub>21</sub>(dB) mesuré et simulé du résonateur avec grille

Les fissures conçues dans la simulation sur la grille du résonateur ont été réalisées à l'aide de la machine à ablation laser (250 $\mu$ m de longueur et 50 $\mu$ m de largeur), comme le montre la Figure IV-15.a, b, c, d.

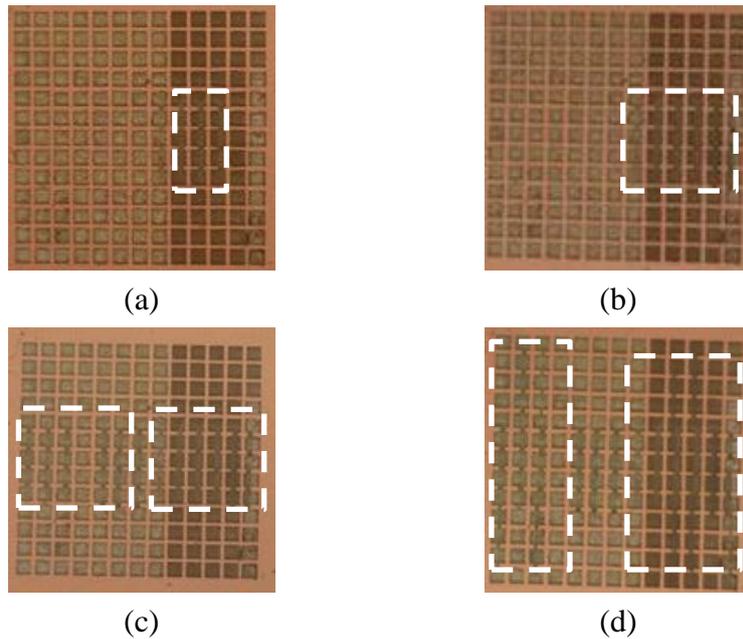


Figure IV-15: Distribution aléatoire et progressive du nombre de fissures sur le résonateur: (a)=16 fissures, (b)=26 fissures, (c)=53 fissures, (d)=91 fissures

La Figure IV-16 montre les coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB simulés et mesurés du résonateur avec et sans fissures. Chaque courbe présente un des quatre cas présentés dans la Figure IV-15.

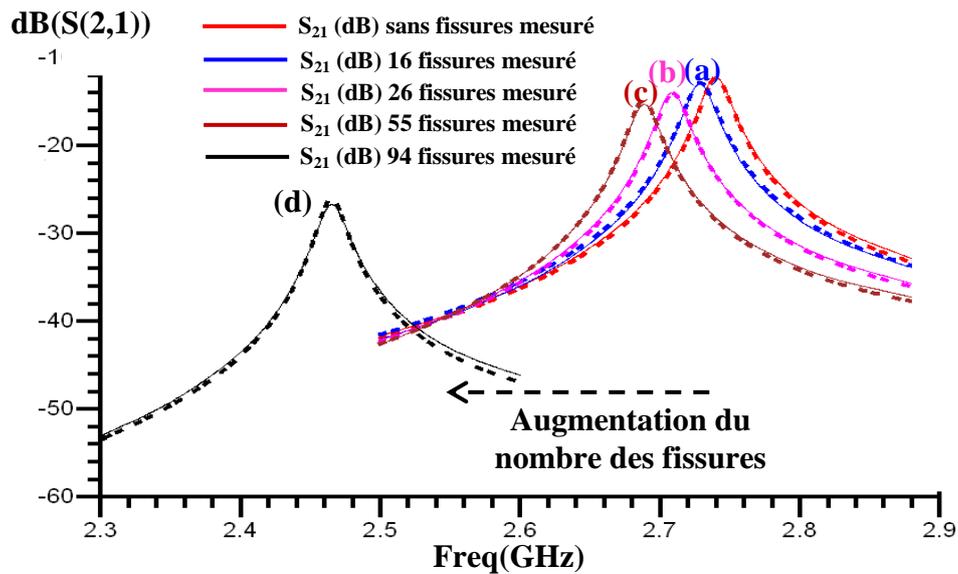


Figure IV-16: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) mesuré et simulé avec et sans fissures

Le Tableau I résume les résultats expérimentaux obtenus :

Nombre de fissures	$\Delta F(\text{MHz})$	$S_{21}(\text{dB})$	$Q_0$
0	0	-12,3	166
16	11	-12,4	160
26	31	-14,3	155
55	52	-14,5	145
94	275	-26	116

Tableau I: Variation du décalage fréquentiel, du coefficient de transmission  $S_{21}\text{dB}$  et du facteur de qualité à vide avec l'augmentation du nombre de fissures

Les résultats expérimentaux obtenus présentés dans la Figure IV-16 et le Tableau I montrent l'augmentation progressive du décalage fréquentiel, la baisse progressive du niveau de coefficient de transmission  $S_{21}\text{dB}$  et la dégradation du facteur de qualité à vide avec l'augmentation progressive du nombre des fissures dans la grille. Ces résultats sont tout à fait en accord avec ce que nous avons obtenu dans les études électromagnétiques sous HFSS, donc ce système fonctionne et nous pouvons prédire son comportement.

#### **VI.4. Conclusion**

Les résultats expérimentaux obtenus sur le résonateur réalisé valident les résultats obtenus par les simulations EM. L'apparition progressive de fissures sur la grille du résonateur métallisé entraîne, comme prévu, une augmentation progressive du décalage fréquentiel, une dégradation progressive du facteur de qualité à vide et une baisse progressive du niveau de  $S_{21}$ . Cependant, ce capteur souffre de certaines limitations :

1. Possibilité d'avoir des décalages fréquentiels vers les hautes fréquences ce qui perturbe l'analyse des résultats. Une structure géométrique de type rectangulaire ou circulaire créée par les fissures peut engendrer un effet d'iris sur la cavité SIW. A ce titre, on peut considérer cet iris comme un élément de couplage qui ramène l'impédance de rayonnement sur le résonateur RLC que constitue notre résonateur. On peut ainsi constater suivant le cas, un décalage vers les hautes fréquences de la

fréquence de résonance qui sera délicat si l'on recherche une variation continue négative de celle-ci.

2. Si la corrosion est homogène et crée des fissures dans la grille, toutes les lignes qui forment la grille vont se fissurer simultanément puisqu'elles sont de même largeur. Par conséquent, la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  passera directement à sa valeur finale sans se décaler progressivement, de même pour le facteur de qualité et le niveau de  $S_{21}$ , ce qui ne nous permet pas de suivre l'évolution de la corrosion du métal.
3. Niveau de coefficient de transmission du capteur  $S_{21}$  faible (-12,3 dB), pour que ce capteur soit interrogé par une antenne
4. Si la corrosion entraîne une diminution progressive de la conductivité, nous ne pouvons pas suivre l'évolution de la corrosion si la conductivité de métal devient inférieure à  $1S/\mu m$ , car comme montré dans le paragraphe **VI.1.2**, pour une conductivité de la grille  $< 0,5S/\mu m$ , nous perdons totalement le pic de résonance du model  $TE_{101}$ .
5. L'évolution de la corrosion du métal ne peut pas être suivie par le monitoring de la fréquence de résonance si la corrosion ne crée pas des fissures, ce qui peut limiter l'analyse des résultats.

Ces limitations nous conduisent à faire évoluer ce capteur pour qu'il puisse être utilisé comme capteur fiable pour suivre l'évolution de la corrosion d'un métal.

## **VII. ETUDE ÉLECTROMAGNÉTIQUE DU CAPTEUR DE CORROSION ÉVOLUÉ**

Après les études électromagnétiques et les mesures expérimentales réalisées précédemment, nous avons constaté que nous pouvons, à partir d'un résonateur diélectrique métallisé, réaliser un capteur capable de suivre l'évolution de la corrosion des métaux. La première génération du capteur présentée précédemment souffre de quelques limitations, ce qui nous a conduits à faire évoluer cette génération. Dans cette partie de ce chapitre nous présentons une étude électromagnétique d'une deuxième génération du capteur de corrosion évolué par rapport au capteur précédent. Les limitations de la première génération sont résolues dans cette deuxième génération de capteurs.

### **VII.1. Description générale de la structure**

La structure conçue est présentée dans la Figure IV-17. Elle est constituée d'un substrat d'Alumine 96% de surface 25mm\*25mm et d'épaisseur 1mm, d'une couche en cuivre de 3µm d'épaisseur protégée contre la corrosion par une couche de 200nm d'or qui entoure tout le substrat (zone jaune) sauf le centre où une couche de zinc de conductivité 16,7S/µm et d'épaisseur 3µm divisée en fils a été déposée (zone grise). Les fils de zinc peuvent être considérés comme étant la zone sensible de notre capteur. Le zinc est sélectionné pour sa large utilisation dans les industries de transport.

Pour ne pas avoir une pile électrochimique entre les fils de zinc sensibles à la corrosion et le cuivre protégé par l'or (deux métaux de natures différentes), et pour isoler chaque série de fils de zinc les uns des autres afin d'éviter la création de zones fermées (carré, rectangle, ...) entre les fissures qui peuvent se créer sur les fils de zinc, ce qui entraîne un décalage vers les hautes fréquences et perturbe ensuite l'analyse des résultats, une zone de zinc qui n'est pas sensible à la corrosion (zone verte) est déposée autour des fils (cette zone sera protégée une fois que le capteur est réalisé par une résine AZ4533).

Les excitations du résonateur sont de type coplanaire adapté 50Ω, compatible avec des connecteurs SMA. L'utilisation de ce type de connecteur est privilégiée due à sa comptabilité avec le système de câblage utilisé dans la mesure du capteur dans des enceintes spéciales comme celles utilisées dans des chambres de corrosion. Les deux motifs en forme de fente sur les deux extrémités du capteur sont optimisés pour régler la fréquence de résonance du mode TE<sub>101</sub> à 2,5 GHz. La Figure IV-17 présente en 3D cette structure.

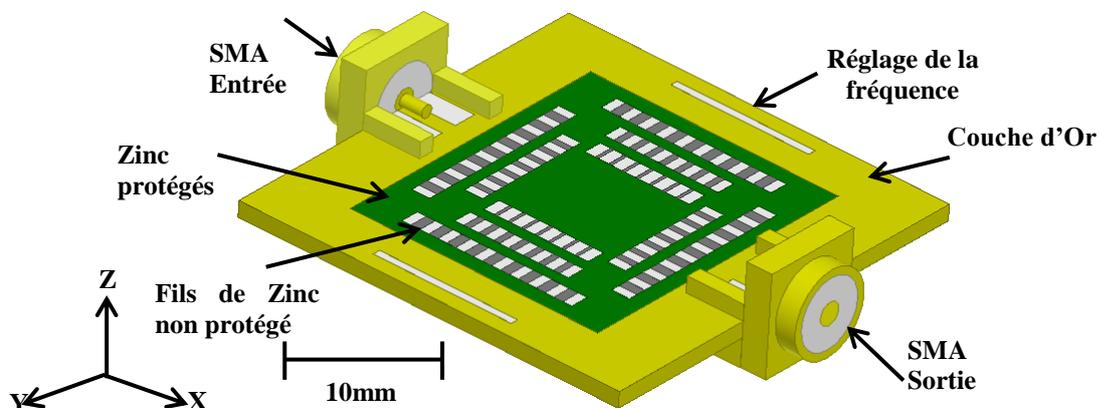


Figure IV-17: Capteur de corrosion intelligent, vue 3D

Les fils en zinc sont optimisés de sorte que le capteur soit capable de suivre l'évolution de la corrosion du zinc même si la corrosion est homogène (nous rappelons que dans la première génération du capteur, comme les fils qui constituent la grille sont de même largeur, si la corrosion est homogène et crée des fissures dans la grille, les fils vont se fissurer simultanément et la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  passera directement à la réponse finale du capteur sans se décaler progressivement, de même pour le facteur de qualité et le niveau de  $S_{21}$ , ce qui nous ne permet pas de suivre l'évolution de la corrosion du métal). Pour ce but nous avons conçu différentes largeurs de fils de zinc dans le capteur : 200 $\mu\text{m}$ , 400 $\mu\text{m}$  et 600 $\mu\text{m}$  comme le montre la Figure IV-17. Les fils de largeur 200 $\mu\text{m}$  seront supposés se fissurer au début par la corrosion et, avec l'évolution de la corrosion du zinc, les fils de largeur 400 $\mu\text{m}$  seront ensuite fissurés, et après une évolution plus avancée de la corrosion du zinc, les fils de largeur 600 $\mu\text{m}$  seront finalement fissurés. Donc à l'aide de ce système à base de fils progressivement fissurés nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du zinc.

Le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur est présenté dans la Figure IV-18. La fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  est de 2,5 GHz, le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est 200 et le niveau de  $S_{21}$  est de -2,5dB, ce niveau est suffisant pour que ce capteur puisse être interrogé à distance par une antenne.

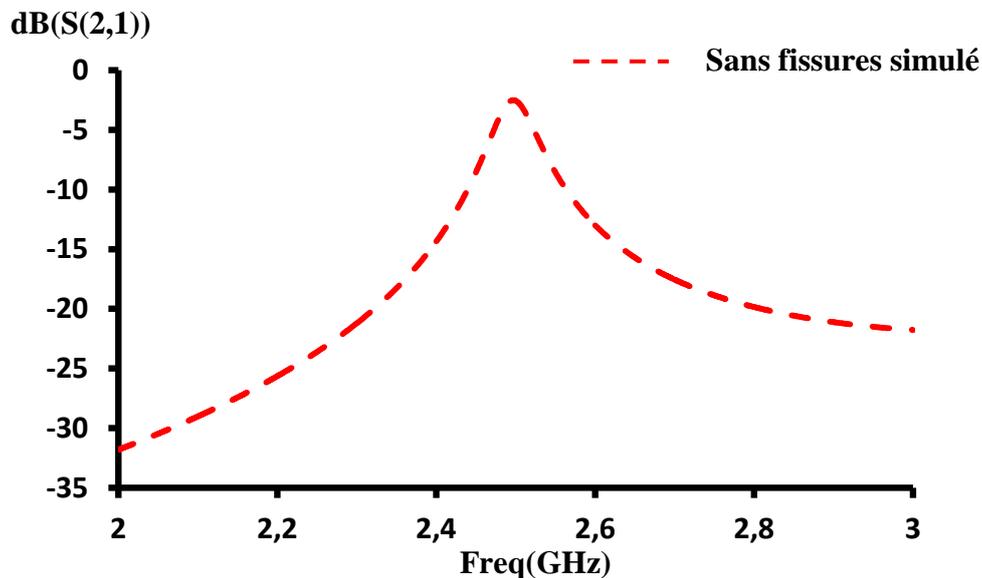


Figure IV-18: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) du capteur

Les lignes de champs électrique et magnétique du mode  $TE_{101}$  sont présentées dans la Figure IV-19.a, b. Comme déjà présenté dans le paragraphe IV.1, les lignes de champ H

(tangentes au plan XOY) sont les seules à être affectées par la présence des fissures sur la métallisation du résonateur. C'est pour cela que nous avons distribué les fils de zinc dans les endroits où nous avons un champ H fort, à savoir sur la périphérie de la zone sensible du résonateur.

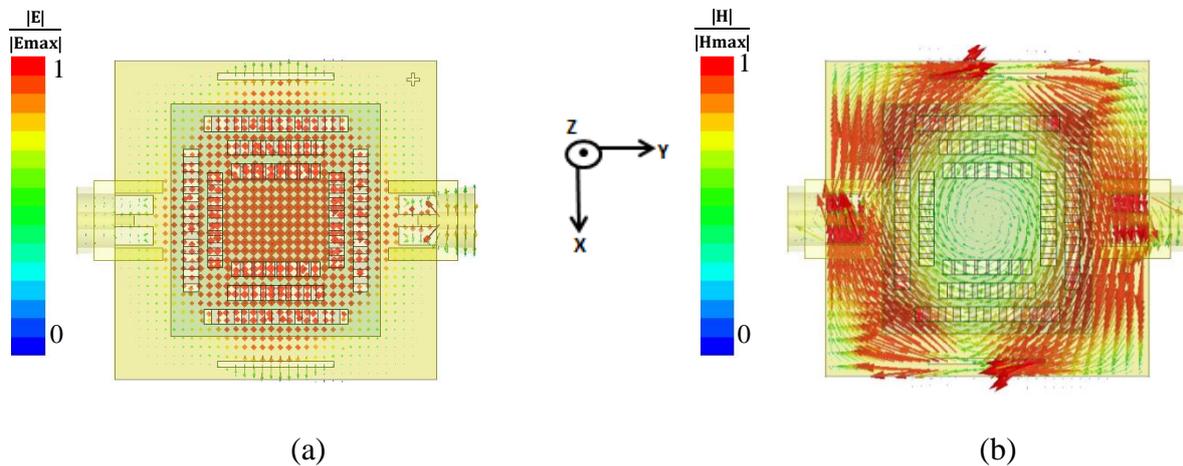


Figure IV-19: (a) Lignes de champ électrique du mode  $TE_{101}$ , (b) Lignes de champ magnétique du mode  $TE_{101}$

### VII.1.1. Effet des fissures sur la résonance

Une première étude a été réalisée sur la variation de la réponse électromagnétique du capteur en présence des fissures dans les fils en zinc. Nous partons sur l'hypothèse que la corrosion va couper les fils de  $200\mu\text{m}$  de largeur, ensuite ceux de  $400\mu\text{m}$  et finalement les fils de  $600\mu\text{m}$  de largeur comme le montre la Figure IV-20.a, b, c.

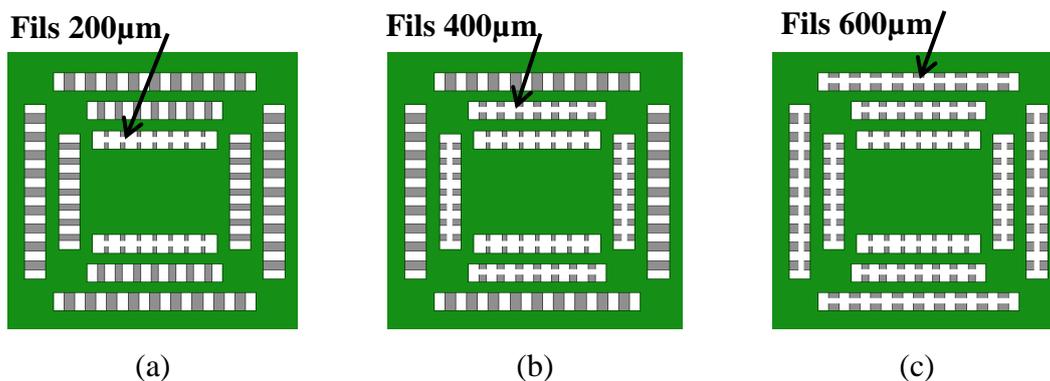


Figure IV-20: (a), (b), (c) Coupure des fils de  $200\mu\text{m}$ ,  $400\mu\text{m}$ ,  $600\mu\text{m}$  de largeur respectivement

La Figure IV-21 montre les coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur en absence et en présence de fissures dans les fils. Chaque courbe dans la Figure IV-21, présente un des quatre cas présentés dans la Figure IV-20.

La courbe en bleu (coupure des fils de 200 $\mu$ m) montre un décalage fréquentiel de 25MHz par rapport à la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  du capteur sans coupure et une dégradation de 5,5% du facteur de qualité à vide. Ce décalage fréquentiel et cette dégradation du facteur de qualité à vide sont dus à la coupure des fils de zinc de 200 $\mu$ m de largeur. La courbe en violet (coupure des fils de 400 $\mu$ m) montre un décalage fréquentiel de 176MHz par rapport à la fréquence de résonance du capteur sans coupure, une dégradation de 13% du facteur de qualité à vide et une baisse du niveau de  $S_{21}$  de -1,2 dB. La courbe en vert (tous les fils sont coupés) montre un décalage fréquentiel de 559MHz, une dégradation du facteur de qualité à vide de 24%, et une baisse du niveau de  $S_{21}$  de -7,7 dB.

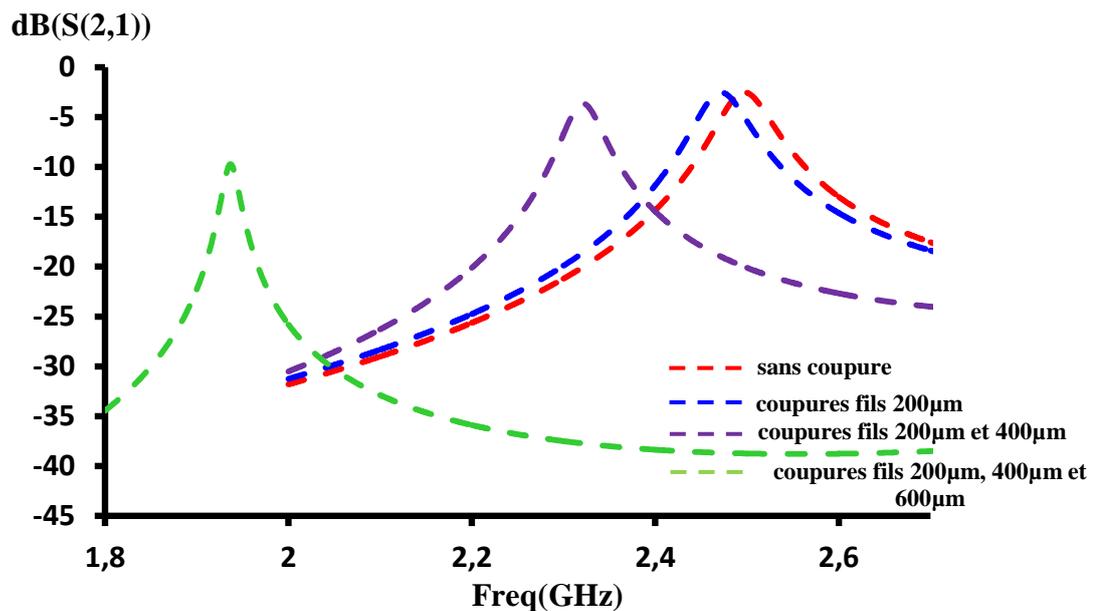


Figure IV-21: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) du capteur avec et sans coupure des pixels

D'après cette étude nous pouvons déduire que si la corrosion entraîne la coupure progressive de fils de zinc, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion de zinc par le monitoring de la fréquence de résonance, du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission.

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

Dans l'étude précédente nous avons étudié la variation du décalage fréquentiel en fonction de la coupure des fils de zinc, celle-ci a été réalisée en coupant les fils de même largeur en même temps. Cependant, les fils de même largeur seront certainement coupés aléatoirement et à des temps différents. Ainsi, une deuxième étude a été réalisée sur la variation du décalage fréquentiel en fonction du nombre de fils coupés.

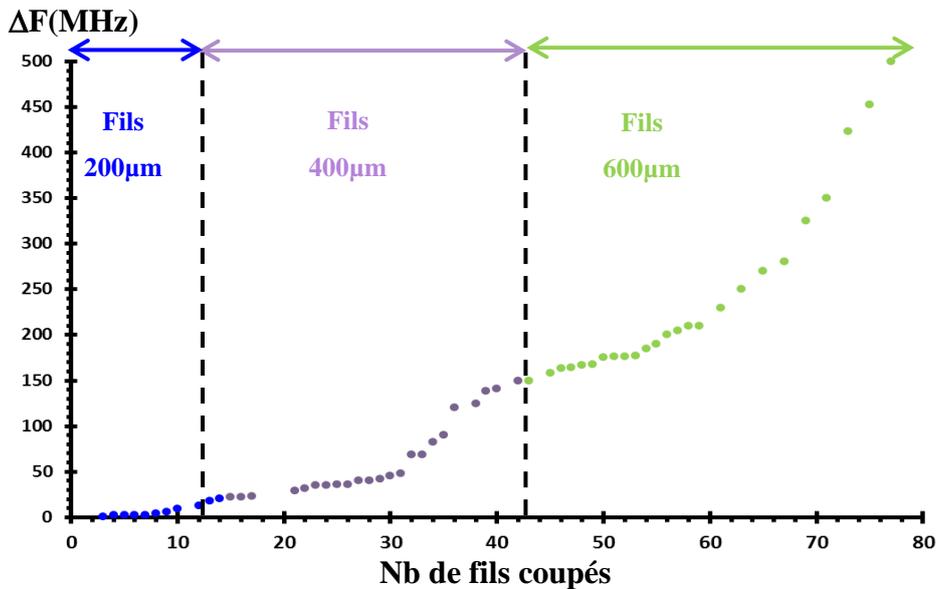


Figure IV-22: Variation du décalage fréquentiel en fonction du nombre de fils coupés

La courbe dans la Figure IV-22 montre la variation du décalage fréquentiel en fonction du nombre de fils coupés. Les fils sont découpés du plus fin au plus large, et les fils de même largeur sont découpés l'un après l'autre et d'une manière aléatoire. La courbe montre l'augmentation du décalage fréquentiel en fonction de l'augmentation du nombre de fils coupés et ceci même avec une distribution aléatoire des coupures sur chaque taille des fils.

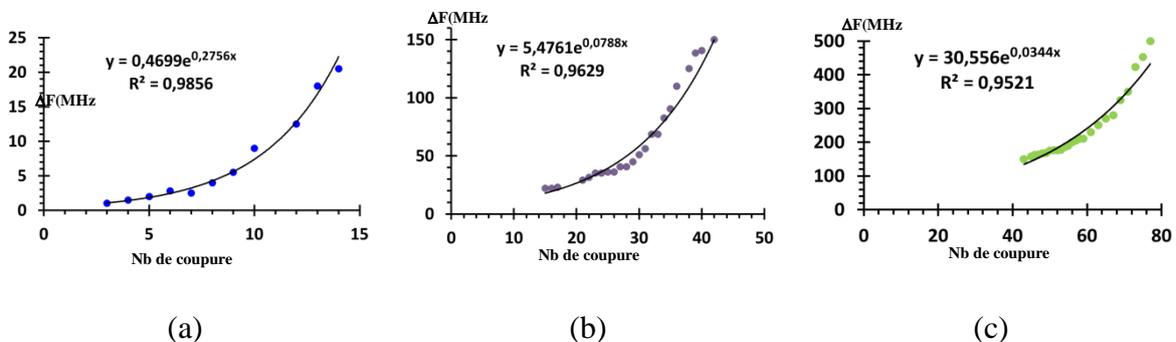


Figure IV-23: Variation du décalage fréquentiel en fonction du nombre de fils coupés

Si nous décomposons la courbe dans la Figure IV-22 en trois courbes (Figure IV-23.a, b, c) qui présentent la variation du décalage fréquentiel en fonction du nombre de fils de même épaisseur coupés aléatoirement, nous pouvons constater que le décalage fréquentiel est une fonction exponentielle du nombre de fils coupés.

### VII.1.1. Effet de la conductivité sur la résonance

Comme déjà démontré précédemment, pour le capteur de la première génération, la diminution progressive de la conductivité de la grille entraîne une baisse progressive du niveau de  $S_{21}$  et une dégradation progressive du facteur de qualité à vide du capteur. Et pour des valeurs de conductivité inférieures à  $0,5S/\mu m$ , nous avons une perte totale de la résonance du mode  $TE_{101}$ . Par contre, la diminution progressive de la conductivité de la grille n'a pas entraîné un décalage fréquentiel notable du mode  $TE_{101}$ , donc l'évolution de la corrosion du métal peut être suivie par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission.

Dans ce paragraphe nous avons réalisé les mêmes études du paragraphe VI.1.2 mais cette fois-ci en diminuant progressivement la conductivité des fils de zinc de  $16,7S/\mu m$  à  $0,005S/\mu m$  pour étudier la variation de la réponse du capteur.

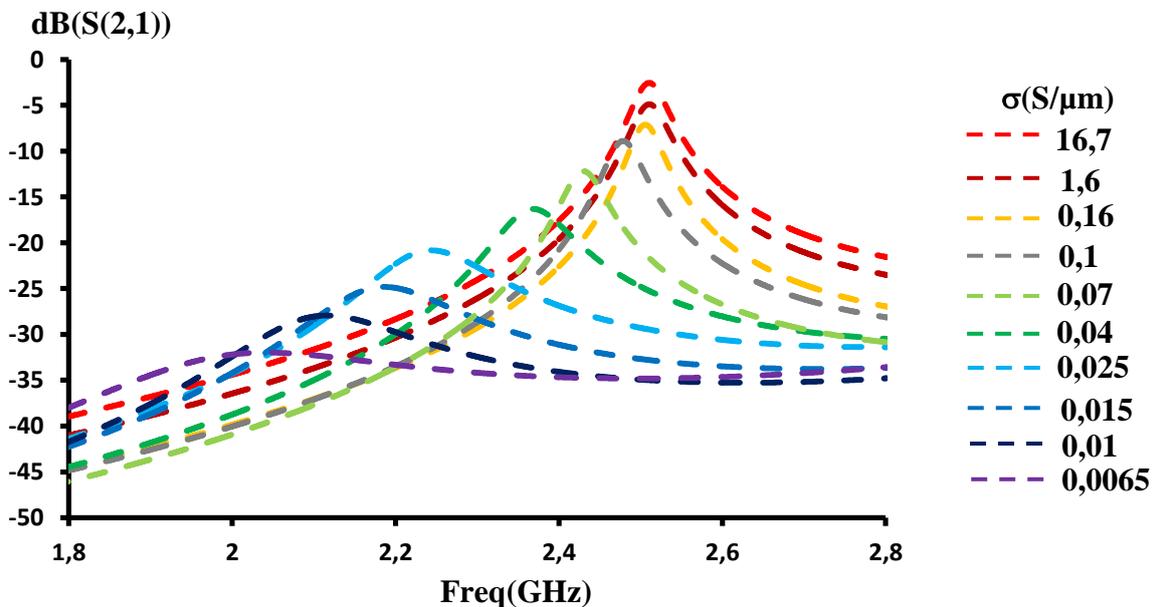


Figure IV-24: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) pour différentes valeurs de conductivité

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

La Figure IV-24 montre les coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB du résonateur pour des valeurs de la conductivité allant de  $16,7\text{S}/\mu\text{m}$  à  $0,0065\text{S}/\mu\text{m}$ . Le niveau de  $S_{21}$  et le facteur de qualité à vide du mode  $\text{TE}_{101}$  diminuent progressivement avec celle de la conductivité des fils de zinc, et pour une valeur de conductivité  $\sigma=0,0065\text{S}/\mu\text{m}$ , le facteur de qualité à vide du mode  $\text{TE}_{101}$  est  $Q_0 < 2$  et le niveau de  $S_{21}$  est  $-33\text{dB}$ . Pour des valeurs de conductivité inférieures à  $0,0065\text{S}/\mu\text{m}$ , nous avons une perte totale du pic de résonance. En ce qui concerne la fréquence de résonance du mode  $\text{TE}_{101}$ , cette fréquence commence à se décaler vers les basses fréquences d'une manière notable ( $\Delta F > 10\text{MHz}$ ) à partir d'une conductivité des fils  $\sigma=0,167\text{S}/\mu\text{m}$ . Cette fréquence continue à se décaler progressivement vers les basses fréquences, et pour une valeur de conductivité  $\sigma=0,0065\text{S}/\mu\text{m}$ , le décalage fréquentiel est de  $\Delta F=470\text{MHz}$ .

La baisse progressive du niveau de  $S_{21}$  et du facteur de qualité à vide et le décalage fréquentiel s'expliquent par l'augmentation de la résistivité des fils de zinc. Cet effet peut être modélisé par la création de résistances sur la surface du résonateur dans les endroits des fils. La valeur de ces résistances augmente avec la diminution de la conductivité, ce qui entraîne la baisse progressive du niveau de  $S_{21}$  et du facteur de qualité à vide et le décalage fréquentiel.

$\sigma$ (S/ $\mu\text{m}$ )	F(GHz)	$S_{21}$ dB	$Q_0$
16,7	2,5	-2,5	200
1,67	2,5	-5	150
0,167	2,488	-7	100
0,1	2,472	-9	80
0,07	2,43	-12	50
0,04	2,37	-16,3	30
0,025	2,25	-18,5	20
0,015	2,19	-24	15
0,01	2,1	-28	10
0,0065	2,03	-32	<2

Tableau II: Variation de la fréquence de résonance, du niveau de  $S_{21}$  et du facteur de qualité  $Q_0$  en fonction de la conductivité des fils de zinc

Le Tableau II résume pour chaque valeur de conductivité des fils de zinc simulée, la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$ , le niveau de  $S_{21}$  en dB et le facteur de qualité à vide.

Une comparaison de ces résultats avec ceux du capteur de la première génération montre que:

1. Pour une conductivité  $< 1S/\mu m$  nous avons une perte totale du pic de résonance du capteur de la première génération, par contre la perte totale de ce pic dans le capteur évolué de deuxième génération est pour une conductivité inférieure à  $0,0065S/\mu m$ , donc si la corrosion entraîne une diminution progressive de la conductivité de zinc, par le capteur évolué, nous pouvons suivre une évolution plus avancée de la corrosion de zinc par rapport au capteur de la première génération.
2. Si la corrosion entraîne une diminution progressive de la conductivité, le suivi de l'évolution de la corrosion par le capteur de la première génération est par le monitoring du facteur de qualité et du niveau de  $S_{21}$  seulement, ce qui peut limiter l'analyse des résultats. Par contre, par le capteur évolué de deuxième génération, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du zinc par le monitoring de la fréquence de résonance, du facteur de qualité et du niveau de  $S_{21}$ .

En conclusion, si la corrosion entraîne une diminution progressive de la conductivité des fils de zinc (jusqu'à une valeur de  $\sigma \sim 0,0065S/\mu m$ ), le capteur évolué nous permet de suivre l'évolution de la corrosion du zinc par le monitoring de la fréquence de résonance, du facteur de qualité et du niveau de  $S_{21}$ .

#### **VII.1.2. Effet de l'épaisseur de métallisation sur la résonance**

Une troisième étude a été réalisée pour analyser l'effet de la diminution de l'épaisseur de métallisation des fils de zinc sur le mode  $TE_{101}$ . Pour cette étude nous avons fait varier l'épaisseur des fils de  $3\mu m$  à  $0,5\mu m$ .

La Figure IV-25 montre la variation des coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB en fonction de l'épaisseur de métallisation. Pour une épaisseur de  $3\mu m$ , le niveau de  $S_{21}$  est de  $-2,3dB$ , ce dernier diminue légèrement de  $0,2 dB$  et de  $0,4dB$  pour des épaisseurs de métallisation de  $2\mu m$  et de  $1\mu m$  respectivement. Pour des épaisseurs de  $0,5\mu m$ , le niveau de  $S_{21}$  diminue de  $1dB$  par rapport au cas initial.

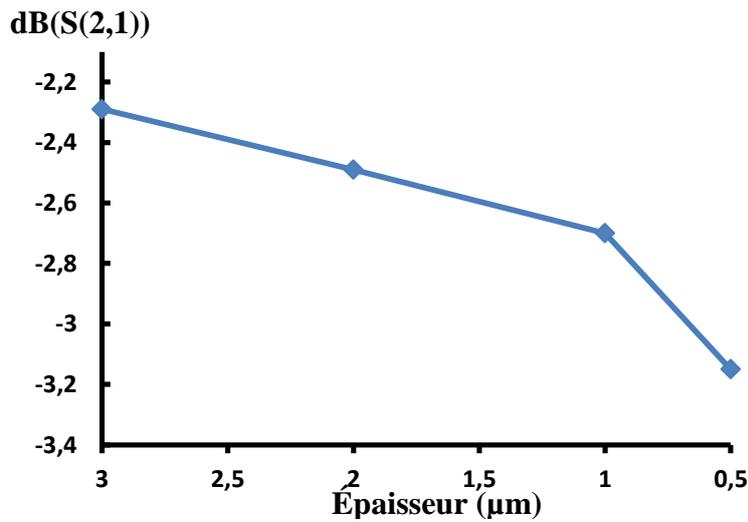


Figure IV-25: Variation du coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) en fonction de l'épaisseur de métallisation

La Figure IV-26 montre la variation du facteur de qualité à vide en fonction de l'épaisseur de métallisation. Pour une épaisseur de  $3\mu\text{m}$ , le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est de 200. Pour des épaisseurs des fils de zinc de  $2\mu\text{m}$  et de  $1\mu\text{m}$ , le facteur de qualité à vide diminue de 5% ( $Q_0=190$ ) et de 12,5% ( $Q_0=175$ ) respectivement par rapport au cas initial. Pour une épaisseur de  $1\mu\text{m}$ , le facteur de qualité à vide diminue de 20% ( $Q_0=160$ ) par rapport au cas initial.

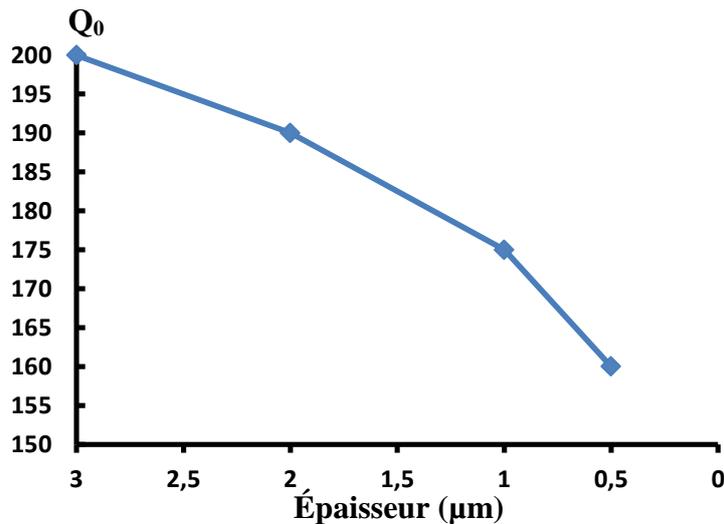


Figure IV-26: Variation du facteur de qualité en fonction de l'épaisseur de métallisation

La diminution de l'épaisseur de métallisation des fils de zinc entraîne une augmentation de la résistivité de ces fils, ce qui explique la baisse du niveau de  $S_{21}$  et la dégradation du facteur de qualité. Par contre, dû à la limitation de calcul numérique du logiciel HFSS, nous ne pouvons pas étudier des épaisseurs de métallisation inférieures à  $0,5\mu\text{m}$ .

En conclusion, la diminution progressive de l'épaisseur de métallisation du zinc de  $3\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$  entraîne une faible baisse du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  et une dégradation faible de facteur de qualité. Par contre, la diminution de l'épaisseur de métallisation des fils de zinc n'a pas entraîné un décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$ , et la limitation du calcul numérique ne nous permet pas d'étudier des épaisseurs de métallisation plus faible que  $0,5\mu\text{m}$ , donc si la corrosion entraîne une diminution progressive de l'épaisseur de métallisation de  $3\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$  de la grille, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion de métal par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission.

## **VII.2. Conclusion**

Les études réalisées sur le capteur évolué de deuxième génération montrent que la coupure progressive des fils de zinc entraîne un décalage fréquentiel progressif, une dégradation de facteur de qualité et une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  du résonateur. Donc si la corrosion crée des coupures progressives des fils de zinc, l'évolution de la corrosion de zinc peut être suivie par le monitoring de la fréquence de résonance, du facteur de qualité à vide et du coefficient de transmission.

La dégradation progressive de la conductivité de la grille (de  $16,7\text{S}/\mu\text{m}$  à  $0,0065\text{S}/\mu\text{m}$ ) entraîne une forte baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$ , une forte dégradation du facteur de qualité à vide, ainsi qu'un décalage fréquentiel vers les basses fréquences. Donc si la corrosion entraîne une dégradation progressive de la conductivité du métal, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du métal par le monitoring de la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$ , du facteur de qualité à vide et du coefficient de transmission jusqu'à une conductivité de grille  $\sigma=1\text{S}/\mu\text{m}$ , après cette valeur nous ne pouvons plus suivre l'évolution de la corrosion car nous perdons totalement le pic de résonance.

La perte progressive de l'épaisseur des fils de zinc (de  $3\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$ ) entraîne une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une dégradation du facteur de qualité variation du mode  $TE_{101}$ , mais ces variations restent faibles devant le fort impact de la coupure et la dégradation de la conductivité sur ce mode. Donc si la corrosion

entraîne une diminution progressive de l'épaisseur de métallisation des fils de zinc de  $3\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$  de la grille, nous pouvons suivre l'évolution de la corrosion du métal par le monitoring du facteur de qualité à vide et du niveau du coefficient de transmission.

En conclusion, les résultats théoriques obtenus de ce capteur montrent qu'à l'aide de notre système, quel que soit l'effet de la corrosion sur les fils de zinc, nous sommes capables de suivre l'évolution de la corrosion de zinc. Ces résultats sont satisfaisants pour l'application désirée, une mesure expérimentale en environnement s'avère ici essentielle pour vérifier ces résultats.

## **VIII. PARTIE EXPÉRIMENTALE**

Dans cette partie nous décrivons les différentes étapes de réalisation du capteur évolué présenté dans les parties précédentes et les différentes mesures expérimentales réalisées afin de valider les résultats théoriques obtenus.

### **VIII.1. Réalisation d'un capteur étalon par lithographie**

Un premier capteur recouvert de cuivre et protégé par une couche de  $200\text{nm}$  d'or pour la protection a été réalisé à XLIM pour plusieurs raisons :

1. Utiliser ce capteur normalement insensible à la corrosion comme étalon pour comparer son comportement une fois placé dans un milieu corrosif avec le capteur en zinc,
2. Tester le comportement de ce capteur en premier temps, à XLIM, une fois les fils coupés par le laser.

#### **VIII.1.1. La lithographie [10]**

La lithographie est une technique qui permet de créer des motifs dans une couche de circuit. La lithographie consiste en l'exposition à la lumière ultra-violette, à travers un masque, constitué d'une fine couche de résine photosensible étalée à la surface d'un wafer. C'est le masque qui, en servant d'écran aux rayons ultra-violet focalisés, va permettre de sélectionner les parties du substrat à insoler. La Figure IV-27 présente le comportement d'un masque vis à vis de la lumière.

La lumière traverse uniquement les zones transparentes et est stoppée par les zones opaques. Elle viendra donc insoler ponctuellement la résine photosensible. Ces zones opaques sont généralement obtenues avec des dépôts de chrome ou des sels d'argent, imperméables aux rayons ultra-violets émis par l'aligneur de masques.

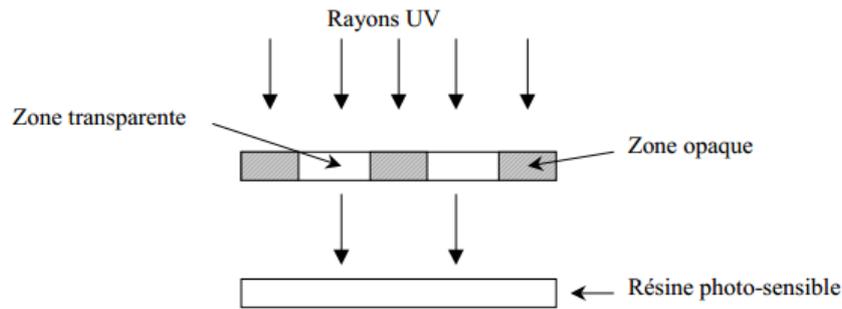


Figure IV-27: Filtrage spatial de la lumière par le masque

### VIII.1.2. Différentes étapes de réalisation

Un substrat d'Alumine 96% 25mm\*25mm d'épaisseur 1mm a été métallisé en cuivre par Electroless 3D. Ensuite, une couche de 200nm d'or est déposée sur la métallisation de cuivre par électrolyse pour la protection contre l'oxydation du cuivre. La Figure IV-28 montre le substrat après les bains d'Electroless cuivre et de l'électrolyse or.

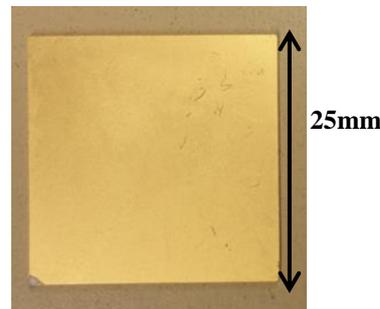


Figure IV-28: Substrat d'Alumine métallisé

Après les deux bains d'Electroless et l'électrolyse, un masque en chrome qui contient les motifs à graver a été réalisé au sein de notre laboratoire. Une couche de résine photosensible positive S1828 a été déposée par tournette sur les deux faces de la métallisation du substrat, de même une couche de résine a été déposée sur les quatre parois latérales du substrat. Après le dépôt de la couche de résine, une insolation par les rayons ultra-violet (UV) a été réalisée. Ces derniers permettant de briser les chaînes carbonées aux endroits exposés, permettant ainsi de dissoudre ces zones et de les éliminer dans un développeur. Après l'exposition, le substrat est plongé trente secondes dans une solution MICRODEV pour éliminer les zones exposées aux UV. Après le développement, le substrat à rincer par l'eau est

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

---

plongé une minute dans une solution Au-Etch à 45°C pour la gravure de la couche d'or et de la couche de cuivre. De même, le substrat est plongé six secondes dans une solution Cu-Etch à température ambiante pour enlever le résidu de cuivre sur le substrat d'Alumine.

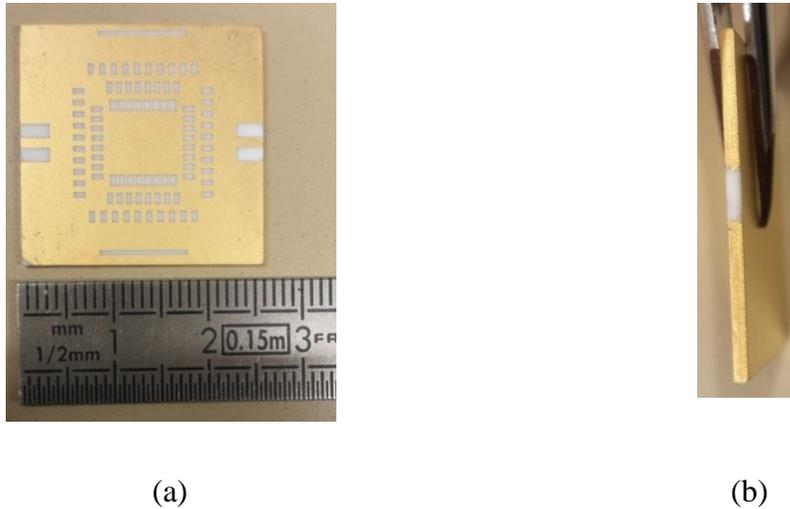


Figure IV-29: (a) Capteur étalon, (b) Démétallisation latérale des accès

Une démétallisation a été réalisée sur les parois au niveau des accès pour éviter les court-circuits. Après la gravure, le substrat est déposé de nouveau dans un bain d'électrolyse pour protéger les flancs des zones gravées mises à nues. La Figure IV-29.a,b montre le capteur étalon après réalisation et la démétallisation au niveau des accès.

### VIII.2. Mesure du capteur étalon



Figure IV-30: Mesure du capteur étalon par cellule Wiltron

La caractérisation hyperfréquence du capteur est réalisée par une cellule Wiltron connectée à un analyseur de réseau vectoriel Agilent 8510C comme le montre la Figure IV-30.

La Figure IV-31 montre le coefficient de transmission mesuré du capteur étalon et celui simulé.

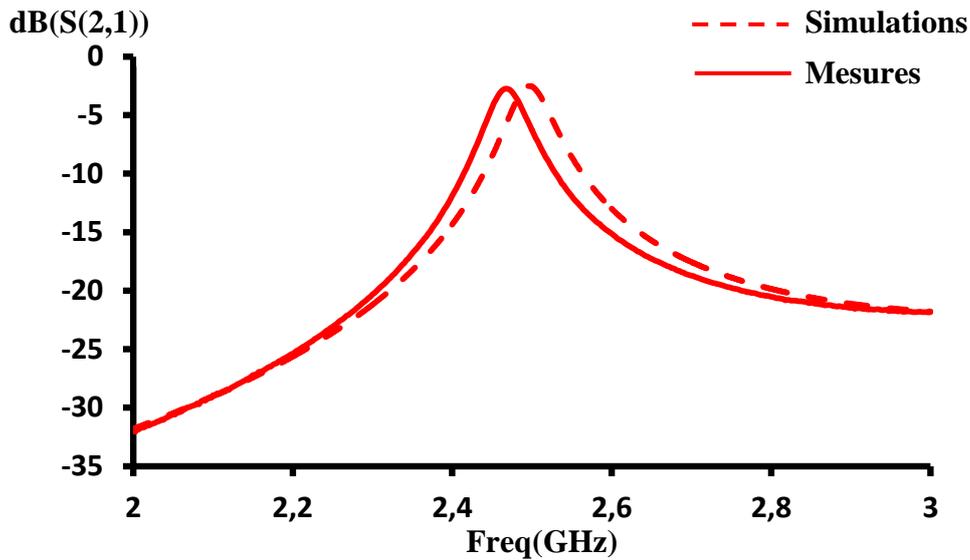


Figure IV-31: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) mesuré et simulé du capteur

La fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  est de 2,478 GHz, le niveau de  $S_{21}$  est de -2,5dB et le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est de 195.

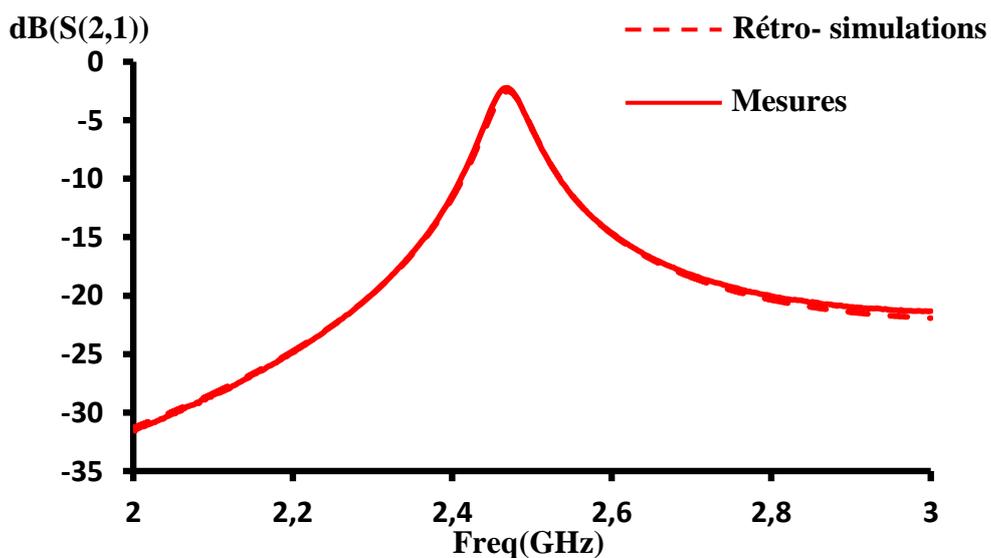


Figure IV-32: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) mesuré et retro simulé du capteur

Le petit décalage entre le coefficient de transmission mesuré et simulé (23MHz) est dû à la permittivité du substrat simulée ( $\epsilon_r = 9,2$ ). Ainsi, une retro simulation avec une permittivité 9,4 rectifie ce décalage comme le montre la Figure IV-32.

Comme présenté dans le paragraphe **IX.1**, l'étude du comportement de ce capteur est réalisée dans un premier temps à XLIM, les fils étant coupés par laser.

La courbe en bleu (fils 200 $\mu\text{m}$  coupés) dans la Figure IV-33 montre un décalage fréquentiel de 25MHz par rapport à la fréquence de résonance du mode  $\text{TE}_{101}$  du capteur sans fissures dans les fils, et une dégradation de 5,5% du facteur de qualité à vide. La courbe en violet (fils 200 $\mu\text{m}$  et 400 $\mu\text{m}$  coupés) montre un décalage fréquentiel de 176MHz par rapport à la fréquence de résonance du capteur sans fissures, une dégradation de 13% du facteur de qualité à vide et une baisse du niveau de  $S_{21}$  de -1,2 dB. La courbe en vert (tous les fils coupés) montre un décalage fréquentiel de 559MHz, une dégradation du facteur de qualité à vide de 24%, et une baisse du niveau de  $S_{21}$  de -7,7 dB.

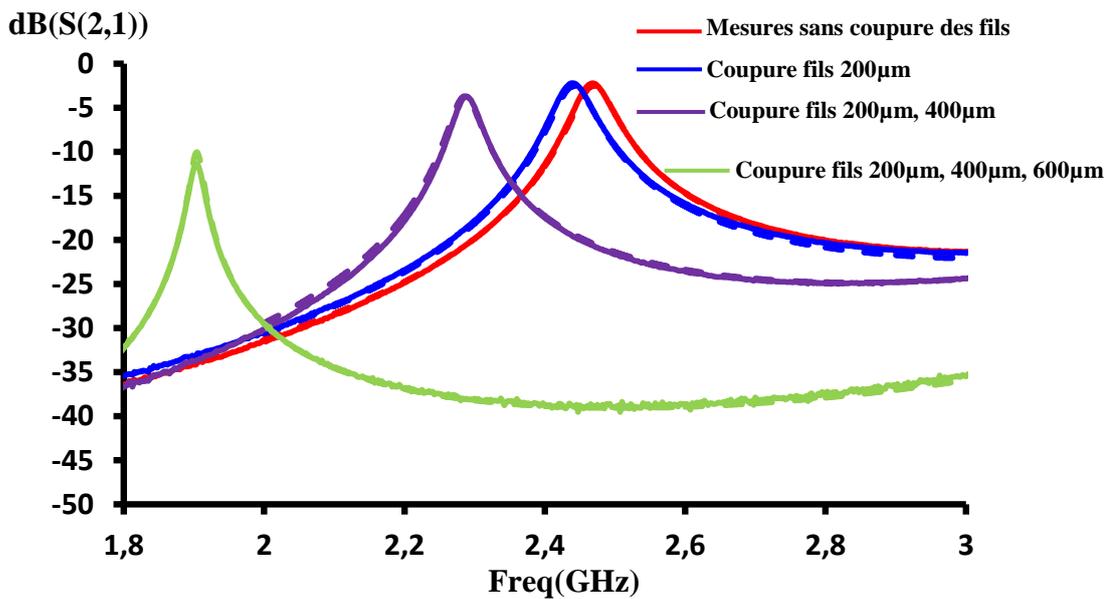


Figure IV-33: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) du capteur avec et sans coupure des fils

Ces résultats sont tout à fait en accord avec les simulations au niveau du décalage fréquentiel obtenu après la coupure des fils et au niveau de la dégradation du facteur de qualité et de la baisse du niveau de  $S_{21}$ .

### **VIII.3. Réalisation du capteur avec les fils en zinc**

Ce capteur est réalisé en collaboration entre XLIM, Telecom Bretagne et le laboratoire de magnétisme de Bretagne. La partie en cuivre protégée par 200nm d'or et la gravure des axes et des fentes sur les deux extrémités du capteur qui servent à régler la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  à 2,5 GHz sont réalisées à XLIM, tandis que la partie zinc du capteur est réalisée au laboratoire de magnétisme de Bretagne.

Les différentes étapes de réalisation à XLIM de la partie cuivre protégée par 200nm d'or et de la gravure des axes et des fentes de réglage sont identiques à celles du capteur étalon. Le centre du capteur n'est pas gravé, la gravure de cette partie et le dépôt de zinc sont ensuite réalisés à Brest. La Figure IV-34.a, b montre la partie du capteur réalisée à XLIM.

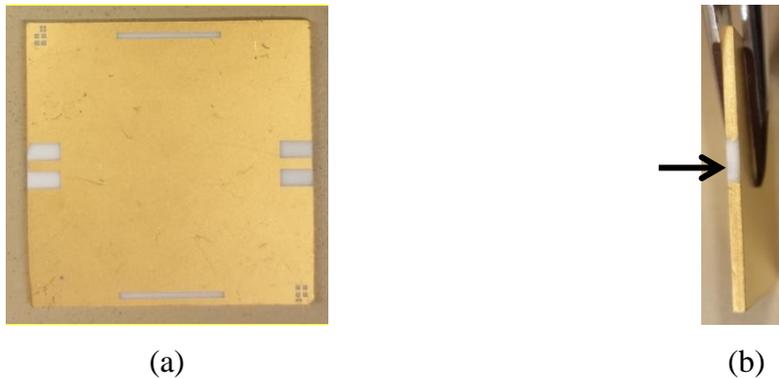


Figure IV-34: (a) Partie du capteur réalisée à XLIM (b) Démétallisation des accès

#### **VIII.3.1. Réalisation de la partie zinc**

Cette partie est réalisée comme mentionné précédemment au sein du laboratoire de magnétisme de Bretagne.



Figure IV-35: Capteur après la gravure du centre

La première étape de la réalisation est la gravure du centre du capteur par la lithographie. La Figure IV-35 montre le capteur après la gravure du centre.

Une fois que le centre du capteur est gravé, une couche de 3µm de zinc est déposée dans la zone gravée par une pulvérisation cathodique (PVD). Le principe de la pulvérisation cathodique est de créer un plasma entre 2 électrodes à partir d'un gaz neutre (Argon) sous vide. Le matériau à déposer se situe sur une des électrodes (cathode) et le substrat sur l'autre électrode (Anode). La cible sur laquelle se trouve le matériau à déposer est portée à un potentiel négatif et est bombardée par les ions positifs  $Ar^+$  du plasma. Les ions  $Ar^+$  arrachent des atomes de la surface du matériau qui vont se déposer sur le substrat qui se situe sur l'anode [11].

Après le dépôt du zinc par PVD, le capteur est ensuite rincé par l'Acétone pour enlever le zinc déposé sur la résine et garder le zinc déposé au centre du capteur comme le montre la Figure IV-36.

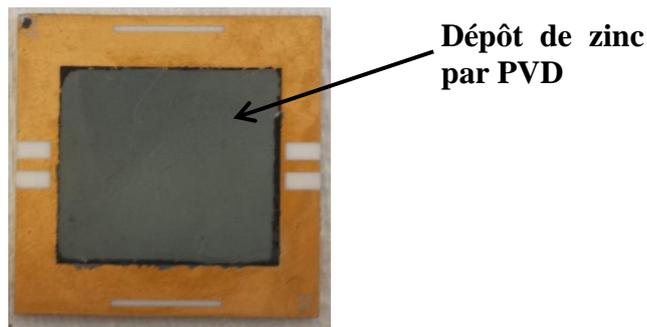


Figure IV-36: Capteur après dépôt de zinc par PVD

Les deux dernières étapes de la réalisation sont la gravure des fils de zinc et la protection des zones qui entourent ces fils par une résine AZ4533 (nous rappelons que nous protégeons ces zones pour ne pas avoir une pile électrochimique, et pour isoler chaque série de fils de zinc l'un des l'autres pour éviter la création de zones fermées). Ces deux étapes sont réalisées par la lithographie. La Figure IV-37 montre le capteur final après la gravure des fils de zinc, la protection des zones qui entourent ces fils et la soudure des connecteurs SMA.

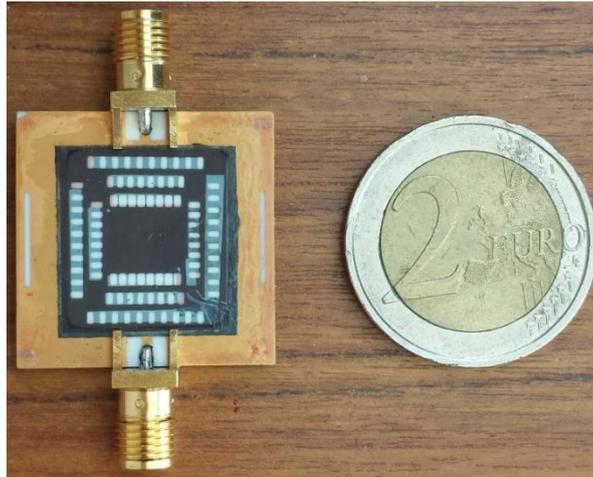


Figure IV-37: Capteur final réalisé

Après la réalisation du capteur, et en le comparant au modèle conçu, nous avons détecté une erreur au niveau du positionnement de fils de zinc comme le montre la Figure IV-38. Cela est dû à une rotation de 90° du masque qui sert à la gravure de ces fils pendant l'exposition à l'UV, provoquée elle-même par l'erreur de gravure du centre du capteur dont le motif n'est pas de section carrée (Figure IV-35).

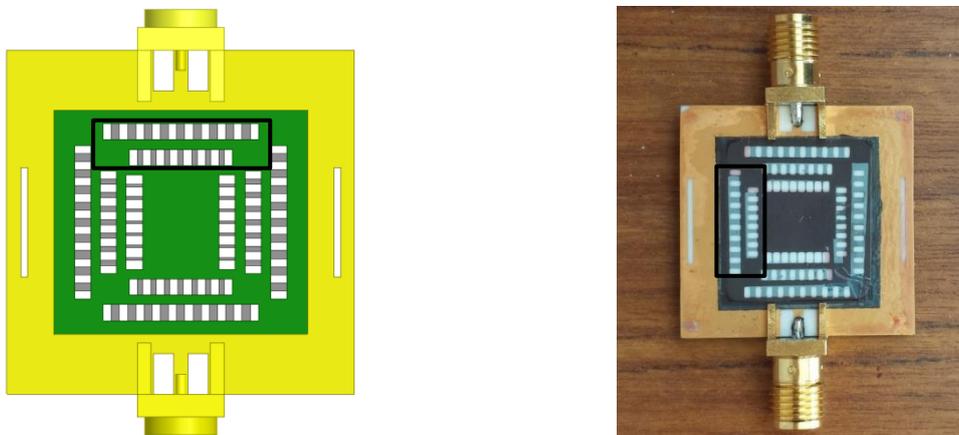


Figure IV-38: Comparaison des distributions des fils de zinc entre le capteur conçu et le capteur réalisé

#### **VIII.4. Mesure des réponses du capteur**

Dans ce paragraphe nous décrivons les différentes mesures expérimentales réalisées au sein du laboratoire de magnétisme de Bretagne.

Dans un premier temps nous avons mesuré le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur par un analyseur de réseau ZVL R&S (9KHz-13,6GHz). La Figure IV-39 montre le coefficient de transmission mesuré du capteur.

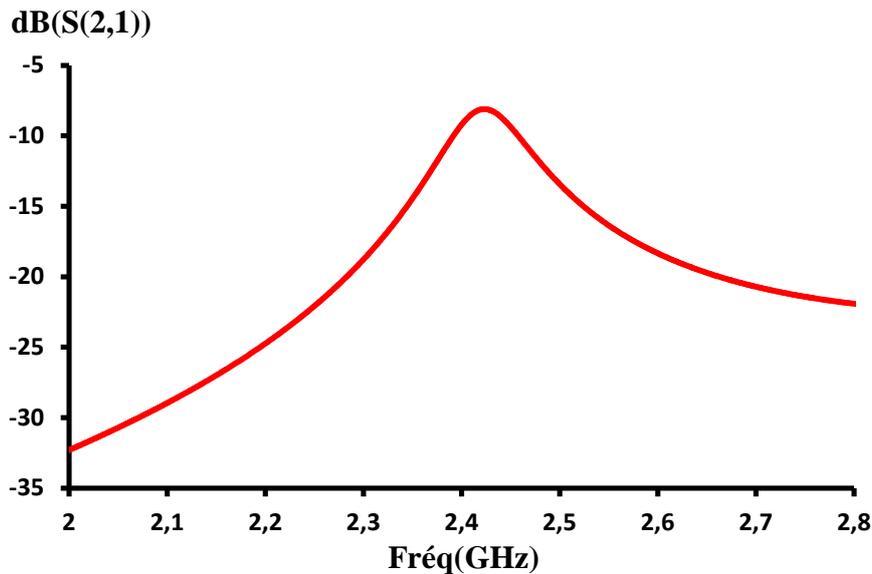


Figure IV-39: Coefficient de transmission  $S_{21}$  (dB) du capteur

La fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  est 2,422 GHz, le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est 50, et le niveau de  $S_{21}$  est -8dB. Par comparaison avec la réponse du capteur en simulation, nous avons un décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  de 78MHz, une perte de -5,5dB par rapport au niveau de  $S_{21}$  obtenu en simulation (-2,5dB), et une dégradation de 75% du facteur de qualité à vide.

Le décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  peut s'expliquer d'une part par la valeur de la permittivité utilisée en simulation  $\epsilon_r = 9,2$ , et comme présenté dans le paragraphe **IX.2**, cette permittivité doit être modifiée en simulation et remplacée par la valeur  $\epsilon_r = 9,4$ .

D'autre part, ce décalage s'explique par le mauvais positionnement des fils de zinc qui entraîne non seulement un décalage fréquentiel du mode de résonance, mais aussi une dégradation du facteur de qualité et une perte du niveau de  $S_{21}$ . Ceci est dû à la plus grande proximité du dépôt de zinc à plus faible conductivité, des excitations où le champ H est maximum ce qui provoque des pertes métallique plus importantes. Une autre source de pertes s'explique par la conductivité du zinc déposé. Une mesure de la conductivité à 10GHz par une

cavité résonante d'une couche de zinc déposée sur un substrat d'Alumine donne une valeur de conductivité  $\sigma=6S/\mu m$ , alors que celle utilisée en simulation est de  $16,7S/\mu m$ .

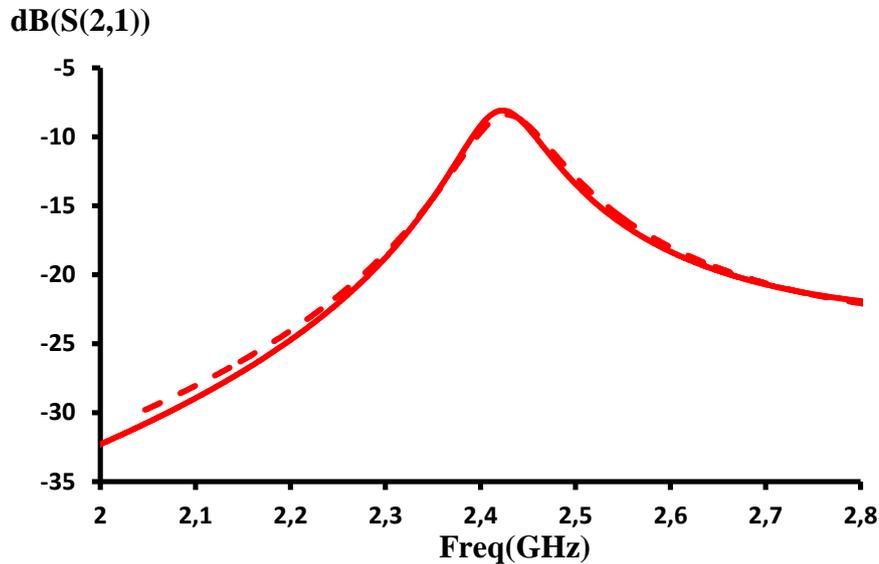


Figure IV-40: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) mesuré et retro-simulé du capteur

Une rétro-simulation avec les nouvelles valeurs de la conductivité, de la permittivité et avec le changement de position des fils de zinc rectifie le décalage fréquentiel, le niveau de  $S_{21}$  et le facteur de qualité du mode  $TE_{101}$ , comme le montre la Figure IV-40.

#### **VIII.4.1. Mesure du capteur dans un milieu corrosif**

L'utilisation des chambres pour essai au brouillard salin ou la vaporisation d'une solution salée ou l'utilisation de chambres d'essai d'humidité qui produisent une atmosphère propice à la corrosion qui attaque les dispositifs est le meilleur endroit pour tester nos capteurs.

Pour ce but nous avons préparé une enceinte qui contient une solution de sulfate de potassium  $K_2SO_4$ . Cette solution génère une humidité de référence dans l'enceinte de 97% [12].

Avant de déposer le capteur dans l'enceinte, et comme la corrosion du zinc dans un milieu humide est un processus long qui peut durer plusieurs mois, il est important de déposer une solution saline sur le zinc qui accélère la corrosion de ce dernier, ce qui nous permet d'observer le comportement du capteur en quelques heures au lieu d'attendre plusieurs mois. Pour ce but nous avons déposé une solution de méthanol qui contient du chlorure de sodium

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

(3,3g/l). Cette méthode de dépôt de sel a été déjà utilisée par E. Diler et al. [12], Prosek et al. [13].

Après le dépôt de la solution saline, le capteur est séché et fixé dans la partie supérieure de l'enceinte sans être en contact avec la solution de  $K_2SO_4$  comme le montre la Figure IV-41. Toutes les 15 minutes nous avons lancé, par l'ARV, une acquisition du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB.

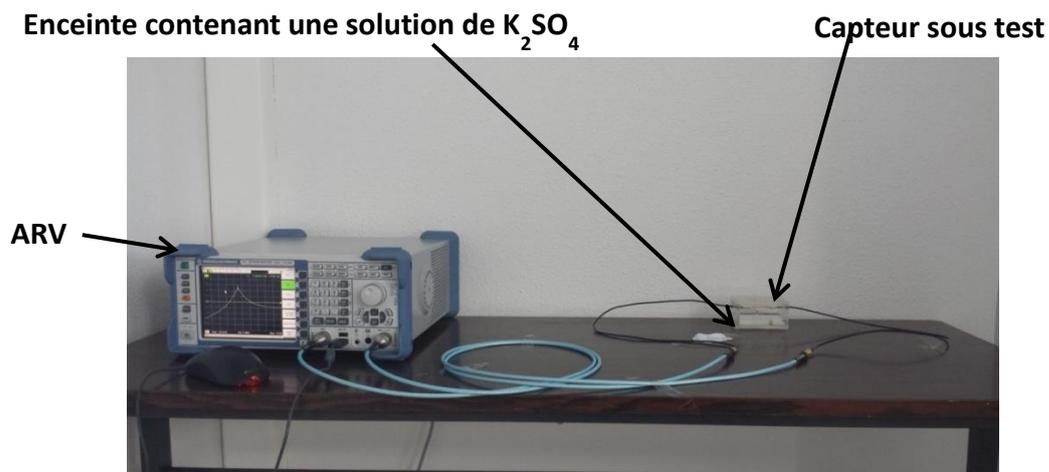


Figure IV-41: Banc de mesure

La Figure IV-42 : montre la variation du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur avec le temps.

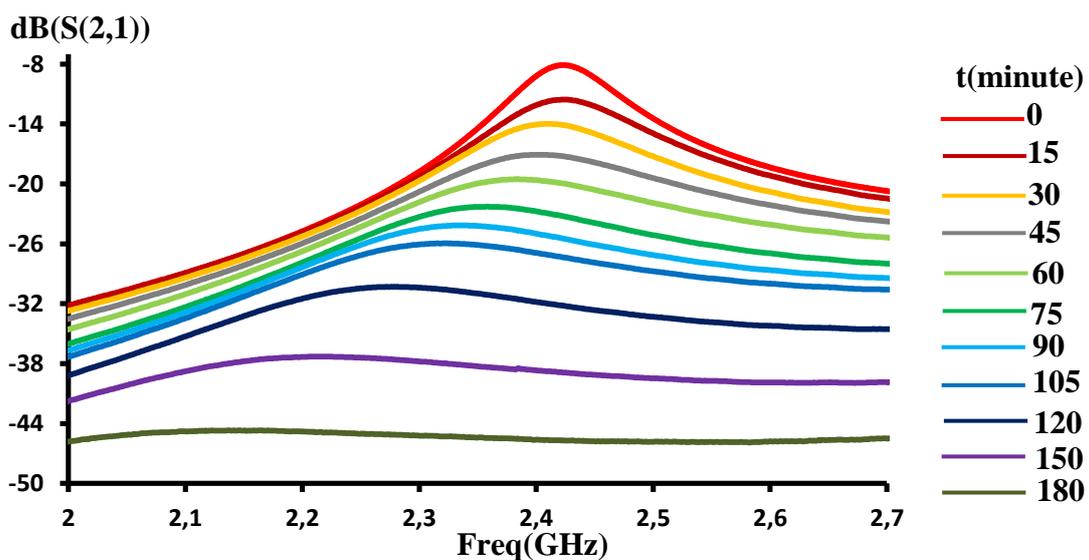
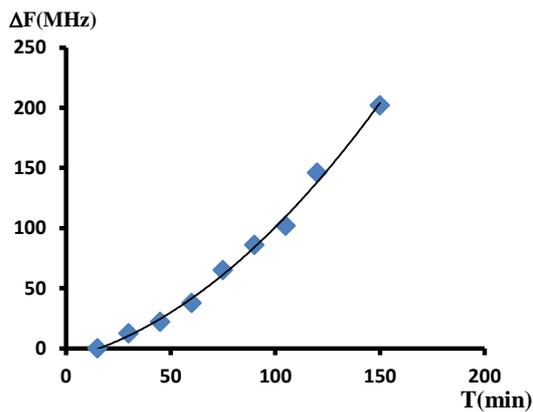


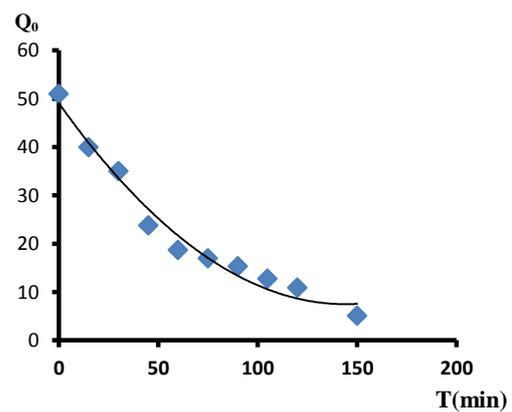
Figure IV-42: Variation du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB avec le temps

## CHAPITRE IV : CONCEPTION ET REALISATION D'UN CAPTEUR POUR LA CARACTERISATION DE LA CORROSION

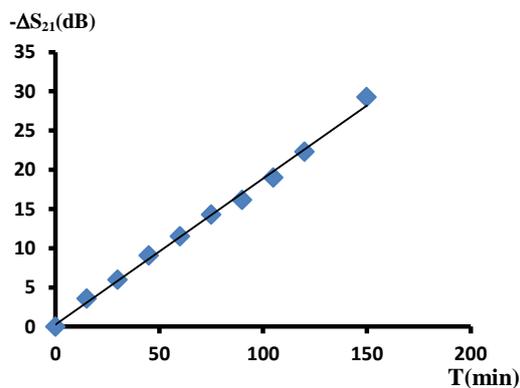
Le niveau de  $S_{21}$  et le facteur de qualité à vide du mode  $TE_{101}$  diminuent progressivement avec le temps. A  $t=0$ , le niveau de  $S_{21}=-8\text{dB}$  et  $Q_0=50$ , le niveau de  $S_{21}$  et le facteur de qualité diminuent progressivement avec le temps, et après  $t=150\text{min}$ , le niveau de  $S_{21}$  diminue de  $-29\text{dB}$  ( $S_{21}=-37,2\text{dB}$ ) et le facteur de qualité se dégrade de  $92\%$  ( $Q_0=4$ ). Après  $t=180\text{min}$  nous perdons totalement le pic de résonance du mode  $TE_{101}$ . En ce qui concerne la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$ , celle-ci reste stable dans les 15 premières minutes ( $F=2,422\text{GHz}$ ), et après 30min la fréquence de résonance commence à se décaler vers les basses fréquences d'une manière notable ( $\Delta F=13\text{MHz}$ ). Cette fréquence continue à se décaler progressivement vers les basses fréquences avec le temps et à  $t=150\text{min}$ , elle se décale de  $200\text{MHz}$  ( $F=2,22\text{GHz}$ ). Après 180min nous perdons totalement le pic de résonance de ce mode.



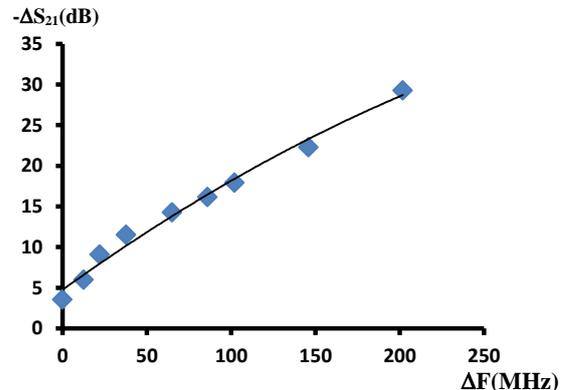
(a)



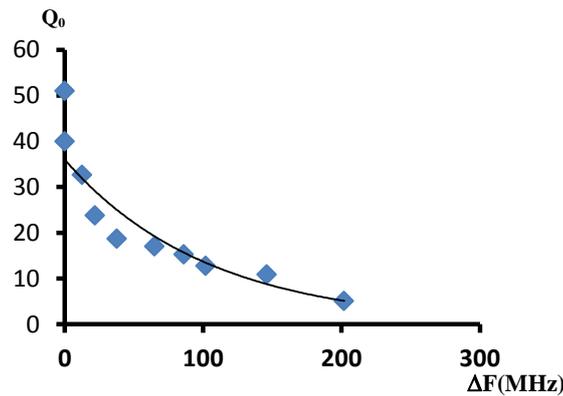
(c)



(b)



(d)



(e)

Figure IV-43: (a), (b), (c), (d), (e) Variation de la réponse du capteur en fonction du temps

Les Figure IV-43.a, b, c, d, e résument respectivement la variation du décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  par rapport à la fréquence initiale en fonction du temps, la variation du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du mode  $TE_{101}$  par rapport au niveau de  $S_{21}$  initial en fonction du temps, la variation du facteur de qualité du mode  $TE_{101}$  en fonction du temps, la variation du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  en fonction du décalage fréquentiel de ce mode et la variation du facteur de qualité du mode  $TE_{101}$  en fonction du décalage fréquentiel de ce mode.

La réponse du capteur est tout à fait en accord avec nos attentes. Nous avons un décalage progressif de la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  (de 2,422GHz à 2,22GHz), une baisse du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  (de -8dB à -37dB) et une dégradation du facteur de qualité à vide  $Q_0$  (de 50 à 4). Ces variations sont dues à l'évolution de la corrosion des fils de zinc avec le temps.

#### VIII.4.2. Etude par imagerie microscopique

Pour comprendre l'effet de la corrosion sur les fils de zinc, nous avons réalisé une étude microscopique par SEM (Secondary Electron Microscope) et par EDX (Energy Dispersive X-ray) sur les fils avant et après la corrosion.

La Figure IV-44 montre une image d'un fil de zinc de largeur 200 $\mu$ m avant la corrosion.

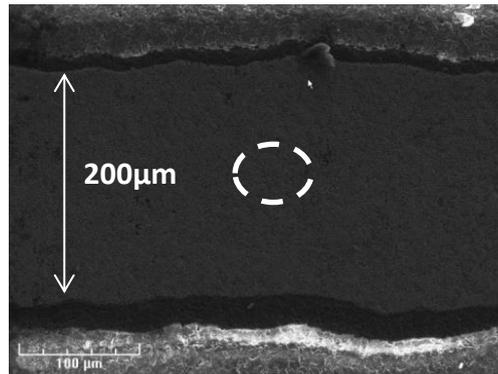


Figure IV-44: Image d'un fil de zinc de 200µm de largeur obtenue par SEM

Le cercle blanc dans la Figure IV-44 montre la zone balayée par SEM et EDX pour déterminer les composants chimiques qui constituent ce fil de zinc.

Les composants chimiques et leurs quantités atomiques (%) sont présentés dans le spectre et le tableau de la Figure IV-45.

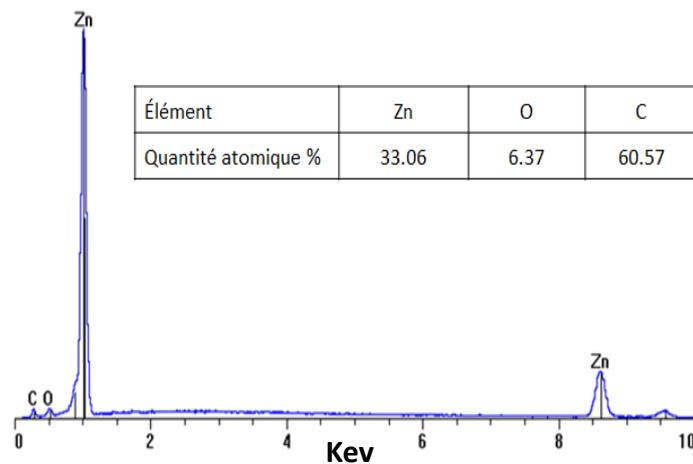


Figure IV-45: Spectre des composants chimiques du zinc non corrodé

Comme le montre le spectre, la zone balayée du zinc non corrodé est constituée des éléments : zinc, carbone et oxygène. Les quantités atomiques respectives de ces éléments sont 33,06%, 60,57% et 6,37%.

La même étude a été réalisée pour cette zone mais après la corrosion du fils de zinc (après t=180mins). La Figure IV-46 montre une image obtenue par microscopie SEM de cette zone.

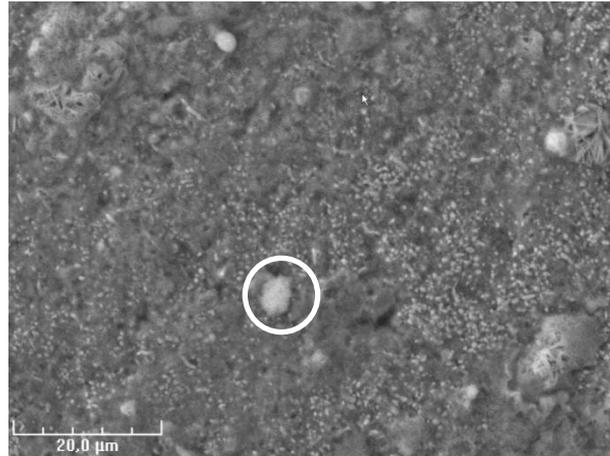


Figure IV-46: Image obtenue par SEM après la corrosion du zinc (t=180mins)

Les composants chimiques qui constituent cette zone et leurs quantités atomiques (%) sont présentés dans le spectre et le tableau de la Figure IV-47.

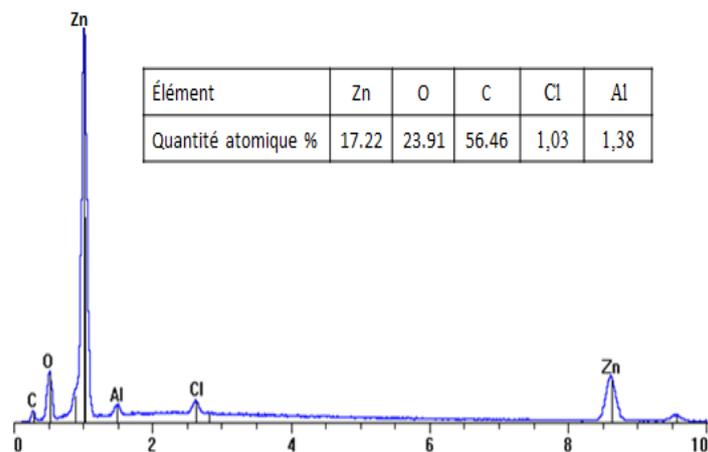


Figure IV-47: Spectre des composants chimiques du zinc corrodé (t=180mins)

Comme le montre le spectre, la zone balayée du zinc corrodé est constituée des éléments: zinc, carbone, oxygène, chlore et d'Aluminium. Les quantités atomiques respectives de ces éléments sont 17,2%, 56,46%, 23,91%, 1,03% et 1,38%. Par comparaison avec les éléments qui constituent cette zone avant la corrosion, nous avons une faible apparition de l'Aluminium et du chlore, une forte diminution de la quantité atomique de zinc (de 33,06% à 17,22%), une très forte augmentation de la quantité atomique d'oxygène (de

6,07% à 23,91%) et une légère diminution de la quantité atomique du carbone (de 60,57% à 56,46%).

Les résultats obtenus par la microscopie montrent que la corrosion des fils de zinc fait apparaître des produits de corrosion dans ces fils, mais elle n'a pas créé des fissures dans les fils capable de les couper. Cependant, nous avons détecté des trous dans certains endroits dans les fils de zinc où une partie du substrat d'Alumine apparaît, comme le montre le cercle blanc dans la Figure IV-46 (ce explique la présence d'Aluminium dans le spectre (Figure IV-47)).

D'après ces résultats, nous pouvons expliquer le décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  du capteur, la dégradation du facteur de qualité de ce mode et la baisse du niveau du coefficient de transmission par la présence progressive des produits de corrosion (augmentation de la quantité atomique de l'oxygène et la diminution de quantité atomique de zinc), ce qui entraîne l'augmentation progressive de la résistivité globale de chacun de ces fils et par suite la diminution progressive de leurs conductivité globale. Cette explication peut être validée en retournant aux résultats de simulation dans le paragraphe **VIII.1.2** qui montrent qu'en diminuant progressivement la conductivité des fils de zinc de  $16,7S/\mu m$  à  $0,0065S/\mu m$ , le comportement du capteur simulé est identique au comportement du capteur dans les mesures.

Notons que nous pouvons aussi expliquer les résultats obtenus en mesure (décalage  $TE_{101}$ , dégradation  $Q_0$ , baisse du niveau  $S_{21}$ ) d'une autre manière : la corrosion entraîne une baisse progressive de l'épaisseur des fils de zinc et les épaisseurs perdues sont remplacées par des produits de corrosion. Cette baisse progressive de l'épaisseur des fils entraîne aussi une augmentation progressive de la résistivité de ces fils et par suite une diminution progressive de leur conductivité. Par contre, comme déjà présenté dans la simulation dans le paragraphe **VIII.1.3**, dû à la limitation du calcul numérique, nous ne pouvons pas en simulation diminuer l'épaisseur des fils en dessous de  $0,5\mu m$  pour valider cette approche. Mais comme la diminution de l'épaisseur d'une métallisation entraîne une diminution de sa conductivité équivalente, la modélisation numérique de la baisse progressive de l'épaisseur peut être remplacée par une diminution progressive de la conductivité, ce qui nous ramène au résultat de simulation dans le paragraphe **VIII.1.2**.

#### **VIII.4.1. Extraction de la conductivité par retro-simulation**

Une retro-simulation a été réalisée pour déterminer les variations des valeurs globales de la conductivité des fils de zinc avec l'évolution de la corrosion. La Figure IV-48 montre les coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB mesurés et rétro-simulés.

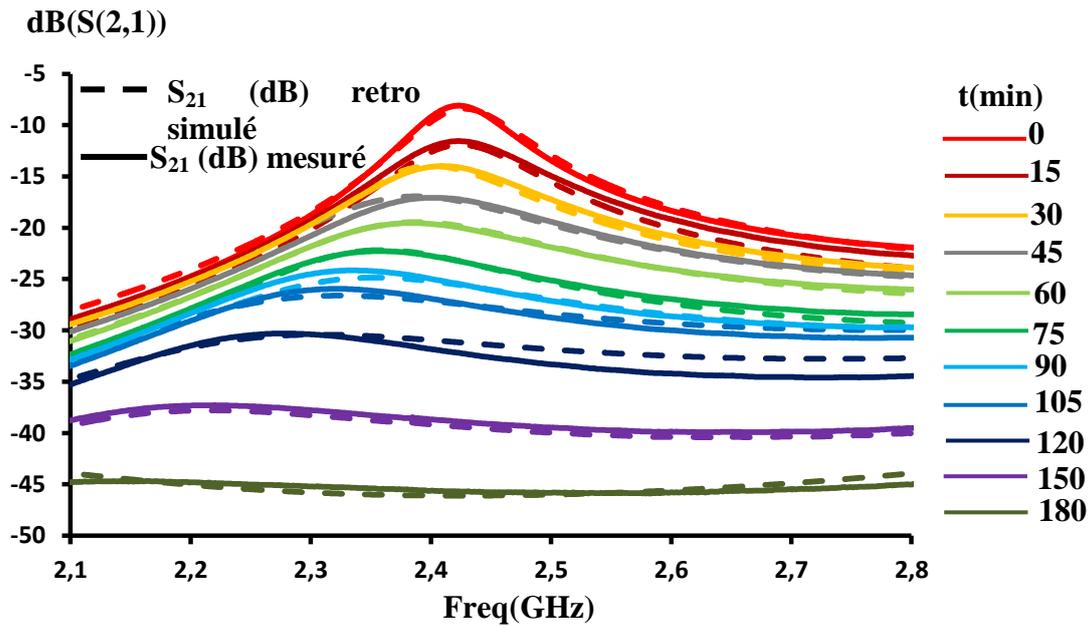


Figure IV-48: Coefficient de transmission  $S_{21}(\text{dB})$  mesuré et retro-simulé du capteur

Le Tableau III montre les valeurs de la conductivité déterminées par rétro-simulation.

$\Delta T(\text{min})$	$\sigma(\text{S}/\mu\text{m})$
0	6
15	1
30	0,12
45	0,07
60	0,05
75	0,04
90	0,035
105	0,03
120	0,025
150	0,015

Tableau III: Valeurs de la conductivité déterminées par rétro-simulation

**VIII.4.2. Étude du capteur étalon**

Comme déjà présenté dans le paragraphe **IX.1**, nous avons réalisé des capteurs recouverts de cuivre et protégés par une couche de 200nm d'or. Ces capteurs sont utilisés comme des étalons ou des références dans le but de comparer le comportement des capteurs en zinc avec la réponse de ces capteurs une fois placés dans un milieu corrosif. La Figure IV-49 montre le capteur étalon après la soudure des connecteurs.

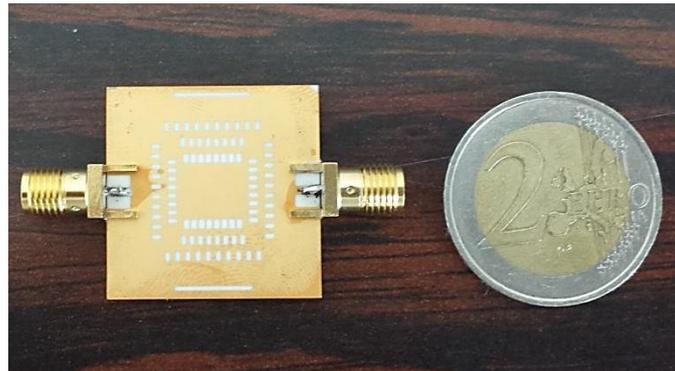


Figure IV-49: Capteur étalon

Après le dépôt de la solution de méthanol qui contient le chlorure de sodium (3.3g/l) sur le capteur, ce dernier est séché et déposé dans l'enceinte qui contient la solution de sulfate de potassium  $K_2SO_4$  pendant 5 heures.

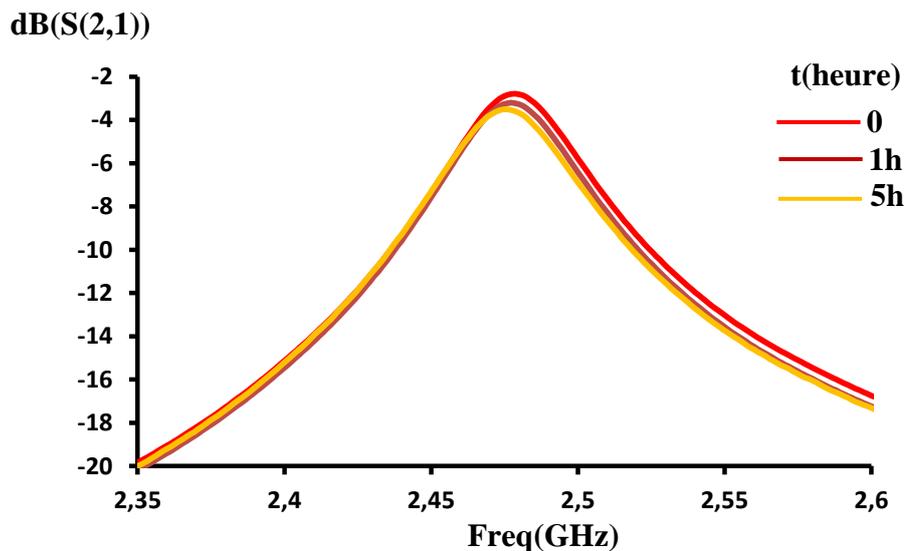


Figure IV-50: Variation du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB avec le temps du étalon

La Figure IV-50 montre la variation des coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur avec le temps.

Le niveau de  $S_{21}$  du mode  $TE_{101}$  diminue de 0,5dB (de -2,7dB (t=0) à -3,2dB (t=5h)) durant les 5 heures et la fréquence de résonance se décale de 2,2MHz (de 2,478GHz (t=0) à 2,4758GHz (t=5h)). Par comparaison avec le capteur en zinc où nous avons perdu le pic de résonance du mode  $TE_{101}$  de ce capteur après 3 heures, par contre, le capteur étalon n'a quasiment pas changé sa réponse pendant 5 heures, et ce petit décalage en fréquence et au niveau de  $S_{21}$  peut provenir de la corrosion d'une petite zone de cuivre mal protégée par l'or.

En conclusion, les résultats obtenus du capteur recouvert de cuivre et protégé par une couche de 200nm d'or nous montrent, d'une part, que le changement de la réponse du capteur de zinc (fréquence, coefficient de transmission, facteur de qualité) est dû uniquement à la corrosion des fils de zinc, et d'autre part, ces résultats montrent que ce capteur peut être utilisé comme une référence pour comparer le comportement des capteurs en zinc avec sa réponse.

#### VIII.4.3. Étude d'un capteur en zinc sans l'utilisation de chlorure de sodium

Les mêmes mesures expérimentales du capteur avec les fils de zinc étudiées précédemment ont été réalisées pour un deuxième capteur identique, mais cette fois-ci nous n'avons pas utilisé la solution méthanol qui contient du chlorure de sodium, pour ne pas accélérer la corrosion du zinc. Cette étude nous permet d'observer le comportement du capteur dans la nature (humidité seule) sans accélérateur artificiel de la corrosion.

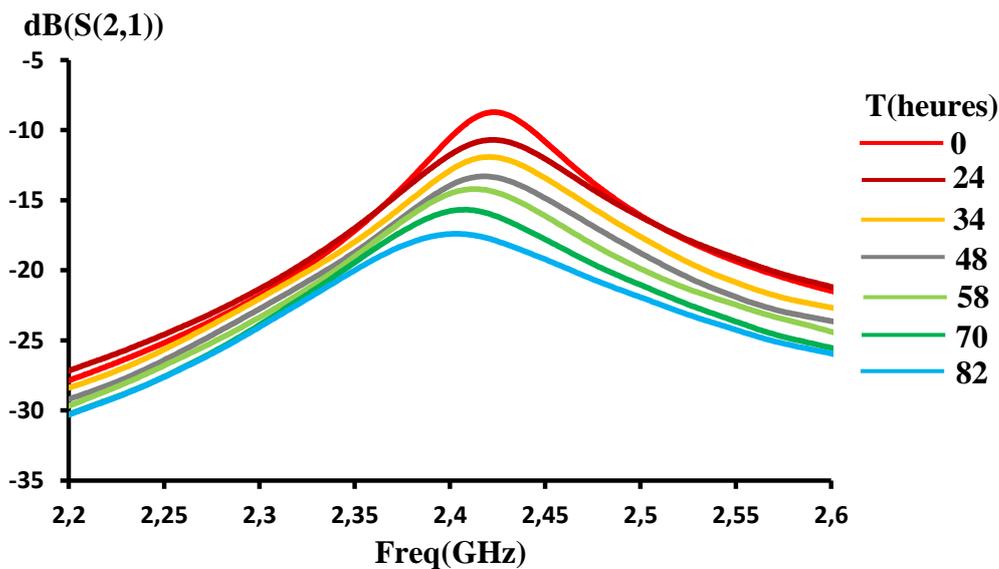


Figure IV-51: Variation du coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB avec le temps

Le capteur est déposé dans l'enceinte qui contient la solution de sulfate de potassium  $K_2SO_4$ , qui génère une humidité de référence dans l'enceinte de 97%. Les mesures ont été réalisées durant 5 jours. La Figure IV-51 montre la variation des coefficients de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur avec le temps.

Comme observé précédemment sur le capteur mesuré avec le chlore, le niveau de  $S_{21}$  et le facteur de qualité à vide du mode  $TE_{101}$  du capteur sans chlore diminuent progressivement avec le temps mais cette fois-ci beaucoup plus lentement. À  $t=0$ , le niveau de  $S_{21}=-8,7\text{dB}$  et  $Q_0=50$ . Ce niveau de  $S_{21}$  et le facteur de qualité diminuent progressivement avec le temps, et après  $t=81\text{h}$ , le niveau de  $S_{21}$  diminue de  $-8,68\text{dB}$  ( $S_{21}=-17,4\text{dB}$ ) et le facteur de qualité se dégrade de 50% ( $Q_0=23$ ). En ce qui concerne la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$ , celle-ci reste stable dans les premières 24 heures ( $F=2,423\text{GHz}$ ), et après 48 heures, elle commence à se décaler vers les basses fréquences d'une manière nette ( $\Delta F=5,5\text{MHz}$ ). Cette fréquence continue à se décaler progressivement vers les basses fréquences avec le temps, et à  $t=82\text{h}$ , la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  se décale de  $21\text{MHz}$  ( $F=2,402\text{GHz}$ ).

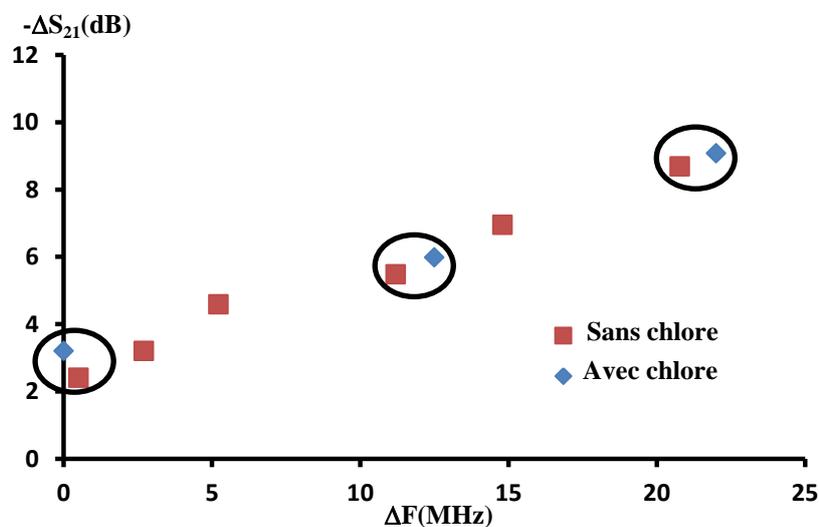


Figure IV-52: Comparaison  $S_{21}$  en dB des deux conditions d'exposition (avec et sans chlore) des capteurs identiques

Une comparaison peut être effectuée entre la réponse du premier capteur mesuré avec la solution de chlore et le deuxième capteur sans l'utilisation de cette solution. La variation du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  du mode  $TE_{101}$  (par rapport au niveau initial) en

fonction du décalage fréquentiel (par rapport à la fréquence initiale) des deux capteurs est tracée dans la Figure IV-52.

Les trois cercles (Figure IV-52) montrent que les niveaux de  $S_{21}$  des deux capteurs varient de la même manière en fonction du décalage fréquentiel. Les deux capteurs ont donc le même comportement avec l'évolution de la corrosion des fils de zinc, et la solution qui contient du chlore n'a qu'un effet d'accélérateur sur la corrosion du zinc. Pour une comparaison avec plus de points, nous avons besoin de laisser le deuxième capteur (sans chlore) plusieurs mois dans l'enceinte, ce qui n'était pas possible à cause du coût élevé de la réservation des matériels de mesure.

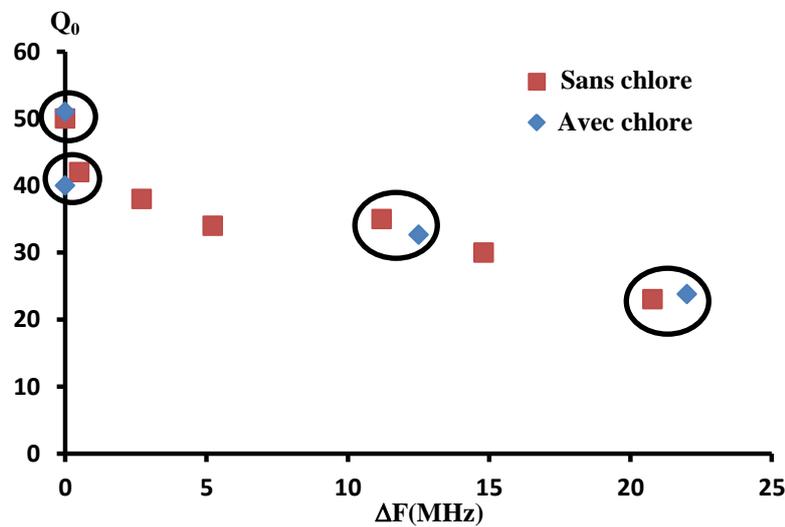


Figure IV-53: Comparaison  $Q_0$  des deux conditions d'exposition (avec et sans chlore)

Le même résultat est obtenu en comparant la variation du facteur de qualité à vide du mode  $TE_{101}$  en fonction du décalage fréquentiel des deux capteurs comme le montre la Figure IV-53.

En conclusion, nous avons confirmé que nous sommes capables, par le monitoring de la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$ , du coefficient de transmission et du facteur de qualité du capteur, de suivre l'évolution de la corrosion du zinc dans un milieu naturel. Nous pouvons aussi déduire que l'utilisation d'une solution contenant du chlorure de sodium dans la première mesure n'a qu'un effet d'accélérateur sur la corrosion des fils de zinc sans aucun effet néfaste sur le comportement de notre capteur.

### **VIII.5. Conclusion**

Les différentes mesures réalisées sur le capteur en zinc de deuxième génération montrent que l'évolution de la corrosion des fils de zinc avec le temps, entraîne une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$ , une dégradation du facteur de qualité et un décalage fréquentiel. La variation de la réponse du capteur est due à la présence progressive des produits de corrosion dans les fils de zinc (augmentation de la quantité atomique de l'oxygène et diminution de la quantité atomique du zinc), ce qui entraîne l'augmentation progressive de la résistivité globale de chacun de ces fils et par suite la diminution progressive de leur conductivité globale. L'évolution de la corrosion peut être alors suivie par le monitoring de la réponse du capteur, celui-ci peut être basé sur la réponse d'un capteur étalon recouvert de cuivre et protégé par une couche de 200nm d'or. La réponse de ce capteur est stable dans un milieu corrosif, ce qui nous permet de l'utiliser comme une référence du capteur en zinc. Notons que cette génération de capteurs peut être interrogée par une antenne large bande, mais la forte baisse du niveau du coefficient de transmission durant le décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  peut limiter cette interrogation.

## **IX. TROISIÈME GÉNÉRATION DE CAPTEURS DE CORROSION**

Dans cette partie nous présentons une étude prospective réalisée à XLIM et qui n'a pas pu être achevée par un vrai test de corrosion. Nous proposons ici une évolution de la précédente génération du capteur. Cette nouvelle génération est basée sur l'utilisation d'un nouveau mode de résonance: le  $TE_{102}$ , et sur une optimisation de la position des fils de zinc.

Le choix du mode  $TE_{102}$  est fait ici pour deux raisons:

1. La résonance du mode  $TE_{102}$  à 2,5GHz nécessite un substrat d'Alumine plus large (44mm\*44mm), ce qui nous permet d'augmenter le nombre des fils de zinc et par suite d'augmenter la surface qui peut être corrodée (x4 fois),
2. Le facteur de qualité à vide de ce mode est  $Q_0=450$ , le mode  $TE_{101}$  présentant un facteur de qualité à vide inférieur de  $Q_0=200$ .

Les fils de zinc sont positionnés dans les endroits où le champ H est moyen, ce qui limite le décalage fréquentiel du mode de résonance ( $TE_{102}$ ) dans une bande de 80MHz, et qui garde un niveau de coefficient de transmission élevé ( $S_{21} > -8dB$ ) et un facteur de qualité

$Q_0 > 200$  durant l'évolution de la corrosion des fils de zinc. Ce comportement du capteur nous permet de l'interroger par une technique de type tag RFID 2,4GHz-2,5GHz.

### **IX.1. Description générale de la structure**

La structure conçue est présentée dans la Figure IV-54. Elle est constituée d'un substrat d'Alumine 96% de permittivité 9,4, de  $\tan\delta=6*10^{-4}$ , de surface 44mm\*44mm et d'épaisseur 1mm. Une couche en cuivre de 3 $\mu$ m d'épaisseur protégée contre la corrosion par une couche de 200nm d'or entoure tout le substrat (zone jaune) sauf les endroits où des fils de zinc de conductivité 16,7S/ $\mu$ m et d'épaisseur 3 $\mu$ m ont été déposés (zone grise). Comme la corrosion n'a pas entraîné des coupures des fils zinc dans les capteurs de deuxième génération, alors il n'est pas nécessaire de concevoir des fils de différentes largeurs. Les fils de zinc conçus sont tous de même largeur 350 $\mu$ m. Les fils de largeur plus petite n'entraînent pas un décalage remarquable du mode  $TE_{102}$  (décalage maximum 20MHz), et les fils de largeur plus grande entraînent une baisse plus forte du niveau du coefficient de transmission de  $S_{21}$  ( $S_{21} < -10$ dB).

Le système d'excitation utilisé réutilise le système à base d'une ligne coplanaire court-circuitée. Le motif au centre du capteur est optimisé pour régler la fréquence de résonance du mode  $TE_{102}$  à 2,5GHz.

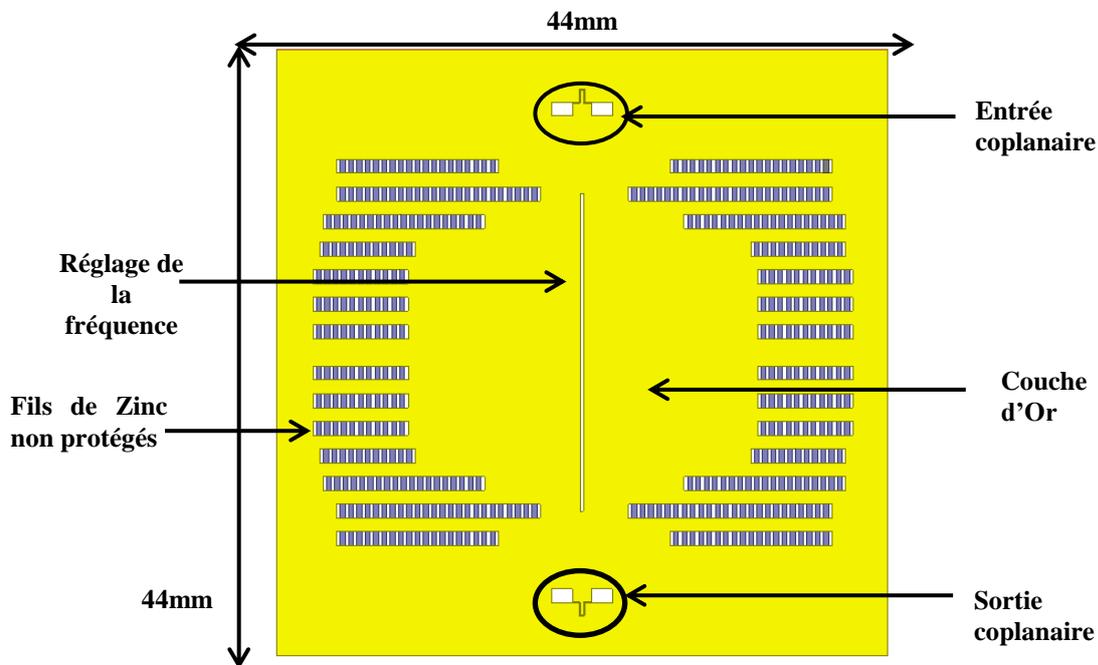


Figure IV-54: Capteur de corrosion de troisième génération, vue 2D

Le coefficient de transmission  $S_{21}$  en dB du capteur est présenté dans la Figure IV-55. La fréquence de résonance du mode  $TE_{102}$  est de 2,5 GHz, le niveau de  $S_{21}$  est de -2,5dB et le facteur de qualité à vide  $Q_0$  est 450. Avec les valeurs de la conductivité du zinc relevées en mesure lors des derniers essais, on peut s'attendre à un facteur de qualité expérimental plus petit.

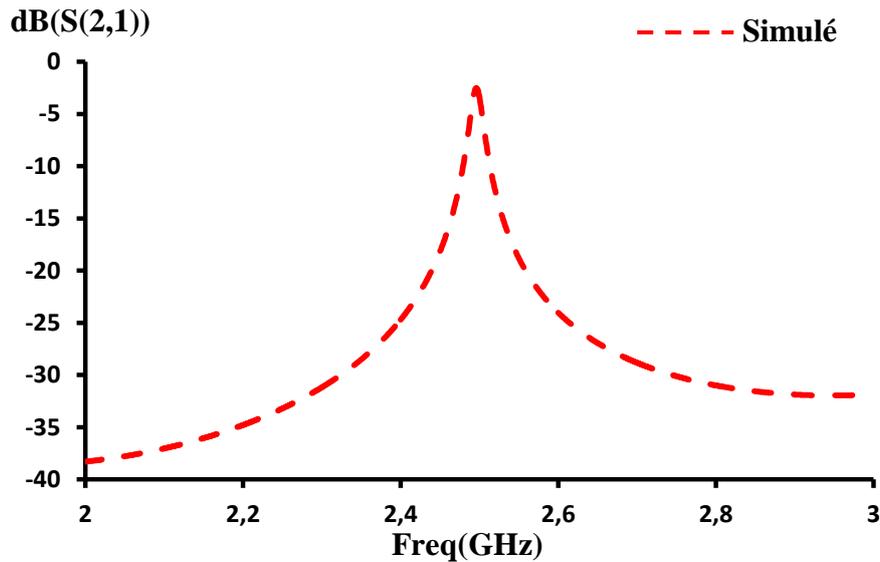


Figure IV-55: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) simulé du capteur de troisième génération

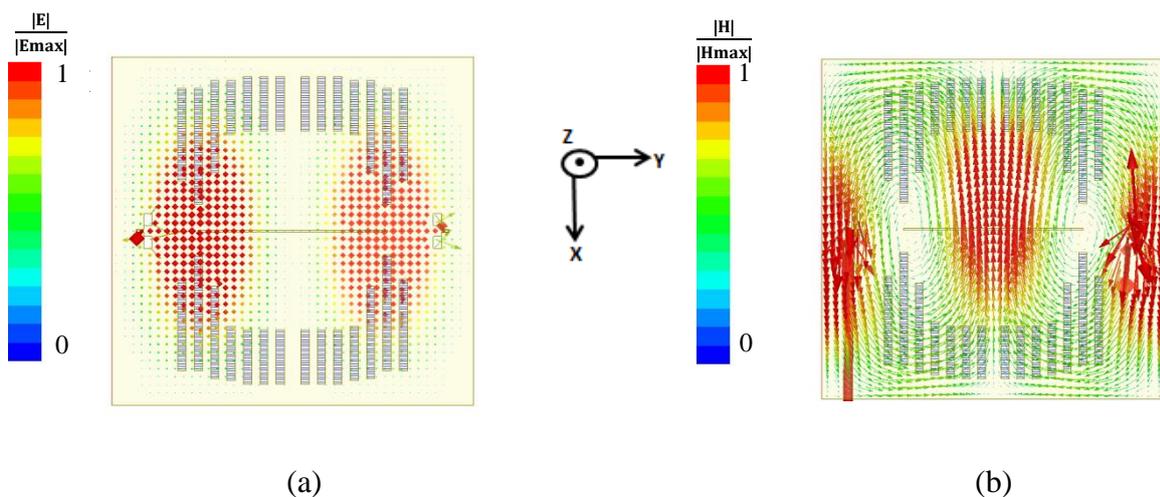


Figure IV-56: (a) Lignes de champ électrique du mode  $TE_{102}$ , (b) Lignes de champ magnétique du mode  $TE_{102}$

Les lignes de champs électrique et magnétique du mode  $TE_{102}$  sont présentées dans les Figure IV-55.a, b. Les lignes de champ électrique sont perpendiculaires au plan XOY et les lignes de champ H sont tangentielles au plan XOY

### **IX.1. Effet de la conductivité sur la résonance**

Une étude a été réalisée pour analyser l'effet de la variation de la conductivité des fils de zinc sur la réponse du capteur (en utilisant les valeurs des conductivités des fils de zinc corrodés déterminés par la rétro-simulation dans le paragraphe **IX.4.3**). La Figure IV-57 montre le coefficient de transmission du capteur en passant d'une conductivité  $\sigma=16,7S/\mu m$  des fils de zinc, à une conductivité  $\sigma=0$  (isolant parfait). Le mode  $TE_{102}$  se décale de 80MHz (de 2,5GHz à 2,42GHz), le niveau  $S_{21}$  baisse de -5,5dB (de -2,5dB à -8dB) et le facteur de qualité se dégrade de 50% (de  $Q_0=450$  à  $Q_0=225$ ), si la conductivité diminue de  $16,7S/\mu m$  à  $0S/\mu m$ . Bien entendu, la conductivité de zinc corrodé n'atteindra pas  $\sigma=0S/\mu m$ , mais nous avons étudié cette valeur de conductivité pour montrer la bande de fonctionnement de notre capteur (décalage maximal du mode  $TE_{102}$ , baisse maximale du niveau de  $S_{21}$  et dégradation maximale du facteur de qualité).

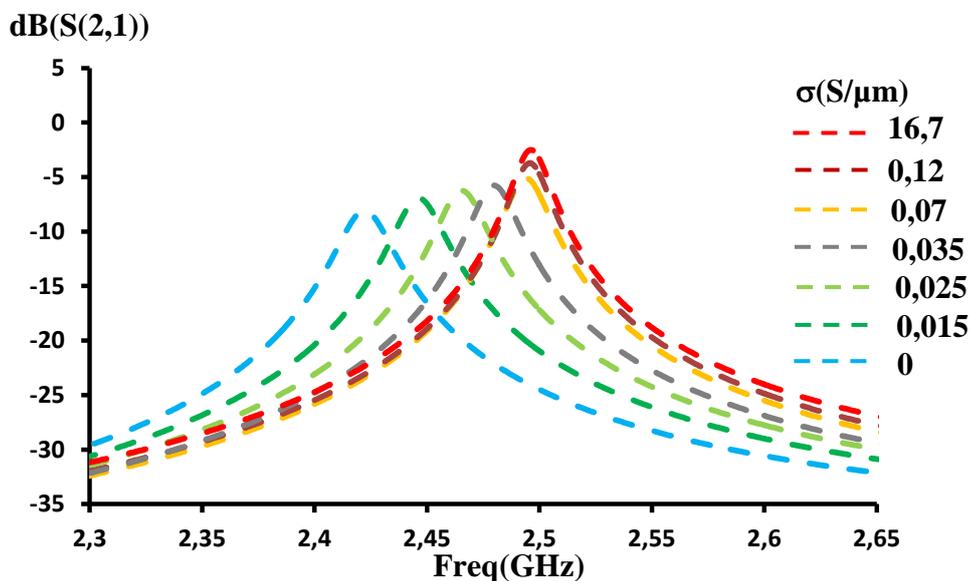


Figure IV-57: Coefficient de transmission  $S_{21}$ (dB) pour différentes valeurs de conductivité

Si nous comparons les résultats de ce capteur avec ceux du capteur de deuxième génération, nous trouvons que, pour le capteur de deuxième génération, un décalage de 80MHz entraine une baisse de 11dB du coefficient de transmission. Par contre, pour cette nouvelle génération, ce décalage entraine une baisse de 5,5dB, donc nous avons un gain de 5,5dB. En terme de facteur de qualité à vide, le facteur de qualité du capteur de deuxième génération est  $Q_0=200$ . Par contre, le facteur de qualité du capteur de troisième génération est  $Q_0=450$ . De plus, un décalage fréquentiel de 80MHz entraine une dégradation de 80% du facteur de qualité à vide du capteur de deuxième génération. Par contre ce décalage entraine une dégradation de 50% du facteur de qualité à vide du capteur de troisième génération et ce facteur reste supérieur à 200.

## **IX.2. Conclusion**

Les résultats de simulation de troisième génération montrent que le comportement de ce capteur nous permet d'envisager son insertion dans un dispositif de type tag RFID (décalage maximal de fréquence de résonance du mode  $TE_{102}$  de 80MHz, baisse maximale du niveau de  $S_{21}$  de 5,5dB et dégradation maximale du facteur de qualité à vide de 50%). Cette nouvelle génération présente les performances souhaitées. Ces résultats nécessitent des validations expérimentales qui sont en cours de réalisation.

## **X. CONCLUSION**

Dans ce quatrième chapitre nous avons présenté dans un premier temps des études électromagnétiques par modèle numériques sur un résonateur en Alumine métallisé avec grille (partie sensible à la corrosion). Ces études montrent que l'apparition progressive des fissures dans la grille entraine un décalage fréquentiel, une dégradation du facteur de qualité et une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  du résonateur. La dégradation progressive de la conductivité de la grille (de  $45S/\mu m$  à  $0,5S/\mu m$ ) entraine une forte baisse au niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une forte dégradation du facteur de qualité à vide du résonateur. La perte progressive en épaisseur de la métallisation (de  $5\mu m$  à  $0,5\mu m$ ) entraine une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une dégradation de son facteur de qualité. Mais ces variations restent faibles devant le fort impact de la présence des fissures et la dégradation de la conductivité sur ce mode. Donc un résonateur en Alumine métallisé avec une partie sensible à la corrosion peut potentiellement être utilisé comme un capteur pour suivre l'évolution de la corrosion d'un métal.

Les résultats expérimentaux obtenus après la réalisation de ce résonateur valident les résultats obtenus par les simulations EM. L'apparition progressive des fissures sur la grille du résonateur métallisé entraîne, comme prévu, une augmentation progressive du décalage fréquentiel, une dégradation progressive du facteur de qualité à vide et du niveau de  $S_{21}$ . Par contre ce capteur souffre de certaines limitations (possibilité d'avoir des décalages fréquents vers les hautes fréquences, corrosion homogène qui entraîne une fissuration simultanée de tous les fils, niveau  $S_{21}$  faible, ...). Ces limitations nous ont conduits à faire évoluer ce capteur pour qu'il puisse être utilisé comme un capteur fiable pour suivre l'évolution de la corrosion d'un métal

Dans la deuxième partie de ce chapitre nous avons présenté une deuxième génération du capteur, basée sur des fils de zinc de différentes largeurs. Les études EM numériques réalisées sur cette évolution de capteur montrent que la coupure progressive des fils de zinc entraîne un décalage fréquentiel progressif, une dégradation du facteur de qualité et une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  du résonateur. La dégradation progressive de la conductivité de la grille (de  $16,7S/\mu m$  à  $0,0065S/\mu m$ ) entraîne une forte baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$ , une forte dégradation du facteur de qualité à vide, ainsi qu'un décalage fréquentiel vers les basses fréquences. La perte progressive de l'épaisseur des fils de zinc (de  $3\mu m$  à  $0,5\mu m$ ) entraîne une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une dégradation du facteur de qualité du mode  $TE_{101}$ . Mais ces variations restent faibles devant le fort impact des coupures et de la dégradation de la conductivité sur ce mode. Ces résultats montrent qu'à l'aide de cette génération de capteur, quel que soit l'effet de la corrosion sur les fils de zinc, nous sommes capables de suivre l'évolution de la corrosion du zinc.

Les mesures expérimentales de ce capteur dans un environnement corrosif (HR 97%, chlorure de sodium) montrent un décalage progressif de la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  (de 2,422GHz à 2,22GHz), une baisse du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  (de -8dB à -37dB) et une dégradation du facteur de qualité à vide (de 50 à 4). Ces variations sont dues à l'évolution de la corrosion des fils de zinc avec le temps.

Les études réalisées par imagerie microscopique montrent que la corrosion des fils de zinc entraîne une création des produits de corrosion dans ces fils et ne crée pas des fissures dans les fils. D'après ces résultats, nous pouvons expliquer le décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  du capteur, la dégradation du facteur de qualité de ce mode et la baisse du niveau du coefficient de transmission par la présence progressive des produits de corrosion, ce qui

entraîne l'augmentation progressive de la résistivité globale de chacun de ces fils et par suite la diminution progressive de leur conductivité globale.

Des mesures expérimentales dans un environnement corrosif d'un capteur recouvert de cuivre et protégé par une couche de 200nm d'or nous confirment que le changement de la réponse du capteur de zinc est dû uniquement à la corrosion des fils de zinc. Ce capteur peut être utilisé comme une référence pour comparer le comportement des capteurs en zinc avec sa réponse.

Dans la troisième partie de ce chapitre nous avons présenté une étude EM numérique d'une troisième génération de capteurs. En se basant sur l'utilisation d'un deuxième mode de résonance  $TE_{102}$  et sur l'optimisation du positionnement des fils de zinc, la corrosion de ces fils entraîne un décalage maximal de fréquence de résonance du mode  $TE_{102}$  de 80MHz, une baisse maximale du niveau de  $S_{21}$  de 5,5dB et une dégradation maximale du facteur de qualité à vide de 50%). Le comportement de ce capteur nous permet de l'interroger par un dispositif de type tag RFID. Ces résultats nécessitent des validations expérimentales qui sont en cours de réalisation.

## **XI. BIBLIOGRAPHIE**

- [1]. Yasri Segalen Maria, Gallée François, Lescop Benoit, Diler Erwan, Thierry Dominique, Rioual Stéphane, « Caractérisation hyperfréquence de la corrosion de matériaux : application aux capteurs sans fils », JCMM-2014, Nantes.
- [2]. E.Diler, S.Rioual, B.Lescop, D.Thierry, B.Rouvellou, « Chemistry of corrosion products of Zn and MgZn pure phases under atmospheric conditions », Corrosion science vol 65, 2012, pp. 178-186.
- [3]. Z. Hao, W. Hong, H. Li, H. Zhang, and K. Wu, « A broadband substrate integrated waveguide (SIW) filter », in 2005 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, vol. 1B, 2005, pp. 598–601.
- [4]. Juan Carlos Bohorquez, Benjamin Potelon, Christian Person, « Reconfigurable Planar SIW Cavity Resonator and Filter », Microwave symposium Digest, 2006, pp. 947-950.
- [5]. M. SCHACHT, et al., « Corrosion of alumina ceramics in acidic aqueous solution at high temperatures and pressures », Journal of material science, vol. 35, 2000, pp 6251-6258.
- [6]. Lidija Čurković, et al., « Corrosion behavior of alumina ceramics in aqueous HCl and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solutions », Corrosion science, vol 50, pp 872-878, March 2008.
- [7]. <http://www.microcertec.com/fiche-materiaux-fr-1-alumine-al2o3.html>.
- [8]. N. Delhote, D. Baillargaeat, S. Verdeyme, « Innovative shielded high Q dielectric resonator made of alumina by layer-by-layer stereolithography », IEEE Microw. Wireless compon let., vol. 17, no. 6, pp. 433-435, jun.2007.
- [9]. J.R. White and P. Bindra, « Electroless Plating – Fundamentals and Applications », William Andrew Publishing, pp. 289-329, 1990.
- [10]. M. CHATRAS, « Filters micro-usinés à bande étroite pour les applications spatiales », Thèse de doctorat de l'Université de Limoges, Décembre 2003.
- [11]. <http://www.esiee.fr/Salles-blanches/Equipements-etprocedes/Depots.php>.
- [12]. E.Diler et al., « Chemistry of corrosion products of Zn and MgZn pure phases under atmospheric conditions », corrosion Science 65, 2012, pp 178-186.
- [13]. T.Prosek et al., « Corrosion mechanism of model zinc-magnesium alloys is atmospheric conditions », corrosion science 50, 2008, pp. 2216-2231.



# **CONCLUSION GENERALE**



Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit sont axés sur le développement de nouvelles techniques basées sur la microscopie microonde en champ proche pour la caractérisation résonante et non destructive de matériaux diélectriques dans la bande ISM (2,45GHz) permettant de caractériser des échantillons de faible volume dans leur contexte, sans aucun traitement préalable. Un deuxième axe vise l'étude et le développement d'un nouveau capteur à base de céramique, économique, sensible, et pouvant s'intégrer dans un environnement sans fil pour la détection et la caractérisation de la corrosion.

Dans la première partie du premier chapitre nous avons présenté différentes techniques microondes utilisées pour la caractérisation des échantillons diélectriques dans la bande ISM ainsi que leurs avantages et leurs limitations. Cette étude bibliographique nous montre la nécessité du développement d'une méthode de caractérisation non destructive des échantillons ayant une inhomogénéité diélectrique et qui n'ont pas une forme géométrique bien définie, si ce n'est localement une petite surface plane. La technique de la microscopie en champ proche peut répondre à ces demandes. En revanche, la précision et la sensibilité sur les petites variations de la constante diélectrique des sondes utilisées avec cette technique sont faibles. De même, le protocole expérimental adopté pour le calcul de la valeur de la permittivité complexe de l'échantillon n'est pas explicite et l'incertitude des mesures n'est pas quantifiée. Tout ceci nous a conduit à développer une nouvelle méthode de caractérisation à 2,45GHz qui soit fiable, précise et basée sur la technique de la microscopie en champ proche.

Dans la deuxième partie du premier chapitre nous avons présenté différentes techniques de détection de la corrosion. Ces techniques souffrent de nombreux inconvénients : équipements chers, difficultés d'analyse des résultats, mesures en contact, limitation à une durée d'exposition relativement courte et/ou des zones faciles d'accès. Ceci s'explique par le fait que les capteurs sont la plupart du temps énergétiquement actifs et nécessitent la présence de câbles de communication. L'utilisation de batteries est également un facteur limitant compte tenu de la durée de vie potentiellement importante de ces infrastructures (plusieurs années). D'où la nécessité de capteurs de corrosion économiques, sensibles, et sans fil. Les capteurs passifs nous ont alors apparus comme pouvant répondre à toutes ces conditions.

Dans le deuxième chapitre nous avons présenté un modèle numérique basé sur le calcul électrostatique qui sert à étudier les différents effets physiques de l'interaction pointe-échantillon dans le cadre d'une microscopie en champ proche. Les principales études réalisées avec ce modèle sont : i. l'effet non linéaire de la variation de la valeur de la permittivité sur la valeur de la capacité équivalente ( $C_{eq}$ ) représentative de la caractérisation. ii. l'effet d'un gap

d'air entre la pointe et l'échantillon sur la valeur de  $C_{eq}$ . Les résultats de ces études montrent l'importance du positionnement de la pointe et les incertitudes que peut ramener un positionnement mal maîtrisé, pour un gap de  $1\mu\text{m}$  entre l'échantillon et la pointe, la valeur de la capacité  $C_{eq}$  varie de 2,5% par rapport à la valeur de la capacité  $C_{eq}$  quand la pointe est en contact avec l'échantillon, et cette différence entraîne une erreur sur la valeur de la permittivité d'un échantillon sous test de 1%. iii. l'étude de l'effet du rayon de la pointe montre que l'augmentation de celui-ci dégrade la résolution spatiale de la sonde, cette dernière est par exemple de  $250\mu\text{m}$  pour une pointe de rayon  $100\mu\text{m}$ , et de  $100\mu\text{m}$  pour une pointe de rayon  $60\mu\text{m}$ . Ainsi, la résolution spatiale dépend de la permittivité de l'échantillon, elle augmente avec l'augmentation de la permittivité de l'échantillon. iv. une quatrième étude a été réalisée sur l'épaisseur de l'échantillon nécessaire pour qu'il soit considéré comme un milieu infini. Cette étude nous montre que cette épaisseur dépend du rayon de la pointe. La connaissance de cette épaisseur est très importante dans la caractérisation quantitative des échantillons à l'aide du modèle analytique de C. GAO. A noter que la permittivité de l'échantillon joue un rôle moins important que le rayon de la pointe sur ce critère d'épaisseur infinie : les plus fortes permittivités nécessitent des épaisseurs moindres pour que l'échantillon soit considéré infini. v. une cinquième étude a été réalisée sur les dimensions latérales nécessaires de l'échantillon à caractériser. Elle a permis de déterminer à partir de quelles dimensions latérales, la condition d'échantillon de taille latérale infinie nécessaire à l'établissement d'une bonne mesure peut être atteinte (des échantillons de surfaces planes  $21,5\text{mm}^2$ ,  $19,5\text{mm}^2$ ,  $18\text{mm}^2$  et  $16,6\text{mm}^2$ , sont nécessaires pour une caractérisation quantitative par des pointes de rayon  $100\mu\text{m}$ ,  $80\mu\text{m}$ ,  $60\mu\text{m}$  et  $40\mu\text{m}$ , respectivement).

Dans la dernière partie de ce chapitre nous avons enfin présenté la conception et la réalisation de notre structure utilisée dans les mesures. Celle-ci est basée sur la perturbation d'un résonateur diélectrique par une boucle magnétique une fois qu'un échantillon est placé devant la sonde couplée à ce résonateur. Des mesures expérimentales ont été réalisées afin de valider les résultats obtenus par notre modèle électrostatique. Les résultats concernant les épaisseurs nécessaires des échantillons pour qu'ils soient considérés comme milieux infinis, ainsi que les dimensions latérales nécessaires pour la caractérisation sont tout à fait en accord avec les résultats obtenus par notre modèle électrostatique.

Dans le troisième chapitre nous avons présenté une caractérisation d'échantillons diélectriques à  $2,45\text{GHz}$  en se basant sur le modèle de C. GAO. Dans la première partie et après optimisation de la sensibilité de la sonde nous avons démontré l'effet de l'épaisseur du

matériau étalon étudié pour la caractérisation des échantillons sur la valeur de permittivité relative déterminée. Les résultats montrent que pour déterminer correctement la permittivité d'un échantillon avec une incertitude de mesure de  $\pm 2,5\%$ , le matériau étalon utilisé dans la caractérisation et l'échantillon diélectrique doivent avoir des épaisseurs suffisantes pour être considérés comme des milieux infinis. Cependant, l'existence d'échantillons de quelques centaines de microns d'épaisseur exige des pointes de rayon inférieur à  $15\mu\text{m}$  pour que ce type d'échantillons soit considéré comme milieu infini. L'utilisation de ce type de pointes est limitée par la dégradation de la pointe après quelques mesures et sa faible sensibilité quantitative. Ainsi, une hypothèse simplificatrice a été proposée dans la première partie de ce chapitre et nous a permis de caractériser des échantillons de faibles épaisseurs avec une sensibilité élevée grâce à l'utilisation de larges pointes. Cette hypothèse est basée sur l'utilisation d'un échantillon étalon dans le même ordre d'épaisseur ( $\pm 100\mu\text{m}$ ) et de permittivité ( $\pm 8$ ) que l'échantillon à caractériser. Ceci nous permet de considérer que les lignes de champ électrique sont uniformément distribuées dans ces deux matériaux, tant que leurs épaisseurs et leurs permittivités restent proches. Les valeurs de permittivités relatives et de tangentes de pertes des échantillons de faibles épaisseurs déterminées par la nouvelle approche montrent un accord plus proche des valeurs réelles par rapport à celles rapportées par d'autres techniques de mesure avec une incertitude de mesure de  $\pm 2,5\%$  sur la permittivité relative et de  $\pm 5\%$  sur la tangente de pertes. Dans la deuxième partie de ce chapitre des études ont été réalisées pour évaluer la capacité de notre système dans la caractérisation qualitative des échantillons diélectriques : une application à l'imagerie 2D des propriétés diélectriques et surfaciques de différents échantillons a ainsi été effectuée. Des cartographies surfaciques et diélectriques ont été réalisées à l'aide de notre système de mesure. Ces cartographies montrent que la sonde utilisée dans la caractérisation qualitative des échantillons (rayon  $60\mu\text{m}$ ) a une résolution spatiale de l'ordre de  $100\mu\text{m}$ .

Dans la troisième partie de ce chapitre nous avons démontré que nous pouvons utiliser la microscopie microonde en champ proche dans des caractérisations multi-fréquences [4GHz-16GHz]. Nous nous sommes pour cela basés sur la perturbation des modes de résonance d'une cavité TM une fois qu'un échantillon est en contact avec la pointe couplée à cette cavité. Les résultats de caractérisation d'un échantillon Ferro A6M sont très proches de ceux obtenus par la méthode de référence SCR (Split-Cylinder Resonator) mais avec une incertitude supérieure (5% sur  $\epsilon_r$  et 10% sur  $\tan\delta$ ). Cependant, la méthode proposée n'a besoin que d'un seul résonateur et d'un seul échantillon de faible volume pour couvrir cette bande de

fréquence là où la méthode SCR en nécessiterait plusieurs. Dans la quatrième partie de ce chapitre nous avons présenté notre propre modèle électrique-électrostatique qui est capable de déterminer la permittivité relative des échantillons diélectriques de différentes épaisseurs sans utiliser un matériau étalon. Ce nouveau modèle prend en compte les différents paramètres qui ont des effets sur la caractérisation des échantillons (rayon de la pointe, épaisseur de l'échantillon, permittivité de l'échantillon). Les permittivités relatives des échantillons déterminées à l'aide de ce modèle sont très proches des permittivités rapportées avec une incertitude de mesure de l'ordre de 5%. Toujours dans la quatrième partie de ce chapitre, une première étude a été réalisée pour quantifier les pertes des échantillons caractérisés seulement à l'aide de la résistance équivalente qui modélise les pertes de l'échantillon  $\varepsilon''_r$ . Une relation entre les valeurs de pertes des matériaux déjà connues et leurs résistances équivalentes  $R_2$  calculées par le modèle électrique a été établie, en calculant une courbe de tendance. A partir de cette équation nous avons estimé les pertes d'un échantillon d'Epoxy, ce qui nous a permis de calculer sa tangente de pertes avec une erreur de 13% par rapport à la valeur de cette tangente de pertes rapportée par la technique SCR.

Enfin, dans la cinquième partie nous avons démontré que ce modèle hybride a permis la caractérisation originale des échantillons multicouches avec une précision satisfaisante de 6% .

Les perspectives à nos travaux que nous entrevoyons sur la partie caractérisation en champ proche sont la réalisation de mesures sur d'autres échantillons de tangente de pertes supérieure à  $>10^{-3}$ , afin d'enrichir notre base d'apprentissage pour développer notre modèle électrique-électrostatique. En ce qui concerne la caractérisation multicouches, développer un algorithme capable de donner en sortie les valeurs des permittivités de chacune des couches d'un échantillon, sans connaître nécessairement les valeurs des permittivités de certaines couches par la multiplication des conditions de mesures, et finalement, réaliser des caractérisations en température par la microscopie en champ proche.

Dans le quatrième chapitre nous avons présenté trois générations de capteurs de corrosion. Dans la première partie de ce chapitre nous avons présenté des études numériques EM sur un résonateur en Alumine métallisé avec la présence d'une grille sur sa partie supérieure (partie sensible à la corrosion). Ces études montrent que l'apparition progressive des fissures dans la grille entraîne un décalage fréquentiel, une dégradation du facteur de qualité et une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  du résonateur. La dégradation progressive de la conductivité de la grille (de  $45S/\mu m$  à  $0,5S/\mu m$ ) entraîne une

forte baisse au niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une forte dégradation du facteur de qualité à vide du résonateur. La perte progressive de l'épaisseur de la métallisation (de  $5\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$ ) entraîne une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une dégradation du facteur de qualité du mode  $TE_{101}$ . Mais ces variations restent faibles devant le fort impact de la présence des fissures et la dégradation de la conductivité sur ce mode. Donc un résonateur en Alumine métallisé avec une partie sensible à la corrosion peut potentiellement être utilisé comme un capteur pour suivre l'évolution de la corrosion d'un métal.

Les résultats expérimentaux obtenus après la réalisation de ce résonateur valident les résultats obtenus par les simulations EM. Par contre ce capteur souffre de certaines limitations, ces limitations nous conduisent à faire évoluer ce dernier pour qu'il puisse être utilisé comme un capteur fiable pour suivre l'évolution de la corrosion d'un métal.

Dans la deuxième partie de ce chapitre nous avons présenté une deuxième génération de ce capteur basée sur des fils de zinc de différentes largeurs déposés à la surface du résonateur céramique. Les études numériques réalisées sur cette évolution montrent que la coupure progressive des fils de zinc entraîne un décalage fréquentiel progressif, une dégradation du facteur de qualité et une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  du résonateur. La dégradation progressive de la conductivité de la grille formée des fils de zinc (de  $16,7\text{S}/\mu\text{m}$  à  $0,0065\text{S}/\mu\text{m}$ ) entraîne une forte baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$ , une forte dégradation du facteur de qualité à vide, ainsi qu'un décalage fréquentiel vers les basses fréquences. La perte progressive de l'épaisseur des fils de zinc (de  $3\mu\text{m}$  à  $0,5\mu\text{m}$ ) entraîne une baisse du niveau du coefficient de transmission du mode  $TE_{101}$  et aussi une dégradation du facteur de qualité du mode  $TE_{101}$ . Mais ces variations restent faibles devant le fort impact des coupures et la dégradation de la conductivité sur ce mode. Ces résultats montrent qu'à l'aide de cette génération de capteur, quel que soit l'effet de la corrosion sur les fils de zinc, nous sommes capables de suivre l'évolution de la corrosion des éléments en zinc.

Les mesures expérimentales de ce capteur dans un environnement corrosif (HR 97%, chlorure de sodium) montrent un décalage progressif de la fréquence de résonance du mode  $TE_{101}$  (de  $2,422\text{GHz}$  à  $2,22\text{GHz}$ ), une baisse du niveau du coefficient de transmission  $S_{21}$  (de  $-8\text{dB}$  à  $-37\text{dB}$ ) et une dégradation du facteur de qualité à vide (de 50 à 4). Ces variations sont dues à l'évolution de la corrosion des fils de zinc avec le temps.

Les études réalisées par analyse microscopique montrent que la corrosion des fils de zinc entraîne une création des produits de corrosion dans ces fils et ne crée pas des fissures dans les fils. D'après ces résultats, nous pouvons expliquer le décalage fréquentiel du mode  $TE_{101}$  du capteur, la dégradation du facteur de qualité de ce mode et la baisse du niveau du coefficient de transmission par la présence progressive des produits de corrosion. Ces derniers entraînent l'augmentation progressive de la résistivité globale de chacun de ces fils et par suite la diminution progressive de leur conductivité globale.

Des mesures expérimentales dans un environnement corrosif d'un capteur recouvert de cuivre et protégé par une couche de 200nm d'or nous confirment que le changement de la réponse du capteur de zinc est dû uniquement à la corrosion des fils de zinc. Ce capteur peut être utilisé comme une référence pour comparer le comportement des capteurs en zinc avec sa réponse.

Dans la troisième partie de ce chapitre nous avons présenté une étude EM numérique d'une troisième génération de capteurs. En se basant sur l'utilisation d'un deuxième mode de résonance  $TE_{102}$  et sur l'optimisation du positionnement des fils de zinc, la corrosion de ces fils entraîne une augmentation du décalage de la fréquence de résonance du mode  $TE_{102}$  jusqu'à 80MHz, une baisse maximale du niveau de  $S_{21}$  de 5,5dB et une dégradation maximale du facteur de qualité à vide de 50%. Ainsi, le comportement de ce capteur nous permet potentiellement de l'intégrer dans un dispositif de type tag RFID dans un avenir proche.

Dans les perspectives à nos travaux sur la partie capteur de corrosion, nous entrevoyons la conception et la réalisation d'une antenne ultra large bande pour l'interrogation à distance du capteur de deuxième génération, la réalisation et la validation expérimentales des résultats théorique obtenus du capteur de troisième génération.

**LISTE DES CONTRIBUTIONS  
SCIENTIFIQUES**

## **LISTE DES CONTRIBUTIONS SCIENTIFIQUES**

---

**Publication dans des revues internationales à comité de lecture**

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Near Field Microwave Microscopy for the Characterization of Dielectric Materials » International Journal of Microwave and Wireless Technologies, vol 6, pp 549-554.

**Communications à des congrès internationaux à comité de lecture**

**J. Rammal**, N. Delhote, O. Tantot, S. Verdeyme, F. Gallee, S. Rioual, « New Passive Ceramic Sensor for Corrosion Detection » European Microwave Conference, Oct 2014, Rome, Italie

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, D. Passerieux, « Monitoring of Electromagnetic Characteristics of Split Cylinder Resonator and Dielectric Material for Temperature Characterization » European Microwave Conference, Oct 2014, Rome, Italie

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Wideband Characterization of Dielectric Material by New Approaches Based on Near Field Microwave Microscopy » European Microwave Conference, Oct 2014, Rome, Italie

H. Fawaz, S. Sadek, **J. Rammal**, « Dielectric measurements of ricinoleic acid oil for microwave cancerous treatment » Mediterranean Microwave Symposium, Dec 2014, Marrakech, Morocco

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Microwave Characterization of Low volume Materials in the ISM Band » European Microwave Conference, Oct 2013, Nuremberg, Germany

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Non-Contact Imaging Of Dielectric Constant With A Near Field Scanning Microwave Microscopy » Mediterranean Microwave Symposium, Sept 2013, Saida, Liban

R. Rammal, N. Delhote, O. Tantot, S. Verdeyme, **J. Rammal** et al. « Multimaterial Inkjet Technology for The Fabrication of Multilayer Components » Mediterranean Microwave Symposium, Sept 2013, Saida, Liban

**Communications à des congrès nationaux à comité de lecture**

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Caractérisation Large Bande de Matériaux Diélectriques par une Technique en Champ proche » 13èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux, Mar 2014, Nantes, France

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, D. Passerieux, « Monitoring Electromagnétique des Caractéristiques de Cavité fendue et de Matériau Diélectrique pour la

## **LISTE DES CONTRIBUTIONS SCIENTIFIQUES**

---

caractérisation en Température » 13èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux, Mar 2014, Nantes, France

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Non-Destructive Characterization of Dielectric Layer Printed by Inkjet Technology » Journées Nationales sur les Technologies Emergentes en micr-nanofabrication, Mai 2013, Evian, France

**J. Rammal**, O. Tantot, N. Delhote, S. Verdeyme, « Caractérisation et imagerie microondes de matériaux de faible volume dans la bande ISM Technology » Journées National Microondes, Mai 2013, Paris, France