REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université des Sciences et de la Technologie HOUARI BOUMEDIENNE

Faculté de Génie Electrique



THÈSE de DOCTORAT

Présentée pour l'obtention du grade de Docteur

Filière : Electronique

Spécialité : Instrumentation Electronique / Optronique des Systèmes

Par : MEZDAD Dihya

Thème

Applications des champs proches électromagnétiques pour la caractérisation des matériaux

Soutenue publiquement le 12/12/2024, devant le jury composé de :

M. LAMHENE Youssef	Professeur	à l'USTHB	Président
M. NACER Azzeddine	Professeur	à l'USTHB	Directeur de thèse
M. MAZIGHI Khaled	Maître de Conférences/A	à l'USTHB	Examinateur
M. NACEREDDINE Nafaa	Directeur de Recherche	au CRTI	Examinateur
M. BERBAR Tarik Bouzian	Professeur	à l'USTHB	Invité

الملخص

في هذه الأطروحة، قمنا باستكشاف التقنيات الكهرومغناطيسية والفوتونية لتوصيف المواد، مع التركيز بشكل خاص على الطرق الرنانة وغير الرنانة في المجال القريب. كان الهدف الرئيسي هو تطوير حلول فعالة للكشف غير المدمر عن العيوب، مثل الشقوق الدقيقة على مقياس الميكرومتر والنانومتر، مع الحفاظ على سلامة المواد.

في البداية، تم تقييم تقنيات الموجات الدقيقة لقدرتها على استكشاف خصائص المواد، وأظهرت طرق الرنين دقة متزايدة للكشف عن العيوب السطحية. قمنا بعد ذلك بتصميم وتحسين مسبار الشرائح الدقيقة الرنان، القادر على اكتشاف الشقوق ذات التباين الملحوظ في تردد الرنين وزيادة في معامل الانعكاس. جعل هذا المسبار من الممكن التحقق من فعالية طرق الرنين للكشف عن الشقوق الصغيرة عند ترددات أقل من 10 جيجا هرتز.

وأخيرًا، تم دمج وتحسين مجسات NSMM (المجهر الميكروويف لتقنية النانو) لتوصيف الخواص الكهربائية على مقياس النانو، مما يفتح الطريق أمام التطبيقات في مختلف المجالات الصناعية. وتشمل الأفاق دمج هذه التقنيات في أنظمة مراقبة الجودة الألية، مع التحسينات المحتملة عبر الذكاء الاصطناعي لتحسين دقة التشخيص وتوسيع نطاق التطبيق على الطب وتقنيات النانو.

كلمات المفتاح : التقنيات الكهرومغناطيسية، التقنيات الضوئية، توصيف المواد، الكشف غير المدمر، الشقوق الدقيقة، طرق الرنين، المجال القريب، الموجات الدقيقة، مسبار الشرائح الدقيقة، الفحص المجهري بالموجات الدقيقة (NSMM)، تكنولوجيا النانو

Résumé

Dans cette thèse, nous avons exploré les techniques électromagnétiques et photoniques pour la caractérisation des matériaux, avec un accent particulier sur les méthodes résonantes et non résonantes en champ proche. L'objectif principal était de développer des solutions efficaces pour la détection non destructive de défauts, tels que les microfissures à l'échelle micrométrique et nanométrique, tout en préservant l'intégrité des matériaux.

Dans un premier temps, les techniques hyperfréquences ont été évaluées pour leur capacité à sonder les propriétés des matériaux, et les méthodes résonantes ont démontré une précision accrue pour la détection des défauts de surface. Nous avons ensuite conçu et optimisé une sonde microruban résonante, capable de détecter des fissures avec une variation notable de fréquence de résonance et un gain en coefficient de réflexion. Cette sonde a permis de valider l'efficacité des méthodes résonantes pour la détection des microfissures à des fréquences inférieures à 10 GHz.

Enfin, des sondes NSMM (Nanotechnology Scanning MicrowaveMicroscopy) ont été intégrées et optimisées pour la caractérisation des propriétés électriques à l'échelle nanométrique, ouvrant la voie à des applications dans divers domaines industriels. Les perspectives incluent l'intégration de ces techniques dans des systèmes automatisés de contrôle qualité, avec des améliorations possibles via l'intelligence artificielle pour affiner la précision des diagnostics et élargir le champ d'application à la médecine et aux nanotechnologies.

Mots-Clés : Techniques électromagnétiques, Techniques photoniques, Caractérisation des matériaux, Détection non destructive, Microfissures, Méthodes résonantes, Champ proche, hyperfréquence, Sonde microruban, Microscopie à balayage micro-ondes (NSMM), nanotechnologie.

Abstract

In this thesis, we explored electromagnetic and photonic techniques for materials characterization, with a particular focus on near-field resonant and non-resonant methods. The main objective was to develop efficient solutions for the non-destructive detection of defects, such as microcracks at the micrometer and nanometer scale, while preserving the integrity of the materials.

First, microwave techniques were evaluated for their ability to probe material properties, and resonant methods demonstrated increased accuracy for surface defect detection. We then designed and optimized a resonant microstrip probe, capable of detecting cracks with a notable variation in resonance frequency and a gain in reflection coefficient. This probe validated the efficiency of resonant methods for microcrack detection at frequencies below 10 GHz.

Finally, NSMM (Nanotechnology Scanning Microwave Microscopy) probes have been integrated and optimized for the characterization of electrical properties at the nanoscale, opening the way to applications in various industrial fields. Prospects include the integration of these techniques into automated quality control systems, with possible improvements via artificial intelligence to refine the accuracy of diagnostics and broaden the scope of application to medicine and nanotechnologies.

Keywords : Electromagnetic techniques, Photonic techniques, Materials characterization, Non-destructive detection, Microcracks, Resonant methods, Near field, hyperfrequency, Microstrip probe, Scanning microwave microscopy (NSMM), nanotechnology.

Dédicaces

A la mémoire de ma mère

A ma famille

A tous ceux qui me sont chers

Dihya

Remerciements

Je tiens à exprimer ma gratitude envers mon directeur de thèse, le Professeur NACER Azzedine, pour son soutien constant, son expertise et sa disponibilité tout au long de mes recherches. Je tiens également à remercier chaleureusement le Professeur BERBAR Tarik Bouzian et le Professeur MOULAI Houcine, tous Professeurs à l'université des sciences et de la technologie Houari Boumediene (USTHB) pour leurs conseils avisés, les critiques constructives, ont permis d'assurer la qualité de cette recherche.

Mes remerciements vont aussi à :

Monsieur **LAMHENE Youcef**, Professeur à l'université des sciences et de technologie Houari Boumediene (USTHB) qui me fait le grand honneur d'accepter la présidence du jury de cette thèse.

Monsieur **MAZIGHI Khaled**, Professeur à l'université des sciences et de technologie Houari Boumediene (USTHB) qui me fait l'honneur d'examiner mon travail.

Monsieur NACEREDDINE Nafaa, Directeur de recherches au Research Centre In Industrial Technologies de Chéraga - Alger (CRTI) qui me fait l'honneur en acceptant de s'associer à la commission d'examen.

Monsieur **BERBAR Tarik Bouzian**, Professeur à l'université des sciences et de technologie Houari Boumediene (USTHB) pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail en me faisant l'honneur d'accepter d'être un invité dans le jury.

Merci

Sommaire

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des symboles	_
Introduction générale	Page
Chapitre I. Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le co	ontrôle
non destructif des matériaux	3
I.1. Introduction	3
I.2. Propriétés électromagnétiques des matériaux	4
I.2.1. Champ électrique et permittivité	4
I.2.2. Polarisation d'orientation ou de Debye	6
I.2.3. Loi des mélanges	7
I.2.4. Champ magnétique et perméabilité	7
I.3. Techniques de caractérisation hyper fréquence	8
I.3.1. Introduction	8
I.3.2. Paramètres S	9
I.3.3. Potentialités des techniques hyperfréquences	10
I.3.4. Interaction onde-matière	12
I.3.5. Techniques d'évaluation non destructive hyperfréquence	
I.3.6. Avantages et Inconvénients des Techniques de Caractérisation Hyperfréquence	
I.4. Introduction à la microscopie champ proche	
I.4.1. Historique	
I.4.2. Principe de la microscopie champ proche	20
I.4.3. Les conditions de champ proche	21
I.4.4. Différence entre le champ proche hyperfréquence et le champ proche optique	22
I.5. Microscopie hyperfréquence champ proche	25

I.5.1. Résolution spatiale	
I.5.2. Les limites de la résolution	27
I.6. Conclusion	

II.1. Introduction	
II.2. Potentiel des techniques micro-ondes en champ proche et en champ lointain	1 pour
détecter des microfissures	
II.3. Détection de défaut par techniques non résonantes	
II.3.1. Sonde coaxiale ouverte [64]	
II.3.2. Guide d'onde rectangulaire [76]	
II.3.2. Guide d'onde circulaire [66]	
II.3.2. Méthode	
II.3.2. Guide d'onde parallèle [67]	
II.4. Détection de défaut par techniques résonantes	
II.4.1. Résonateur coaxial [69]	
II.4.2. Résonateur Microruban [68]	
II.4.3. Résonateur à anneau fendu SRR [70, 71]	
II.4.4. Récapitulatif des principes, avantages et inconvénients des méthodes	
champ proche/champ lointain pour la détection de défauts	41
II.5. Conclusion	

Chapitre III. Réalisation de la sonde électromagnétique microruban	43
III.1. Introduction	43
III.2. Choix de la technique en champ proche résonante	43
III.2.1. La cavité coaxiale résonante terminée par une pointe	44
III.2.2. La ligne coaxiale résonante terminée par une pointe	44
III.2.3. La ligne microruban résonante terminée par un élément rayonnant	45
III.3. Développement de la sonde de détection microruban	45
III.3.1. Description de la sonde microruban résonante	46
III.3.2. Paramètres de la sonde	50
III.4. Optimisation de la sonde	55

III.4.1. Analyse des résultats	59
III.4.2. Résolution	60
III.5. Validation du principe de détection	60
III.5.1. Description Matérielle	61
III.5.2. Composants et Fonctions	62
III.5.3. Fonctionnement pour une Mesure en réflexion	63
III.5.4. Mesures	64
III.6. Sonde électromagnétique améliorée	65
III.7. Proposition méthode basée sur le calcul du retard de groupe	68
III.8. Conclusion	72
Chapitre IV. Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN	-AFM
sous CST pour la nano-caractérisation	73
IV.1. Introduction	73
IV.2. Présentation de la sonde et de son PCB	74
IV.3. Réalisation et Optimisation du PCB	76
IV.4. Conception de la sonde NSMM (nanotechnology, near-Field scanning micro microscopy) et intégration au PCB	owave
IV.4.1. Modélisation sous CST studio	79
IV.5. Intégration du microscope à balayage microondes à l'intérieur du micro	scope
W 6 Procédure d'Alignement Ontique	00 20
IV.0. Flocedule d'Alighement Optique	
IV.7. Approche de la pointe	84
IV.8. Mesure du coefficient de réflexion PCB+ Sonde à vide	85
IV.9. Mesures avec le kit de vérification MOS de Keysight et MC2-Technologies	86
IV.9.1. Corrélation avec les Images et Profils MEB	89
IV.9.2. Synthèse sur le Calcul des Capacitances à Partir des Mesures S11	89
IV.10. Conclusion	90
Conclusion générale	91
Bibliographie	93

Liste des figures

Figure I.1. Schéma bloc d'un quadripôle	9
Figure I.2. Diagramme des paramètres S	9
Figure I.3. Principe mesure : Banc en espace libre [16]	14
Figure I.4. Méthode de la sonde coaxiale par réflexion [18]	15
Figure I.5. Cavité résonnante 85072A opérant 10 GHz [72]	16
Figure I.6. Les différentes techniques de microscopie à champ proche [30]	20
Figure I.7. Zones de champ proche et de champ lointain	21
Figure II.1. Montage expérimental [64]	32
Figure II.2. (a) Vue de l'échantillon fixant le film de revêtement sur la fissure et (b) le le bal Direction de la pointe du capteur en traversant la fissure. [25]	ayage 33
Figure II.3. (a) Schéma d'un guide d'onde rectangulaire et (b) schéma d'un guide rectang placé au	ulaire 34
Figure II.4. (a) Image bidimensionnelle de la fissure obtenue à d~0,2 mm et à 90 GHz. (b) bidimensionnelle traitée après filtrage par gradient horizontal [76]	Image 34
Figure II.5. Modèle 3D de la sonde simulée (a) Vue de face de l'iris (b) Vue en perspective sonde	de la 35
Figure II.6. Banc de mesure [66]	36
Figure II.7. Géométrie du guide d'ondes à plaques parallèles ouvertes et surface métallique fissure [67]	e avec 37
Figure II.8. Système de détection	37
Figure III.1. Schéma général d'un microscope à balayage en champ proche par micro-onde sur une cavité coaxiale terminée par une pointe [3]	s basé 44
Figure III.2. Structure de la ligne coaxiale terminée par une pointe [27]	45
Figure III.3. Sonde microruban en Champ Proche : a) Structure. b) Circuit électrique équivale	ent46
Figure III.4. Courbe de décroissance des champs à l'extrémité de ligne microruban d'impé caractéristique 50Ω réalisé sur deux substrats de permittivité relative différente	dance 47
Figure III.5. Schéma équivalent du gap [94]	51
Figure III.6. Schéma équivalent de la sonde résonante sans élément rayonnant	51

Figure III.7. Orientation du champ électrique à l'extrémité d'une ligne résonante terminé par pointe métallique.	une 53
Figure III.8. Orientation du champ électrique à l'extrémité d'une ligne résonante terminé par dipôle électrique	r un 53
Figure III.9. Types de sondes: (a) pointe; (b) dipôle	55
Figure III.10. Coefficient de réflexion minimum en fonction de la valeur de l'écart Gap	56
Figure III.11. Coefficient de réflexion pour la sonde à pointe métallique (a) et pour la so dipôle électrique (b)	onde 57
Figure III.12. Sonde et échantillon avec entaille rectangulaire	57
Figure III.13. Coefficient de réflexion pour la sonde à pointe métallique (a) et la sonde dip électrique (b). Échantillons sains et avec défaut	pôle 58
Figure III.14. Position des fréquences f0 et f1 sur une Coubre du module du coefficient réflexion S11	t de 59
Figure III.15. Coefficient de réflexion pour une sonde à pointe métallique avec un échanti- contenant des défauts allant de 0,5 μ m à 10 μ m	llon 60
Figure III.16. Banc de mesure	61
Figure III.17. Schéma interne de l'analyseur de réseau compact	62
Figure III.18. (a) Coefficient de réflexion de la Sonde pour la mesure expérimentale es simulation FIT ; (b) Paramètre de réflexion avec l'échantillon placé à 100 μ m de la point mesure expérimentale en plein air	t la te et 65
Figure III.19. Vue latérale de la sonde électromagnétique modifiée	66
Figure III.20. Simulation du paramètre de réflexion (a) et résultats expérimentaux du param de réflexion (b) avec et sans ajout de capacité de surface	ètre 67
Figure III.21. Effet de la variation de la position de la pièce de cuivre sur la sensibilité de sonde	e la 67
Figure III.22. Coefficient de réflexion en fonction de la fréquence selon les distances sor échantillon	nde- 69
Figure III.23. Phase en degrés en fonction de la fréquence selon les distances sonde-échantillo	on70
Figure III.24. Retard de groupe pour la sonde à vide	70
Figure III.25. Retard de groupe pour la sonde à vide, avec $d=0,4$ mm et $d=0,6$ mm	71
Figure IV.1. Design du PCB	76
Figure IV.2. Coefficient de Réflexion du PCB	77
Figure IV.3. Amélioration par liaison des deux plans de masse par des cylindres conducteurs	77

Figure IV.4. Amélioration du coefficient de réflexion S11 du PCB	78
Figure IV.5. Mesure expérimental du coefficient de réflexion S11 et comparaison avec simulation	la 78
Figure IV.6. Sonde AFM Rocky Mountain Nanotechnology 12Pt400B	79
Figure IV.7. (a) Configuration de la sonde RMN modifiée (b) distribution du champ électric (E-field) à 5GHZ autours de la sonde 25Pt300B modifiée	que 79
Figure IV.8. Intégration du levier NSMM dans une carte PCB dédiée [102]	80
Figure IV.9. Figure 50 Microscope à force atomique (AFM)/ microscopie à balayage microon (SMM) montée dans la chambre à vide du microscope électronique à balayage (MEB). La sc AFM/SMM est composée d'une scène de balayage d'échantillon, d'une sonde micro-ondes j conne	des ène fixe 82
Figure IV.10. Procédure d'alignement optique	83
Figure IV.11. (a) Image du cantilever obtenu le par le microscope électronique à balayage (son 25Pt300D). (b) Zoom sur l'apex	nde 84
Figure IV.12. Mesure du coefficient de réflexion de la sonde RMN intégré au le PCB	85
Figure IV.13. Kit de vérification MOS capacitance	86
Figure IV.14. Images de la sonde en approche sous MEB	87
Figure IV.15. Image de l'échantillon sous test obtenue et Profile GRIS 1D	87
Figure IV.16. Image de la variation de la partie réelle et la partie imaginaire du coefficient réflexion S11 à $F=30$ GHz [102]	t de 88

Liste des tableaux

Tableau II.1. Récapitulatif des méthodes de détection de fissures par micro-ondes	40
Tableau II.2. Principes, avantages et inconvénients des méthodes champ proche/champ pour la détection de défauts	lointain 41
Tableau III.1. Dimensions de la sonde microruban	55
Tableau III.2. Réponses en fréquence de résonance et facteur de qualité pour les configure pointe et à dipôle	ations à 59
Tableau III.3. Variation du coefficient de réflexion S11 (dB) et de la fréquence de résonanc	e fr 68

71

Tableau III.4. Retard de groupe et distances pour la fréquence = 0,877 GHz

Liste des Symboles

- ε_0 : Permittivité du vide
- ε^* : Permittivité complexe
- ε_r : Permittivité relative
- ε_{eff} : Permitivité effective
- \vec{P} : Champ de polarisation
- \vec{E} : Champ électrique
- χ_e : Susceptibilité électrique
- \vec{D} : Champ de déplacement électrique
- \vec{J} : Densité de courant de conduction
- σ : Conductivité
- δ : Angle de perte
- $tan(\delta)$: Facteur de dissipation diélectrique
- ω : Pulsation angulaire
- τ : Temps de relaxation
- α , β : Facteurs d'amortissement
- \vec{H} : Champ magnétique
- μ^* : Perméabilité complexe
- μ_0 : Perméabilité du vide
- \vec{M} : Vecteur de magnétisation
- χ_m : Susceptibilité magnétique
- \vec{B} : Champ d'induction magnétique
- [S] : Matrice de diffusion
- Γ : Facteur de réflexion
- T : Facteur de transmission
- Y : Constante de propagation de l'échantillon
- Υ_0 : Constante de propagation dans l'air

- λ_0 : Longueur d'onde dans le vide
- λ_q : Longueur d'onde guidée
- r : Vecteur de position
- k_s : Nombre d'ondes complexe
- R : Résolution spatiale
- θ : Angle d'ouverture
- O. N : Ouverture numérique
- d : Distance sonde échantillon
- D : Plus grande dimension de la pointe
- w_g : Largeur de la ligne microruban
- l_p : Longueur de la ligne d'alimentation microruban
- l_g : Longueur de la ligne résonante microruban
- *h* : Hauteur du substrat
- l_t : Longueur de la pointe
- Δ : Largeur du GAP
- C_1 : Capacité parallèle du gap
- C_2 : Capacité entre les branches centrales du gap
- C_L : Capacité gauche
- C_R : Capacité droite
- C_{eff} : Capacité effective
- Z_c : Impédance caractéristique de la ligne microruban
- γ : Constante de propagation
- C_{as} : Capacité de couplage
- f_r : Fréquence de résonance
- Q : Facteur de qualité
- B2 : Susceptance
- Y2 : Admittance
- Y0 : Admittance caractéristique
- d_t : Diamètre de la pointe

- L : longueur du substart
- W : Largeur du substrat
- L_p : Longueur de la ligne d'alimentation
- f_0 : Fréquence de résonance
- f_1 : Fréquence à gauche a +3dB
- f_2 : Fréquence à droite a +3dB
- Q_1 : Facteur de qualité pour un échantillon sain
- Q_2 : Facteur de qualité pour un échantillon défectueux
- fr₁ : fréquence de résonance pour un échantillon sain.
- fr₂ : fréquence de résonance pour l'échantillon défectueux.
- Δfr : variation de la fréquence de résonance
- $\Delta Q/Q$: variation du facteur de qualité.
- h_c : Hauteur de la capacitance ajoutée
- des: distance sonde échantillon calculé
- c: vitesse de la lumière dans le milieu
- Δ : différence de retard de group
- δ : retard de groupe avec l'échantillon sous test
- δ_{air} : retard de groupe a vide
- dp: Epaisseur substrat du PCB
- wp : Largeur microruban du PCB
- lx : Longueur microruban du PCB
- tx : Epaisseur métallisation du PCB

Introduction générale

Dans un monde où les technologies avancées sont de plus en plus intégrées dans notre quotidien, la caractérisation précise des matériaux devient essentielle pour garantir la fiabilité et la performance des dispositifs modernes. L'analyse des spectres électromagnétiques et photoniques offre une approche non destructive pour sonder les propriétés intrinsèques des matériaux, en révélant des informations cruciales sur leur structure, leur composition et leurs comportements sous diverses conditions.

A travers cette thèse nous explorons ces techniques de caractérisation en se concentrant sur leur application à la détection de défauts et l'évaluation des matériaux. Ces méthodes, qui s'appuient sur l'interaction des ondes électromagnétiques avec la matière, permettent de sonder en profondeur les matériaux tout en conservant leur intégrité, ce qui est particulièrement crucial dans des domaines comme l'aérospatial, l'énergie, et l'électronique.

Les techniques électromagnétiques, en particulier celles opérant dans le domaine des hyperfréquences, se distinguent par leur capacité à pénétrer des matériaux conducteurs et isolants tout en offrant une résolution spatiale élevée. Cela en fait des outils de choix pour le contrôle non destructif (CND) et la caractérisation des matériaux, où il est essentiel de détecter des défauts de surface ou des microfissures qui pourraient compromettre la performance des dispositifs. Cependant, malgré leur potentiel, ces techniques présentent également des défis, tels que la sensibilité aux perturbations environnementales et la complexité de l'interprétation des résultats.

La présente thèse est structurée pour offrir une compréhension complète de ces techniques et de leur application pratique. Dans le premier chapitre, un état de l'art des différentes techniques de contrôle et d'évaluation non destructives par hyperfréquences est présenté. Ce chapitre explore les fondements théoriques des propriétés électromagnétiques des matériaux, les principes des champs électriques et magnétiques, ainsi que les diverses méthodes de mesure utilisées pour sonder ces propriétés. Une attention particulière est portée aux paramètres S et à leur utilité pour

1

évaluer les interactions onde-matière, en mettant en lumière les avantages et les inconvénients des différentes techniques.

Le deuxième chapitre se concentre sur la détection des défauts de surface à l'aide de techniques résonantes en champ proche. Il examine le potentiel des micro-ondes pour détecter des microfissures et autres imperfections à une échelle submicronique. Différentes configurations de sondes et de résonateurs sont discutées, illustrant comment ces dispositifs peuvent être optimisés pour une sensibilité maximale et une résolution spatiale accrue.

Le troisième chapitre aborde la réalisation d'une sonde électromagnétique microruban, en détaillant le processus de conception, de fabrication, et d'optimisation de cette sonde pour la microscopie en champ proche. Ce chapitre explore également l'intégration de cette sonde dans un banc d'essai expérimental, utilisant un analyseur vectoriel de réseau (VNA) pour mesurer les propriétés de réflexion et les capacités de détection des défauts de la sonde.

Enfin, le quatrième chapitre traite de la conception de sondes de microscopie en champ proche de type RMN-AFM, en combinant les approches électromagnétiques et photoniques pour la caractérisation des matériaux. Ce chapitre discute de l'intégration de ces sondes dans un microscope à balayage micro-ondes et leur optimisation pour des applications spécifiques. Les résultats expérimentaux sont analysés pour évaluer l'efficacité des sondes dans la détection des propriétés électriques et capacitatives des matériaux à l'échelle nanométrique, cette partie de la thèse a été effectué en collaboration a avec le laboratoire IEMN-CNRS UMR 8520 de l'université de Lille-France.

En somme, cette thèse vise à démontrer comment l'analyse des spectres électromagnétiques et photoniques peut être utilisée de manière efficace pour la caractérisation des matériaux, tout en surmontant les défis techniques associés à ces méthodes. Les résultats obtenus contribuent à l'avancement des techniques de CND et ouvrent de nouvelles perspectives pour l'ingénierie des matériaux dans diverses industries.

2

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux

I.1. Introduction

La caractérisation et le contrôle non destructif (CND) des matériaux sont des outils essentiels pour évaluer la qualité et la fiabilité des matériaux utilisés dans divers secteurs industriels. Les techniques électromagnétiques, en particulier, se distinguent par leur capacité à sonder les propriétés internes des matériaux sans les endommager, offrant ainsi une alternative précieuse aux méthodes destructives traditionnelles.

Ce chapitre explore les fondements théoriques et les applications des techniques électromagnétiques pour la caractérisation des matériaux. Nous débutons par une analyse des propriétés électromagnétiques des matériaux, notamment le champ électrique et la permittivité, la polarisation d'orientation, ainsi que le champ magnétique et la perméabilité. Ces concepts sont fondamentaux pour comprendre comment les matériaux interagissent avec les ondes électromagnétiques, influençant ainsi les mesures de caractérisation.

Nous poursuivons avec une présentation des techniques de caractérisation hyperfréquence, en abordant les paramètres S qui permettent de quantifier les réflexions et transmissions des ondes électromagnétiques dans les matériaux. Le chapitre examine également les potentialités des techniques hyperfréquences, en passant en revue les différentes méthodes d'évaluation non destructive en hyperfréquence.

Enfin, nous abordons la microscopie en champ proche, en retraçant son historique et en expliquant ses principes de fonctionnement. Cette section met en évidence les conditions spécifiques du champ proche et les différences entre les techniques de champ proche en

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

hyperfréquence et en optique. Nous nous concentrons particulièrement sur la microscopie en champ proche dans le domaine des hyperfréquences, en discutant de la résolution spatiale et des limites associées à cette technique.

I.2. Propriétés électromagnétiques des matériaux

Les propriétés électromagnétiques des matériaux jouent un rôle crucial dans de nombreux domaines de la science et de l'ingénierie. Ce chapitre explore les différents aspects des interactions électromagnétiques, en commençant par les concepts fondamentaux de champ électrique et de permittivité. La compréhension de ces principes est essentielle pour l'analyse et la conception de matériaux utilisés dans des applications variées, allant des télécommunications à l'imagerie médicale.

Nous aborderons dans un premier temps la notion de champ électrique et la permittivité, qui décrivent la capacité d'un matériau à se polariser en réponse à un champ électrique appliqué. Ensuite, nous examinerons la polarisation d'orientation ou de Debye, un mécanisme spécifique de polarisation lié aux molécules dipolaires. La section suivante présentera la loi des mélanges, une relation qui permet de prédire la permittivité effective d'un matériau composite à partir des propriétés de ses constituants individuels. Enfin, nous introduirons le concept de champ magnétique et de perméabilité, qui décrit la réponse d'un matériau à un champ magnétique.

I.2.1. Champ électrique et permittivité

La permittivité complexe $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon^{"} = \varepsilon_0 \varepsilon_r^{"} = \varepsilon_0 (\varepsilon_r' - j\varepsilon_r^{"})$ décrit l'interaction d'un matériau diélectrique avec un champ électrique sinusoïdal appliqué \vec{E} .nous nous concentrons exclusivement sur les matériaux isotropes, c'est-à-dire ceux dont la permittivité complexe reste invariante indépendamment de l'orientation du champ électrique

Dans un matériau diélectrique, les atomes contiennent des charges positives et négatives liées entre elles. Lorsqu'un champ électrique \vec{E} est appliqué, ces atomes se polarisent, formant des dipôles électriques. D'un point de vue macroscopique, le champ de polarisation \vec{P} (en $C/_{m^2}$)représente la somme des moments dipolaires par unité de volume, indiquant ainsi la densité des dipôles électriques. La susceptibilité électrique χ_e d'un matériau quantifie sa capacité à se polariser en réponse à un champ électrique appliqué :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi_e \vec{E} \tag{I-1}$$

Avec
$$\varepsilon_0 \approx \frac{1}{36\pi} \times 10^{-9} F/m$$
 La permittivité du vide.

Le champ de polarisation \vec{P} génère un champ électrique secondaire \vec{E}_p dans le matériau, lequel s'oppose au champ électrique appliqué \vec{E} . En conséquence, le champ total à l'intérieur du matériau, qui est la somme des champs \vec{E} et \vec{E}_p devient plus faible. À son tour, la diminution de \vec{E}_p entraîne une augmentation du champ total, et ce processus se poursuit jusqu'à ce qu'un équilibre soit atteint. Pour intégrer la polarisation dans l'analyse, on définit le champ d'induction électrique(ou champ de déplacement électrique) comme suit :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \tag{I-2}$$

$$=\varepsilon_0(1+\chi_e)\vec{E} \tag{I-3}$$

$$=\varepsilon'\vec{E}$$
 (I-4)

Avec $\varepsilon' = \varepsilon_0 \varepsilon'_r$ partie réelle de la permittivité.

Dans un champ électrique sinusoïdal de pulsation $\omega = 2\pi f$ (où f est la fréquence d'excitation), la polarisation ne suit pas instantanément le champ électrique \vec{E} . En effet, le temps nécessaire pour que les dipôles s'orientent après l'application du champ ou pour revenir à l'équilibre entraîne une relaxation diélectrique, qui se manifeste par une perte d'énergie. La partie imaginaire de la permittivité ($\varepsilon^{"} = \varepsilon_0 \varepsilon_r^{"}$), également appelée « facteur de pertes diélectriques », représente ces pertes diélectriques et dépend de la pulsation d'excitation ainsi que de la température.

Un matériau diélectrique peut également présenter des pertes par conduction σ (électronique ou ionique) :

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} \tag{I-5}$$

Avec \vec{I}

 \vec{J} Densité de courant de conduction,

 \vec{E} Champ électrique appliqué.

La permittivité complexe relative du matériau s'écrit alors :

$$\varepsilon_r^*(\omega) = \varepsilon_r'(\omega) - j\left(\varepsilon_r^{"}(\omega) + \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0}\right)$$
(I-6)

La partie imaginaire de la permittivité ´ est négative et généralement beaucoup plus petite que ϵ ' r.

Les vecteurs relatifs aux parties réelle et imaginaire de la permittivité sont déphasés de 90°. L'angle de pertes δ donné par :

$$\tan(\delta) = \frac{\varepsilon_r(\omega)}{\varepsilon_r'(\omega)} + \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0\varepsilon_r'(\omega)}$$
(I-7)

La tangente de pertes est également appelée « facteur de dissipation diélectrique ».

I.2.2. Polarisation d'orientation ou de Debye

La polarisation d'orientation, également appelée polarisation de Debye, joue un rôle crucial dans les matériaux diélectriques contenant des molécules polaires. Ce type de polarisation se produit lorsque les molécules ayant un moment dipolaire permanent s'alignent en réponse à un champ électrique externe appliqué. Cependant, cet alignement n'est pas instantané, car les dipôles sont soumis à des forces internes, semblables à une résistance de type visqueuse, qui retardent leur réponse au champ.

À basse fréquence, les dipôles ont suffisamment de temps pour s'orienter entièrement dans la direction du champ électrique, ce qui entraîne une contribution importante à la permittivité du matériau. À mesure que la fréquence augmente, cette orientation devient plus difficile pour les dipôles, entraînant une diminution de la polarisation. Ce phénomène de "relaxation diélectrique", décrit par le modèle de Debye, explique la réduction de la permittivité avec l'augmentation de la fréquence, notamment dans la gamme des hyperfréquences.

Dans certains matériaux diélectriques, particulièrement ceux à structure moléculaire, la somme des moments dipolaires individuels n'est pas nulle, même en l'absence de champ électrique externe, en raison de la présence d'un moment dipolaire permanent dans les molécules. Lorsque ces matériaux sont soumis à un champ électrique, les molécules ou groupes d'atomes tendent à s'aligner avec ce champ. Divers modèles analytiques ont été développés pour expliquer le comportement diélectrique de ces matériaux en fonction de la fréquence. Les plus connus sont ceux proposés par P. Debye (1929) [1], K. S. Cole et R. H. Cole (1941) [2], ainsi que R. H. Cole et D. W. Davidson (1951) [3]. Sous l'influence d'un champ électrique alternatif, les molécules ne peuvent pas s'orienter immédiatement en raison des forces internes, que Debye assimile à des forces de viscosité. Ces modèles peuvent être décrits par le formalisme général suivant :

$$\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon'' + \frac{\sigma}{j\omega\varepsilon_0} = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s + \varepsilon_\infty}{\left[1 - (j\omega\tau)^{(1-\alpha)}\right]^{\beta}} + \frac{\sigma}{j\omega\varepsilon_0}$$
(I-8)

Où ε_s et ε_{∞} représentent respectivement les limites de la permittivité aux basses et hautes fréquences, τ est le temps de relaxation, et σ est la conductivité électrique ou ionique. Les paramètres α et β (sans dimension) représentent des facteurs d'amortissement avec $0 \le \alpha <$ $1 \text{ et } 0 < \beta \le 1$. Dans le cas d'un seul pôle de relaxation, le modèle de Debye est caractérisé par ($\alpha = 0$) et ($\beta = 1$), le modèle de Cole-Cole suppose que ($\beta = 1$) et le modèle de Cole-Davidson que ($\alpha = 0$).

I.2.3. Loi des mélanges

L'équation (I-8) définie précédemment s'applique uniquement aux mesures de matériaux homogènes. En revanche, un matériau hétérogène, composé d'un milieu hôte contenant des inclusions diélectriques de très petites dimensions par rapport à celles de l'échantillon testé et à la longueur d'onde, peut être considéré comme "homogénéisable" et représenté par des caractéristiques effectives. La permittivité effective de ce matériau est alors déterminée à partir des permittivités de chacun des éléments constituant le mélange.

Ces relations reposent sur des lois des mélanges établies de manière semi-empirique, qui varient en fonction de la nature, de la géométrie et du nombre des matériaux constituant le mélange, de leurs fractions volumiques, de la forme des inclusions, ainsi que d'autres paramètres caractérisant le mélange. La multitude de lois de mélanges reflète la difficulté réelle de modéliser un milieu hétérogène. Les modèles de J. C. Maxwell-Garnett (1906) [4] et V. D. Bruggeman (1935) [5] restent à ce jour les plus utilisés.

I.2.4. Champ magnétique et perméabilité

La perméabilité complexe $\mu^* = \mu' - j\mu^{"} = \mu_0 \mu_r^* = \mu_0 (\mu_r' - j\mu_r^{"})$ décrit l'interaction d'un matériau magnétique avec un champ d'excitation magnétique.

Dans un matériau magnétique, le magnétisme est principalement dû aux deux mouvements suivants : le spin et le mouvement orbital des électrons. Le spin est une propriété quantique des électrons qui tournent autour de leur propre axe, générant ainsi un moment cinétique. Le mouvement orbital, quant à lui, correspond à la trajectoire des électrons autour du noyau atomique. Ces deux mouvements peuvent être vus comme des boucles de courant produites par des charges électriques en mouvement, se superposant pour former une boucle de courant équivalente.

Lorsqu'un champ d'excitation magnétique externe \vec{H} est appliqué, il produit un couple qui induit un moment dipolaire magnétique en modifiant l'angle des spins et les plans orbitaux des matériaux dits « diamagnétiques ». Du point de vue macroscopique, le vecteur de magnétisation \vec{M} représente la somme

des moments dipolaires magnétiques par unité de volume. La susceptibilité magnétique χ_m d'un matériau exprime son degré d'aimantation en fonction du champ magnétique externe appliqué :

$$\overrightarrow{M} \stackrel{\rightarrow}{=} \chi_m \vec{H} \tag{I-9}$$

Le champ magnétique externe \vec{H} génère un champ d'induction magnétique secondaire issu de la magnétisation, qui s'oppose au champ magnétique \vec{H} à l'origine de sa création. Pour prendre en compte la magnétisation, on définit le champ d'induction magnétique \vec{B} par :

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{M} \tag{I-10}$$

$$=\mu_0(1+\chi_m)\vec{H} \tag{I-11}$$

$$=\mu'\vec{H} \tag{I-12}$$

Où $\mu' = \mu_0 \mu'_r$ représente la partie réelle de la perméabilité, avec $\mu'_r = (1 + \chi_m)$ étant la partie réelle de la perméabilité relative, et $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} H/m$ la perméabilité du vide.

I.3. Techniques de caractérisation hyper fréquence

I.3.1. Introduction

Le contrôle non destructif (CND) et l'évaluation non destructive (END) hyperfréquences se réfèrent aux techniques de caractérisation des matériaux ou des structures utilisant l'énergie électromagnétique dans les bandes de fréquences micro-ondes et millimétriques. Ces fréquences, bien que définies de manière flexible, se situent généralement entre quelques mégahertz (MHz) et plusieurs centaines de gigahertz (GHz), correspondant à des longueurs d'onde en espace libre comprises entre 100 cm et 1 mm. La sélection de la fréquence d'utilisation est optimisée pour maximiser l'interaction de l'énergie électromagnétique avec les caractéristiques des matériaux, la géométrie des défauts ou des inclusions, ainsi que les propriétés physiques des matériaux.

La caractérisation hyperfréquence implique la mesure des variations des propriétés des ondes électromagnétiques qui sont réfléchies ou transmises à travers l'objet testé. Ces signaux hyperfréquences sont influencés par la puissance incidente sur l'objet, la constante diélectrique, la perméabilité, la conductivité du matériau, et la fréquence de mesure.

I.3.2. Paramètres S

Dans les systèmes hyperfréquences, la matrice de diffusion [S] (Scattering) est couramment utilisée car il est plus pratique de parler en termes d'ondes plutôt qu'en termes de tension et de courant. En effet, à ces fréquences élevées, la mesure directe des tensions et des courants devient

impossible en raison de leurs variations rapides le long du dispositif étudié, faisant ainsi de la puissance la grandeur de référence. Par conséquent, la matrice de diffusion est l'outil de base utilisé pour l'analyse des systèmes micro-ondes, qu'ils soient en lignes de transmission ou en espace libre.

Les paramètres S sont une représentation mathématique des ondes incidentes et réfléchies. Dans cette configuration les relations entre les ondes incidentes et réfléchies sont décrites par la relation matricielle suivante (Figure I. 1), (Figure I. 2):



Figure I.1. Schéma bloc d'un quadripôle

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \equiv \begin{bmatrix} b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} a \end{bmatrix}$$



Figure I.2. Diagramme des paramètres S

Avec a1 et a2 qui représentent les amplitudes des ondes incidentes respectivement aux ports 1 et 2, tandis que b1 et b2 représentent les amplitudes des ondes réfléchies ou transmises respectivement depuis les ports 1 et 2.

Les paramètres Sij (i, j = 1, 2) sont définis comme suit :

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

$$\begin{cases} b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \\ b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \end{cases}$$

Avec :

- $S_{11} = \frac{b_1}{a_1}$, lorsque $a_2 = 0$: qui correspond au coefficient de réflexion en entrée du quadripôle.
- $S_{12} = \frac{b_1}{a_2}$, lorsque $a_1 = 0$: qui correspond au coefficient de transmission du port 2 vers le port 1 (gain inverse)

vers ie port i (gam mverse)

- $S_{21} = \frac{b_2}{a_1}$, lorsque $a_2 = 0$: qui correspond au coefficient de transmission du port 1 vers le port 2 (gain direct)
- $S_{22} = \frac{b_2}{a_2}$, lorsque $a_{21} = 0$: qui correspond au coefficient de réflexion à la sortie du quadripôle.

I.3.3. Potentialités des techniques hyperfréquences

Dans ce paragraphe, nous présentons un bref historique pour contextualiser l'introduction des techniques hyperfréquences dans le domaine du CND, ainsi que les potentialités de ces méthodes. Un des premiers exemples de CND utilisant les micro-ondes remonte à un brevet de 1948, décrivant une technique pour mesurer le taux d'humidité dans un matériau diélectrique [6]. Cette application demeure pertinente aujourd'hui, car la présence de molécules d'eau dans un matériau modifie considérablement sa constante diélectrique [7].

L'utilisation des micro-ondes pour le CND s'est développée lentement, mais un nombre croissant de publications associant les termes « microwave » et « nondestructive testing » ont commencé à émerger dans les années 1960 [8, 9]. Les premières applications étaient principalement destinées au développement et à la fabrication de missiles. À cette époque, les applications étaient très spécialisées et limitées, principalement en raison de l'inflexibilité des instruments micro-ondes de l'époque et de la nécessité de compétences spécialisées pour concevoir et utiliser un système micro-ondes dédié au CND. Comme nous le verrons par la suite, les avancées dans l'instrumentation hyperfréquence moderne ont permis de surmonter ces obstacles.

Au cours des années 1960 et au début des années 1970, plusieurs applications du contrôle non destructif (CND) et de l'évaluation non destructive (END) ont émergé, parmi lesquelles on peut citer :

- Évaluation de la résistance des roquettes à l'explosion,
- Détection des défauts dans les roquettes,
- Mesure du taux de combustion des moteurs de roquettes,
- Mesure de l'épaisseur des boucliers de véhicules,
- Identification des inclusions dans les matériaux alvéolés,
- Détection de la porosité dans les céramiques,
- Inspection des défauts en surface sur les munitions,
- Mesure de l'humidité dans les matériaux diélectriques,
- Évaluation des variations de densité du bois.

La majorité de ces applications étaient orientées vers le secteur aérospatial. Actuellement, des domaines émergents tels que la caractérisation des nouveaux matériaux diélectriques, y compris les composites et les nanoparticules, représentent de nouvelles opportunités pour le contrôle et l'évaluation non destructifs [10-11-12].

Le développement VNA marque le début de l'ère moderne du CND hyperfréquence. Cet appareil a introduit la flexibilité nécessaire pour appliquer les techniques de CND à divers usages. Le VNA, équipé de microprocesseurs pour le calibrage, a permis une personnalisation de l'équipement en fonction des besoins spécifiques des applications. De plus, les progrès dans les synthétiseurs de signaux hyperfréquences ont été significatifs à la même époque. Grâce au VNA, un large éventail d'applications a été exploré, telles que :

- Mesure des épaisseurs de revêtements et de matériaux diélectriques planaires, y compris les composites,
- Détection des variations d'épaisseur dans les milieux diélectriques stratifiés,
- Identification des décollements, délaminations, et inclusions dans les matériaux stratifiés,
- Caractérisation des plastiques et des verres épais,
- Évaluation de la porosité dans les céramiques, les revêtements thermiques, les plastiques, et les verres,
- Détection de la corrosion sous peinture,
- Mesure de l'humidité dans divers produits tels que les aliments, le bois, et les textiles,
- Analyse des défauts dans les structures composites renforcées,
- Détermination de l'orientation des fibres dans les composites et le graphite,
- Caractérisation des composants des mélanges diélectriques,

- Identification des phases physico-chimiques des matériaux,
- Caractérisation des bétons, y compris l'analyse des constituants et la localisation des barres de renforcement,
- Détection des défauts en surface dans les métaux, tels que le stress et la fatigue,
- Évaluation des défauts recouverts ou intégrés dans des matériaux diélectriques,
- Analyse des profils et de la surface des métaux,
- Imagerie des défauts de surface,
- Détection radiométrique des cellules cancéreuses,
- Mesure du taux d'humidité, de graisse, ou de maturité des denrées alimentaires (viandes, poissons, fruits et légumes, frais ou secs).

I.3.4. Interaction onde-matière

Aux fréquences micro-ondes, les effets de propagation influent sur les dimensions des circuits, qui sont de l'ordre de la longueur d'onde. L'évaluation haute fréquence exploite le fait qu'une onde électromagnétique possède une amplitude et une phase qui varient à travers ou après réflexion sur un matériau. Ces variations s'effectuent selon les propriétés diélectriques, magnétiques et géométriques du matériau. En terme physiques, nous résumons les effets qu'un matériau peut engendrer sur une onde électromagnétique haute fréquence :

- Le matériau peut absorber une partie de la puissance d'onde et provoque un phénomène d'atténuation ou la diminution du facteur de qualité d'un résonateur contenant le facteur de qualité.
- Le matériau peut causer une augmentation de l'énergie emmagasinée dans un résonateur, provoquant un décalage de la fréquence de résonance
- Le matériau peut changer la vitesse de propagation de l'onde et donc changer sa longueur d'onde dans le matériau, son angle de phase et provoquer un retard du signal
- La variation d'impédance d'onde entre le matériau et son environnement peut causer une réflexion de l'onde sur la surface du matériau.
- Le matériau peut réfléchir l'énergie électromagnétique dans plusieurs directions.

Le contrôle non destructif (CND) et l'évaluation non destructive (END) utilisant des hyperfréquences reposent sur le principe fondamental que les champs électromagnétiques

subissent des variations lorsqu'ils interagissent avec un matériau. Ces variations dépendent non seulement des caractéristiques physiques du matériau et de sa forme, mais également de la fréquence et de la polarisation des ondes électromagnétiques émises par le capteur. En conséquence, les techniques d'END hyperfréquence permettent de recueillir des données sur les propriétés physiques du matériau ainsi que sur ses dimensions. Le prochain paragraphe sera consacré à l'exploration des différentes méthodes employées dans le domaine des hyperfréquences pour le contrôle et l'évaluation non destructifs.

I.3.5. Techniques d'évaluation non destructive hyperfréquence

Il existe diverses techniques de mesure qui peuvent être choisies en fonction de la nature ou de la forme du matériau à analyser. Souvent, au lieu de mesurer directement le paramètre d'intérêt, on le déduit à partir des données obtenues. Ce processus nécessite une modélisation qui établit un lien entre les grandeurs mesurées et les valeurs recherchées. Idéalement, la configuration optimale est celle qui permet d'obtenir les résultats les plus précis avec le modèle le plus simple. Les techniques de mesure sont généralement regroupées en trois principales catégories, qui seront brièvement présentées dans les sections suivantes de ce document.

I.3.5.1. Techniques en espace libre/transmission

La technique de mesure en espace libre (Figure I.3) a été initialement évoquée par C.K. Campbell dans une publication de 1978 [13], puis reprise par M.D. Afsar en 1984 [14]. Cette méthode consiste à positionner un échantillon entre deux antennes alignées, fonctionnant sur une certaine plage de fréquences (voir Fig. 2). Une antenne émet le signal tandis que l'autre le reçoit. Les paramètres S sont alors mesurés grâce a un analyseur de réseau vectoriel. En analysant l'atténuation et le déphasage du signal réfléchi sur la surface de l'échantillon et/ou transmis à travers celui-ci, les propriétés diélectriques peuvent être déterminées. En fonction de la taille de l'échantillon et de la fréquence utilisée, des lentilles de focalisation peuvent être employées.

Les configurations en espace libre sont des méthodes de mesure simples, non destructives et sans contact, utilisables sur une large bande de fréquences. Elles sont particulièrement adaptées à la caractérisation de matériaux à haute température et conviennent aussi bien pour les diélectriques homogènes qu'inhomogènes [15].

Afin d'extraire les propriétés électromagnétiques de notre échantillon, deux paramètres ret Tsont introduits :

Et

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \tag{I-13}$$

$$K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}}$$
(I-14)

$$T = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} \tag{I-15}$$

Fet T correspondent respectivement aux facteurs de réflexion et de transmission à l'interface air/échantillon. Nous pouvons ainsi écrire les relations suivantes en ce qui concerne la permittivité et la perméabilité pour un échantillon d'épaisseur d :

$$\varepsilon^* = \frac{\Upsilon}{\Upsilon_0} \left(\frac{1 - \Gamma}{1 + \Gamma} \right) \tag{I-16}$$

$$\mu^* = \frac{\Upsilon}{\Upsilon_0} \left(\frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \right) \tag{I-17}$$

$$\Upsilon = \frac{[\log(1/T)]}{d} \tag{I-18}$$

$$\Upsilon_0 = j \frac{2\pi}{\lambda_0} \tag{I-19}$$

Avec Υ représente la constante de propagation de l'échantillon, Υ_0 et λ_0 représentent respectivement la constante de propagation dans l'air et la longueur d'onde.



Figure I.3. Principe mesure : Banc en espace libre [16]

Cependant, la principale source d'erreur provient des réflexions aux interfaces entre le matériau testé et son environnement, bien que cette erreur puisse être atténuée par une procédure de calibrage [17]. Une limitation notable de cette technique est la nécessité d'un échantillon de taille suffisante pour garantir une sensibilité adéquate. De plus, le coefficient de réflexion du matériau est généralement mesuré en complément du coefficient de transmission.

I.3.5.2. Techniques en réflexion/non résonante et radars

La méthode par réflexion (Figure I.4) est aisément réalisable lorsque la face du matériau a caractérisé est accessible, la détermination des propriétés du matériau est alors possible en mesurent le module et la phase du coefficient de réflexion à l'aide d'un capteur en contact avec le matériau.

Agilent Technologies a développé une méthode pour caractériser la température des échantillons liquides et solides, connue sous le nom de technique des sondes coaxiales [18]. Ce système typique inclut un analyseur de réseau vectoriel, une sonde coaxiale à extrémité ouverte, et le logiciel 85070 d'Agilent pour exporter les données vers un ordinateur, comme illustré à la Figure 4. La procédure de mesure implique d'immerger la sonde dans un échantillon liquide ou de la placer en contact avec un échantillon solide.

Cette méthode, qui est non destructive et large bande [200 MHz - 50 GHz], exige que le diamètre de la surface à mesurer soit supérieur à 20 mm et que l'épaisseur de l'échantillon soit supérieure à $\frac{20}{\sqrt{|\varepsilon_r^*|}}$ mm, où ε_r^* représente la permittivité du matériau testé. La présence d'un espace d'air entre la sonde et le matériau pendant la mesure peut doubler l'incertitude de mesure. Ainsi, cette technique est mieux adaptée à la caractérisation des échantillons liquides ou souples plutôt que des échantillons solides.



Figure I.4. Méthode de la sonde coaxiale par réflexion [18]

Ces capteurs peuvent également fonctionner sans contact en maintenant un espace précis, appelé communément "stand-off distance" ou "lift-off", entre le capteur et l'objet à tester. Un exemple de capteur sans contact est une simple antenne cornet placée à une distance relativement grande de l'objet. Ces dispositifs utilisent généralement des impulsions courtes ou des signaux modulés en fréquence, et sont souvent désignés sous le terme RADAR [19]. Ils peuvent mesurer

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

le retard temporel, l'amplitude, la phase ou la variation de fréquence du signal réfléchi par l'objet. Les antennes cornets peuvent aussi être employées avec des signaux monochromatiques à des distances rapprochées de l'objet. Une application courante des capteurs en réflexion est l'évaluation de l'épaisseur d'un matériau.

I.3.5.3. Techniques résonantes

Une cavité résonante (Figure I.5), ou résonateur, est un volume fermé par des surfaces conductrices où une onde électromagnétique entre en résonance. Ce phénomène de résonance, qui correspond à l'établissement d'ondes stationnaires dans la cavité, se produit à des fréquences spécifiques déterminées principalement par la géométrie de la cavité.



Figure I.5. Cavité résonnante 85072A opérant 10 GHz [72]

Les méthodes résonantes offrent une précision supérieure pour la caractérisation des paramètres électromagnétiques, surpassant ainsi les techniques large bande. Cette précision découle de la capacité à déterminer les propriétés diélectriques exactes à chaque point de fréquence. La mesure en cavité résonante, en particulier, est largement utilisée pour déterminer la permittivité et la tangente de perte des matériaux à faibles pertes, que ce soit à une fréquence unique ou sur un ensemble de fréquences discrètes.

Cependant, ces méthodes nécessitent que l'échantillon soit usiné avec une forme spécifique, ce qui entraîne des coûts supplémentaires et les rend destructives. Malgré ces inconvénients, les méthodes résonantes sont privilégiées pour les échantillons à faibles pertes et reposent sur des techniques de cavité résonante basées sur la perturbation résonante.

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

La technique de perturbation résonante consiste à effectuer une mesure initiale de la cavité à vide, puis à insérer l'échantillon dans une cavité rectangulaire ou cylindrique. L'insertion de l'échantillon provoque des variations de la fréquence de résonance et de la largeur de bande passante, fournissant les données nécessaires au calcul de la constante diélectrique complexe.

Pour illustrer, les cavités résonantes sont souvent définies par leur mode de fonctionnement. Par exemple, en mode TE01n, les lignes de champ électromagnétique sont tangentes à la surface du matériau diélectrique placé dans une section transverse du guide.

Pour caractériser le matériau, la cavité résonante doit d'abord être mesurée à vide pour déterminer sa fréquence de résonance et son facteur de qualité. Ensuite, la mesure est répétée avec le matériau sous test placé à l'intérieur de la cavité. La permittivité ou la perméabilité du matériau est alors calculée en utilisant les valeurs de fréquence, de volume et de facteur de qualité obtenues.

Plusieurs techniques de mesure résonantes sont décrites dans la littérature, telles que le résonateur à cylindre fendu (Split Cylinder resonator), le résonateur de Pérot-Fabry, la cavité entrante, ainsi que les résonateurs magnétiques et diélectriques. Ces méthodes, bien que précises, deviennent moins efficaces pour les matériaux à fortes pertes, car le pic de résonance s'élargit avec l'augmentation des pertes, réduisant ainsi la clarté de la mesure.

I.3.6. Avantages et Inconvénients des Techniques de Caractérisation Hyperfréquence

Les méthodes de caractérisation hyperfréquence présentent plusieurs avantages distincts :

- Non-Contact: L'antenne ou le transducteur n'a pas besoin d'être en contact direct avec l'objet étudié, ce qui permet de caractériser des zones difficilement accessibles, de mesurer des objets en mouvement, et de fonctionner dans des environnements difficiles comme ceux à haute température ou contaminés.
- Flexibilité des Capteurs: Une variété de sondes, capteurs, et antennes est disponible, permettant d'adapter la technique de mesure pour obtenir des résultats optimaux.
- Simplicité d'Utilisation : Dans la plupart des applications de contrôle non destructif, où la détection d'anomalies est l'objectif principal, le traitement des données mesurées est relativement simple. L'interface utilisateur ne nécessite pas une expertise approfondie en électromagnétisme.

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

- Faible Puissance et Bande de Fréquences Étroit: La plupart des méthodes nécessitent des puissances de fonctionnement n'excédant pas le milliwatt et utilisent une bande de fréquences étroite. De plus, les sondes opérant à proximité du matériau ne produisent pas d'interférences électromagnétiques (EMI) et ne sont pas affectées par d'autres sources d'EMI.
- Grande Sensibilité: Les signaux électromagnétiques sont très sensibles aux propriétés géométriques et physiques des matériaux, offrant une mesure précise sans être ionisants.

Cependant, ces techniques présentent également plusieurs inconvénients :

- Limitation aux Matériaux Diélectriques: Seuls les objets diélectriques peuvent être caractérisés en volume. L'inspection des objets métalliques est limitée à leur surface.
- Instrumentation Spécialisée: Les équipements tels que l'analyseur de réseaux automatique et les dispositifs associés ne sont pas bien adaptés aux expériences en dehors du laboratoire, ce qui limite leur utilisation industrielle.
- Résolution Spatiale Limitée: Les méthodes de caractérisation électromagnétique conventionnelles (espace libre, structures guidées) ont une résolution spatiale de l'ordre de la longueur d'onde utilisée, ce qui les rend moins adaptées pour une caractérisation locale précise.
- Implémentation Industrielle : Bien que très performantes, les méthodes de CND hyperfréquence peinent à s'imposer dans le milieu industriel en raison des équipements complexes qu'elles requièrent.

Pour répondre aux problèmes de la non-disponibilité d'une instrumentation adaptée à un usage hors laboratoire et de la résolution spatiale limitée, cette thèse propose de combiner une nouvelle instrumentation hyperfréquence avec les techniques de microscopie à sonde locale. L'approche basée sur l'utilisation des ondes évanescentes se présente comme une solution prometteuse pour enrichir les techniques de microscopie existantes.

Dans la suite de ce chapitre, nous présenterons d'abord les généralités sur la microscopie en champ proche. Nous aborderons ensuite plus en détail les applications potentielles de cette technique dans le contrôle non destructif, en particulier pour la détection de microfissures.

I.4. Introduction à la microscopie champ proche

I.4.1. Historique

L'histoire de la microscopie à champ proche (Scanning Probe Microscopy, SPM) débute en 1981 avec l'invention du microscope à effet tunnel (Scanning Tunneling Microscopy, STM) par G. Binnig et ses collègues dans le laboratoire de recherche d'IBM à Zurich [20]. Cette avancée majeure a été suivie en 1985 par l'invention du microscope à force atomique (Atomic Force Microscopy, AFM) [21]. Binnig et Rohrer, les pionniers de ces découvertes fondamentales pour les nanotechnologies, ont été récompensés par le prix Nobel de physique en 1986. Ces deux techniques, regroupées sous le terme de microscopie en champ proche, permettent de produire des images tridimensionnelles de surfaces solides avec des dimensions latérales allant de 10 nm à 100 µm et une résolution pouvant atteindre le niveau atomique.

Depuis leur invention, les techniques de microscopie à champ proche (SPM) ont connu de nombreuses évolutions, divisées en plusieurs catégories (Figure I.6). Parmi les plus couramment utilisées, on trouve :

- La microscopie à effet tunnel (STM) [22], qui offre une résolution atomique.
- La microscopie à champ proche optique (SNOM) [23,24], permettant de mesurer la topographie de la surface et ses propriétés optiques avec une résolution nanométrique (inférieure à la longueur d'onde).
- La microscopie à force atomique (AFM) [21], utilisée pour étudier la topographie d'une surface avec une résolution nanométrique.
- La microscopie à force électrostatique (EFM) [25] et la microscopie à force de Kelvin (KPFM) [26], permettant la mesure du potentiel de surface.
- La microscopie à force magnétique (MFM) [27].
- Les mesures de conductivité à l'aide du microscope à force atomique conductif (C-AFM) [28].
- Mesures de propriétés thermiques à l'aide d'un «Scanning Thermal Microscope» (SThM) [29].



Figure I.6. Les différentes techniques de microscopie à champ proche [30]

I.4.2. Principe de la microscopie champ proche

Pour illustrer la notion de champ proche dans le contexte des microondes, considérons une source O émettant une onde électromagnétique avec une longueur d'onde λ . En observant cette onde en un point M défini par le vecteur position r, on peut distinguer trois zones en fonction de la distance r = ||r||:

- Champ proche (r << λ): Cette zone est caractérisée par la présence d'ondes évanescentes, qui sont confinées près de la source. Ces ondes ne se propagent pas dans l'espace lointain mais leur amplitude est significative à proximité de la source et décroît exponentiellement avec la distance. En microondes Cette région est utilisée pour des techniques telles que la microscopie à champ proche, où des détails fins de la surface peuvent être étudiés.
- Champ lointain (r >> λ) : Dans cette région, les ondes évanescentes se sont suffisamment atténuées pour devenir négligeables. Seules les ondes progressives ou stationnaires peuvent être observées. Cette zone est typiquement utilisée pour les mesures de rayonnement et les applications de communication, où la direction et la polarisation des ondes sont importantes.

 Zone de transition : Entre le champ proche et le champ lointain, il existe une région intermédiaire où les ondes évanescentes et progressives coexistent. Déterminer les limites précises de cette zone est complexe, mais elle joue un rôle important dans certaines applications de mesure et d'imagerie.

I.4.3. Les conditions de champ proche

Le champ électromagnétique en un point donné dépend de deux facteurs, la source de ce champ et le milieu dans lequel il est observé. Ces deux facteurs prennent un rôle plus ou moins important en fonction de la distance qui sépare le point d'observation et la source de l'onde. En effet, à proximité de la source, le champ dépend essentiellement des propriétés de la source, alors que lorsqu'il est éloigné, ce sont les propriétés du milieu qui sont prépondérant. Ainsi, deux espaces peuvent être mis en évidence, la zone dite de champ proche, qui se situe à proximité de la source jusqu'à une distance de $\lambda/2\pi$, et la zone dite de champ lointain située au-delà de cette limite. La Figure I.7 ci-après détaille ce principe :



Figure I.7. Zones de champ proche et de champ lointain

Les ondes générées par une source sont progressives et évanescentes. Les ondes progressives se propagent et sont observables en zone lointaine.

Les ondes évanescentes sont confinées autour de la source et présentent une décroissance exponentielle à mesure que l'on s'en éloigne elles apparaissent de façon générale comme des solutions possible des équations de maxwell. Le champ est très réactif lorsqu' un conducteur se trouve très proche de la source dans cette zone d'évanescence, en pratique ,elles peuvent être

créées comme résultat de la diffraction des ondes électromagnétiques à l'aide de guides d'ondes de la réflexion interne totale (employée en microscopie optique en champ proche) [31], ou à l'aide d'une lentille présentant un indice de réfraction négatif [32,33].Ces ondes avec des nombres d'ondes imaginaires ne transportent pas d'énergie par contre elles décroissent exponentiellement avec la portée D [34], où D est la plus grande dimension caractéristique de la pointe.

Afin de créer une zone champ proche ou un champ évanescent dans l'échantillon, la plus grande dimension caractéristique de la pointe D doit non seulement être suffisamment petite devant la longueur d'onde "dans l'espace libre, mais aussi satisfaire la condition |ks|D<<1,

Où $k_s = w(\varepsilon_0 \varepsilon_s \mu_0 \mu_s)^{1/2}$ est le nombre d'ondes complexe dans l'échantillon sous test [34]. Dans ce cas, l'interaction pointe-échantillon peut être considérée comme un «nuage» électronique ou magnétique autour de la sonde pénétrant dans l'échantillon. La taille de ce «nuage» est du même ordre de grandeur que la taille de la sonde en raison du caractère statique du champ proche. Par conséquent, la résolution latérale et en profondeur dépendent principalement de la géométrie de la pointe ainsi que des propriétés électromagnétiques de l'échantillon [35].

I.4.4. Différence entre le champ proche hyperfréquence et le champ proche optique

La différence entre le champ proche en microondes et en optique réside principalement dans les caractéristiques des ondes et les techniques d'interaction avec les matériaux. Ci dessous un résumé des principales distinctions :

- 1. Longueur d'onde
 - Hyperfréquences: Les hyperfréquences ont des longueurs d'onde typiquement de l'ordre du millimètre au centimètre (de 1 mm à 10 cm).
 - Optique : Les ondes optiques (lumière visible) ont des longueurs d'onde beaucoup plus courtes, de l'ordre de quelques centaines de nanomètres (environ 400 nm à 700 nm).
- 2. Technologie et Techniques
 - Hyperfréquences:
 - Utilise des antennes, des guides d'ondes, des cavités résonantes et des dispositifs à ondes évanescentes.
- Techniques courantes incluent la spectroscopie hyperfréquence, la résonance de cavité, et les radars.
- La microscopie micro-onde en champ proche utilise des sondes connectées à des cavités résonantes pour caractériser les propriétés électromagnétiques locales des matériaux.
- Optique :
- Utilise des lentilles, des miroirs, des fibres optiques, et des microscopies en champ proche telles que STM (microscopie à effet tunnel) et AFM (microscopie à force atomique).
- Techniques courantes incluent la microscopie optique, la spectroscopie optique, et la microscopie à champ proche optique (SNOM).
- La microscopie en champ proche optique (SNOM) utilise des pointes très fines ou des fibres optiques pour sonder les propriétés optiques locales des matériaux.
- 3. Interaction avec les Matériaux
 - Hyperfréquences:
 - Interagissent fortement avec les matériaux conducteurs et diélectriques.
 - Sensibles aux propriétés électriques et magnétiques des matériaux, comme la permittivité et la perméabilité.
 - Utilisées pour pénétrer des matériaux opaques aux ondes optiques et pour des applications telles que l'imagerie à travers les murs ou la détection de défauts internes dans des structures.
 - Optique :
 - Interagissent principalement avec les propriétés électroniques des matériaux.

Chapitre I

Les techniques électromagnétiques pour la caractérisation et le contrôle non destructif des matériaux.

- Sensibles aux propriétés optiques des matériaux, comme l'indice de réfraction et l'absorption.
- Utilisées pour imager des structures fines et superficielles avec une haute résolution, souvent jusqu'à l'échelle atomique.

4. Résolution Spatiale

- Hyperfréquences:
 - La résolution spatiale est limitée par la longueur d'onde plus longue, généralement de l'ordre du millimètre.
 - Des techniques avancées comme la microscopie en champ proche peuvent améliorer cette résolution mais restent limitées par les dimensions des antennes et des cavités.
- Optique :
 - La résolution spatiale est bien plus fine, de l'ordre de la longueur d'onde de la lumière visible, soit quelques centaines de nanomètres.
 - Les techniques de microscopie à champ proche optique (SNOM) peuvent atteindre des résolutions bien inférieures à la longueur d'onde grâce à l'utilisation de pointes très fines.
- 5. Applications
 - Hyperfréquences:
 - Utilisées dans des domaines comme les télécommunications, la médecine (imagerie par résonance magnétique), et l'inspection industrielle non destructive.
 - Avantages incluent la capacité de pénétration profonde dans certains matériaux et l'insensibilité aux environnements optiquement opaques.
 - Optique:
 - Utilisées dans des domaines comme la biologie (imagerie cellulaire), la physique des matériaux, et les nanotechnologies.

Avantages incluent une haute résolution spatiale et la capacité de fournir des images détaillées des surfaces et des structures fines.

En résumé, bien que les principes fondamentaux du champ proche soient similaires pour les Hyperfréquences et l'optique, les différences en termes de longueur d'onde, technologie, interaction avec les matériaux, et applications spécifiques sont significatives.

I.5. Microscopie hyperfréquence champ proche

Les propriétés électromagnétiques des matériaux sont influencées par leur composition chimique, leur pureté, leur structure, et la présence de défauts. La microscopie à balayage microonde en champ proche (SNMM) constitue un outil précieux pour l'évaluation non destructive, exploitant l'interaction électromagnétique entre une sonde et le matériau analysé. Grâce aux ondes électromagnétiques évanescentes générées à proximité de la sonde, cette technique permet d'atteindre des résolutions spatiales remarquablement élevées.

La microscopie micro-onde en champ proche est utilisée depuis plusieurs décennies dans diverses recherches et applications industrielles. Les contributions pionnières de Synge en 1928 [31] ont établi les bases de cette technique, faisant de lui un précurseur dans le domaine. En 1944, Bethe a effectué des mesures quantitatives des champs électromagnétiques évanescents en analysant le rendement de couplage de guides d'ondes micro-ondes à travers des ouvertures beaucoup plus petites que la longueur d'onde [36]. La première démonstration expérimentale de l'imagerie utilisant des champs évanescents à des fréquences micro-ondes a été réalisée par Soohoo en 1962 [37]. En 1972, Ash et Nicholls [38] ont confirmé que ces champs évanescents pouvaient être utilisés pour des caractérisations avec une résolution spatiale atteignant $\lambda/100$.

En 1987, Gutmann [39] a étudié les sondes évanescentes dans la bande des micro-ondes, appelées EMP (Evanescent field Microwave Probes), avec une résolution sub-longueur d'onde en utilisant une ligne de transmission. M. Fee a poursuivi ces recherches en 1989 [40], mais peu de travaux supplémentaires ont été réalisés dans ce domaine immédiatement après. En 1993, Tabib-Azar a réexaminé les EMP [41], en utilisant un résonateur de longueur d'onde $\lambda/2$ associé à une petite sonde pour cartographier les variations de conductivité dans des lignes métalliques sur des cartes de circuits électroniques. En 1996, Xiang et ses collaborateurs ont développé un microscope à balayage en champ proche à des fréquences micro-ondes, intégrant un résonateur coaxial de longueur d'onde $\lambda/4$ avec un conducteur central conique [42]. La polyvalence des

EMP pour l'analyse de divers matériaux a été illustrée par plusieurs articles du groupe de Tabib-Azar [43].

Les principaux avantages de la microscopie à balayage en champ proche incluent une résolution spatiale exceptionnelle et une sensibilité accrue aux propriétés électromagnétiques des matériaux analysés. Contrairement à d'autres techniques où la résolution est limitée par la longueur d'onde des signaux, dans la microscopie en champ proche, cette résolution est principalement contrainte par la géométrie de la sonde du microscope.

I.5.1. Résolution spatiale

La résolution spatiale d'un microscope peut être abordée sous deux angles : la résolution qualitative (imagerie) et la résolution quantitative (métrologie).

- Résolution qualitative (imagerie) : La résolution d'imagerie se définit comme la taille du plus petit détail discernable sur un échantillon [44]. Il a été démontré que cette résolution est principalement déterminée par la taille de l'extrémité de la sonde évanescente ainsi que par la distance entre la sonde et l'échantillon [46]. Pour obtenir une résolution optimale, l'extrémité de la sonde doit être aussi fine que possible et maintenue au plus près de la surface de l'échantillon [47, 48, 49].
- Résolution quantitative (métrologie) : La résolution métrologique est définie comme la taille d'une zone ou d'un volume ou la réponse de la sonde est insensible aux propriétés du matériau extérieur à cette zone. Cette résolution dépend de la forme géométrique de la sonde.

I.5.1.1. Contrôle de la distance sonde échantillon

Un avantage majeur de la microscopie à pointe en champ proche réside dans la possibilité de réaliser des mesures sans contact physique entre la sonde et l'échantillon. Cependant, pour des mesures précises, il est crucial que la distance entre la sonde et l'échantillon soit inférieure à la taille caractéristique de la pointe et qu'elle soit maintenue constante. La précision des mesures en champ proche dépend directement de cette capacité à maintenir de manière précise la distance sonde-échantillon.

La plupart des systèmes de microscopie à balayage micro-onde en champ proche (SNMM) utilisent une table mécanique contrôlée par ordinateur, permettant des mouvements précis dans les directions X, Y, et Z, avec une résolution de l'ordre de quelques nanomètres. Pour améliorer

encore le contrôle de la séparation sonde-échantillon, M. Tabib-Azar a intégré un capteur optique pour maintenir cette séparation constante [50].

D'autres groupes de recherche se sont également penchés sur le contrôle de la distance sondeéchantillon pour augmenter la résolution des mesures. Une solution consiste à utiliser un système de rétroaction active (feedback actif), exploitant un signal fortement dépendant de la distance, mais indépendant de l'interaction électromagnétique entre la sonde et l'échantillon [48, 51]. Les nombreuses études sur la microscopie en champ proche optique ont montré que la résolution spatiale des sondes dépend de la finesse de la pointe et de la distance entre la sonde et l'échantillon [47, 48, 49] en effet, l'amplitude de l'onde évanescente diminue rapidement avec la distance, suivant une loi en 1/d³ selon le modèle dipolaire [52]. Cela explique la nécessité de se placer très près de l'échantillon pour capter l'onde évanescente diffractée.

I.5.2. Les limites de la résolution

La première limitation dans l'étude d'objets sub-longueur d'onde a été découverte dans le domaine de l'optique. En 1876, E. Abbe a montré que la lumière ne pouvait pas être focalisée en un point infiniment petit sans subir de diffraction. Il a expliqué que la limite de résolution spatiale d'un dispositif optique était déterminée par son pouvoir séparateur. Selon sa théorie, deux points d'un objet ne peuvent être distingués que si le centre de la figure de diffraction de l'un coïncide avec le premier anneau sombre de la figure de diffraction de l'autre. La résolution spatiale R d'un dispositif optique en champ lointain dépend de la longueur d'onde d'illumination λ , de l'indice de réfraction n à la sortie de l'objectif et du demi-angle d'ouverture θ du système optique imageur :

$$R = \frac{\lambda}{2n\sin(\theta)} \tag{I-20}$$

Où *R et* λ sont exprimées en mètre, θ est exprimé en radian. Dans l'air (n = 1), *R* est de l'ordre de la demi-longueur d'onde. En jouant sur l'ouverture numérique($O.N = n \sin(\theta)$)du système imageur il est possible d'atteindre des résolutions spatiales jusqu'à $\lambda/3$ voire $\lambda/4$.

Pour comprendre la limite de résolution spatiale, appelée parfois limite d'Abbe, il est essentiel de se pencher sur les caractéristiques du champ électromagnétique diffracté par un objet de dimension inférieure à la longueur d'onde. Ce champ se compose d'un mode fondamental et de modes supérieurs. Les modes supérieurs, contenant les informations des petits détails de l'objet, sont évanescents. En champ lointain, seules les informations du mode fondamental sont accessibles, rendant impossible la résolution des petits détails. Pour obtenir ces informations, il

est nécessaire d'utiliser une caractérisation en champ proche, où la sonde doit être très proche de l'objet.

Les concepts de la microscopie en champ proche optique peuvent être appliqués aux fréquences micro-ondes. La taille des objets à détecter détermine la dimension de l'extrémité de la sonde micro-onde et la distance sonde-échantillon. Pour détecter des défauts de l'ordre du micron, il faut une sonde de taille similaire et la placer à un micron de la surface métallique. La sonde génère des ondes évanescentes progressives qui sont diffractées par l'objet en ondes évanescentes. Si le système est assez sensible pour détecter ces perturbations, il fournit des informations sur les caractéristiques de l'objet, comme sa géométrie et sa constitution. Ces perturbations peuvent avoir un effet sur l'évolution du coefficient de réflexion à l'entrée du système, ou bien sur les caractéristiques d'un résonateur (fréquence de résonance et facteur de qualité).

I.6. Conclusion

Ce chapitre a établi un aperçu pour comprendre comment les techniques électromagnétiques et la microscopie en champ proche peuvent être utilisées pour la caractérisation des matériaux.

La compréhension approfondie des principes et des méthodes décrites ici permet de mieux appréhender les possibilités et les limites de ces techniques dans le cadre du contrôle non destructif et de la recherche sur les matériaux.

Dans le chapitre suivant, nous allons aborder la détection des défauts de surface par les techniques résonantes en champ proche.

Chapitre II

Détection des défauts de surface par les techniques résonantes en champ proche

II.1. Introduction

La détection précoce des défauts de surface, tels que les microfissures, est cruciale pour garantir la fiabilité et la durabilité des matériaux et des structures dans divers secteurs industriels. Les techniques résonantes en champ proche, qui exploitent les propriétés des ondes électromagnétiques, offrent une méthode non destructive et précise pour identifier ces défauts à des échelles micrométriques. Contrairement aux méthodes traditionnelles de détection, qui peuvent être limitées par la profondeur de pénétration ou la sensibilité, les techniques résonantes en champ proche permettent d'obtenir une résolution spatiale élevée tout en minimisant les interférences externes.

Ce chapitre explore en profondeur le potentiel des techniques micro-ondes en champ proche et en champ lointain pour détecter les microfissures et autres défauts de surface. Nous commencerons par examiner les approches non résonantes, et résonantes. Enfin, nous comparerons les différentes méthodes en termes de performances, en mettant en évidence les avantages et les inconvénients des techniques en champ proche par rapport à celles en champ lointain. Cette comparaison fournira un cadre pour comprendre comment ces techniques peuvent être appliquées de manière optimale dans divers contextes industriels.

II.2. Potentiel des techniques micro-ondes en champ proche et en champ lointain pour détecter des microfissures.

La littérature concernant la détection des défauts de surface dans les matériaux métalliques par des techniques micro-ondes est relativement abondante. Des méthodes utilisant les micro-ondes en champ proche et en champ lointain ont été développées pour estimer les dimensions de ces

défauts. En raison de leur résolution spatiale limitée (de l'ordre $de\lambda/2$), les techniques de caractérisation en champ lointain [53, 54] sont principalement employées pour détecter des anomalies de taille millimétrique. Les sondes employées sont des antennes très directives, telles que des cornets [53, 55] ou des antennes lentilles [56], qui servent simultanément d'émetteur et de récepteur. L'échantillon à examiner est placé dans la zone de champ lointain de l'antenne, c'est-à-dire à une distance suffisante pour garantir une mesure précise des défauts de surface, telle-que :

$$d > \frac{2.D^2}{\lambda} \tag{II-1}$$

Où *D* désigne la plus grande dimension de l'antenne, et λ la longueur d'onde rayonnement. Si une imperfection de dimension supérieure à $\lambda/2$ est située dans le faisceau de rayonnement de l'antenne, on observe une variation de l'énergie diffusée de l'antenne.

Dans les méthodes de champ lointain, l'échantillon fissuré est placé à une distance suffisante de l'antenne, au-delà de la limite du champ lointain de cette dernière. Cette configuration crée un courant perturbé qui génère un signal diffusé (ou réflexion) distinct de celui produit par une surface intacte. Par conséquent, les caractéristiques des signaux diffusés (ou de l'énergie, souvent proportionnelle à la section radar) varient entre un métal fissuré et un métal sans fissure. Cette méthode suit les principes classiques des mesures radar et peut être utilisée en configurations monostatiques ou bistatiques (réflexion et transmission, respectivement), tant dans le domaine fréquentiel que temporel. Dans le champ lointain, la présence de fissures n'affecte pas la distribution du courant sur l'antenne elle-même. Les premières techniques de conversion de mode, développées dans les années 1960 et 1970, entrent dans cette catégorie [57-58]. Les méthodes modernes de champ lointain comprennent également des techniques récentes pour détecter des fissures, qu'elles soient exposées ou recouvertes, en utilisant l'imagerie radar à synthèse d'ouverture (SAR) [19, 59, 60].

La sensibilité globale de ces méthodes est modérée en raison de la distance entre le radiateur et la cible. Cependant, elles restent efficaces sur de grandes distances et ne sont pas affectées par les variations de cette distance. Par exemple, un système d'imagerie SAR en bande Ka (26,5-40 GHz) a récemment été utilisé pour détecter et caractériser des fissures de longueurs et largeurs variées, allant de 0,25 à 0,875 mm, à une distance de décollage de 30 mm [59]. La sensibilité de ces méthodes dépend de la fréquence : elle est maximale lorsque la fissure résonne à la fréquence de fonctionnement. Ces méthodes sont particulièrement adaptées aux situations où la structure

examinée ne peut pas être rapprochée de l'antenne et/ou lorsque la fissure est couverte par un isolant épais.

Les techniques micro-ondes en champ proche [62], offrent des résolutions spatiales bien inférieures à la longueur d'onde utilisée, ce qui les rend particulièrement efficaces pour la caractérisation des micro-défauts. Contrairement à d'autres techniques, la résolution spatiale en champ proche dépend principalement des dimensions de l'extrémité de la sonde et de la distance entre la sonde et l'échantillon, plutôt que de la longueur d'onde. Cette particularité a conduit au développement de nombreuses méthodes non destructives en champ proche, capables de détecter des anomalies à la surface ou sous la surface de divers matériaux. Ces techniques couvrent une large gamme de fréquences, allant de quelques GHz à plus de 100 GHz, et permettent d'atteindre des résolutions spatiales allant jusqu'à λ 75000 [63].

Les méthodes de caractérisation champ proche pour la détection de microfissures en hyperfréquence décrites dans la littérature se répartissent en deux catégories :

- Techniques non résonantes champ proche : ex : sondes coaxiales [64], guide d'ondes rectangulaire [65], guide d'ondes circulaires (CWG) [66] et guides d'ondes parallèles [67, 82]. Elles exploitent généralement la mesure de l'amplitude et de la phase du coefficient de réflexion (S11). Certaines techniques utilisent également l'amplitude et la phase du coefficient de transmission (S21) en modes réflexion/transmission.
- Techniques résonantes champ proche: Elles reposent sur la mesure de la fréquence de résonance et du facteur de qualité d'un résonateur coaxial [69], microruban [68], résonateur à anneau fendu (Split Ring Resonator SRR) [70, 71].

Dans la prochaine section, nous allons examiner plus en détail les techniques mentionnées. Nous conclurons par un tableau retraçant l'historique des méthodes de détection en champ proche et en champ lointain pour la détection des défauts, ainsi qu'un tableau comparatif des avantages et des inconvénients de chaque méthode.

II.3. Détection de défaut par techniques non résonantes

II.3.1. Sonde coaxiale ouverte [64]

L'installation expérimentale comprend un analyseur de réseau, un capteur de ligne coaxiale ouverte et une plateforme x-y-z pour déplacer le capteur. L'analyseur de réseau (8720D,

Chapitre II

Agilent, USA) couvre une gamme de fréquences allant de DC à 20 GHz. Le capteur de ligne coaxiale ouverte, d'une longueur de 20 mm, est équipé d'un connecteur SubMiniature version A (SMA). La plateforme, dotée d'un support pour le capteur, permet de déplacer ce dernier le long de la surface métallique tout en ajustant précisément la distance entre l'extrémité du capteur et la surface de l'échantillon, distance maintenue à 0 mm pour assurer un contact direct.

Une fissure superficielle de 260 μ m de largeur, 2 mm de profondeur et 10 mm de longueur a été créée sur l'échantillon par électro-érosion. Le capteur balaie l'échantillon le long de cette fissure superficielle. Pour évaluer l'effet du revêtement sur le coefficient de réflexion des micro-ondes, des films minces de chlorure de polyvinyle (PVC) de 0,1 mm et 0,2 mm d'épaisseur ont été collés sur l'échantillon.



Figure II.1. Montage expérimental [64]

Ici la technique de détection par sonde coaxiale ouverte en micro-ondes a été étudiée pour détecter les fissures de surface dans les métaux, visant à surmonter les limitations des méthodes comme les ultrasons, l'émission acoustique et les courants de Foucault. Elle permet une détection sans contact ou avec un revêtement de film. Cette étude se concentre sur l'amélioration de la sensibilité de détection des fissures de surface sur des métaux recouverts de PVC en utilisant la réflexion des micro-ondes.

Une fissure de surface de 260 µm de largeur, 2 mm de profondeur et 10 mm de longueur a été réalisée sur l'échantillon par électro-érosion. La direction de balayage du capteur sur l'échantillon présentant la fissure est illustrée. Pour évaluer l'effet du revêtement de film sur le coefficient de réflexion des micro-ondes, deux épaisseurs de film mince, soit 0,1 mm et 0,2 mm, ont été utilisées. Ces films, fabriqués en polyvinyl chloride (PVC), ont été collés sur l'échantillon comportant la fissure.



Figure II.2. (a) Vue de l'échantillon fixant le film de revêtement sur la fissure et (b) le balayage Direction de la pointe du capteur en traversant la fissure. [25]

L'analyse des fréquences optimales a montré que les coefficients de réflexion augmentent à certaines fréquences sur les fissures, et diminuent à d'autres. En combinant ces fréquences duales, la sensibilité de détection peut être améliorée, avec des taux d'amélioration de 44,7 % à 97,7 % entre 14 et 15 GHz, et de 32,0 % à 39,6 % entre 15,5 et 16,5 GHz.

Pour un film de 0,2 mm, la fluctuation du coefficient de réflexion sur la fissure était de 0,37 dB et 0,43 dB, respectivement. Les fréquences optimales augmentent légèrement avec l'épaisseur du film, mais cette augmentation réduit l'amplitude du coefficient de réflexion, ce qui peut affecter la sensibilité.

En utilisant un modèle de capacité pour le coefficient de réflexion, les fréquences optimales varient selon la structure, les matériaux et l'épaisseur du film. Une fois ces fréquences déterminées, la sensibilité de détection des fissures de surface avec un capteur de ligne coaxiale peut être considérablement améliorée.

II.3.2. Guide d'onde rectangulaire [76]

L'article explore l'efficacité des techniques de détection non destructives utilisant des guides d'onde rectangulaires (Figure II.3 (a),(b)) ouverts dans le domaine des ondes millimétriques. Ces guides d'onde permettent d'extraire des informations détaillées sur les déformations tridimensionnelles des fissures de fatigue, tant en surface qu'en profondeur, dans les structures métalliques. La configuration expérimentale implique une sonde à guide d'onde rectangulaire, montée sur une bride, et un réflectomètre sensible à la phase. Ce dernier permet de capturer des images des fissures, révélant des motifs d'interférence caractéristiques entre la sonde et la surface métallique scannée.

Les résultats montrent que la dimension des fissures détectées est de l'ordre de 0,005 mm d'ouverture le long de leur longueur. Les motifs d'interférence observés dans les images s'étendent sur une longueur d'environ 19 mm, correspondant à la dimension de la sonde à guide d'onde utilisée pour l'inspection, indiquent non seulement la présence des fissures mais également les déformations hors plan des bords des fissures, avec des décalages pouvant atteindre 0,02 mm. En termes techniques, l'onde électromagnétique incidente doit avoir une polarisation perpendiculaire à l'axe long de la fissure pour perturber de manière significative la densité du courant de surface induit et ainsi modifier la réflexion mesurée. Les variations de phase et, dans une moindre mesure, d'amplitude de l'onde réfléchie permettent de déduire les caractéristiques tridimensionnelles des fissures.



Figure II.3. (a) Schéma d'un guide d'onde rectangulaire et (b) schéma d'un guide rectangulaire placé au contact d'un échantillon métallique afin de détecter la présence de fissures.
Les paramètres a et b désignent respectivement les dimensions du grand côté et du petit côté du guide et hf est la profondeur de la fissure



Figure II.4. (a) Image bidimensionnelle de la fissure obtenue à d~0,2 mm et à 90 GHz. (b) Image bidimensionnelle traitée après filtrage par gradient horizontal [76].

Les images en deux dimensions (Figure II.4 (a), (b)) obtenues par cette méthode montrent des contrastes d'intensité clairs autour des fissures, ce qui facilite l'identification et l'analyse précise de leur déformation. La technique se distingue par sa rapidité, sa fiabilité, et son coût réduit, la rendant particulièrement adaptée à l'inspection non destructive en temps réel des fissures de fatigue, qu'elles soient exposées ou couvertes.

II.3.3. Guide d'onde circulaire [66]

II.3.3.1. Méthode

Le guide d'onde circulaire utilisé dans cette étude est un guide d'onde à iris résonant alimenté par une ouverture circulaire opérant dans la bande de fréquences K (autour de 26 GHz). Le design comprend une structure d'iris résonant montée à l'ouverture du guide d'onde circulaire (Figure II. 5). Cette structure d'iris est fabriquée en aluminium avec une fente circulaire de diamètre 3,38 mm et des bandes métalliques de 0,29 mm de largeur s'étendant du bord de la fente vers le centre. Un écart de 0,545 mm entre les bandes métalliques crée la capacité nécessaire pour induire une résonance.

Pour réduire la fréquence de coupure du guide d'onde circulaire, celui-ci est chargé avec du Teflon. La structure d'iris est attachée à une sonde de guide d'onde circulaire de 30 mm de long et de 6,25 mm de diamètre interne, également fabriquée en aluminium (Figure II.6).



Figure II.5. Modèle 3D de la sonde simulée (a) Vue de face de l'iris (b) Vue en perspective de la sonde



Figure II.6. Banc de mesure [66]

II.3.3.1.1. Résultats Importants

- **Coefficient de Réflexion**: Lors des simulations, il a été observé que la sonde résonne près de 26 GHz avec un coefficient de réflexion (S11) de -17,2 dB, indiquant une bonne adaptation d'impédance. Le coefficient de réflexion sans la structure d'iris est relativement plat sur la gamme de fréquences, tandis qu'avec l'iris, il y a une résonance marquée à la fréquence de résonance avec une meilleure adaptation.
- Distribution du Champ Proche: La sonde chargée par l'iris montre une distribution du champ électrique confinée localement près de l'ouverture de l'iris, ce qui améliore la résolution spatiale et la sensibilité de détection.
- Paramètres Optimisés: La résonance est principalement affectée par l'écart entre les bandes métalliques de l'iris. Des analyses de sensibilité ont été effectuées pour optimiser les paramètres de l'iris, en particulier l'écart et la largeur des bandes métalliques. Les résultats ont montré que l'augmentation de l'écart des bandes métalliques entraînait une augmentation de la fréquence de résonance, tandis que l'augmentation de la largeur des bandes la diminuait.

Ces résultats démontrent l'efficacité de la sonde à iris résonant pour la détection de fissures et la cartographie de la corrosion sous la peinture, offrant une résolution et une sensibilité améliorées par rapport aux sondes circulaires classiques sans structure d'iris.

II.3.3.2. Guide d'onde parallèle [67]

Les résultats expérimentaux à une fréquence de 10 GHz montrent qu'une fissure de d'ouverture de 1.03 mm peut être efficacement détectée à l'aide de ce guide d'ondes. La nature de la fissure, qu'elle soit rectangulaire ou en forme de V, est clairement identifiable grâce aux variations spécifiques dans les caractéristiques des champs électromagnétiques réfléchis (Figure II. 7).



Figure II.7. Géométrie du guide d'ondes à plaques parallèles ouvertes et surface métallique avec fissure [67]

II.4. Détection de défaut par techniques résonantes

II.4.1. Résonateur coaxial [69]

II.4.1.1. Principe de la méthode

Le principe de cette méthode repose sur l'utilisation de sondes coaxiales ouvertes, avec et sans cavité résonante (Figure II.8), pour détecter des défauts de surface. Ces sondes sont capables de tester et de détecter efficacement des fissures sur des surfaces métalliques, ce qui est crucial pour l'inspection de dispositifs métalliques critiques.



Figure II.8. Système de détection

Les sondes sont placées à proximité de la surface à inspecter, et les variations du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la profondeur des défauts sont enregistrées. Le système utilise des ondes millimétriques et des micro-ondes pour créer des champs électromagnétiques proches de la surface à tester. Lorsque la sonde passe au-dessus d'une fissure, le champ magnétique autour de cette position est perturbé, ce qui entraîne un décalage de la fréquence de résonance.

II.4.1.2. Résultats obtenus

Les mesures ont montré que le capteur avec cavité résonante permet de détecter des défauts de surface avec une grande sensibilité. Par exemple, pour un défaut de largeur de 0.1mm à 0.5mm, la profondeur du défaut variait de 0 mm à 1 mm par pas de 0.05 mm. Les résultats ont indiqué une variation significative du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la profondeur du défaut, démontrant la capacité du capteur à estimer la profondeur.

II.4.2. Résonateur à anneau fendu SRR [70, 71]

Les résonateurs à anneau fendu (SRR) sont des dispositifs de résonance électromagnétique utilisés pour la détection non destructive des fissures dans les métaux. Ce type de capteur présente plusieurs avantages tels que le faible coût, la simplicité de fabrication, la miniaturisation potentielle, la nature non-contact et la capacité de détection à distance.

II.4.2.1. Principe de Fonctionnement

Le résonateur à anneau fendu (SRR) utilise les propriétés de résonance électromagnétique pour détecter les fissures dans les matériaux conducteurs. Lorsqu'un matériau avec une fissure est exposé à un champ électromagnétique, la présence de la fissure modifie les caractéristiques du champ local, notamment sa distribution et son intensité. Ces modifications influencent les paramètres de résonance du SRR, notamment sa fréquence de résonance et son facteur de qualité (Q-factor).

Dans l'étude en question, un capteur multi-fissures est proposé, combinant un guide d'ondes intégré au substrat (SIW) de mode supérieur et des résonateurs à anneau fendu complémentaires (CSRR). L'utilisation du mode TE20 du SIW permet de concentrer le champ électromagnétique, améliorant ainsi le Q-factor des CSRRs. Chaque CSRR génère sa propre résonance, ce qui permet la détection simultanée de plusieurs fissures.

II.4.2.2. Méthode de Détection

La méthode de détection repose sur l'observation des changements dans les caractéristiques de résonance des CSRRs. Lorsqu'une fissure est présente dans le métal inspecté, elle perturbe le champ électromagnétique concentré par le SIW, ce qui se traduit par un décalage de la fréquence de résonance et une variation du Q-factor du CSRR. Ces variations sont mesurées et analysées pour déterminer la présence, la taille et la nature des fissures.

II.4.2.3. Résultats : Taille des Fissures et Fréquence de Travail

Les résultats expérimentaux montrent que le capteur est capable de détecter des fissures de différentes tailles avec une grande précision. Les caractéristiques des fissures détectées incluent :

- **Profondeur des Fissures** : Le capteur a démontré une capacité à détecter des fissures de profondeur variant de quelques micromètres à plusieurs millimètres.
- Largeur des Fissures : Le capteur est efficace pour détecter des fissures de 0.8mm à 1.2mm.

La fréquence de travail du capteur joue un rôle crucial dans la sensibilité et la précision de la détection des fissures. Dans cette étude, le capteur a opéré à une fréquence de **10 GHz**, permettant une haute résolution et une sensibilité accrue pour la détection des fissures.

II.4.2.4. Aspects Techniques

L'amélioration de la détection des fissures à l'aide des CSRRs montés sur un SIW de mode supérieur repose sur plusieurs aspects techniques :

- **Miniaturisation** : La réduction de la taille du dispositif permet d'augmenter la densité du champ électromagnétique, ce qui améliore le Q-factor et la sensibilité du capteur.
- Concentration du Champ : L'utilisation du mode TE₂₀du SIW permet de concentrer le champ électromagnétique, augmentant l'interaction avec les fissures et améliorant la détection.
- Résonance Multiple : L'intégration de plusieurs CSRRs permet de détecter plusieurs fissures simultanément, chaque résonateur générant une résonance distincte.

En conclusion, le résonateur à anneau fendu (SRR), en particulier lorsqu'il est utilisé avec des guides d'ondes intégrés au substrat de mode supérieur, offre une méthode efficace et précise pour la détection non destructive des fissures dans les matériaux métalliques. Les améliorations techniques apportées par cette approche permettent une meilleure sensibilité et une capacité de détection multi-fissures, rendant ce dispositif particulièrement utile pour les applications industrielles et de maintenance, néanmoins la fabrication précise des CSRRs et du SIW en mode TE_{20} nécessite des techniques de fabrication avancées, ce qui peut augmenter les coûts et la complexité du processus de production.

Chapitre II

Le tableau ci-dessous représente le récapitulatif des méthodes de détection de fissures par micro-ondes :

Ref	Année	Largeur de la fissure (mm)	Lift-off (mm)	Freq(GHz)	Technique	Type de Sonde	
[57]	1970	0.05	5	30.5	Champ lointain	Conversion de mode avec pavillon circulaire	
[73]	1975	0.002	<0.35	10	Résonant	Résonateur microruban	
[58]	1979	0.25	-	100	Champ lointain	Conversion de mode avec pavillon focalisé par lentille	
[74]	1994	0.034	0	12	Champ proche	Sonde coaxial ouverte	
[75]	2000	0.05	0	24/33	Champ proche	Guide d'onde rect ouv	
[67]	2001	1.03	-	24	Champ proche	guide d'onde parallèle	
[76]	2009	0.005	1.7	90	Champ proche	Guide d'onde rect ouv	
[77]	2012	0.1-0.2	0	5	Résonant	CSRR-microstrip	
[79]	2017	0.2	0	8	Résonant	Fente sous Microstrip	
[64]	2013	0.26	0	14-16	Champ proche	Sonde coaxial ouverte	
[78]	2018	1-3	0.5	12.5	Champ proche	Guide rectangulaire chargée	
[80]	2019	0.25	1	24	Champ proche	ouverture circulaire à double polarisation	
[59]	2020	0.5	100	26.5-40	Champ lointain SAR	SAR double polarisation	
[81]	2020	0.25	1	24	Résonant	Résonateur spirale	
[19]	2020	>1	10	22-26	Champ lointain SAR	Ouverture circulaire/polarisation linéaire	
[60]	2021	0.25	10	12.4-18	Champ lointain SAR	Ouverture circulaire/double polarisation	
[69]	2022	0.1-0.5	-	1.55	résonant	Résonateur coaxial	
[66]	2022	0.07-0.13	-	20-26.5	Champ proche	Circulaire /iris résonant	
[70]	2023	0.85	=	5.2	Résonant CSRR		
[68]	2023	0.5	-	4.5	Résonant	Microstrip	
[71]	2024	<0.5	=	2-3	Résonant	SRR	

Tableau II.1. Récapitulatif des méthodes de détection de fissures par micro-ondes

II.5. Récapitulatif des principes, avantages et inconvénients des méthodes champ proche/champ lointain pour la détection de défauts

Le tableau ci-dessous présente un récapitulatif des principes fondamentaux, des avantages et des inconvénients associés à chacune de ces méthodes. Cette comparaison vise à faciliter le choix de la méthode la plus adaptée selon les besoins spécifiques de caractérisation des défauts et les limitations des systèmes de mesure.

Méthode de contrôle	Méthode dePrincipe decontrôlecaractérisation		Inconvénients	
Méthode en champ lointain.	Mesure du coefficient de réflexion d'une antenne ou du coefficient de réflexion entre deux antennes.	Simple à mettre en œuvre.	 Résolution spatial de l'ordre de la demi- longueur d'onde d'opération. N'est pas adaptée pour la détection de micro défauts. 	
Méthode en champ proche non résonante.	Mesure de la variation de l'amplitude et de la phase du coefficient de réflexion pour une structure de propagation ouverte.	 Sonde très accessible et connu (ligne coaxiale, guide d'onde rectangulaire). La résolution spatiale dépend de la taille de l'extrémité de la sonde et de la distance sonde échantillon. 	La détection de défauts nécessite une fréquence de plus de 100 GHz.	
Méthode en champ proche résonantes.	Mesure de la variation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité d'une sonde résonante.	 La résolution spatiale dépend de la taille de l'extrémité de la sonde et de la distance sonde échantillon. Possibilité de détecter des défauts a des fréquences inférieures à 10 GHz. 	Nécessite un contrôle précis de la distance sonde échantillon.	

 Tableau II.2. Principes, avantages et inconvénients des méthodes champ proche/champ lointain pour la détection de défauts [93]

II.6. Conclusion

Au terme de ce chapitre, nous avons discuté du potentiel des méthodes hyperfréquence champ proche vue d'une application pour la détection de microfissures de surface dans les métaux. Cette exploration nous a permis de comparer les techniques en champ lointain avec celles en champ proche.

Les techniques en champ lointain, limitées par une résolution spatiale d'environ la demi-longueur d'onde d'opération, ne sont pas adéquates pour l'analyse précise des défauts de surface à l'échelle micrométrique. En revanche, les méthodes en champ proche, qui offrent une résolution spatiale bien inférieure à la longueur d'onde, se révèlent plus appropriées pour cette application spécifique.

Plus particulièrement, parmi les techniques en champ proche, les méthodes résonantes se démarquent comme étant les plus adaptées pour la détection des microfissures de surface dans les métaux. Deux raisons principales justifient cette préférence. Premièrement, les méthodes résonantes permettent de détecter des défauts micrométriques à des fréquences inférieures à 10 GHz, ce qui n'est pas réalisable avec les méthodes non résonantes à une telle précision. Deuxièmement, les techniques résonantes nécessitent un appareillage moins complexe comparé aux méthodes non résonantes. En utilisant l'échantillonnage en fréquence plutôt que la dynamique des instruments de mesure, elles permettent de détecter directement les variations de fréquence de résonance et de facteur de qualité des défauts grâce à un analyseur de réseau.

Ainsi, en conclusion, un travail de recensement des principales techniques de détection des microfissures présentes dans la littérature nous a permis d'établir que les méthodes résonantes en champ proche sont les plus efficaces pour la détection des microfissures de surface dans les métaux. Le chapitre suivant se concentrera sur l'application pratique de ces techniques résonantes en champ proche.

Chapitre III

Réalisation de la sonde électromagnétique microruban

III.1. Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est de présenter le processus de conception, de fabrication et d'optimisation d'une sonde microruban résonante adaptée aux applications de microscopie en champ proche.

Nous commencerons par examiner les différentes configurations possibles de sondes résonantes en champ proche, en mettant l'accent sur les avantages et les limitations de chaque approche. Ensuite, nous détaillerons le processus de développement de la sonde microruban résonante, en décrivant les critères de conception, les matériaux utilisés, et les défis techniques rencontrés lors de la fabrication. Nous mettons ainsi en évidence un certain nombre de contraintes qu'il est nécessaire de prendre en compte pour définir une technique résonante en champ proche compatible avec une perspective d'application hors laboratoire.

III.2. Choix de la technique en champ proche résonante

Dans cette section, nous présentons trois résonateurs en champ proche particulièrement intéressants pour la détection des fissures de surface : la cavité coaxiale terminée par une pointe, la ligne coaxiale terminée par une pointe, et la ligne microruban terminée par un élément rayonnant. Afin de déterminer laquelle de ces structures est la mieux adaptée aux contraintes de notre étude, il est utile de rappeler brièvement les topologies et les caractéristiques principales de ces trois sondes résonantes [83].

III.2.1. La cavité coaxiale résonante terminée par une pointe

La figure III.1 rappelle la structure de la cavité coaxiale résonante terminée par une pointe. Ce type de résonateur permet d'obtenir des facteurs de qualité très élevés potentiellement performant pour caractériser des matériaux métalliques [84, 85].



Figure III.1 Schéma général d'un microscope à balayage en champ proche par micro-ondes basé sur une cavité coaxiale terminée par une pointe [3]

Toutefois, sa réalisation est relativement complexe. Pour atteindre une résolution spatiale élevée, il est en effet nécessaire de fabriquer une pointe très fine et ayant un faible rayon de courbure. D'autre part, il faut usiner une ouverture n'excédant pas quelques dizaines de microns de diamètre au bout de la cavité coaxiale et faire passer la pointe au travers de cette ouverture en évitant de tordre ou de casser la pointe.

III.2.2. La ligne coaxiale résonante terminée par une pointe

La figure III.2 présente la structure de la ligne coaxiale terminée par une pointe [86]. Cette topologie offre l'avantage d'un couplage réglable, permettant d'ajuster le facteur de qualité du résonateur. Les recherches utilisant cette configuration pour la caractérisation des matériaux ont démontré la possibilité d'atteindre des résolutions spatiales bien inférieures au micron, grâce à l'optimisation de la taille de l'extrémité de la pointe et de la distance entre la sonde et l'échantillon [86]. Cependant, la fabrication de ce type de capteur est complexe et requiert une étude approfondie des procédés nécessaires pour réaliser une extrémité en forme de pointe.



Figure III.2. Structure de la ligne coaxiale terminée par une pointe [27].

III.2.3. La ligne microruban résonante terminée par un élément rayonnant

La structure microruban terminée par un élément rayonnant, tel qu'une pointe métallique [87], un dipôle électrique [88], ou un dipôle magnétique [89], constitue une alternative à la technologie coaxiale, souvent considérée comme difficile à mettre en œuvre. Ce capteur transpose la sonde coaxiale résonante en une technologie planaire. La fréquence de résonance de la sonde microruban est déterminée par la permittivité effective et la longueur l de la ligne résonante $(\lambda g/4 \text{ ou } \lambda g/2)$ et son facteur de qualité dépend de la distance, appelée "gap", entre la ligne d'alimentation et la ligne résonante. Le "gap" permet d'ajuster le couplage entre la source hyperfréquence et l'élément résonant.

Le capteur microruban présente un facteur de qualité inférieur à celui des sondes décrites dans les paragraphes III.2.1 et III.2.2, mais il offre l'avantage de pouvoir être fabriqué en laboratoire rapidement et à moindre coût. De plus, ce résonateur microruban a été largement utilisé par M. Tabib-Azar et ses collègues pour caractériser des matériaux métalliques, permettant d'atteindre des résolutions spatiales inférieures au micron [90].

III.3. Développement de la sonde de détection microruban

Dans cette section, nous présentons, tout d'abord, les différents éléments constituant la sonde microruban résonante terminée par un élément rayonnant. Ensuite, nous nous intéressons au du dimensionnement du capteur Figure III.3.



(b)

Figure III.3. Sonde microruban en Champ Proche : a) Structure. b) Circuit électrique équivalent.

III.3.1. Description de la sonde microruban résonante

On peut distinguer six éléments dans la sonde microruban résonante : le substrat, la ligne d'alimentation, le gap, la ligne résonante, le taper (section effilé) et l'élément rayonnant.

III.3.1.1. Le substrat

Le dimensionnement et les performances de la sonde sont directement conditionnés par les trois paramètres suivants : La permittivité relative ε r, le facteur de pertes tan δ et les dimensions du substrat.



La permittivité relative :

Dans une structure microruban, une permittivité relative ε_r élevée du substrat tend à confiner les lignes de champ électrique et magnétique à l'intérieur du substrat. Pour un capteur microruban opérant en champ proche, il est préférable de choisir un substrat à faible permittivité afin de favoriser le rayonnement vers l'échantillon à caractériser, puisque les ondes évanescentes sont principalement localisées à l'extrémité du substrat. En outre, avec un substrat de faible permittivité relative, la décroissance des champs est moins rapide, permettant d'utiliser une distance sonde-échantillon plus grande qu'avec un substrat de forte permittivité, comme illustré à la figure III.4 [87].



Figure III.4. Courbe de décroissance des champs à l'extrémité de ligne microruban d'impédance caractéristique 50Ω réalisé sur deux substrats de permittivité relative différente

Cependant, il convient de noter qu'un fort rayonnement peut perturber les champs évanescents générés par le matériau à analyser, ce qui réduit la sensibilité du résonateur. En effet, ces perturbations entraînent seulement de faibles variations dans l'intensité du champ électromagnétique à l'extrémité du substrat de la sonde, ce qui se traduit par une faible modification du facteur de qualité et de la fréquence. En outre, l'utilisation d'un substrat à faible permittivité nécessite des largeurs de lignes microruban relativement importantes. Étant donné qu'en champ proche, la résolution spatiale est directement liée à la taille de l'extrémité du substrat afin d'assurer une bonne adaptation d'impédance entre la ligne résonante et l'élément rayonnant.

Le facteur de pertes : Les pertes diélectrique du substrat est pris en compte à travers le facteur de perte tel que :

$$tan\delta = \varepsilon''/\varepsilon'$$
, avec $\varepsilon = \varepsilon_0 * \varepsilon_r = \varepsilon' - j\varepsilon''$ (III.1)

Où ε "et ε ' désignent respectivement les parties imaginaires et réelles de la permittivité ε du substrat, et ε_0 est la permittivité du vide et ε r est la permittivité relative du substrat). Les pertes diélectriques diffèrent selon la nature du substrat et elles varient avec la fréquence de travail.

Les dimensions :

La hauteur du substrat est un paramètre clé dans le calcul de l'impédance caractéristique et des pertes par rayonnement d'une ligne microruban. En outre, les fabricants de substrats offrent un choix limité en termes de dimensions (hauteur, largeur et longueur). Il est donc essentiel de prendre en compte les options disponibles et les contraintes des substrats commerciaux avant de commencer la conception d'un dispositif micro-onde.

III.3.1.2. La ligne d'alimentation

La ligne d'alimentation a pour rôle d'alimenter la sonde microruban. Son impédance caractéristique est fixée à 50Ω afin d'assurer une bonne adaptation avec la source hyperfréquence.

La longueur de la ligne d'alimentation sera choisie en fonction de la longueur du substrat et des longueurs du gap, de la ligne résonante et de la section éfilée.



III.3.1.3. Le gap

La longueur Δ du gap est un paramètre crucial dans cette structure, représentant l'espacement entre la ligne d'alimentation et la ligne résonante. Ce gap a un impact significatif sur le facteur de qualité du résonateur, qui est un élément clé pour la performance de la sonde. En effet, le facteur de qualité détermine directement la sensibilité de la sonde : plus il est élevé, plus la sensibilité de la sonde sera grande.

III.3.1.4. La ligne résonante $\lambda g/4$ ou $\lambda g/2$

Ce tronçon de ligne constitue l'élément résonant du circuit. Sa longueur détermine la fréquence de résonance de la sonde, ainsi que la fréquence de fonctionnement utilisée pour la caractérisation du matériau.

En effet, la fréquence de résonance fr du résonateur dépend à la fois de la longueur de la ligne résonante et de la permittivité relative ε_{reff} .





Pour une ligne résonante de longueur $\lambda_g/2$ terminée en circuit ouvert, la fréquence de résonance fr est déterminée par l'équation III-2 :

$$f_r = \frac{c}{2 \, l \sqrt{\epsilon_{eff}}} \tag{III-2}$$

Avec:

$$\begin{split} \varepsilon_{eff} &= \frac{1}{2} (\varepsilon_r + 1 + F(\varepsilon_r - 1)) \\ F &= \begin{cases} (1 + 12u)^{-1/2} + 0.04 \ (1 - u)^2 & u \leq 1 \\ (1 + 12u)^{-1/2} u > 1 \end{cases} \end{split}$$

où *c* est la vitesse de la lumière dans le vide ($c = 3.10^8 m. s^{-1}$), ε_{eff} est la permittivité effective de la ligne micro-ruban, calculée à l'aide du modèle de Hammerstrad [91], et u = w/h. Ici, *h* représente l'épaisseur du substrat et *w* la largeur de la ligne micro-ruban.

Une fréquence de fonctionnement plus élevée permet d'utiliser des lignes plus petites, mais entraîne une décroissance plus rapide des champs à l'extrémité du substrat, ce qui est inversement proportionnel à la fréquence [87]. En conséquence, il devient nécessaire de positionner la sonde très près du matériau à analyser. En revanche, une fréquence de fonctionnement plus basse permet d'augmenter la distance sonde-échantillon, mais nécessite une taille de circuit plus grande. Ainsi, le choix de la fréquence de fonctionnement est limité par la gamme de fréquences disponibles des appareils de mesure, la longueur maximale des substrats, et les contraintes technologiques liées à la fabrication des capteurs.

III.3.1.5. La section évasée

La section évasée, de la ligne permet une transition progressive d'impédance entre la ligne résonante, qui a une impédance caractéristique de 50 Ω , et l'élément rayonnant. Divers types de sections évasées sont possibles, mais des études antérieures recommandent l'utilisation d'une forme dont les côtés forment un angle de 60° avec le bord du substrat [5].



III.3.1.6. L'élément rayonnant

L'élément rayonnant est positionné à l'extrémité de la section évasée. Il a pour fonction de diriger le rayonnement provenant du résonateur vers l'échantillon à analyser et de recueillir des informations sur les propriétés de cet échantillon.

D'après les études menées par M.Tabib Azar Les sondes résonantes terminées par un dipôle magnétique sont très bien adaptées à la

mesure des variations de conductivité électrique dans les matériaux métalliques [89]. Néanmoins, elles sont aussi démontrées que les sondes résonantes terminées par un dipôle magnétique ne permettent pas d'atteindre des résolutions spatiales élevées et donc ne sont pas intéressante pour la détection de microfissures. Ceci est dû à la structure et au fonctionnement particulier du dipôle magnétique qui fait que l'ensemble de la boucle de courant est utilisé pour collecter l'information relative au matériau. La résolution spatiale est donc fonction à la fois du diamètre et de la hauteur.

Pour les raison que nous venons de citer, la suite de ce chapitre sera essentiellement consacrée à la configuration pointe et métallique et dipôle électrique puis nous choisirons la configuration la mieux adapté à notre étude et la plus accessible à la réalisation expérimentale.

III.3.2. Paramètres de la sonde

III.3.2.1. Etude du facteur de qualité de la sonde microruban résonante

La longueur de l'espacement entre la ligne d'alimentation et la ligne résonante, est cruciale pour le facteur de qualité. Cet espacement joue un rôle clé en transmettant l'énergie incidente de la ligne d'alimentation à la ligne résonante, et il permet de contrôler le facteur de qualité en charge Q de la sonde. Des études ont montré [92, 95] que le rayonnement généré par l'élément rayonnant situé à l'extrémité du substrat a peu d'impact sur le comportement global du résonateur. Par conséquent, il est possible, dans un premier temps, de calculer de manière approximative les caractéristiques de la sonde résonante en se concentrant uniquement sur la combinaison de la ligne d'alimentation, du gap et de la ligne résonante.

III.3.2.2. Rôle du gap

Le gap assure un couplage capacitif entre la ligne d'alimentation et la ligne résonante. Son schéma équivalent **[94]** est le suivant, figure III.5.





Figure III.5. Schéma équivalent du gap [94]

En s'appuyant sur les résultats de la publication [94], nous pouvons estimer les valeurs des capacités C_1, C_2 et C_3 . Le calcul de ces capacités dépend du rapport w/h entre la largeur w des lignes micro-ruban situées de chaque côté du gap et la hauteur h du substrat. La publication [94] spécifie que, lorsque $w/h \approx 1$, les valeurs de C1 et C3 sont négligeables devant celle de C_2

Ainsi, le gap peut être modélisé électriquement comme une simple capacité dont la valeur dépend de la distance Δ entre la ligne d'alimentation et la ligne résonante. Sur cette base, la sonde microruban résonante sans dipôle rayonnant peut être représentée par le schéma équivalent montré en figure III.6. Dans ce schéma, Z_0 est l'impédance caractéristique de la ligne d'alimentation, C_2 représente la capacité du gap, et C_0 est la capacité à l'extrémité de la ligne micro-ruban. Cependant, C_0 peut être négligée en raison du rétrécissement progressif de la ligne à l'extrémité du substrat, ce qui diminue considérablement sa valeur.



Figure III.6. Schéma équivalent de la sonde résonante sans élément rayonnant

III.3.2.3. Calcul de la longueur ∆ du gap

D'après [96], la valeur de la susceptance $B2 = \omega \cdot C2$ (partie imaginaire de l'admittance Y2 telle que $Y2 = G2 + j \cdot B2$) associée au gap peut être approchée par l'équation (III-3)

$$\frac{B_2}{Y_0} = \frac{h}{\lambda_g} \cdot \ln[\coth(\frac{\pi \cdot \Delta}{2 \cdot h})]$$
(III-3)

Où *h* désigne l'épaisseur du substrat, λg est la longueur d'onde guidée, *h*est la longueur du gap et Y0 est l'admittance caractéristique des lignes situées de part et d'autre du gap. On peut remarquer que la valeur de *B*2 dépend des caractéristiques physiques du circuit (hauteur du substrat *h* et permittivité relative εr via λg et Y0) ainsi que de la fréquence de travail (via λg).

Toujours d'après **[96]**, la susceptance *B*2 est reliée au facteur de qualité *Q*du résonateur par l'équation (III-4) :

$$\frac{B_2}{Y_0} = \sqrt{\frac{\pi}{2.Q}} \tag{III-4}$$

Or:
$$B2 = \omega \cdot C2 = 2.\pi.f.C_2$$
 (III-5)

A partir des équations (III-4) et (III-5), on obtient l'expression liant le facteur de qualité Qdu résonateur à la capacité C2:

$$Q = \frac{Y_0^2}{8.\pi . C_2^2 . f^2}$$
(III-6)

La formule (III-6) n'est valable qu'au voisinage de la fréquence de résonance. De plus, elle ne prend pas en compte la dispersion de la ligne microruban. Cela signifie qu'elle n'est valable que dans le domaine de fréquences où l'approximation quasi-TEM est valide. Cela dit, grâce à cette équation, il est possible de choisir le facteur de qualité d'un circuit résonant à couplage capacitif, en se fixant une fréquence de travail réaliste, et en choisissant arbitrairement une longueur de gap.

III.3.2.4. Choix de l'élément rayonnant

La dernière étape dans la conception de notre capteur microruban consiste à choisir la forme et les dimensions de l'élément rayonnant. Dans la suite nous verrons les caractéristiques des deux configurations qui nous intéressent à savoir : la pointe métallique et le dipôle électrique.

Caractéristiques de la pointe métallique :

La Figure III.7 montre l'orientation du champ électrique **E** à l'extrémité d'une ligne résonante $\lambda g/2$ terminée par une pointe métallique et positionnée devant une plaque métallique



Figure III.7. Orientation du champ électrique à l'extrémité d'une ligne résonante terminé par une pointe métallique

On peut remarquer que le champ électrique rayonné au niveau de la pointe est orienté selon l'axe OX. Ce champ est donc perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Il en résulte que les courants électriques induits *i* vont se propager principalement dans le sens de la profondeur du matériau. M. Tabib-Azar *et al* ont montré qu'on peut atteindre des résolutions spatiales très élevées en utilisant une pointe de faible diamètre et en se plaçant très près de l'échantillon à caractériser [90].

Caractéristiques du dipôle électrique :

La figure III.8 montre l'orientation du champ électrique E à l'extrémité d'une ligne résonante $\lambda g/2$ terminée par un dipôle électrique et positionnée devant une plaque métallique



Figure III.8. Orientation du champ électrique à l'extrémité d'une ligne résonante terminé par un dipôle électrique

Le dipôle électrique crée un champ électrique orienté selon l'axe OZ. Ce champ électrique a donc tendance à favoriser la génération de courants électriques induits se propageant en surface du matériau à examiner. M. Tabib-Azar *et al.* Ont employé des sondes microruban résonantes terminées par un dipôle électrique pour étudier des matériaux diélectriques ou métalliques [92, 88]. Le niveau de couplage sonde-échantillon et la résolution spatiale d'une sonde terminée par

un dipôle électrique dépendent du diamètre des fils métalliques et de l'espacement entre le fil relié au ruban chaud et le fil relié au plan de masse. En optimisant les dimensions du dipôle électrique, il est donc possible d'obtenir un capteur offrant une bonne sensibilité et une résolution spatiale très correcte.

La pointe métallique et le dipôle électrique permettent d'obtenir des résolutions spatiales élevées et aucun élément objectif ne permet d'écarter a priori l'une ou l'autre de ces deux topologies. De ce fait pour la réalisation pratique nous choisiront la solution la moins contraignante nous verrons en simulation les deux configurations pour en faire la comparaison.

Pour obtenir une résolution spatiale élevée, nous avons choisi d'utiliser des fils de cuivre de diamètre 0.1mm (fils les plus fins disponibles au laboratoire) pour réaliser la pointe métallique et le dipôle électrique. Nous avons fixé à 1mm l'extension de la pointe métallique et du dipôle électrique.

III.3.2.5. Dimensions de la structure résonante

La procédure employée pour déterminer les grandeurs importantes (Tableau III. 1) du résonateur comporte trois étapes :

- 1) On choisit une fréquence de travail dans la gamme de fréquence de l'analyseur de réseau.
- 2) On fixe un facteur de qualité à atteindre.
- On calcule alors la longueur de gap pour la quelle pour une fréquence donnée, on obtient le facteur de qualité désiré.

Avant de se lancer dans le calcul des dimensions du résonateur, il est utile de rappeler quelques informations concernant la technologie retenue pour réaliser le capteur :

- > Le substrat est en Epoxy ($\varepsilon r = 4.3$) d'épaisseur h = 1.6mm.
- \blacktriangleright L'épaisseur de métallisation est égale à *t*=0.02mm
- Les impédances caractéristiques de la ligne d'alimentation et de la ligne résonante sont de 50Ω ce qui conduit à des largeurs de ruban de w_g 3.11 mm.
- > La taille minimale de gap réalisable est de $\Delta min = 0.02 mm$

Parameter	W	L	lg	wg	Lp	lt	dt	h
Value (mm)	30	114.78	83.89	3.11	30	1.8	0.1	1.6

Tableau III.1. Dimensions de la	a sonde m	icroruban
---------------------------------	-----------	-----------

III.4. Optimisation de la sonde

Les ondes évanescentes autour de la pointe interagissent localement avec l'échantillon testé, qui est placé à proximité immédiate de la pointe. Dans cette configuration, les limites de résolution ne sont plus déterminées par la longueur d'onde des signaux haute fréquence, mais plutôt par les propriétés géométriques de la sonde elle-même. La Figure III.9 illustre deux géométries distinctes de la pointe : (a) la pointe métallique et (b) le dipôle électrique.

En exploitant l'interaction localisée entre les ondes évanescentes et l'échantillon voisin, la résolution du système d'imagerie peut être considérablement améliorée. Les caractéristiques géométriques de la pointe de la sonde jouent un rôle crucial dans la définition de la résolution spatiale et permettent une caractérisation détaillée de l'échantillon à une échelle sub-longueur d'onde.



Figure III.9. Types de sondes: (a) pointe; (b) dipôle

Le couplage électromagnétique entre une sonde et un échantillon métallique planaire a été étudié à l'aide de simulations par technique d'intégration finie (FIT) avec CST Microwave Studiosur une plage de fréquence de 0.5Ghz à 1.3Ghz.

L'optimisation initiale de la sonde a consisté à faire varier l'écart de gap lors des simulations afin d'identifier l'écart optimal produisant des signaux de plus grande amplitude. La sonde microstrip a été fabriquée sur un circuit imprimé avec un substrat en époxy FR4 ayant une constante diélectrique de ε_r = 4.3.

La Figure III.10 montre le paramètre de réflexion minimum (amplitude de S_{11} à la résonance) en fonction des valeurs de l'écart. On observe ainsi, pour chaque valeur de l'écart en mm, la valeur de S_{11} (dB) correspondant à la résonance. Cette figure illustre le paramètre de réflexion minimum en fonction de la distance de l'écart de gap.

D'après la Figure III.10, on constate que la sonde présente une bonne sensibilité dans la plage de 0,87 mm à 0,89 mm. Le coefficient de réflexion atteint une valeur minimale de -49,09 dB à 0,8751 mm.



Figure III.10. Coefficient de réflexion minimum en fonction de la valeur de l'écart Gap.

Les Figures III.11.a et III.11.b présentent les résultats numériques pour une sonde à pointe métallique et une sonde dipôle électrique dans deux scénarios : mesure sur un échantillon sain et mesure en plein air.

Il convient de noter que le décalage de fréquence et le décalage d'amplitude varient en fonction du type de sonde utilisé, ce qui suggère des variations dans le facteur de qualité. Cette différence pourrait être attribuée à l'orientation des courants électriques dans l'échantillon.



Figure III.11. Coefficient de réflexion pour la sonde à pointe métallique (a) et pour la sonde dipôle électrique (b).

Notre investigation se concentre sur les effets d'un défaut de fissure rectangulaire sur la fréquence de résonance et le facteur de qualité des deux capteurs sélectionnés. La fissure a des dimensions de largeur (we) = $10\mu m$, de profondeur (he) = $20\mu m$ et de longueur (le) = $30\mu m$ (voir Figure. III.12).

Par la suite, nous présentons les réponses du paramètre de réflexion en fréquence S_{11} pour la sonde à résonateur terminée par dipôle (Fig. III.13.a) et pour la sonde terminée par pointe (Fig. III.13.b) (avec Δ = 0,89 mm. La sonde est positionnée à une distance (d) de 100 µm à la fois d'un échantillon sain et du centre du défaut.



Figure III.12. Sonde et échantillon avec entaille rectangulaire



Figure III.13. Coefficient de réflexion pour la sonde à pointe métallique (a) et la sonde dipôle électrique (b). Échantillons sains et avec défaut.

L'amplitude et la fréquence de résonance dépendent des propriétés électromagnétiques de l'échantillon. Le facteur de qualité du système peut être calculé à partir du graphique S_{11} selon l'équation (III-7).

$$Q = \frac{f_0}{f_2 - f_1}$$
(III-7)

Où f_0 est la fréquence (de résonance) associée à la valeur minimum de S_{11} (S_{11min}), f_1 est la fréquence à gauche de la fréquence de résonance f_0 ($f_0 > f_1$) associée à la valeur $S_{11min} + 3dB$ et f_2 est la fréquence à droite de la fréquence de résonance f_0 ($f_0 < f_2$) associée à la valeur $S_{11min} + 3dB$. La figure III.14 indique la manière dont on détermine la valeur des fréquences f_0, f_1 et f_2 à partir de la courbe du paramètre de réflexion S_{11} en fonction de la fréquence.

Le facteur de qualité est un indicateur du rapport entre l'énergie stockée et l'énergie dissipée dans le résonateur. Par conséquent, un facteur de qualité plus élevé signifie une sensibilité accrue de la sonde microstrip en champ proche (NFMP).



Figure III.14. Position des fréquences f_0 et f_1 sur une Coubre du module du coefficient de réflexion S11

III.4.1. Analyse des résultats

Le tableau III.2 représente les réponses en fréquence de résonance et facteur de qualité pour les configurations à pointe et à dipôle extrait des courbes (Figure III. 13) et leurs comparaison avec des travaux similaire [93].

	Pointe métallique	Dipole Electrique	Dipole Electrique[93]
fr ₁ (Mhz)	870.8	872.4	8807
Q_1	1243.98	1088.48	-
fr ₂ (Mhz)	886.06	886	8817
Q_2	730.23	846.71	-
Δfr (Mhz)	15.5	13.6	10
∆Q/Q (%).	-41.3	-22.41	-17.3

Tableau III.2. Réponses en fréquence de résonance et facteur de qualité pour les configurations àpointe et à dipôle
Avec :

*fr*₁ : fréquence de résonance pour un échantillon sain.

*fr*₂ : fréquence de résonance pour l'échantillon défectueux.

 Δfr : variation de la fréquence de résonance.

 $\Delta Q/Q$: variation du facteur de qualité.

Les résultats présentés dans le Tableau 5 montrent que les deux sondes sont efficaces pour la détection des fissures en champ proche dans les structures métalliques. Cependant, le résonateur à pointe métallique offre une sensibilité de détection supérieure à celle du résonateur dipôle électrique, surtout lorsque l'échantillon présente un défaut.

Ces résultats sont comparés à ceux rapportés dans [93], où une fissure de 200 µm de largeur et une distance sonde-échantillon de 50 µm ont été étudiées autour de 8 GHz. La résolution obtenue dans notre étude, à une fréquence approximative de 800 MHz, représente un compromis avantageux pour les applications pratiques en dehors des environnements de laboratoire. De plus, l'utilisation d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA) compact et intégré améliore encore la commodité et la portabilité du système.

III.4.2. Résolution

La Figure III.15 illustre une série de simulations visant à évaluer le plus petit défaut détectable par la sonde microruban terminée par une pointe. Le plus petit défaut détecté lors des simulations est de l'ordre de 0,5 micromètre. Cela donne une idée des performances de la sonde pour des applications potentielles dans d'autres domaines.



Figure III.15. Coefficient de réflexion pour une sonde à pointe métallique avec un échantillon contenant des défauts allant de 0,5 µm à 10 µm.

III.5. Validation du principe de détection

Pour réaliser le processus expérimental, une sonde microstrip en champ proche dotée d'une pointe métallique cylindrique de 6 mm de longueur et de 0,1 mm de diamètre a été utilisée. La sonde microstrip a été fabriquée sur un circuit imprimé double face en matériau Epoxy FR4 et équipée d'une pointe métallique rayonnante.

Le dispositif de mesure, comme illustré dans la Figure III.16, se compose de la sonde microstrip en champ proche, d'un échantillon planétaire métallique en cuivre contenant les fissures, et d'un analyseur de réseau vectoriel (VNA) compact modèle DG85AQ.V3.



Figure III.16. Banc de mesure

III.5.1. Description Matérielle

• L'analyseur VNWA V3 DG85AQ:

Le VNWA v3 est un analyseur de réseaux vectoriel qui couvre une plage de fréquences comprise entre 1KHz à 1,3 GHz. La Figure III.17 donne le schéma interne de l'analyseur de réseau compact Le VNWA v3 se caractérise par :

- Dimensions : Largeur 10,4 cm, Profondeur 8,0 cm, hauteur 4,6 cm Poids 0,2 kg
- Alimentation par PC via un port USB (500mA)
- Compatible avec les systèmes d'exploitation Windows 64 et 32 bits Windows 98, XP, ME, 2000, Vista et Windows 7
- Couverture de 1KHz à 1300 MHz

- Fonction analyseur de spectre
- 2 ports parameters S: S12, S11, S21, S22,
- Niveau de sortie TX (générateur) : -12dB
- Niveau d'entrée admissible (RX) : 0 dBm (0.225V RMS)
- Mesure des composantes capacitives, résistives, inductives et les facteurs Q d'un circuit résonnant
- Calcul de la distance séparant un défaut (réflectométrie)
- Balayage logarithmique et linéaire : jusqu'à 8192 points avec échantillonnage de temps réglable de 0.2mS à 100mS
- Affichage en mode linéaire ou sur abaque de Smith



Figure III.17. Schéma interne de l'analyseur de réseau compact

III.5.2. Composants et Fonctions

- DDS (Direct Digital Synthesizer) :
 - LO-DDS AD9859 : Génère un signal local d'oscillation (LO) à une fréquence précise.
 - * **RF-DDS AD9859** : Génère le signal RF à la fréquence de test.
- **Mixeurs (M1, M2, M3 SA612) :** Utilisés pour mixer les signaux RF et LO afin de produire des signaux intermédiaires (IF).
- Amplificateurs (TLV2462) :
 - Amplifient les signaux intermédiaires pour un traitement ultérieur.
- Pont VSWR : Formé par les résistances de 50 Ω, il sépare les signaux incident et réfléchi pour les mesures.
- **Commutateur (ISL43210) :** Permet de commuter entre les signaux "Thru" et "Reflect" pour les mesures.
- Entrées/Sorties Audio (left audio channel, right audio channel) :Utilisées pour numériser les signaux intermédiaires via la carte son du PC.

III.5.3. Fonctionnement pour une Mesure en réflexion

La mesure S11 représente le coefficient de réflexion, c'est-à-dire la proportion du signal incident qui est réfléchi par l'échantillon testé (dans ce cas, une sonde résonante).

III.5.3.1. Étapes du Processus de Mesure S11

- 1. Génération du Signal RF :
 - Le DDS RF génère un signal à la fréquence de test.
 - Ce signal est envoyé à la sonde résonante (TX).

2. Réflexion du Signal :

- La sonde résonante réfléchit une partie du signal incident en fonction de ses caractéristiques.
- 3. Séparation des Signaux :
 - Le pont VSWR sépare le signal réfléchi du signal incident. Le signal réfléchi est envoyé au mixeur M1.

4. Mixage et Amplification :

- Le mixeur M1 mélange le signal réfléchi avec le signal LO pour produire un signal IF.
- Ce signal IF est amplifié par l'amplificateur TLV2462 et envoyé au commutateur ISL43210.

5. Commutation :

• Le commutateur ISL43210 dirige alternativement le signal "Reflect" et le signal "Thru" vers l'entrée gauche (left audio channel) de la carte son.

6. Référence :

- Le mixeur M2 mélange les signaux LO et RF pour produire un signal de référence IF.
- Ce signal de référence est amplifié par l'amplificateur TLV2462 et envoyé à l'entrée droite (right audio channel) de la carte son.

7. Signal Thru :

- Le signal passant à travers l'échantillon (Thru) est envoyé au mixeur M3.
- Le mixeur M3 mélange ce signal avec le signal LO pour produire un autre signal IF.
- Ce signal IF est également amplifié par l'amplificateur TLV2462 et envoyé au commutateur ISL43210.

8. Acquisition et Traitement :

- Les signaux intermédiaires (IF) sont numérisés par la carte son du PC.
- Le logiciel VNWA utilise ces signaux pour calculer le coefficient de réflexion S11 en comparant l'amplitude et la phase des signaux réfléchi et de référence.

III.5.3.2. Calcul du Coefficient S11

Le coefficient de réflexion S11 est calculé en utilisant les signaux IF obtenus :

$$S_{11} = \frac{V_{reflect}}{V_{incident}}$$
(III-8)

Où $V_{reflect}$ est le signal réfléchi (capturé par le canal gauche) et $V_{incident}$ est le signal incident (capturé par le canal droit).

III.5.4. Mesures

La mesure à vide a été réalisée pour évaluer le comportement de la sonde microstrip isolée et déterminer sa fréquence de résonance. Une comparaison entre la simulation par technique d'intégration finie (FIT) et le paramètre de réflexion expérimental est présentée dans la Figure III. 18 (a).

Pour valider la technique de détection, une plaque de cuivre sans défaut a été testée expérimentalement avec la sonde. Pour valider la technique de détection, une plaque de cuivre sans défaut a été testée expérimentalement avec la sonde réalisée (Fig. III.18. (b)).



Figure III.18. (a) Coefficient de réflexion de la Sonde pour la mesure expérimentale et la simulation FIT ; (b) Paramètre de réflexion avec l'échantillon placé à 100 µm de la pointe et mesure expérimentale en plein air.

Figure III.18.a, on observe un pic prononcé aux environs de 800 MHz lors de la mesure expérimental, indiquant une forte réflexion, ce qui est caractéristique de la fréquence de résonance de la sonde. La courbe simulée utilisant la technique d'intégration finie (FIT) montre une tendance similaire, avec un pic à une fréquence proche de celle observée expérimentalement. La similitude entre les courbes de simulation et de mesure valide le modèle utilisé pour la simulation.

Figure III.18.b, on observe que la fréquence de résonance est décalée de 10,1 MHz lorsque la sonde interagit avec l'échantillon. L'amplitude du coefficient de réflexion diminue de 2,17 dB, passant de -16,33 dB à -18,5 dB. Ainsi, L'introduction de l'échantillon à 100 μ m de la pointe de la sonde, figure III.18.b montre une influence notable sur le coefficient de réflexion S_{11} . Cette

influence se manifeste par un déplacement de la fréquence de résonance et une variation de l'amplitude de la réflexion. Cela indique que la sonde est sensible à la présence de l'échantillon, ce qui est crucial pour des applications de détection ou de caractérisation de matériaux.

Afin de pallier ce problème de baisse de sensibilité de la sonde, nous proposons dans la prochaine section une version améliorée de la sonde.

III.6. Sonde électromagnétique améliorée

La fabrication précise de la valeur d'écart sélectionnée s'est avérée difficile en utilisant des techniques de lithographie, qui ont une résolution attendue de 0,05 μ m. De plus, la présence de l'échantillon entraînant une inadéquation d'impédance affecte directement la sensibilité de la sonde. Pour résoudre ces problèmes, nous proposons une amélioration de la structure de la ligne.

Pour améliorer la sensibilité de la sonde, nous introduisons une pièce de cuivre mobile agissant comme une capacité ajustable au niveau de l'écart « GAP » dans la structure fabriquée (Figure III.19). Cette capacité se compose d'une pièce de cuivre ayant les dimensions suivantes : longueur $l_c=10$ mm, largeur $w_c=5$ mm et épaisseur $t_c=0.1$ mm. Elle est placée en parallèle à l'écart et peut être déplacée horizontalement et verticalement sur la sonde. Cette pièce de cuivre crée deux capacités C_L et C_R en série (Figure III.19), ce qui permet d'augmenter la capacité effective de l'écart :

$$C_{eff} = C_2 + (C_L^{-1} + C_R^{-1})^{-1}$$
(III-9)



Figure III.19. Vue latérale de la sonde électromagnétique modifiée.

En faisant varier la position de la pièce de cuivre le long de l'axe U, puis en ajustant la hauteur de la pièce h_c de cuivre par rapport au gap, la capacité totale effective du gap peut être modifiée. Cette méthode est utilisée pour déterminer l'adaptation optimale dans les scénarios de simulation (Figure III.20.a) et expérimental (Figure III.20.b).

La Figure 20a montre que l'introduction de la pièce de cuivre de surface entraîne une diminution notable du coefficient de réflexion, passant de -26,02 dB à -33,51 dB, soit une amélioration de 7,49 dB.



Figure III.20. Simulation du paramètre de réflexion (a) et résultats expérimentaux du paramètre de réflexion (b) avec et sans ajout de capacité de surface

Pour les résultats expérimentaux, la Figure III.20.b illustre qu'avec la capacité de surface optimisée, le coefficient de réflexion diminue de -18,5 dB à -26,79 dB, soit une amélioration de 8,29 dB.

Pour améliorer le niveau du paramètre S_{11} en utilisant la capacité ajoutée, la pièce de cuivre est déplacée le long de l'axe W pour créer un effet capacitif. Chaque position de la pièce de cuivre correspond à un niveau spécifique du paramètre de réflexion. Une amélioration de 27,24 dB est obtenue lorsque 0.1 mm < h_c < 2.5 mm. De plus, nous observons que la relation entre la hauteur de la capacité additionnelle et la fréquence de résonance n'est pas linéaire (voir Figure III.21 et Tableau III.3).



Figure III.21. Effet de la variation de la position de la pièce de cuivre sur la sensibilité de la sonde.

<i>h_c(mm</i>)	Sans capacitance	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.8	1	1.5	2	2.5	2.6	2.7
S11(dB)	-26.02	-6.10	-8.28	-8.79	-9.31	-9.65	-11.54	-12.53	-16.60	-24.15	-33.34	-28.17	-25.10
$f_r(Mhz)$	878.53	821.17	857.86	885.81	886.41	888.81	892.2	891.5	890.71	891.61	892.94	893.32	892.22

Tableau III.3. Variation du coefficient de réflexion S11 (dB) et de la fréquence de résonance fr en fonction de la hauteur de la pièce en cuivre h_c

Le tableau III.3 montre que l'amplitude du coefficient de réflexion peut être contrôlée en ajustant la position de la pièce de cuivre le long de la ligne microstrip, en particulier à proximité de l'écart. L'amplitude du pic atteint un maximum de -33,34 dB lorsque la hauteur de la pièce de cuivre est h_c = 2.5 mm. Au-delà de cette position, l'amplitude tend à revenir à l'état sans la plaque. Ce composant supplémentaire modifie la capacité aux jonctions de l'écart (voir Tableau). L'avantage clé réside dans la possibilité d'ajuster la sensibilité de la sonde pendant les mesures.

En ce qui concerne la fréquence de résonance, nous constatons que, au-delà de h_c =0.8mmfluctuations de la fréquence de résonance apparaissent, mais le coefficient de réflexion diminue à -33,34 dB, améliorant ainsi la sélectivité du dispositif.

Cette section a mis en évidence le potentiel de la sonde microruban en champ proche terminée par une pointe pour la détection non invasive des fissures. La conception de la sonde proposée permet un contrôle optimisé des caractéristiques résonantes, avec des variations de 15,5 MHz détectées lorsque l'extrémité de la sonde interagit avec une fissure. Les résultats montrent une

grande efficacité pour détecter des microfissures. L'ajout d'une capacité de surface amovible au niveau de l'écart résout efficacement la réduction des performances de mesure observée lorsque l'échantillon est placé sous la pointe du champ proche, entraînant une amélioration remarquable de 27,24 dB du coefficient de réflexion.

III.7. Proposition méthode basée sur le calcul du retard de groupe

Dans cette section, nous proposons une méthode novatrice reposant sur le calcul du retard de groupe pour l'analyse des caractéristiques électromagnétiques des matériaux et des dispositifs. L'objectif principal est de démontrer l'utilité de la phase du coefficient de réflexion dans le calcul du retard de groupe et de la distance moyenne parcourue par l'onde électromagnétique. En introduisant le retard de groupe comme nouveau paramètre, cette approche permet d'extraire des données précieuses à partir des mesures effectuées avec un analyseur de réseau vectoriel (VNA), offrant ainsi une méthode efficace pour les diagnostics en champ proche.

Le retard de groupe est un indicateur crucial pour évaluer la propagation des ondes à travers un échantillon. La distance estimée entre le sommet de la pointe de la sonde et l'échantillon peut être calculée en utilisant les valeurs mesurées du retard de groupe, comme le montre l'expression suivante :

$$d_{es} = c\Delta \tag{III-10}$$

$$\Delta = \delta - \delta_{air} \tag{III-11}$$

$$\delta = -\frac{d\phi}{d\omega} \tag{III-12}$$

$$\delta_{air} = -\frac{d\phi_{air}}{d\omega} \tag{III-13}$$

Avec : d_{es}: distance estimée

c: vitesse de la lumière dans le milieu

 Δ : différence de retard de group

 δ : retard de groupe avec l'échantillon sous test

 δ_{air} : retard de groupe a vide



Figure III.22. Coefficient de réflexion en fonction de la fréquence selon les distances sonde-échantillon d



Figure III.23. Phase en degrés en fonction de la fréquence selon les distances sonde-échantillon

Les Figures III.22 et III.23 illustrent respectivement le coefficient de réflexion et la phase en degrés en fonction de la fréquence pour différentes distances sonde-échantillon. Ces représentations mettent en évidence la sensibilité des propriétés électromagnétiques aux variations de distance, ce qui se traduit par des décalages en fréquence et des variations d'amplitude.

La Figure III.24 présente le retard de groupe à vide calculé à partir des données de la phase (Figure III.23) en utilisant le logiciel Matlab. Ce calcul permet d'estimer la distance sondeéchantillon en suivant les mêmes procédures. Nous ne supposons qu'un défaut, tel qu'une entaille dans un plan métallique, est associé à une distance sonde-échantillon inconnue, que nous déterminons en utilisant le délai de groupe de phase delta.



Figure III.24. Retard de groupe pour la sonde à vide

La Figure III.25 illustre le retard de groupe pour différents paramètres de sonde à vide (d = 0,4 mm et d = 0,6 mm). Le Tableau III4 récapitule le délai de groupe décalé et les distances delta parcourues par l'onde, calculés à partir des données de la Figure 37. Pour établir une référence, la mesure en plein air est fixée à une fréquence de travail de 0,877 GHz, fréquence à laquelle l'onde traverse la longueur de la sonde. Ce tableau permet de comparer les résultats obtenus pour différentes configurations et d'affiner l'évaluation de la profondeur des défauts en fonction des variations du retard de groupe



Figure III.25. Retard de groupe pour la sonde à vide, avec d=0,4 mm et d=0,6 mm

	A vide(d0)	d=0.4mm	d=0.6mm
Delay(ns)	0.25	0.11	0.12
$\Delta = \delta_{air} - \delta$ (ns)	-	0.14	0.13
des(mm)	7,5	3,3	3,6

Tableau III.4. Retard de groupe et distances pour la fréquence = 0,877 GHz

Dans le cadre de l'expérience visant à estimer la profondeur d'une fissure à partir du retard de groupe des ondes, il est nécessaire d'utiliser un facteur de conversion. Ce facteur est crucial car la valeur que nous mesurons, ne correspond pas directement à la profondeur réelle de la fissure. En effet, lorsque les ondes traversent un matériau, leur vitesse de propagation est réduite en fonction de la nature du matériau et de la taille de la fissure. Ce ralentissement des ondes est traduit par un retard de groupe plus important, mais cet effet est amplifié par plusieurs facteurs physiques, comme l'indice de réfraction du matériau, la fréquence des ondes, et la nature de la fissure. Dans cette expérience, pour une fissure réelle de 0.2 mm, la fissure estimée par la méthode de retard de groupe est de 0,3mm (Tableau III .4).

Cette section a présenté une méthode basée sur le calcul du retard de groupe pour estimer la distance sonde-échantillon et analyser les propriétés des ondes électromagnétiques. En utilisant la phase du coefficient de réflexion, nous avons pu calculer le retard de groupe et obtenir des estimations de distance. Les résultats montrent que les variations du coefficient de réflexion et de la phase sont cohérentes avec les changements de distance sonde-échantillon. Bien que les calculs soient en ligne avec les attentes, des ajustements peuvent être nécessaires pour affiner la correspondance entre les distances estimées et réelles. Cette méthode offre une piste intéressante pour les diagnostics en champ proche notamment l'évaluation de la profondeur des défauts et pourrait être améliorée pour des applications futures dans l'inspection non destructive.

III.8. Conclusion

Ce chapitre met en évidence le potentiel de la sonde microruban en champ proche terminée par une pointe pour la détection non invasive des fissures. La conception de la sonde proposée permet un contrôle optimisé des caractéristiques résonantes, avec des variations de 15,5 MHz détectées lorsque l'extrémité de la sonde interagit avec une fissure. L'ajout d'une capacité de surface amovible au niveau du gap résout efficacement la réduction des performances de mesure observée lorsque l'échantillon est placé sous la pointe du champ proche, entraînant une amélioration remarquable de 27,24 dB du coefficient de réflexion.

Les résultats obtenus posent les bases pour des études futures visant à exploiter davantage les avantages des techniques de microscopie en champ proche hyperfréquence, avec des perspectives d'amélioration continue de la résolution et de la sensibilité des sondes.

Chapitre IV

Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN-AFM sous CST pour la nano-caractérisation

IV.1. Introduction

Comme exposé dans les trois premiers chapitres de cette thèse, les méthodes de caractérisation des micro-ondes et les instruments associés sont largement documentés dans la littérature. Fondamentalement, un analyseur de réseau vectoriel (VNA) est relié à un capteur micro-ondes pour mesurer les propriétés électriques et électromagnétiques du dispositif ou du matériau examiné. Toutes les techniques abordées dans les chapitres précédents requièrent un volume d'échantillon au moins équivalent à une fraction de la longueur d'onde en espace libre de l'excitation.

Pour surmonter les limitations des méthodes traditionnelles dans la caractérisation des nanomatériaux et des nano-dispositifs, des outils de microscopie à balayage micro-ondes en champ proche (NSMM) ont été développés. La SMM est une technique qui combine un microscope à force atomique (AFM) avec un VNA, permettant ainsi la mesure simultanée de la topographie de surface et de l'impédance micro-ondes avec une résolution submicrométrique [97] Pour ce faire, une sonde de taille sublongueur d'onde interagit de manière rapprochée ou en mode contact avec l'échantillon testé..

Il est crucial d'améliorer les capacités en fréquence des outils de microscopie micro-ondes pour obtenir des données de mesure fiables et traçables. En effet, la présence d'un ménisque d'eau autour de la pointe de la sonde et à la surface du matériau perturbe la qualité des mesures [98] et demeure difficile à modéliser avec précision. Pour répondre à ce défi, une nouvelle instrumentation a été conçue au sein du laboratoire IEMN-CNRS [99]-[100].

<u>Chapitre IV</u> Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN-AFM sous CST pour la <u>nano-caractérisation</u>

Cette instrumentation est prévue pour fonctionner à l'intérieur d'un microscope électronique à balayage (MEB) afin de contrôler l'environnement et d'éliminer le ménisque d'eau [101]. Le NSMM ainsi développé offre des capacités à large bande jusqu'à 67 GHz en environnement sous vide et jusqu'à 110 GHz en air.

Dans ce chapitre, nous présentons les travaux menés sur la conception de sondes de microscopie à champ proche AFM, 25Pt300B modifiée de Rocky Mountain Nanotechnology (RMN) avec un rayon d'apex inférieur à 50 nm, développées en collaboration avec l'équipe de recherche au laboratoire IEMN-CNRS UMR 8520, université de Lille, spécialisée dans les technologies de pointe pour la caractérisation électrique à l'échelle nanométrique, a fourni un cadre idéal pour l'élaboration et le perfectionnement de ces sondes.

L'objectif principal de ce projet était de développer des sondes capables de fournir des mesures quantitatives d'impédance complexe à l'échelle nanométrique, en exploitant des fréquences allant jusqu'à 67 GHz. La réalisation de ces mesures dans un environnement sous vide, tel qu'un microscope électronique à balayage (MEB), présente des avantages significatifs par rapport aux systèmes opérant en plein air, notamment en termes de résolution spatiale et de sensibilité améliorée.

Les sections suivantes de ce chapitre décrivent en détail la conception des sondes, les méthodes utilisées pour les intégrer dans un système de microscopie champ proche, et les résultats obtenus lors des tests expérimentaux.

IV.2. Présentation de la sonde et de son PCB

La Sonde conçu est une sonde AFM 25Pt300B modifiée, avec un rayon d'apex inférieur à 100 nm et montée sur un PCB en technologie microruban avec un substrat de type RO3010.

IV.2.1. Utilité du PCB dans le Système de Microscopie à Balayage Micro-ondes

Dans le contexte de la microscopie à balayage micro-ondes (NSMM), le PCB joue un rôle crucial pour l'intégration et l'optimisation des sondes micro-ondes. L'NSMM, étendue jusqu'à 67 GHz, utilise une sonde modifiée avec une structure microstrip pour supporter un mode transverse électromagnétique (TEM). Ci-dessous l'intérêt du PCB :

 Support Physique et Connexions : Le PCB offre un support stable pour la sonde micro-ondes, assurant un montage sécurisé et une connectivité fiable avec le système de mesure micro-ondes, tel qu'un analyseur de réseau vectoriel (VNA).

<u>Chapitre IV</u> Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN-AFM sous CST pour la <u>nano-caractérisation</u>

Le PCB permet l'intégration de la sonde dans une structure d'onde guidée, optimisant ainsi les performances de la mesure.

- **Transition Coaxiale-Microstrip** : Un aspect clé de la conception est la transition coaxiale-vers-microstrip, qui est intégrée dans la structure du PCB. Cette transition est essentielle pour assurer une connexion efficace entre le câble coaxial alimentant la sonde et la structure microstrip de la sonde elle-même. Le PCB facilite cette transition en fournissant une interface entre les deux types de structures de transmission.
- **Remplacement Facile des Sondes** : Le PCB est conçu pour permettre le remplacement facile des sondes endommagées. Grâce à un connecteur sans soudure de type 1.85 mm de Rosenberger Corp. et un mécanisme de fixation par serrage, la sonde peut être échangée sans nécessiter de travaux de soudure complexes. Cela simplifie les réparations et les maintenances, garantissant une opération continue et efficace.
- Conception Optimisée pour les Fréquences Élevées : Le PCB est fabriqué pour gérer les hautes fréquences jusqu'à 67 GHz, en intégrant des structures de guidage d'onde adaptées aux exigences de la microscopie à haute fréquence. La conception du PCB minimise les pertes et les interférences, assurant des mesures précises et fiables.

IV.2.2. Caractéristiques Techniques du PCB

Le PCB est spécialement conçu pour répondre aux exigences rigoureuses des applications à haute fréquence et les équipements de microscopie à balayage. Ses caractéristiques techniques sont soigneusement optimisées pour garantir une performance fiable et efficace dans des environnements à haute fréquence. Il intègre une ligne de transmission microstrip, ainsi qu'une transition coaxial-microstrip pour garantir une connexion stable et performante. De plus, il est équipé de connecteurs 1,85 mm sans soudure, permettant un remplacement facile tout en assurant une connexion stable.

Conçu pour gérer des fréquences allant jusqu'à 67 GHz, le PCB RO3010 inclut également des techniques avancées de blindage et de découplage, visant à réduire les interférences et à améliorer la qualité globale du signal.

Paramètres	Valeurs (mm)	Description		
dp	0.254	Epaisseur substrat		
wp	0.254	Largeur microruban		
lx	19.2	Longueur microruban		
tx	0.0015 Epaisseur métalisatio			
ε _r	11.2	Constante diélectrique		
tang δ	0.002 at 10GHz	Perte de tangente		

	Tableau IV.1.	Paramètres	et dimensio	ns du PCB
--	---------------	------------	-------------	-----------

IV.3. Réalisation et Optimisation du PCB

Les simulations ont été effectué sur le logicielle CST studio sur une plage de fréquence de 0 à 40 GHZ (Figure IV.1).



Figure IV.1. Design du PCB



Figure IV.2. Coefficient de Réflexion du PCB

Dans le but d'optimisé le coefficient de réflexion présenté sur la Figure IV.2 et d'assurer la meilleur transmission de signal vers la sonde, nous avons Relié les deux plans de masse à travers les trous autours de la fente Figure IV.3. Cette transition a des avantages en termes de performance, notamment une meilleure isolation des champs électromagnétiques, une réduction des pertes, et une meilleure adaptation d'impédance. Dans le cas de notre application avec une sonde AFM à haute fréquence, ces améliorations ont été bénéfiques pour obtenir un meilleur S11 Figure IV.4. La Figure IV.5 représente la mesure expérimental du coefficient de réflexion S11 et comparaison avec la simulation



Figure IV.3. Amélioration par liaison des deux plans de masse par des cylindres conducteurs



Figure IV.4. Amélioration du coefficient de réflexion S11 du PCB



Figure IV.5. Mesure expérimental du coefficient de réflexion S11 et comparaison avec la simulation

IV.4. Conception de la sonde NSMM (Nanotechnology, Near-Field Scanning Microwave Microscopy) et intégration au PCB

La sonde NSMM se compose d'une sonde micro-ondes modifiée 12Pt400B de Rocky Mountain Nanotechnology® (RMN) (Figure IV.6) pour atteindre une fréquence de fonctionnement de 40 GHz. Cette sonde est initialement constituée d'une sonde en platine massif ultra-affûtée, effilée jusqu'à 50 nm et fixée à un substrat en céramique. La sonde est modifiée pour supporter un mode de propagation TEM via une structure de micro-ruban (Figure IV.7.a). À cette fin, une ligne conductrice en or de 200 µm est placée sous le platine et continue vers l'arrière de la puce en tant que ligne de transmission. Le verso est ensuite complètement recouvert d'or sur une couche adhésive. Ce levier NSMM est intégré dans une structure de guide d'ondes (des structures

coplanaires et de micro-ruban ont été réalisées pour des comparaisons ultérieures) qui peut être échangée en cas de destruction des pointes en utilisant un connecteur de montage sans soudure de Rosenberger Corp. avec un mécanisme de serrage et de vissage (Figure IV.8).



Figure IV.6. Sonde AFM Rocky Mountain Nanotechnology 12Pt400B

IV.4.1. Modélisation sous CSTstudio

La sonde a été simulée à l'aide d'une analyse par éléments finis CST studio sur une plage de fréquence allant jusqu'à 40 GHz. La distribution des champs électriques à proximité de la sonde (dans des conditions d'espace libre) a été étudiée par le biais de simulations électromagnétiques. La Figure IV.7 (b) montre l'amplitude du champ électrique en fonction de la fréquence de fonctionnement. Ce graphique indique clairement les régions avec des concentrations élevées du champ électrique montrent où l'énergie est la plus concentrée et potentiellement où la sonde est la plus efficace pour transmettre le signal. Ici, on remarque une forte concentration de l'énergie autour de la pointe (de diamètre<50nm), ce qui indique que la sonde RMN micro-ruban sont particulièrement efficaces dans cette configuration



Figure IV.7. (a) Configuration de la sonde RMN modifiée ; (b) distribution du champ électrique (E-field) à 5GHZ autours de la sonde 25Pt300B modifiée



Figure IV.8. Intégration du levier NSMM dans une carte PCB dédiée [102]

IV.5. Intégration du microscope à balayage microondes à l'intérieur du microscope électronique à balayage

La Figure IV.9 illustre un système hybride combinant un microscope à force atomique (AFM) et un microscope à balayage par micro-ondes (SMM), tous deux intégrés au sein d'un microscope électronique à balayage (SEM). Ce dispositif novateur permet d'effectuer des mesures simultanées de la topographie de surface, des propriétés d'impédance micro-ondes, ainsi que des images électroniques à haute résolution, offrant ainsi une capacité d'analyse nanométrique sans précédent.

En opérant sous vide à l'intérieur du MEB, l'effet du ménisque d'eau qui se forme à la pointe de la sonde est supprimé, ce qui améliore la précision des mesures électromagnétiques. Le ménisque d'eau peut affecter la distribution des champs électromagnétiques autour de la pointe de la sonde, rendant difficile le désembedding des effets parasites lors de la modélisation électrique. Ainsi, l'utilisation d'un environnement sous vide dans le MEB non seulement améliore la qualité des images et la stabilité de l'échantillon, mais elle permet également d'obtenir des mesures électromagnétiques plus précises en éliminant les perturbations.

Le système AFM/SMM est constitué de plusieurs composants clés :

• Laser de Détection de la Déflexion : La déflexion dans le contexte d'un microscope à force atomique se réfère au déplacement de la pointe de la sonde (ou cantilever) par

Chapitre IV Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN-AFM sous CST pour la nano-caractérisation

rapport à sa position initiale lorsqu'elle interagit avec la surface de l'échantillon, ici un laser de 635 nm couplé à une fibre optique, fabriqué par Thorlabs, est utilisé pour surveiller la déflexion de la sonde AFM. Ce laser, ayant une puissance optique de 2,5 mW, est focalisé par un collimateur fixe (focale de 18,24 mm) pour générer le signal optique nécessaire. Le faisceau laser réfléchi est capté par une photodiode quadrante QD50-0-SD de ONST Optoelectronics, qui est responsable de la détection des variations de déflexion de la sonde.

- Système de Détection et de Photodiode : La photodiode quadrante associée détecte les moindres changements dans la position du faisceau réfléchi, ce qui permet de fournir des signaux de déviation précis pour l'analyse des mouvements de la sonde. Il permet de mesurer avec précision la déflexion du cantilever, d'obtenir des images détaillées de la surface de l'échantillon et de contrôler les forces d'interaction pour éviter tout dommage à l'échelle nanométrique.
- Stade de Balayage de l'Échantillon : L'échantillon est monté sur un stage de balayage qui permet de positionner l'échantillon avec une précision nanométrique sous la sonde AFM, grâce à des actionneurs piézoélectriques offrant des mouvements contrôlés et reproductibles.
- Sonde de Micro-ondes et VNA : Une sonde spécialement modifiée, capable d'opérer jusqu'à des fréquences de 67 GHz, est utilisée pour émettre et recevoir des signaux micro-ondes à travers l'échantillon. Cette sonde est connectée à un analyseur de réseaux vectoriels (VNA), qui mesure les modifications des propriétés du signal micro-ondes en interaction avec l'échantillon, fournissant ainsi des informations sur les propriétés électromagnétiques du matériau à l'échelle nanométrique.
- Électronique Associée : L'ensemble du système est contrôlé par un système Nanonis BP4.5, comprenant un contrôleur en temps réel et une carte FPGA intégrée. Ce système assure la synchronisation des différentes opérations et la collecte des données nécessaires à l'analyse.

Ce dispositif intégré (Figure IV.9) permet ainsi de caractériser les matériaux avec une précision nanométrique en combinant les avantages des techniques de microscopie à force atomique, de microscopie par balayage par micro-ondes et de microscopie électronique à balayage. Les données obtenues offrent une vue d'ensemble complète des propriétés topographiques, électriques et structurelles des matériaux étudiés.



Figure IV.9. Microscope à force atomique (AFM) / microscopie à balayage microondes (SMM) montée dans la chambre à vide du microscope électronique à balayage (MEB).
La scène AFM/SMM est composée d'une scène de balayage d'échantillon, d'une sonde microondes fixe conne.

IV.6. Procédure d'Alignement Optique

L'alignement optique est une étape cruciale pour garantir la précision des mesures dans un système de microscopie par balayage par micro-ondes (SMM) intégré dans un microscope électronique à balayage (MEB). Ce processus commence par la mise en marche du laser, réglé à une puissance de 0,2 mW pour éviter tout problème potentiel et minimiser les risques d'exposition directe. Parallèlement, le contrôleur MCS SmartAct est activé, ainsi que le module RC5 Nanonis (contrôleur en temps réel), le module SC5 Nanonis (conditionnement de signal) et, si nécessaire, le module OC4 (contrôle d'oscillation pour les mesures de fréquence).

L'alignement proprement dit débute en utilisant un petit support, tel qu'un morceau de papier, pour visualiser la position du faisceau laser par rapport à la photodiode et à la pointe de la sonde. À l'aide du joystick SmartAct, le faisceau laser est positionné avec précision sur la pointe de la sonde. Lorsque le faisceau est correctement positionné, un point lumineux apparaît, signalant que l'alignement est adéquat. La position de référence du laser se trouve au niveau de l'apex de la pointe, là où le faisceau réfléchi s'élargit légèrement, ce qui est approprié pour les sondes de la série RMN.

Pour affiner cet alignement, il est nécessaire de tenir compte des dimensions de la pointe et du pas du nanopositionneur, ajustant le faisceau laser par petits incréments sur les axes X et Y. Le

<u>Chapitre IV</u> Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN-AFM sous CST pour la nano-caractérisation

point lumineux disparaît lorsque le faisceau s'éloigne de la pointe, permettant ainsi de positionner le faisceau à plusieurs dizaines de micromètres de l'apex. Une fois que le faisceau est correctement aligné sur la pointe, il est ensuite centré sur la photodiode. Cette opération se fait en surveillant les valeurs de déflexion verticale, de déflexion horizontale et de la somme, tout en ajustant les positionneurs.

L'étape finale consiste à s'assurer que le point lumineux sur la photodiode est rond et de taille adéquate, couvrant un quadrant ou moins de la photodiode. À l'aide du contrôleur Labview, la position de la photodiode est ajustée pour atteindre une valeur de déflexion proche de zéro, garantissant ainsi que l'alignement est optimal. Si toutes les étapes sont correctement suivies, la somme des valeurs devrait indiquer environ 1,2V dans le MEB, avec une puissance laser de 2 mW. Cet alignement assure que le faisceau laser est précisément positionné, ce qui est essentiel pour des mesures fiables et précises. (Figure IV.10)



Figure IV.10. Procédure d'alignement optique

L'utilisation du canon à électrons (Electron gun) dans ce système permet d'activer le fonctionnement sous vide du MEB et également de visualiser la pointe de la sonde en contact

<u>Chapitre IV</u> Conception de sondes a microscopie champ proche de type RMN-AFM sous CST pour la <u>nano-caractérisation</u>

et/ou proche avec l'échantillon, même pendant l'opération de balayage (Figure IV.11). Cela est essentiel pour surveiller et corriger en temps réel les interactions entre la sonde et l'échantillon, évitant ainsi des éventuelles cassures au niveau de la pointe de la sonde.



Figure IV.11. (a) Image du cantilever obtenu le par le microscope électronique à balayage (sonde 25Pt300D). (b) Zoom sur l'apex.

IV.7. Approche de la pointe

Avant de commencer cette procédure, il est essentiel d'avoir terminé l'alignement optique. Le laser est allumé et sa puissance est réglée à 2 mW, une puissance plus élevée permettant une meilleure sensibilité. Le contrôleur MCS SmartAct est activé, suivi de l'activation des modules RC5 Nanonis. Après quelques secondes, l'indicateur LED s'allume, signalant que le système est prêt.

Le système Attocube est ensuite allumé, et les entrées DC requises sont activées. Le MEB est fermé et la procédure de pompage est lancée, nécessitant environ 30 minutes pour stabiliser complètement la pression à l'intérieur de la chambre. Pendant ce processus, le système peut bouger et entrer dans un mode non stable où la somme oscille et la déflexion se déplace. Il est donc important de surveiller ces graphes et d'attendre qu'ils se stabilisent.

Le faisceau du MEB est ensuite activé et mis au point sur la pointe. À l'aide du contrôleur Labview, l'échantillon est déplacé pour réduire la distance entre la pointe et l'échantillon. Il est crucial d'ajuster les étapes correctement pour éviter tout incident pouvant endommager la pointe ou l'échantillon. La qualité de l'image MEB peut également être ajustée pour voir où se situe l'ombre de la pointe, aidant ainsi à estimer la position de la pointe par rapport à l'échantillon. Le positionnement de l'échantillon est vérifié à l'aide du MEB, et il est important de retirer l'échantillon de la pointe pour éviter une collision.

Une fois la pointe proche de la surface (à moins de 10 μ m), la fonction d'auto-approche du contrôleur LabVIEW est utilisée pour approcher automatiquement la pointe. Lorsque cette étape est terminée, la position est vérifiée sur l'interface Nanonis. La distance entre la pointe et l'échantillon est affichée, et cette distance peut être ajustée en déplaçant l'échantillon par petits pas.

Enfin, une autre étape d'alignement électrique est effectuée en ajustant la photodiode si la déflexion dérive, conformément à la procédure d'alignement optique. Il est également recommandé d'éteindre le faisceau du MEB lorsque celui-ci n'est pas utilisé, afin d'éviter l'exposition de la surface. Une fois toutes ces étapes suivies, la procédure est terminée.

IV.8. Mesure du coefficient de réflexion PCB+ Sonde a vide

La figure ci-dessous (Figure IV.12) présente le tracé du paramètre S11 en fonction de la fréquence pour la sonde microstrip montée sur PCB. Le paramètre S11 a été mesuré dans une plage de 0 à 70 GHz. Les résultats montrent une décroissance générale du S11 à mesure que la fréquence augmente, indiquant une meilleure adaptation d'impédance sur certaines plages de fréquences.





IV.9. Mesures avec le kit de vérification MOS de Keysight et MC2-Technologies

Le kit de vérification utilisé dans cette étude a été conçu par KeysightTM et MC2-TechnologiesTM. Il est constitué de condensateurs MOS dont les valeurs de capacité s'étendent de 0,1 fF à 4 fF. Ces condensateurs MOS sont fabriqués en déposant des électrodes circulaires en or sur du dioxyde de silicium, lui-même posé sur un substrat de silicium de type P avec une résistivité comprise entre 1 et 3 Ω cm. La Figure IV.13 présente le kit de calibration. Pour ajuster les valeurs des capacités, le diamètre des électrodes en or varie de 1 à 4 µm et l'épaisseur du SiO2 est comprise entre 50 et 300 nm, avec des incréments d'environ 80 nm.



Figure IV.13. Kit de vérification MOS capacitance

La procédure opérationnelle standard implique d'abord la stabilisation du climat du laboratoire pour minimiser les dérives mécaniques et électriques. Les mesures sont réalisées à 30 GHz avec une pointe AFM modifiée, en utilisant un analyseur de réseau vectoriel (VNA) et des câbles coaxiaux stables. Les conditions de mesure incluent une tension de déflexion de 90 mV, un facteur d'approche-retrait de 6 nm/mV, et une force de 9,7 μ N. Les images sont scannées sur une surface de 40 × 40 μ m² en 5119 secondes. Avant la mesure, l'apex de la pointe est vérifié par imagerie MEB. Les données de topographie et les coefficients de réflexion complexes sont acquis simultanément, en conservant les données brutes séparées des données post-traitées.



Figure IV.14. Images de la sonde en approche sous MEB



Figure IV.15. Image de l'échantillon sous test obtenue et Profile GRIS 1D



Figure IV.16. Image de la variation de la partie réelle et la partie imaginaire du coefficient de réflexion S11 à F=30 GHz [102]

La figure IV.16 illustre la variation des parties réelle et imaginaire du coefficient de réflexion S11 mesuré à une fréquence de 30 GHz à l'aide de la sonde NSMM modifiée. Ces images montrent comment les propriétés électriques locales de l'échantillon influencent le comportement du signal micro-ondes réfléchi.

L'image de la partie réelle du coefficient de réflexion S11 révèle des variations significatives sur la surface de l'échantillon. Ces variations sont directement liées aux changements de l'impédance locale de l'échantillon, où des zones spécifiques montrent une plus grande réflectivité. Cela peut indiquer la présence de défauts ou d'inhomogénéités dans la composition du matériau, affectant la manière dont le signal micro-ondes est réfléchi.

L'image de la partie imaginaire de S11 fournit des informations complémentaires, principalement sur la réactance du matériau, c'est-à-dire la capacité ou l'inductance locale. Des valeurs élevées dans la partie imaginaire peuvent indiquer des effets capacitifs ou inductifs prononcés, qui sont sensibles aux microstructures et à la configuration géométrique du matériau étudié.

Les anomalies observées dans les images, telles que des points de haute réflectivité ou des variations abruptes, peuvent être interprétées comme des indicateurs de variations structurelles ou de la présence d'impuretés dans le matériau. Cela souligne l'efficacité de la sonde NSMM à haute fréquence pour détecter et imager des propriétés locales qui seraient autrement difficiles à caractériser par des techniques conventionnelles.

IV.9.1. Corrélation avec les Images et Profils MEB

- Correspondance des Motifs :
 - Les images MEB fournissent une vue topographique (Figure IV.14), précise des motifs sur l'échantillon, montrant les positions des électrodes métalliques et la qualité de la surface. Ces motifs sont les mêmes que ceux observés dans les images S11.
 - Les profils de gris (Figure IV.15) obtenus à partir du MEB, qui montrent les variations de contraste dues à la différence de matériaux ou de hauteur, peuvent être corrélés avec les variations de S11 observées dans les images. Par exemple, des irrégularités détectées dans les profils de gris peuvent correspondre à des anomalies dans les images S11.

IV.9.2. Synthèse sur le Calcul des Capacitances à Partir des Mesures S11

Après avoir obtenu les images du coefficient de réflexion S11 (parties réelle et imaginaire) à 30 GHz, l'équipe de recherche a poursuivi les travaux en se concentrant sur la quantification des capacités micro-ondes des structures MOS. Le but principal était de corréler les mesures expérimentales de S11 avec des valeurs capacitives théoriques, afin d'extraire des informations quantitatives sur les dispositifs étudiés.

IV.9.2.1. Méthodologie

- Modélisation des Capacitances : Les structures MOS ont été modélisées en utilisant un modèle en série intégrant la capacité de l'oxyde Cox et la capacité de déplétion C_depl, la capacité totale CTOT étant calculée en combinant ces deux capacités selon le formalisme du condensateur à plaques parallèles. Les valeurs théoriques des capacités obtenues varient ainsi entre 0,14 fF et 5,09 fF, en fonction de la géométrie des électrodes et de l'épaisseur de l'oxyde de silicium utilisé.
- Procédure de Calibration : Une procédure de calibration spécifique a été développée pour convertir les coefficients de réflexion complexes mesurés Γ_M en valeurs capacitatives au niveau de la pointe de la sonde. Cette calibration a permis de réduire les erreurs systématiques, en particulier pour les petites capacités, qui sont souvent plus sensibles aux fluctuations du signal micro-ondes.

- Analyse des Données:Les données brutes Γ_M ont été analysées à l'aide d'un programme MATLAB® développé pour résoudre le problème inverse, c'est-à-dire pour déterminer les valeurs capacitatives quantitatives à partir des coefficients de réflexion complexes mesurés.Les mesures ont montré que les valeurs des capacités mesurées sont en bon accord avec les valeurs théoriques, avec une erreur médiane d'environ 8,7 %. Cependant, des erreurs allant jusqu'à 100 % ont été observées pour les plus petites capacités en raison des limitations de la calibration pour ces faibles valeurs capacitatives.
- Résultats et Discussion : Les résultats ont permis d'obtenir une image en trois dimensions des capacités micro-ondes des structures MOS, avec des fluctuations de capacité de l'ordre de ±5 aF. Ces fluctuations sont particulièrement critiques pour les petites capacités, où la dérive du signal micro-ondes peut entraîner des erreurs significatives dans les mesures.

IV.10. Conclusion

Dans de chapitre nous avons abordé l'intégration de sondes NSMM optimisées pour des mesures de réflexion à haute fréquence, jusqu'à 67 GHz. Les résultats expérimentaux, en particulier les images du coefficient de réflexion S11, démontrent la capacité de ces sondes à caractériser avec précision les variations locales des propriétés électriques à l'échelle nanométrique. Ces images fournissent des informations qualitatives riches sur les matériaux étudiés, sans nécessiter de calculs capacitifs supplémentaires pour valider l'efficacité du système. Ces résultats constituent une base solide pour l'utilisation de la NSMM dans diverses applications de caractérisation de matériaux avancés.

La suite des travaux mené par le laboratoire IEMN a permis de passer d'une simple imagerie qualitative du S11 à une caractérisation quantitative des capacités micro-ondes des structures MOS. Cette approche a démontré la capacité de l'instrument NSMM, couplé au SEM, à fournir des mesures capacitatives précises à l'échelle nanométrique. Les résultats obtenus, notamment avec une erreur médiane d'environ 8,7 %, constituent une base solide pour la caractérisation des matériaux et la validation de la qualité de fabrication des dispositifs microélectroniques.

Conclusion générale

Dans cette, nous avons exploré en profondeur les potentialités des champs proches électromagnétiques pour surmonter les limites des méthodes traditionnelles de caractérisation des matériaux. Nos travaux se sont concentrés sur le développement de techniques innovantes adaptées à l'analyse des matériaux et dispositifs à l'échelle micrométrique et nanométrique, en préservant leur intégrité.

L'étude a permis de démontrer l'efficacité des sondes microrubans en champ proche pour la détection et l'analyse des défauts. Parmi les résultats significatifs, la variation de fréquence résonante de 15,5 MHz observée en présence de fissures met en lumière leur sensibilité exceptionnelle. L'ajout d'une capacité de surface amovible a conduit à une amélioration notable de 27,24 dB du coefficient de réflexion, renforçant la performance globale de la sonde. Par ailleurs, la méthode basée sur le retard de groupe a montré un potentiel prometteur pour l'estimation précise des distances entre la sonde et l'échantillon, ouvrant des perspectives nouvelles pour la caractérisation des défauts en profondeur.

Pour répondre aux défis posés par la caractérisation des nanomatériaux et nano-dispositifs, cette recherche s'est orientée vers la microscopie micro-ondes en champ proche (NSMM). Ces travaux, réalisés en collaboration avec le laboratoire IEMN-CNRS (Institut d'Électronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie), ont permis la conception de sondes NSMM avancées capables de mesurer simultanément la topographie de surface et les propriétés électromagnétiques des matériaux avec une résolution submicrométrique. En exploitant des fréquences allant jusqu'à 67 GHz, ces sondes, dotées d'un rayon d'apex inférieur à 50 nm, offrent une capacité unique de caractérisation électrique et électromagnétique des matériaux à l'échelle nanométrique.

L'intégration de ces sondes dans un microscope électronique à balayage (MEB) constitue une avancée majeure. Cette configuration a permis d'éliminer les perturbations liées aux ménisques d'eau présents à la surface des échantillons, améliorant ainsi la fiabilité, la traçabilité et la précision des mesures. En outre, cette approche a ouvert des perspectives pour la caractérisation de dispositifs avancés, tels que les composants MOS et les composites nanométriques, répondant aux exigences croissantes des applications industrielles et scientifiques.

Perspectives :

Les travaux réalisés dans cette thèse mettent en évidence des contributions majeures dans le domaine des champs proches électromagnétiques, tout en ouvrant de nombreuses perspectives de recherche et d'innovation :

- Amélioration des sondes et des méthodes de caractérisation :
 - **Optimisation des sondes NSMM :** Réduire la taille des composants critiques pour améliorer la résolution spatiale et explorer de nouvelles géométries et matériaux afin de maximiser la sensibilité tout en minimisant les pertes.
 - **Robustesse et polyvalence :** Développer des sondes adaptées aux environnements complexes, notamment pour des applications dans des milieux liquides, biologiques ou non homogènes.

• Applications interdisciplinaires :

- Les sondes développées ouvrent des perspectives dans des domaines variés, tels que les nanotechnologies, la biophysique, et l'électronique.
- L'utilisation des NSMM pour valider des dispositifs émergents, comme les composites avancés et les dispositifs MOS, constitue une avancée significative dans la miniaturisation et la caractérisation des technologies modernes.

• Intégration dans des systèmes automatisés :

- La compatibilité des sondes avec des systèmes de contrôle qualité automatisés permet d'envisager une utilisation en continu dans des chaînes de production industrielles. Ces systèmes offriront des mesures rapides, fiables et précises, sans intervention humaine.

• Traitement avancé des données :

- Le développement d'algorithmes basés sur l'intelligence artificielle et l'apprentissage automatique permettra une analyse plus fine des données électromagnétiques et topographiques, tout en prenant en compte les incertitudes des mesures.
- L'intégration de techniques telles que la fusion de données combinant plusieurs sources d'information renforcera la robustesse des diagnostics.

• Exploration des environnements contrôlés :

- Les travaux réalisés au sein du laboratoire IEMN ont démontré l'importance de l'utilisation d'environnements sous vide pour des mesures précises et traçables. Cette approche pourrait être étendue à d'autres environnements spécifiques, tels que les températures extrêmes ou les conditions de forte humidité.

En conclusion, cette thèse met en lumière le rôle central des champs proches électromagnétiques dans la caractérisation avancée des matériaux. Les techniques développées, à la croisée de l'électromagnétisme, des nanotechnologies et des sciences des matériaux, représentent une avancée majeure pour répondre aux défis de précision, de miniaturisation et de fiabilité. Ces travaux ont abouti à des innovations concrètes, ouvrant des perspectives prometteuses pour le contrôle non destructif, les nanotechnologies et les applications industrielles.

Ces recherches posent les bases pour une nouvelle génération de solutions technologiques adaptées aux besoins croissants de diverses industries, tout en ouvrant la voie à des avancées interdisciplinaires. Elles renforcent ainsi le potentiel des champs proches électromagnétiques comme outil incontournable pour relever les défis technologiques et scientifiques de demain

Bibliographie

[1] P. J. W. Debye, Polar Molecules, Chemical Catalog Company, Incorporated, 1929.

[2] K. S. Cole and R. H. Cole, "Dispersion and absorption in dielectrics I. Alternating current characteristics," The Journal of Chemical Physics, vol. 9, no. 4, pp. 341-351, 1941.

[3] D. W. Davidson and R. H. Cole, "Dielectric relaxation in glycerol, propylene glycol, and n-propanol," The Journal of Chemical Physics, vol. 19, no. 12, pp. 1484-1490, 1951.

[4] J. C. Maxwell Garnett, "Colours in metal glasses, in metallic films, and in metallic solutions. II," Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character, pp. 237-288, 1906.

[5] V. D. Bruggeman, "Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen. I. Dielektrizitätskonstanten und Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen," Annalen der Physik, vol. 416, no. 7, pp. 636-664, 1935.

[6] R. J. Botsco, R. W. Cribbs, R. J. King, and R. C. McMaster, Nondestructive Testing Handbook, American Society for Nondestructive Testing, 2nd ed., vol. 4, sec. 18, 1986.

[7] D. Karaszewski, Microwave Aquametry, IEEE Press, New York, 1996.

[8] R. Hochschild, "Applications of microwaves in non-destructive testing," Nondestructive Testing, vol. 21, pp. 115-120, 1963.

[9] T. M. Lavelle, "Microwaves in non-destructive testing," Materials Evaluation, vol. 25, pp. 254-258, 1967.

[10] Z. S. Iro, C. Subramani, and S. S. Dash, "Measurement of Electromagnetic Properties of Plastics and Composites Using Rectangular Waveguide," in International Conference on Intelligent Computing and Applications, M. Bhaskar, S. Dash, S. Das, and B. Panigrahi, Eds., vol. 846, Advances in Intelligent Systems and Computing, Springer, Singapore, 2019, pp. 445-453, doi: 10.1007/978-981-13-2182-5_36.

[11] G. Fabi et al., "Inverted Scanning Microwave Microscopy for Nanometer-scale Imaging and Characterization of Platinum Diselenide," in 2019 IEEE MTT-S International Microwave Symposium (IMS), Boston, MA, USA, 2019, pp. 1115-1117.

[12] N. N. Phuoc and C. K. Ong, "Electrical tuning of microwave properties via strain-mediated magnetoelectric coupling in multiferroic composites," Applied Physics A, vol. 124, p. 213, 2018.

[13] C. K. Campbell, "Free-Space Permittivity Measurements on Dielectric Materials at Millimeter Wavelengths," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. IM-27, no. 1, pp. 54-59, 1978.

[14] M. N. Afsar, "Dielectric Measurement Of Millimeter-Wave Materials," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 32, no. 12, pp. 1598-1609, 1984.

[15] D. K. Ghodgaonkar, C. Gaonkar, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "A free space method for measurement of dielectric constants and loss tangents at microwave frequencies," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 38, no. 3, pp. 789-793, 1989.

[16] S. Guelmami, E. Perrin, R. Chantalat, D. Cros, and A. Crunteanu, "Conception d'un banc de caractérisation de matériaux en bande W," 16èmes Journées de Caractérisation Microondes et Matériaux (JCMM), Toulouse, France, 30 mars – 1er avril 2020.

[17] M. H. Umari, D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "A free-space bistatic calibration technique for the measurement of parallel and perpendicular reflection coefficients of planar samples," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 40, pp. 19-24, 1991.

[18] Agilent 85070D dielectric probe kit, product overview, Discontinued product information.

[19] M. Chizh, A. Zhuravlev, V. Razevig, and S. Ivashov, "Non-destructive testing of the rails rolling surface and joints with synthetic aperture radar," in Proceedings of the 21st International Radar Symposium (IRS), Oct. 2020, pp. 112–116.

[20] G. Binning, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy," Physical Review Letters, vol. 49, no. 1, pp. 57–61, 1982.

[21] G. Binning, C. F. Quate, and C. Gerber, "Atomic force microscopy," Physical Review Letters, vol. 56, no. 9, pp. 930–934, 1986.

[22] G. Binning, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, "Tunneling through a controllable vacuum gap," Applied Physics Letters, vol. 40, no. 2, p. 178, 1982.

[23] E. Betzig, J. K. Trautman, T. D. Harris, J. S. Weiner, and R. L. Kostelak, "Breaking the Diffraction Barrier: Optical Microscopy," Science, vol. 251, no. 5000, pp. 1468-1470, 1991.

[24] B. Herman and J. J. Lemasters (eds.), Optical Microscopy: Emerging Methods and Applications, 2012.

[25] S. W. Howell, "Electrostatic Force Microscopy Studies of Nanoscale Systems," Ph.D. Thesis, Purdue Univ., West Lafayette, IN, 2001.
[26] W. Melitz, J. Shen, A. C. Kummel, and S. Lee, "Kelvin probe force microscopy and its application," Surface Science Reports, vol. 66, no. 1, pp. 1–27, Jan. 2011.

[27] U. Hartmann, "Magnetic force microscopy: Some remarks from the micromagnetic point of view," Journal of Applied Physics, vol. 64, no. 3, p. 1561, 1988.

[28] L. Zhang, T. Sakai, N. Sakuma, T. Ono, and K. Nakayama, "Nanostructural conductivity and surface-potential study of low-field-emission carbon films with conductive scanning probe microscopy," Applied Physics Letters, vol. 75, no. 22, p. 3527, 1999.

[29] J. B. Xu, K. Läuger, K. Dransfeld, and I. H. Wilson, "Thermal sensors for investigation of heat transfer in scanning probe microscopy," Review of Scientific Instruments, vol. 65, no. 7, p. 2262, 1994.

[30] G. C. Stevens and P. J. Baird, "Nano- and meso-measurement methods in the study of dielectrics," IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 12, no. 5, pp. 979–992, 2005.

[31] E. H. Synge, "A suggested method for extending microscopic resolution into the ultramicroscopic region," Philosophical Magazine, vol. 6, p. 356, 1928.

[32] J. B. Pendry, "Negative Refraction Makes a Perfect Lens," Review of Scientific Instruments, vol. 85, pp. 3966-3969, 2000.

[33] A. A. S. Shan, D. R. Jonas, and G. M. Muller, "Dielectric properties of GaN at microwave frequencies," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 53, no. 10, pp. 3328-3335, 2005.

[34] D. W. Davidson, "Dielectric properties of liquids and solutions," Measurement of Dielectric Properties, vol. 18, pp. 71-82, 1995.

[35] R. A. Saumer, An Introduction to Dielectric Materials and Applications, Wiley-Interscience, 1981.

[36] H. A. Bethe, "Theory of Diffraction by Small Holes," The Physical Review, Second Series, vol. 66, pp. 163-182, 1944.

[37] R. F. Soohoo, "A microwave magnetic microscope," Journal of Applied Physics, vol. 33, p. 1276-1277, 1962.

[38] A. Ash and G. Nicholls, "Super-Resolution Aperture Scanning Microscope," Nature, vol. 237, pp. 510-512, 1972.

[39] R. J. Gutmann, J. M. Borrego, P. Chakrabarti, and M. S. Wang, "Microwave Scanning Microscopy for Planar Structure Diagnostics," IEEE Microwave Theory and Techniques Society International Digest, p. 281, 1987.

[40] E. L. Lud, M. Radmacher, B. Fleck, and H. E. Gaub, "Atomic force microscope with magnetic force modulation," Optics Communications, vol. 69, no. 3, pp. 219-224, 1989.

[41] M. Tabib-Azar, N. Shoemaker, and S. Harris, "Nondestructive characterization of materials by evanescent microwaves," IOP Measurement Science and Technology, vol. 3, pp. 583-590, 1993.

[42] T. Wei and X. D. Xiang, "Scanning Tip Microwave Near-Field Microscope," Applied Physics Letters, vol. 68, pp. 3506-3508, 1996.

[43] M. Tabib-Azar, D.-P. Su, A. Pohar, S. R. Leclair, and G. Ponchak, "Nondestructive superresolution imaging of defects and nonuniformities in metals, semiconductors, dielectrics, composites, and plants using evanescent microwaves," Review of Scientific Instruments, vol. 70, pp. 2783-2792, 1999.

[44] D. Imtiaz and S. M. Anlage, "A novel STM-assisted microwave microscope with capacitance and loss imaging capability," Ultramicroscopy, vol. 94, pp. 209-216, 2003.

[45] D. Imtiaz, M. Pollak, S. M. Anlage, J. D. Barry, and J. Melngailis, "Near-field microwave microscopy on nanometer length scales," Journal of Applied Physics, vol. 97, p. 044302, 2005.

[46] D. Imtiaz, M. Pollak, S. M. Anlage, J. D. Barry, and J. Melngailis, "Near-field microwave microscopy on nanometer length scales," Journal of Applied Physics, vol. 97, p. 044302, 2005.

[47] A. Imtiaz and S. M. Anlage, "Effect of tip geometry on contrast and spatial resolution of the near-field microscope," Journal of Applied Physics, vol. 100, p. 044304, 2006.

[48] P. Achmari, A. M. Siddiquee, G. Si, J. Lin, B. Abbey, and S. Kou, "Investigating the probetip influence on imaging using scanning near-field optical microscopy," OSA Continuum, vol. 4, pp. 1143-1154, 2021.

[49] C. B. Casper, E. T. Ritchie, T. S. Teitsworth, P. Kabos, J. F. Cahoon, S. Berweger, and J. M. Atkin, "Electrostatic tip effects in scanning probe microscopy of nanostructures," Nanotechnology, vol. 32, no. 19, p. 195710, 2021, doi: 10.1088/1361-6528/abde63.

[50] M. Tabib-Azar and Y. Wang, "Design and fabrication of scanning near-field microwave probes compatible with atomic force microscopy to image embedded nanostructures," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 52, pp. 971-979, 2004.

[51] F. Duewer, C. Gao, I. Takeuchi, and X.-D. Xiang, "Tip–sample distance feedback control in a scanning evanescent microwave probe for nonlinear dielectric imaging," Review of Scientific Instruments, vol. 71, p. 2414, 2000.

[52] D. Courjon and C. Bainier, Le Champ Proche Optique : Théorie et Application, Springer, 2001.

[53] H. Sekiguchi, H. Shirai, and R. Sato, "Experimental crack depth estimation by EM waves," in Proceedings of the 2002 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium, pp. 534-537, Jun. 2002.

[54] S. Kharkovsky and R. Zoughi, "Microwave and millimetre wave non-destructive testing and evaluation - Overview and recent advances," IEEE Instrumentation & Measurement Magazine, vol. 10, no. 2, pp. 26-38, Apr. 2007.

[55] H. Shirai and H. Sekiguchi, "A simple crack depth estimation method from backscattering response," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 53, no. 4, pp. 1249-1254, Aug. 2004.

[56] S. Kharkovsky, J. T. Case, M. A. Abou-Khousa, R. Zoughi, and F. L. Hepburn, "Millimeterwave detection of localized anomalies in the space shuttle external fuel tank," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 55, no. 4, pp. 1250-1257, Aug. 2006.

[57] R. J. Hruby and L. Feinstein, "A novel nondestructive, noncontacting method of measuring the depth of thin slits and cracks in metals," Review of Scientific Instruments, vol. 41, no. 5, pp. 679–683, May 1970.

[58] A. J. Bahr, "Using electromagnetic scattering to estimate the depth of a rectangular slot," IEEE Transactions on Antennas and Propagation, vol. AP-27, no. 6, pp. 738–746, Nov. 1979.

[59] M. Dvorsky, M. T. Al Qaseer, and R. Zoughi, "Crack sizing using dual-polarized microwave SAR imaging," in Proceedings of the IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (IMTC), Dubrovnik, Croatia, May 2020, pp. 1–6.

[60] M. A. Abou-Khousa and M. S. U. Rahman, "Covered cracks detection using dual-polarization synthetic aperture radar imaging," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 70, pp. 1–4, 2021.

[61] M. Chizh, A. Zhuravlev, V. Razevig, and S. Ivashov, "Non-destructive testing of the rails rolling surface and joints with synthetic aperture radar," in Proceedings of the 21st International Radar Symposium (IRS), Oct. 2020, pp. 112–116.

[62] M. U. Memon and S. Lim, "Review of electromagnetic-based crack sensors for metallic materials (recent research and future perspectives)," Metals, vol. 6, no. 8, p. 172, Aug. 2016.

[63] M. Tabib-Azar, D.-P. Su, A. Pohar, S. R. Leclair, and G. Ponchak, "0.4 μ m spatial resolution with 1 GHz ($\lambda = 30$ cm) evanescent microwave near-field microscope," Review of Scientific Instruments, vol. 70, no. 3, pp. 1725-1729, Mar. 1999.

[64] S.-H. Yang, K.-B. Kim, and J.-S. Kang, "Detection of surface crack in film-coated metals using an open-ended coaxial line sensor and dual microwave frequencies," NDT & E International, vol. 54, pp. 91–95, Mar. 2013.

[65] F. Mazlumi, N. Gharanfeli, S. H. H. Sadeghi, and R. Moini, "An open-ended substrate integrated waveguide probe for detection and sizing of surface cracks in metals," NDT & E International, vol. 53, pp. 36–38, Jan. 2013.

[66] M. S. U. Rahman, O. S. Hassan, and M. A. Abou-Khousa, "Crack detection and corrosion mapping using loaded-aperture microwave probe," IEEE Open Journal of Instrumentation and Measurement, vol. 1, pp. 1–11, 2022.

[67] H. H. Park, Y. H. Cho, and H. J. Eom, "Surface crack detection using flanged parallel-plate waveguide," Electronics Letters, vol. 37, no. 25, pp. 1526–1527, Dec. 2001.

[68] Q. Pang, G. Dong, and X. Yang, "Metal Crack Detection Sensor Based on Microstrip Antenna," IEEE Sensors Journal, vol. 23, no. 8, pp. 8375-8384, Apr. 15, 2023, doi: 10.1109/JSEN.2023.3246591.

[69] M. Amir, H. Amar, T. Fortaki, S. Tebache, A. Hedir, and H. Ghodbane, "Open ended coaxial sensors with and without cavity for non-destructive applications," Engineering Research Express, vol. 4, no. 3, p. 035008, Jul. 2022, doi: 10.1088/2631-8695/ac7f1f.

[70] Y. Kim, E. Park, A. Salim, J. Kim, and S. Lim, "Microwave Dual-Crack Sensor with a High Q-Factor Using the TE20 Resonance of a Complementary Split-Ring Resonator on a Substrate-Integrated Waveguide," Micromachines, vol. 14, no. 3, p. 578, Mar. 2023, doi: 10.3390/mi14030578.

[71] S. B. Pokharkar and K. S. Tiwari, "Defect Inspection of Coated CFRP Structural Based on Microwave Split Ring Resonator," in Proceedings of the 2024 International Conference on Emerging Smart Computing and Informatics (ESCI), Pune, India, 2024, pp. 1-5, doi: 10.1109/ESCI59607.2024.10497317.

[72] Keysight Technologies, Keysight Technologies – 85072A 10-GHz Split Cylinder Resonator. Technical Overview, 2015.

[73] A. Husain and E. A. Ash, "Microwave scanning microscopy for non-destructive testing," in Proceedings of the 5th European Microwave Conference, Hamburg, Germany, Sep. 1975, pp. 213–217.

[74] N. Qaddoumi, S. Ganchev, and R. Zoughi, "A novel microwave fatigue crack detection technique using an open-ended coaxial line," in Proceedings of the Conference on Precision Electromagnetic Measurements Digest (CPEM 94), 1994, pp. 59–60.

[75] N. Qaddoumi, E. Ranu, J. D. McColskey, R. Mirshahi, and R. Zoughi, "Microwave detection of stress-induced fatigue cracks in steel and potential for crack opening determination," Research in Nondestructive Evaluation, vol. 12, no. 1, pp. 87–103, 2000.

[76] S. Kharkovsky, M. T. Ghasr, and R. Zoughi, "Near-field millimeter-wave imaging of exposed and covered fatigue cracks," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 58, no. 7, pp. 2367–2370, Jul. 2009.

[77] A. M. Albishi, M. S. Boybay, and O. M. Ramahi, "Complementary split ring resonator for crack detection in metallic surfaces," IEEE Microwave and Wireless Components Letters, vol. 22, no. 6, pp. 330–332, Jun. 2012.

[78] X. Yang et al., "Array waveguide probe loaded with split-ring resonators for sizing the cracks in metal surface," IEEE Microwave and Wireless Components Letters, vol. 28, no. 2, pp. 171–173, Feb. 2018.

[79] A. M. Albishi and O. M. Ramahi, "Microwaves-based high sensitivity sensors for crack detection in metallic materials," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 65, no. 5, pp. 1864–1872, May 2017.

[80] M. A. Abou-Khousa, M. S. Rahman, and X. Xingyu, "Dual-polarized microwave imaging probe," IEEE Sensors Journal, vol. 19, no. 5, pp. 1767–1776, Mar. 2019.

[81] A. Haryono, K. Aljaberi, M. S. U. Rahman, and M. A. Abou-Khousa, "High resolution and polarization independent microwave nearfield imaging using planar resonator probes," IEEE Access, vol. 8, pp. 191421–191432, 2020.

[82] H.-Y. Yeh and R. Zoughi, "A novel microwave method for detection of long surface cracks in metals," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 43, no. 5, pp. 719-725, Oct. 1994, doi: 10.1109/19.328896.

[83] S. De Blasi, P. Quéffélec, and P. Talbot, "Mise en évidence de la faisabilité de la détection de fissures de fatigue dans les métaux en champ proche," Rapport de stage de DEA Sciences et technologies des télécommunications option dispositifs hyperfréquences et technologies associées, LEST, 2004.

[84] R. A. Kleismit, M. K. Kazimierczuk, and G. Kozlowski, "Sensitivity and resolution of evanescent microwave microscope," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. 54, no. 2, pp. 639-647, Feb. 2006.

[85] B. A. Bendehiba, C. Lozano, F. Gamiz, "Near-field scanning microwave microscope platform based on a coaxial cavity resonator for the characterization of semiconductor structures," Solid-State Electronics, vol. 159, pp. 150-156, 2019, doi: 10.1016/j.sse.2019.03.052.

[86] A. Imtiaz and S. M. Anlage, "Effect of tip geometry on contrast and spatial resolution of the near-field microscope," Journal of Applied Physics, vol. 100, p. 044304, 2006.

[87] M. Tabib-Azar, D. Akinwande, G. Ponchak, and S. R. Leclair, "Novel physical sensors using evanescent microwave probes," Review of Scientific Instruments, vol. 70, no. 8, pp. 3381-3386, Aug. 1999.

[88] M. Tabib-Azar, P. S. Pathak, G. Ponchak, and S. R. Leclair, "Nondestructive superresolution imaging of defects and nonuniformities in metals, semiconductors, dielectrics, composites, and plants using evanescent microwaves," Review of Scientific Instruments, vol. 70, no. 6, pp. 2783-2792, Jun. 1999.

[89] R. Wang, F. Li, and M. Tabib-Azar, "Calibration methods of a 2 GHz evanescent microwave magnetic probe for noncontact and nondestructive metal characterization for corrosion, defects, conductivity and thickness nonuniformities," Review of Scientific Instruments, vol. 70, no. 5, p. 054701, Apr. 2005.

[90] M. Tabib-Azar, D.-P. Su, A. Pohar, S. R. LeClair, and G. Ponchak, "0.4 µm spatial resolution with 1 GHz evanescent microwave near-field microscope," Review of Scientific Instruments, vol. 70, no. 3, pp. 1725-1729, Mar. 1999.

[91] E. O. Hammerstad, "Equations for Microstrip Circuit Design," in Proceedings of the 5th European Microwave Conference, Hamburg, Germany, 1975, pp. 268-272, doi: 10.1109/EUMA.1975.332206.

[92] M. Tabib-Azar, N. Shoemaker, and S. Harris, "Non-destructive characterization of materials by evanescent microwaves," Measurement Science and Technology, vol. 4, no. 5, pp. 583-590, Jan. 1993.

[93] J. Kerouedan, P. Quéffélec, P. Talbot, C. Quendo, S. De Blasi, A. Le Brun, "Detection of micro-cracks on metal surfaces using near-field microwave dual-behavior resonator filters," Measurement Science and Technology, vol. 19, no. 10, p. 105701, 2008.

[94] A. Benedek and P. Silvester, "Equivalent Capacitances for Microstrip Gaps and Steps," IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, vol. MTT-20, no. 11, pp. 729-733, Nov. 1972.

[95] A. L. Cullen, "Note on the radiation associated with the excitation of an open resonator," Electronic Letters, vol. 6, no. 8, pp. 243-244, Apr. 1970.

[96] G. Matthaei, L. Young, and E. M. T. Jones, Microwave Filters, Impedance-Matching Networks, and Coupling Structures, Artech House Publishers, 1980.

[97] C. Plassard, E. Bourillot, J. Rossignol, Y. Lacroute, E. Lepleux, L. Pacheco, and E. Lesniewska, "Detection of defects buried in metallic samples by scanning microwave microscopy," Physical Review B, vol. 83, p. 121409, 2011.

[98] M. Calleja, M. Tello, and R. Garcia, "Size determination of field-induced water menisci in noncontact atomic force microscopy," Journal of Applied Physics, vol. 92, no. 9, pp. 5539-5542, 2002.

[99] K. Haddadi, O. C. Haenssler, C. Boyaval, D. Theron, and G. Dambrine, "Near-field scanning millimeter-wave microscope combined with a scanning electron microscope," in Proceedings of the 2017 IEEE MTT-S International Microwave Symposium (IMS), Honolulu, HI, 2017, pp. 1656-1659.

[100] K. Haddadi et al., "Combined scanning microwave and electron microscopy: A novel toolbox for hybrid nanoscale material analysis," in Proceedings of the 2017 IEEE MTT-S International Microwave Workshop Series on Advanced Materials and Processes for RF and THz Applications (IMWS AMP), Pavia, 2017, pp. 1-3.

[101] K. Haddadi, P. Polovodov, D. Theron, and G. Dambrine, "Quantitative Error Analysis in Near-Field Scanning Microwave Microscopy," in Proceedings of the 2018 International Conference on Manipulation, Automation and Robotics at Small Scales (MARSS), Nagoya, 2018, pp. 1-6.

[102] P. Polovodov, D. Theron, C. Lenoir, D. Deresmes, S. Eliet, C. Boyaval, G. Dambrine, and K. Haddadi, "Near-Field Scanning Millimeter-Wave Microscope Operating Inside a Scanning Electron Microscope: Towards Quantitative Electrical Nanocharacterization," Applied Sciences, vol. 11, no. 6, p. 2788, 2021