



HAL
open science

Caractérisation diélectrique de faibles volumes de matériau dans la gamme 50-450 GHz par transmissiométrie optoélectronique temporelle

Raphaël Pederiva, Philippe Artillan, Clément Geffroy, Jean-François Roux

► **To cite this version:**

Raphaël Pederiva, Philippe Artillan, Clément Geffroy, Jean-François Roux. Caractérisation diélectrique de faibles volumes de matériau dans la gamme 50-450 GHz par transmissiométrie optoélectronique temporelle. XXIIIèmes Journées Nationales Microondes, Jun 2024, Antibes Juan-Les-Pins, France. hal-04712823

HAL Id: hal-04712823

<https://hal.science/hal-04712823v1>

Submitted on 27 Sep 2024

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

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

Caractérisation diélectrique de faibles volumes de matériau dans la gamme 50- 450 GHz par transmissiométrie optoélectronique temporelle

Raphaël Pederiva¹, Philippe Artillan¹, Clément Geffroy², Jean-François Roux¹

¹ Univ. Grenoble Alpes, Univ. Savoie Mont Blanc, CNRS, Grenoble INP, CROMA, 38000 Grenoble, France

² Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France
Jean-Francois.Roux@univ-smb.fr

Résumé – Ce travail présente le développement d'un procédé de caractérisation dans le domaine sub-THz de matériaux en couche mince ou présentés en faible volume. La méthode s'appuie sur une approche optoélectronique pour la génération d'impulsions picosecondes qui se propagent sur une ligne de transmission coplanaire sur laquelle est déposé l'échantillon à caractériser. La méthode d'extraction des paramètres diélectriques à partir des mesures temporelles réalisées par échantillonnage optoélectronique en temps équivalent est présentée. Elle est validée numériquement et appliquée à la caractérisation d'une gouttelette de 15 nL de glycérol dont nous déterminons les propriétés entre 50 et 450 GHz.

1. Introduction

En matière de caractérisation de matériau dans le domaine micro-ondes, les techniques fréquentielles et temporelles coexistent et sont affaire de compromis entre sensibilité de la mesure et largeur de la bande de fréquence de travail. Cette caractérisation peut être effectuée en un seul point de fréquence à l'aide d'une structure adaptée (résonateur, cavité, etc.), sur une bande spectrale plus large via un appareil de mesure fréquentiel (VNA, impédancemètre) ou encore en très large bande par un réflecto/(transmissio)-mètre temporel qui mesure la réponse du système à une excitation impulsionnelle [1]. Pour cette dernière approche, les techniques impulsionnelles optoélectroniques (laser femtoseconde et photodétecteurs/échantillonneurs à réponse picoseconde) ont permis de développer des bancs de mesures couvrant typiquement la bande 0.2 – 4 THz [2]. Particulièrement adaptée à la mesure en espace libre, la spectroscopie THz résolue en temps (THz-TDS) a peu été utilisée en configuration guidée. Une approche intégrée permet pourtant la caractérisation de composants ou de matériaux eux aussi intégrés ou de faible volume [3, 4].

En ce qui concerne la détermination de la permittivité diélectrique d'un milieu à partir des signaux THz mesurés en espace libre, une modélisation analytique du problème est souvent possible et l'extraction est obtenue rapidement par optimisation d'une fonction objectif [5]. Dans le cas de la propagation sur ligne de transmission, l'extraction est rendue plus difficile par la nécessité de recourir à des outils de simulation des systèmes et ce jusqu'à des fréquences élevées. Nous proposons ici un procédé de

caractérisation temporelle THz en configuration intégrée appelée THz TDT (THz Time Domain Transmissometry) ainsi que la méthode d'extraction de la permittivité diélectrique généralisée à tous types de matériaux sous test. L'extraction s'appuie sur la simulation des circuits et sur la modélisation temporelle des composants optoélectroniques. Cette méthode est tout d'abord validée par une approche numérique puis appliquée à la caractérisation expérimentale large bande (50- 450 GHz) de gouttelettes de glycérol.

2. Procédé de mesure et méthode d'extraction de la permittivité

2.a. Mesure des signaux temporels

Comme en spectroscopie THz-TDS, la permittivité du MUT (Material Under Test) à caractériser est extraite à partir de deux mesures par une approche différentielle. Un premier DUT (Device Under Test) de référence est composé d'une ligne CPW (Coplanar Wave Guide) sur laquelle se propage une impulsion ultra-brève (quelques picosecondes). Le second DUT est identique au DUT de référence, mais il est chargé par le MUT (cf. Figure 1).

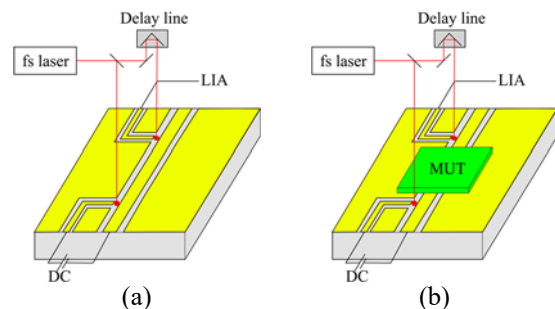


Figure 1. Transmissiométrie impulsionnelle avec échantillonnage optoélectronique en temps équivalent. (a) Dispositif de référence. (b) Dispositif chargé par un MUT

La génération et la détection des signaux impulsionnels brefs sont réalisées grâce à des photocommutateurs (PC) à semiconducteur ultra-rapides intégrés au DUT. La Figure 1 présente un dispositif intégré excité par deux faisceaux laser femtoseconde (trajet et point rouges) dont les impulsions peuvent être décalées dans le temps l'une par rapport à l'autre grâce à une ligne à retard. Le premier faisceau, modulé par un

hacheur optique, génère une impulsion électrique via un premier PC, tandis que l'autre faisceau est utilisé pour échantillonner l'impulsion transmise par le DUT via un second PC (mesure en temps équivalent). Le signal échantillonné est ensuite mesuré par une détection synchrone afin d'augmenter la sensibilité de la mesure.

2.b. Méthode d'extraction de la permittivité

L'objectif est de caractériser la permittivité complexe du MUT à partir des deux signaux impulsionnels progressifs mesurés sur le DUT de référence $v_{ref}^+(t)$ et sur le DUT chargé $v_{mut}^+(t)$. Il est possible d'établir un graphe de fluence équivalent aux deux DUT (cf. Fig. 2).

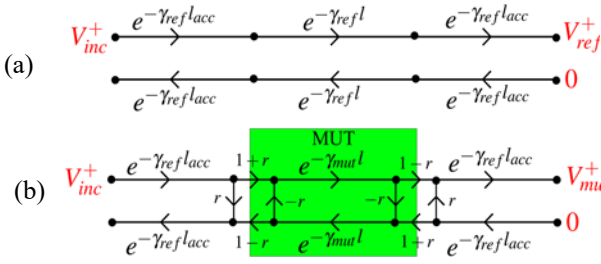


Figure 2. Graphes de fluence équivalents des dispositifs de référence (a) et avec MUT (b).

Sur la Figure 2, on définit $\gamma_{ref}(\omega)$ (resp. $\gamma_{mut}(\omega)$) l'exposant de propagation de la ligne de référence (resp. ligne chargée), l et l_{acc} les longueurs du matériau sous test et des lignes d'accès. Enfin, le coefficient de réflexion en tension $r(\omega)$ aux interfaces REF/MUT est défini comme :

$$r(\omega) = \frac{Z_{mut} - Z_{ref}}{Z_{mut} + Z_{ref}} \quad (1)$$

avec $Z_{ref}(\omega)$ l'impédance caractéristique de la ligne de référence et $Z_{mut}(\omega)$ l'impédance caractéristique de la ligne chargée avec le MUT. Ainsi, d'après le graphe de fluence, pour chaque point de fréquence, le rapport $H(\omega)$ des deux signaux qui peut être estimé, d'une part, par simulation et, d'autre part, comme le rapport des transformées de Fourier des signaux obtenus par la mesure :

$$H(\omega) = \frac{(1 - r^2)e^{-(\gamma_{mut} - \gamma_{ref})l}}{1 - r^2e^{-2\gamma_{mut}l}} = \frac{V_{mut}^+(\omega)}{V_{ref}^+(\omega)} \quad (2)$$

Il dépend de la permittivité complexe du MUT $\epsilon_{mut}(\omega)$ et de grandeurs connues. Caractériser le matériau revient à résoudre numériquement le problème inverse, c'est-à-dire à retrouver $\epsilon_{mut}(\omega)$ à partir de $H_{meas}(\omega)$ par optimisation.

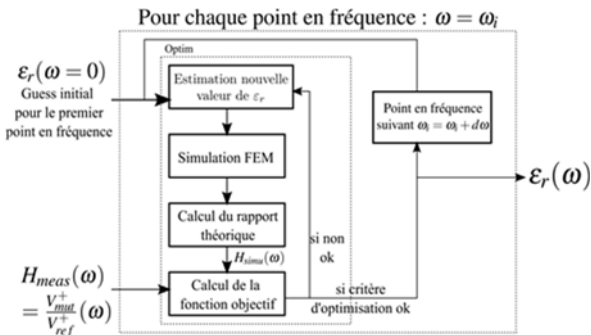


Figure 3. Routine d'optimisation sur l'extraction de la permittivité diélectrique

La Figure 3 détaille la routine d'optimisation avec le solveur FEM Ansys Electronics Desktop Q2D piloté par un script IronPython. La simulation FEM permet de calculer $H_{simu}(\omega)$ à partir de $\epsilon_{mut}(\omega)$. $H_{simu}(\omega)$ est alors comparé à $H_{meas}(\omega)$ via une fonction objectif qui est minimisée par une boucle d'optimisation.

3. Résultats de l'extraction

3.a. Simulation des signaux avec prise en compte de l'échantillonnage en temps équivalent

Pour valider la méthode d'extraction, nous procédons à la génération de « mesures virtuelles » des deux signaux impulsionnels de référence $v_{ref}^+(t)$ et chargé $v_{mut}^+(t)$ grâce à plusieurs outils de simulation. Les différentes étapes de ce processus sont décrites dans la Figure 4.

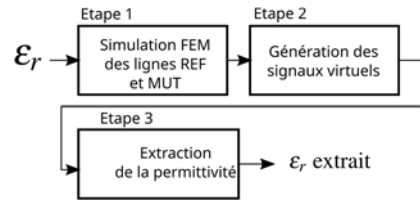


Figure 4. Processus de validation de la méthode d'extraction

La première étape consiste à obtenir via une simulation FEM, pour chacune des lignes de transmission incluses dans notre système de mesure (accès, référence, DUT chargé du MUT), leurs paramètres S. Pour notre MUT, nous définissons une permittivité complexe arbitraire mais réaliste (voir section 3.b) qui devra être retrouvée par la méthode d'extraction.

Nous injectons ensuite ces paramètres S dans un simulateur circuit en régime temporel (ADS de Keysight) qui nous permet de simuler la génération et la détection des impulsions ultra brèves (cf. Figure 5).

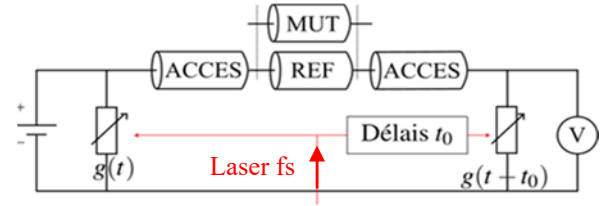


Figure 5. Circuit électrique permettant la simulation sous ADS de l'échantillonnage en temps équivalent des signaux réels

Les photocommutateurs de génération et de détection sont modélisés par des conductances variables $g(t)$ dont l'évolution temporelle est estimée par la fonction [6] :

$$g(t - t_0) = g_{dark} + \frac{g_{peak}}{2} \left(1 + \operatorname{erf} \left(\frac{t - t_0}{\tau_{las}} \right) \right) e^{-\frac{t - t_0}{\tau_e}} \quad (3)$$

avec g_{dark} la conductance sans éclairage, g_{peak} la conductance maximale du photocommutateur, τ_{las} la largeur à mi-hauteur des impulsions optiques et τ_e la durée de vie des porteurs dans le matériau semiconducteur photosensible.

L'objectif de cette simulation étant de prévoir les potentialités de notre expérience, nous cherchons à obtenir deux signaux impulsionnels échantillonnés en temps

équivalent t_0 : $v_{ref}^+(t_0)$ et $v_{mut}^+(t_0)$ en reproduisant cette méthode d'échantillonnage, c'est-à-dire en prenant en compte l'effet du PC de détection dont le temps de réponse n'est pas instantané ainsi que le moyennage temporel de la détection synchrone. Pour cela on fixe les instants de détection t_0 (4000 points simulés) et on simule, pour chaque instant, les signaux réels $v_{ref}^+(t, t_0)$ et $v_{mut}^+(t, t_0)$. Ces signaux sont ensuite traités avec Matlab afin d'obtenir les signaux en temps équivalent via un moyennage qui correspond à l'effet du voltmètre de détection (détection synchrone).

3.b. Résultats de l'extraction

Nous montrons ici des résultats obtenus pour des impulsions d'une durée à mi-hauteur de 1 ps, une permittivité diélectrique du MUT de 3.1, une tangente de pertes de 0.035 et une longueur du MUT de 200 μm . Les résultats d'extraction de la figure 6 montrent le bon accord entre les paramètres extraits et les valeurs choisies initialement pour la permittivité du MUT. Elles montrent également que l'erreur reste inférieure à 2%; elle est principalement due au temps de réponse des photocommutateurs. Des résultats similaires ont été obtenus pour les pertes, avec une erreur de l'ordre de 10%.

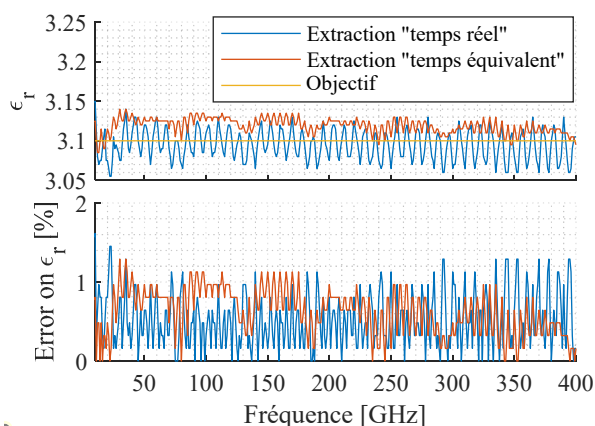


Figure 6 - Résultat d'extraction de la permittivité relative réelle et erreur relative

Notre méthode d'extraction est donc validée par ces simulations. On note, néanmoins, qu'elle est limitée à l'apparition de modes supérieurs de propagation dans la ligne CPW aux fréquences élevées. En effet, en mesure comme en simulation, l'approche n'est valide que si seul le mode coplanaire (impair) est excité dans notre guide.

Enfin, la Figure 6 permet de comparer l'extraction qui aurait été faite à partir de signaux « temps réel » (non-échantillonnés) à celle pratiquée à partir des signaux échantillonnés en temps équivalent. A priori, l'utilisation d'un PC dont la réponse temporelle est proche de la durée du signal à échantillonner va réduire la bande passante des signaux. Cependant, l'approche différentielle proposée ici permet de s'affranchir partiellement de l'effet de ce fenêtrage, ce qui mène à une très bonne précision (environ 1%) sur l'extraction de la permittivité du MUT.

4. Application à la caractérisation d'un faible volume de liquide

4.a. Mise en œuvre expérimentale

Le dispositif complet est réalisé sur un substrat d'arséniure de gallium (AsGa) de 500 μm d'épaisseur sur lequel a été épitaxié un miroir de Bragg réfléchissant à la longueur d'onde de 780 nm et une couche d'AsGa épitaxiée à basse température (AsGa-BT) d'environ 270 nm d'épaisseur. La durée de vie des électrons libres photogénérés dans cette dernière couche a été mesurée par réflectométrie optique résolue en temps [7], elle vaut 520 fs. Le circuit RF est réalisé par photolithographie d'une couche d'or de 125 nm d'épaisseur. La structure complète est montrée en Figure 7. Elle comporte la ligne de transmission CPW (ligne en S allongé de gauche à droite sur la figure) dont les dimensions latérales sont de 30 μm pour la ligne centrale qui est distante de 20 μm des plans de masse, les photocommutateurs permettant la génération (Tx) et la détection (Rx) des signaux impulsions, ainsi que 4 lignes CPW qui permettent la polarisation électrique (DC bias) des photocommutateurs d'émission et la récupération des échantillons (samples) qui sont mesurés par une détection synchrone. Sur la figure 7, les cercles rouges indiquent les zones d'éclairage du dispositif. Les spots laser ont un diamètre de 15 μm et une puissance moyenne d'éclairage de l'ordre de 5 mW par PC. La structure des PC Tx et l'excitation (DC et laser) doivent être symétriques pour garantir que seul le mode CPW est excité. Les impulsions laser ont une durée de 60 fs et une cadence de répétition de 100 MHz à la longueur d'onde de 780 nm.

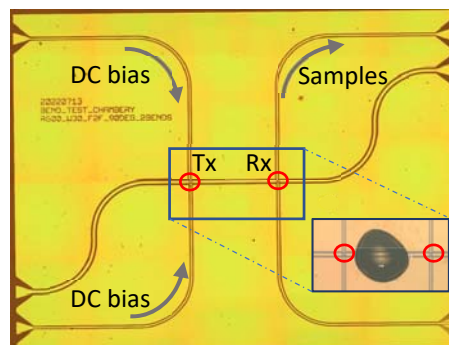


Figure 7 – Dispositif de test. La zone centrale, entourée en bleu, comprise entre le PC d'émission (Tx) et le PC de détection (Rx) est montrée avec ou sans la goutte de liquide à caractériser.

Les impulsions électriques générées par illumination du PC Tx se propagent sur la ligne CPW jusqu'au point d'échantillonnage constitué par le PC Rx. Le retard entre les deux impulsions optiques qui activent ces PCs est assuré par une ligne à retard optique qui permet des balayages jusqu'à 400 ps avec un pas minimal de 2 fs. L'impulsion, telle qu'elle se propage sur la distance de 0.98 mm qui sépare Rx et Tx sur le dispositif de référence, est enregistrée et illustrée en Fig. 8 (ligne bleue). Sa largeur à mi-hauteur est de l'ordre de 2.2 ps.

4.b. Caractérisation d'un faible volume de glycérol

Afin de démontrer les potentialités de notre approche, nous caractérisons une goutte de glycérol déposée entre les deux PCs Rx et Tx telle que montrée en Figure 7 (insert bleu en bas à droite). La forme de la goutte de ce matériau visqueux est proche d'un demi dôme dont le diamètre varie selon les dépôts entre 300 et 700 μm pour une hauteur de 50 à 100 μm . On estime que le volume de ces gouttelettes varie de 10 à 200 nL.

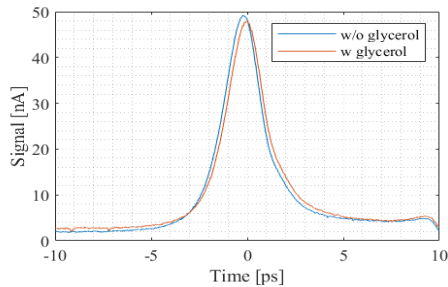


Figure 8 - Signaux impulsionnels mesurés pour le dispositif de référence et le dispositif chargé par une goutte de glycérol.

L'impulsion électrique transmise par la goutte déposée sur la ligne à l'aide d'une aiguille est mesurée dans les mêmes conditions que l'impulsion de référence. Le résultat, tracé en Figure 8 (ligne orange) montre que l'impulsion est retardée d'environ 300 fs et que son amplitude est légèrement réduite. Cette mesure est répétée pour une douzaine de gouttes différentes afin de réduire les incertitudes liées à la mesure des dimensions des gouttes.

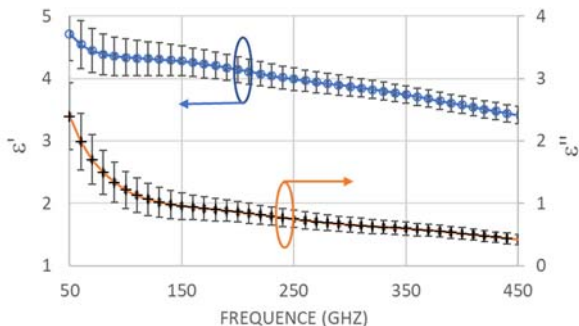


Figure 9 – Valeur moyenne de la permittivité diélectrique du glycérol obtenue pour 12 gouttelettes différentes. Les barres d'erreurs sont à +/- l'écart type calculé pour les 12 mesures.

Pour chaque expérience, la taille de la gouttelette est déterminée par mesure optique. Pour les extractions des paramètres du matériau, le signal temporel est fenêtré afin d'éliminer les réflexions parasites (non-montrées ici) et complété par des zéros afin d'accroître la résolution de la Transformée de Fourier par interpolation dans le domaine fréquentiel. Les dimensions transverses (largeur/ hauteur) de la goutte de glycérol étant très supérieures aux dimensions de la ligne CPW, la gouttelette est modélisée comme un milieu ayant des dimensions latérales infinies lors de la simulation FEM.

Les résultats des extractions sont donnés en Figure 9 pour des fréquences comprises entre 50 et 450 GHz. La partie réelle ϵ' de la permittivité diélectrique varie autour de 4, alors que la partie imaginaire ϵ'' diminue de 2 à 0.5 avec la fréquence. Ces résultats sont en bon accord avec

ceux de la littérature ($\epsilon_{100\text{GHz}} = 3.9 - j0.7$)[8]. On note la bonne reproductibilité des mesures (d'une goutte à l'autre). En effet, la variabilité (qui inclut notamment l'erreur de mesure sur la longueur de la goutte), reste inférieure à 5 % pour ϵ' et 18 % pour ϵ'' dans cette gamme de fréquences.

5. Conclusion

La faisabilité de l'extraction de la permittivité complexe d'un matériau en couche mince par une méthode de transmission optoélectronique résolue en temps a été démontrée entre 50 et 450 GHz. La méthode a été appliquée à la caractérisation d'une gouttelette de très faible volume (~15 nL) de glycérol. Cette approche ouvre la voie vers la réalisation de laboratoire sur puce pour l'analyse, dans la gamme 50- 500 GHz, de faible volume de matériaux (films, gouttelettes, micro-fluidique...).

6. Remerciements

Ce travail a été en partie soutenu par le programme ANR Stepforqubits ANR-19-CE47.

Nous sommes reconnaissants au professeur Andreas Wieck de l'Université de Bochum, Allemagne, pour la fourniture du substrat d'AsGa-BT. Nous remercions également nos collègues Pierre Baptiste Vigneron, Kevin Bredillet, Olivier Lavastre et Edouard Rochefeuille du laboratoire IMEP-LAHC ainsi que Christopher Bauerle et Thomas Vasselon de l'Institut Néel pour leurs conseils et leur soutien.

Références

- [1] E. Pettinelli et al. "Time domain reflectometry: Calibration techniques for accurate measurement of the dielectric properties of various materials," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 73, no. 10, 3553–3562, Oct. 2002.
- [2] M. Bernier et al. "Nouveaux tags RFID sans puce fonctionnant dans le domaine THz," XVII^{èmes} Journées Nationales Micro-Ondes, Mai 2011, Brest, France.
- [3] M. Bieler et al. "Time-Domain Optoelectronic Vector Network Analysis on Coplanar Waveguides," in *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 63, no. 11, pp. 3775–3784, Nov. 2015.
- [4] M. Swithenbank, et al., "On-Chip Terahertz-Frequency Measurements of Liquids", *Anal. Chem.*, 89, 15, 7981–7987, 2017.
- [5] L. Duvillaret et al., "A reliable method for extraction of material parameters in terahertz time-domain spectroscopy," in *IEEE J. of Sel. Top. Quantum Electron*, vol. 2, no. 3, 739-746, Sept. 1996.
- [6] J-M. Delord, "Echantillonnage photoconductif de signaux Radio-Fréquence", Thèse de doctorat, Université de Savoie, Chambéry, 2010.
- [7] J. -F. Roux et al., "Time-resolved reflectivity characterization of polycrystalline LTG- GaAs". *Appl. Phys. Lett.* 74. 2462-2464, 1999.
- [8] U. Schneider et al., "Dielectric and far-infrared spectroscopy of glycerol," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 235-237, pp. 173–179, Aug. 1998.