

50376  
1985  
364

50376  
1985  
364

N° d'ordre : 1291

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le titre de

— DOCTEUR 3ème CYCLE

par

Serge VILLERS



## PROPRIETES HYPERFREQUENCES DE QUELQUES POLYMERES ELECTROACTIFS APPLICATION A L'ETUDE D'UN ABSORBANT MICROONDES

Soutenue le 11 Juillet 1985 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :	M.	E.	CONSTANT	Président
	M.	J.P.	PARNEIX	Rapporteur
	M.	A.	CHAPOTON	Examinateur
	M.	G.	FROYER	Examinateur
	M.	P.	FOURNET	Examinateur

J'adresse mes plus vifs remerciements à  
Monsieur FOURNET d'avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à remercier également Messieurs EL KADIRI  
et LEGRAND pour leur collaboration et les nombreux conseils  
dont ils m'ont fait bénéficier, ainsi que Madame DELOS,  
Monsieur PLAYEZ et mes camarades de laboratoire pour  
l'aide amicale qu'ils m'ont apportée lors de la réalisation  
de ce travail.

Une grande partie des expérimentations n'aurait pu  
être menée à bien sans le concours efficace de  
Messieurs MICHON, JENNEQUIN, ANDRIES et PLUQUET.

Enfin j'adresse mes remerciements à Madame  
MISSUE qui a dactylographié ce travail.

Cette étude a été effectuée au Centre Hyperfréquences et Semi-conducteurs de l'Université des Sciences et Techniques de Lille, dirigé par Monsieur le Professeur CONSTANT. Celui-ci m'a accueilli dans son laboratoire et me fait l'honneur de présider la commission d'examen, je lui en suis très reconnaissant.

Le sujet de ce travail m'a été proposé par Monsieur PARNEIX qui en a assuré la direction; qu'il soit assuré de ma profonde gratitude pour son extrême disponibilité et l'aide constante qu'il m'a apportée.

Je remercie tout particulièrement Monsieur le Professeur CHAPOTON dont la compétence et l'amicale collaboration ont été des éléments précieux pour mener à bien ce travail.

Je tiens à témoigner toute ma reconnaissance à Monsieur FROYER qui a accepté de juger ce travail. Dans le cadre du Centre National d'Etude des Télécommunications à Lannion, il a synthétisé en collaboration avec Messieurs MAURICE et PELOUS la grande partie des échantillons originaux dans ce travail; qu'ils trouvent ici l'expression de mes sincères remerciements.

à mes parents

★ SOMMAIRE ★

	Page
INTRODUCTION	1
BIBLIOGRAPHIE	4
<u>1ère PARTIE</u> : ABSORPTION PAR UN MILIEU SEMI-CONDUCTEUR D'UNE ONDE ELECTROMAGNETIQUE	5
CHAPITRE I : Milieu semi-infini	
1. Equations de propagation - Coefficient de réflexion et d'absorption	6
1.1. Rappel sur les équations de propagation	
1.2. Coefficient de réflexion	
1.3. Coefficient d'absorption et constante de phase	
2. Milieu non magnétique	11
3. Milieu magnétique	13
4. Optimalisation et conclusion	15
CHAPITRE II : Milieu d'épaisseur finie déposé sur un plan métallique	16
1. Calcul général tenant compte des multiples réflexions	17
2. Conditions sur le choix de l'épaisseur	19
2.1. Milieu non magnétique	
2.2. Milieu magnétique	
3. Optimalisation de la structure monocouche	23
4. Conclusions	25
CHAPITRE III : Structures multicouches	
1. Calcul du coefficient de réflexion	27
2. Exemples d'application	29
Conclusions de la première partie	33

<u>2e PARTIE</u> : TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET ECHANTILLONS ETUDIES	34
CHAPITRE I : Dispositifs 5 Hz - 1 GHz	
1. Dispositifs de mesure	35
1.1. Analyseur d'impédances HP 4192 A	
1.2. Analyseur d'impédances HP 4191 A	
2. Cellules de mesure	38
2.1. Cellule "circuit-ouvert"	
2.2. Cellule "pastille"	
CHAPITRE II : Dispositifs hyperfréquences	
1. Dispositif de mesure en propagation guidée	41
1.1. Cellules de mesure	
1.2. Calcul du coefficient de réflexion	
1.3. Calcul de la conductivité et de la permittivité	
2. Dispositif de mesure en propagation libre	48
2.1. Principe de mesure	
2.2. Calcul du coefficient de réflexion	
CHAPITRE III : Exemples et tests	
1. Propagation guidée	50
2. Propagation libre	53
CHAPITRE IV : Dispositifs annexes	55
1. Dispositif de mise en température	
2. Atmosphère inerte	

CHAPITRE V	: Echantillons étudiés	
1.	Les méthodes de synthèse et de dopage	56
1.1.	Le polyacétylène	
1.2.	Le polyparaphénylène	
1.3.	Le polythiophène	
2.	Préparation des échantillons	58
2.1.	Tableau récapitulatif des échantillons utilisés	
2.2.	Contrôle du taux de dopage des échantillons	
2.3.	Stabilité des échantillons	
2.4.	Polymères chargés	
3.	Conclusions	59
<u>3e PARTIE</u>	: RESULTATS EXPERIMENTAUX	60
CHAPITRE I	: Caractérisation électrique	
1.	Variations caractéristiques de $\sigma$ et $\epsilon$ jusqu'à 1 GHz	61
2.	Caractérisation hyperfréquences	65
2.1.	Mesure de $\sigma$ et $\epsilon$ à température ambiante	
2.2.	Evolution de $\sigma$ et $\epsilon$ avec la température	
2.3.	Evolution de $\sigma$ dans le temps	
2.4.	Conductivité d'un polymère chargé	
CHAPITRE II	: Etude de structures absorbantes	
1.	Absorbant résonnant	70
1.1.	Etude de $Re$ pour différentes épaisseurs	
1.2.	Etude de $Re$ en fonction de la température	
1.3.	Etude de $Re$ en fonction du vieillissement du 3P	
1.4.	Coefficient de réflexion d'un polymère chargé	
2.	Absorbant large bande	76
2.1.	Coefficient de réflexion de la structure 1	
2.2.	Coefficient de réflexion de la structure 2	
3.	Comparaison des différents absorbants	80
CONCLUSION		82
BIBLIOGRAPHIE		86
ANNEXES		89



★ INTRODUCTION ★

John

Les premières études et conceptions d'absorbants de radiation électromagnétique remontent à quelques dizaines d'années. Des applications aussi diverses que la réalisation de chambres anéchoïques, la réduction de surface équivalente de cibles radar, l'amélioration des performances radar, l'amélioration des diagrammes de rayonnement d'antennes et l'atténuation des réflexions sur les lignes de transmission en découlent [ 1, 2 ] .

Un absorbant est essentiellement caractérisé par son pouvoir de dissipation de l'énergie électromagnétique incidente. Les études menées jusqu'à présent ont eu pour but d'améliorer ce pouvoir de dissipation.

Le premier absorbant réalisé était résonnant ("Ecran Salisbury") et fonctionnait au voisinage de la fréquence 2 GHz. Depuis, l'idée dominante était celle de réaliser un absorbant dans des bandes de fréquences de plus en plus larges. La plupart des absorbants ont été développés dans les années 60.

Pour fixer certains ordres de grandeur, examinons par exemple le cas simplifié du radar. La portée maximale d'un radar est donnée par l'expression [ 3, 4, 5 ] :

$$R = k \cdot (P_e \cdot S_e)^{1/4}$$

où  $P_e$  est la puissance de l'impulsion émise et  $S_e$  la surface équivalente de la cible. A l'endroit de la cible tout se passe comme si elle rayonnait une puissance  $P_e \cdot S_e$ . Une réduction de la surface équivalente entraîne une diminution de la puissance rayonnée, ceci se traduit donc par une diminution de la portée du radar. Par exemple si la puissance réfléchie  $P_e \cdot S_e$  est 10 fois plus faible que la puissance  $P_e$  (coefficient de réflexion de la cible de - 10 dB, la cible dissipe 90 % de l'énergie incidente) cela revient à réduire la portée du radar de moitié et diminuer la probabilité de détection de la cible [ 6 ] . Pour cette application, il est intéressant d'avoir un absorbant large bande, léger et mince.

L'état actuel de la technologie offre une grande variété d'absorbants. Les absorbants large bande sont soit légers et d'épaisseur élevée (supérieure à 1 cm), soit d'épaisseur faible et le matériau est lourd [ 7 ] .

L'effort est actuellement porté sur la réalisation d'absorbants plus minces, plus légers et plus performants sur une large bande de fréquences. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés aux polymères électroactifs, dont l'utilisation possible en tant qu'absorbant a déjà été évoquée dans la littérature [ 8 ] .

...

Ils présentent des propriétés électriques et mécaniques intéressantes :

- large gamme de conductivité,  $\sigma$  variant de  $10^{-16}$  à  $10^3$  ( $\Omega \text{ cm}$ )<sup>-1</sup>
- faibles permittivités,  $\epsilon$  variant de 2 à 8
- matériaux légers.

Dans la première partie de ce mémoire, nous présentons le modèle théorique qui permet de traiter, par simulation numérique, les différents cas d'absorption d'une onde électromagnétique. Nous nous intéressons en particulier au coefficient de réflexion de plusieurs structures en supposant l'onde T.E.M. en incidence normale sur le milieu de conductivité  $\sigma$ , de permittivité  $\epsilon$  et de perméabilité  $\mu$  constantes dans la gamme de fréquences 1 GHz - 100 GHz. Cette étude théorique nous permet d'établir les performances de structures absorbantes (absorbant résonnant, absorbant large bande) et nous servira de modèle pour la réalisation expérimentale de ces structures. Notre but est d'obtenir un coefficient de réflexion le plus faible possible, sur une bande de fréquences la plus large possible, avec de faibles épaisseurs (quelques mm). Nous allons étudier différents types de structures, monocouche, magnétique et multicouches, et définir leurs possibilités.

Nous décrivons, dans la deuxième partie, les dispositifs de mesure utilisés pour caractériser les différents matériaux étudiés et pour mesurer le coefficient de réflexion de structures absorbantes.

Nous décrivons également les cellules ("circuit-ouvert", "court-circuit", "pastille") permettant les mesures de 5 Hz à 18 GHz sur les matériaux qui se présentent sous forme de poudre, de film ou de pastille, dont nous rappelons les différentes synthèses.

Nous décrivons aussi le dispositif de mesure en propagation libre, en chambre anéchoïque, qui permet de faire des mesures en vraie grandeur.

Ces dispositifs ont été testés et nous présentons quelques résultats de mesures expérimentales sur des échantillons étalons.

L'ensemble des résultats expérimentaux est présenté dans une troisième partie. Afin de réaliser des structures absorbantes, nous devons dans un premier temps caractériser les échantillons et ensuite choisir ceux qui sont favorables à la réalisation des structures. Ceci nous amène à mesurer la conductivité et la permittivité de chaque matériau. En s'inspirant du modèle théorique, nous pouvons alors réaliser les structures absorbantes et les tester dans la bande de fréquences 2 GHz - 18 GHz.

Les résultats sont discutés et comparés aux résultats théoriques et à ceux obtenus sur des absorbants de type "polymères chargés".

BIBLIOGRAPHIE (Introduction)

- [1] B. SABRI, *Electronique, Techniques et Industries*, 14 (1985)
- [2] W.H. EMERSON, *I.E.E.E. Trans. A.P.*, 21, 4 (1973)
- [3] L. THOUREL, *Techniques de l'Ingénieur*, E3440 (1977)
- [4] *Proceedings I.E.E.E.*, (1985)
- [5] J. TAVORMINA, *M.S.N. et C.T.*, 75 (1985)
- [6] F. NAVILLE, *La Recherche*, 166 (1985)
- [7] *Catalogue ECCOSORB, Emerson et Cuming, Aubervilliers*
- [8] A. FELDBLUM, Y.W. PARK, A.J. HEEGER, A.G. Mac DIARMID,  
*J. Pol. Sci.*, 19, 173 (1981)

PREMIERE PARTIE

ABSORPTION PAR UN MILIEU SEMI-CONDUCTEUR

D'UNE ONDE ELECTROMAGNETIQUE

La première partie de ce mémoire a pour but de montrer, à l'aide d'un programme de simulation numérique, la faisabilité théorique d'un blindage électromagnétique par un milieu semi-conducteur défini par les paramètres suivants :

- la permittivité  $\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon''$
- la conductivité  $\sigma^* = \sigma' + j\sigma''$
- la perméabilité magnétique  $\mu = \mu'$
- l'épaisseur  $e$

$\sigma^*$  et  $\epsilon^*$  sont liées par les relations suivantes,  $\sigma' = \omega \epsilon_0 \epsilon''$  et  $\sigma'' = \omega \epsilon_0 \epsilon'$ . Plutôt que de travailler sur  $\epsilon^*$  et  $\sigma^*$ , de façon à suivre le langage habituel de la littérature dans ce domaine, nous utiliserons dans la suite de cette étude les deux paramètres  $\epsilon = \epsilon' = \frac{\sigma''}{\omega \epsilon_0}$  et  $\sigma = \sigma' = \omega \epsilon_0 \epsilon''$ .

où  $\omega = 2 \pi f$ ,  $f$  est la fréquence et  $\epsilon_0$  la permittivité du vide.

L'étude repose sur la détermination de ces paramètres afin d'obtenir l'absorption de l'onde incidente, dans une bande de fréquences la plus large possible.

Dans un premier temps, nous supposons l'épaisseur du milieu infinie. Après avoir développé le calcul du coefficient de réflexion, nous l'étudions pour le cas où le milieu est non magnétique  $\mu = 1$ , puis pour le cas où il est magnétique  $\mu \neq 1$ .

Nous considérons ensuite le milieu à épaisseur finie, déposé sur une surface métallique. Pour ce type de structure, dite monocouche, nous traitons respectivement les milieux non magnétique et magnétique.

Pour terminer cette étude théorique, nous développons un autre type de structure, la structure multi-couches, caractérisée par un empilement de matériaux à conductivité nulle ou différente de zéro.

# CHAPITRE I

-:-:-:-

## MILIEU SEMI-INFINI

=====

### 1. EQUATIONS DE PROPAGATION - COEFFICIENTS DE REFLEXION ET D'ABSORPTION [1, 2]

Après avoir rappelé les équations de propagation dans le milieu, nous étudions le coefficient de réflexion à l'interface environnement/milieu, en faisant les hypothèses suivantes :

- milieu homogène et isotrope
- onde T E M se propageant dans le milieu
- incidence normale.

#### 1.1. Rappel sur les équations de propagation

Nous voulons, par ce rappel, introduire les notions d'impédance caractéristique et de constante de propagation dans le milieu.

Dans le cas le plus général, les lois de l'électromagnétisme s'expriment par les équations de Maxwell (1) :

$$(1) \left\{ \begin{array}{l} \text{rot } \vec{E} = - \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \\ \text{rot } \vec{H} = \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \\ \text{div } \vec{D} = \rho \\ \text{div } \vec{B} = 0 \end{array} \right. \quad \text{où } \begin{array}{l} \vec{E} \text{ vecteur champ électrique} \\ \vec{H} \text{ vecteur champ magnétique} \\ \vec{D} \text{ vecteur induction électrique} \\ \vec{B} \text{ vecteur induction magnétique} \\ \vec{J} \text{ densité de courant} \\ \rho \text{ densité volumique de charges} \\ \text{électriques} \end{array}$$

Nous ne considérons que des régimes harmoniques du temps dans le milieu où il n'y a pas accumulation de charges, ainsi l'étude du champ électromagnétique conduit aux équations suivantes :

$$(2) \left\{ \begin{array}{l} \text{rot } \vec{E} = - j \omega \mu \vec{H} \\ \text{rot } \vec{H} = \sigma \vec{E} + j \omega \epsilon \vec{E} \\ \text{div } \vec{D} = 0 \\ \text{div } \vec{B} = 0 \end{array} \right.$$

L'onde étant supposée plane, il n'y a aucune variation spatiale des champs suivant deux directions orthogonales x, y. En choisissant Oz comme direction de propagation, l'application du calcul vectoriel aux équations de Maxwell permet d'obtenir les relations d'évolution des champs (3).

$$(3) \quad \frac{\partial^2 \overline{E}}{\partial z^2} - \gamma^2 \overline{E} = 0$$

$$\frac{\partial^2 \overline{H}}{\partial z^2} - \gamma^2 \overline{H} = 0$$

$\gamma$  est appelé constante de propagation dans le milieu et a pour forme générale :

$$(4) \quad \gamma = \alpha + j\beta = \sqrt{\omega \mu_0 \mu (\sigma + j\omega \epsilon_0 \epsilon)}$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont respectivement les constantes d'affaiblissement et de phase de l'onde.

Pour l'onde directe et en fonction du référentiel choisi, les champs électrique et magnétique s'expriment de la façon suivante :

$$(5) \quad \begin{aligned} E_x &= E_0 \cdot \exp(-j \cdot \sqrt{\mu_0 \epsilon_0 \mu \epsilon} \cdot \omega z) \cdot \exp(j\omega t) \\ H_y &= \frac{E_0}{Z_i} \cdot \exp(-j \cdot \sqrt{\mu_0 \epsilon_0 \mu \epsilon} \cdot \omega z) \cdot \exp(j\omega t) \end{aligned}$$

$E_0$  est l'amplitude du champ électrique.

$Z_i$  a la dimension d'une impédance qu'on appelle impédance intrinsèque ou caractéristique du milieu.

$$(6) \quad Z_i = \sqrt{\frac{j \omega \mu_0 \mu}{\sigma + j \omega \epsilon_0 \epsilon}}$$

## 1.2 Coefficient de réflexion

Le milieu semi-conducteur est supposé infini. On considère que l'onde TEM au passage à l'interface est en incidence normale, figure 1.

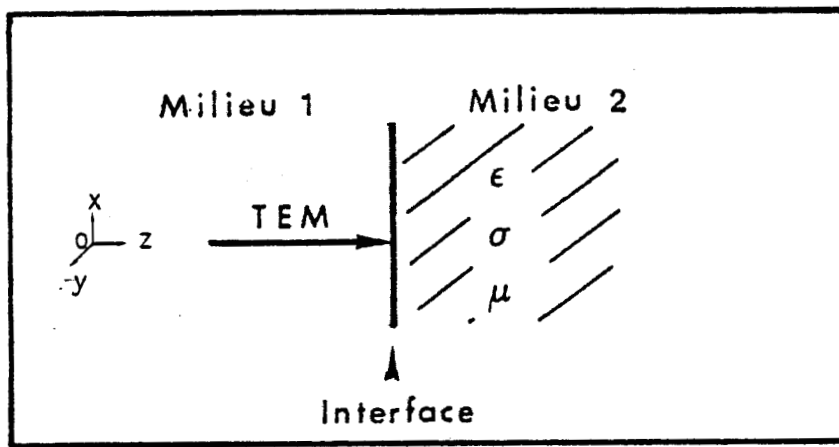


Figure 1. Incidence normale sur milieu infini.

A l'interface, la discontinuité due au changement d'impédance caractéristique provoque la réflexion de l'onde d'incidence. Le coefficient de réflexion est donné par la relation suivante :

$$R^* = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (7)$$

où  $Z_2$  et  $Z_1$  sont respectivement les impédances caractéristiques des milieux 2 et 1.

$$Z_2 = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0\mu}{\sigma + j\omega\epsilon_0\epsilon}} = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \cdot \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon - j\frac{\sigma}{\omega\epsilon_0}}} \quad (8)$$

Après développement,  $R^*$  se met sous la forme complexe suivante :

$$R^* = A + jB \quad \text{avec}$$

$$A = \frac{\mu - \epsilon \cdot \sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}}}{\mu + \epsilon \sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}} + 2\sqrt{\mu\epsilon} \cdot \frac{\sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}}}{2}}$$

$$B = \frac{2\sqrt{\mu\epsilon} \cdot \frac{\sqrt{-1 \oplus \sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}}}}{2}}{\mu + \epsilon \cdot \sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}} + 2\sqrt{\mu\epsilon} \cdot \frac{\sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}}}{2}}$$

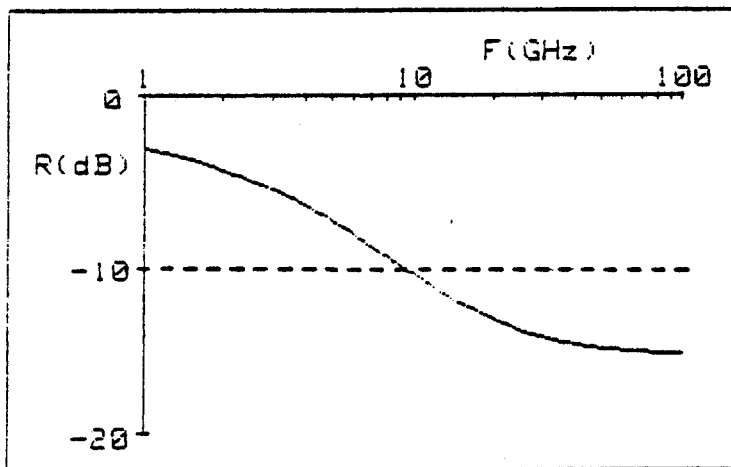


Nous nous intéressons à l'étude du module de  $R^*$  en fonction de la conductivité, la permittivité et la perméabilité magnétique dans la gamme de fréquences 1 GHz - 100 GHz. nous utilisons deux représentations graphiques (figure 2) pour donner les résultats :

- le module en fonction de la fréquence,  $R \text{ (dB)} = 10 \cdot \text{Log} (A^2 + B^2)$
- la représentation complexe module et phase de  $R^*$  (Abaque de Smith).

Dans toute l'étude, nous cherchons à annuler le coefficient de réflexion, et ce dans la bande de fréquences la plus large possible. Nous nous imposons une valeur limite,  $R = -10 \text{ dB}$ , à ne pas dépasser. Cette valeur du coefficient de réflexion correspond à une absorption de 90 % de l'onde par le milieu.

*Remarque : à l'extérieur du cercle représenté au centre de l'abaque, le coefficient de réflexion est supérieur à  $-10 \text{ dB}$ .*



Abaque  
de  
Smith

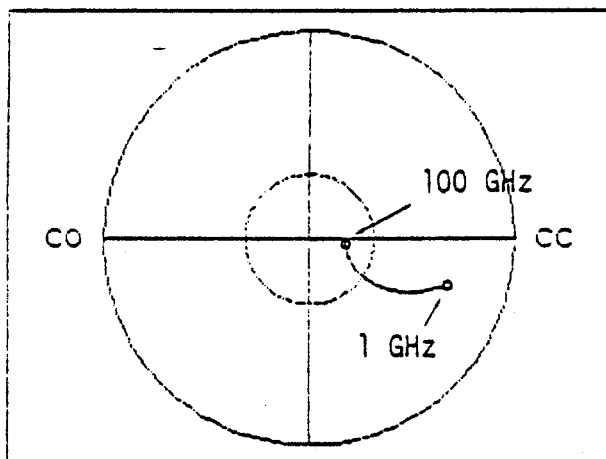


Figure 2. Représentations graphiques

Un programme de simulation nous permet de calculer le module et l'argument du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, au moyen d'un calculateur Hewlett-Packard HP 9826. Après calcul, le programme commande le tracé des courbes dans la gamme de fréquences préalablement choisie.

Tous les calculs sont effectués en supposant à priori les paramètres,  $\epsilon, \mu, \sigma$  constants et indépendants de la fréquence. Après avoir fixé les paramètres  $\epsilon, \sigma$ , nous faisons évoluer la fréquence dans le cas particulier où  $\mu = 1$ , puis dans le cas général où  $\mu \neq 1$ .

Ce programme permet de traiter les différents types de structures auxquelles nous nous intéressons.

### 1.3 Coefficient d'absorption et constante de phase ( $\alpha, \beta$ )

Ces deux paramètres sont reliés à la constante de propagation  $\gamma = \alpha + j\beta$ , où  $\alpha$  est la constante d'affaiblissement et  $\beta$  la constante de phase.

Après développement de la formule (4), on en déduit les deux termes que nous venons de définir et qui s'écrivent :

$$\alpha = \omega \cdot \sqrt{\frac{\mu_0 \epsilon_0 \mu \epsilon}{2}} \cdot \sqrt{-1 + \sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}}} \quad (10)$$

$$\beta = \omega \cdot \sqrt{\frac{\mu_0 \epsilon_0 \mu \epsilon}{2}} \cdot \sqrt{1 + \sqrt{1 + \frac{\sigma^2}{\omega^2 \epsilon_0^2 \epsilon^2}}} \quad (11)$$

*Remarques :* ces termes n'interviennent pas dans le calcul du coefficient de réflexion dans le cas présent, mais nous verrons par la suite (multiples réflexions) qu'ils apparaissent dans le calcul.

Le coefficient d'absorption est fonction de la perméabilité magnétique (10),  $\alpha \sim \sqrt{\mu}$ . Il sera d'autant plus important que  $\mu$  sera élevé.

2. MILIEU NON MAGNETIQUE ( $\mu = 1$ )

Nous représentons sur la figure 3 l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour plusieurs valeurs de conductivité et de permittivité.

- CAS LIMITE,  $\epsilon = 1$   
.....

Nous remarquons que pour des valeurs élevées de la conductivité, le coefficient de réflexion est élevé. En effet le matériau tend alors à devenir conducteur, donc tend vers un court-circuit métallique qui réfléchit toute l'énergie incidente.

Le coefficient de réflexion diminue quand la fréquence augmente, ceci est d'autant plus marquant pour de faibles conductivités.

Remarque : Quand on fait tendre la fréquence vers l'infini ( $\omega \rightarrow \infty$ ) ou la conductivité vers zéro ( $\sigma \rightarrow 0$ ), on s'aperçoit que les parties réelle et imaginaire du coefficient de réflexion deviennent :

$$A \rightarrow \frac{\sqrt{\mu} - \sqrt{\epsilon}}{\sqrt{\mu} + \sqrt{\epsilon}} \quad \text{et} \quad B \rightarrow 0$$

Dans notre cas,  $\mu = 1$  et  $\epsilon = 1$ ,  $A \rightarrow 0$

Donc pour les cas limites  $\omega \rightarrow \infty$  ou  $\sigma \rightarrow 0$ , le coefficient de réflexion s'annule.

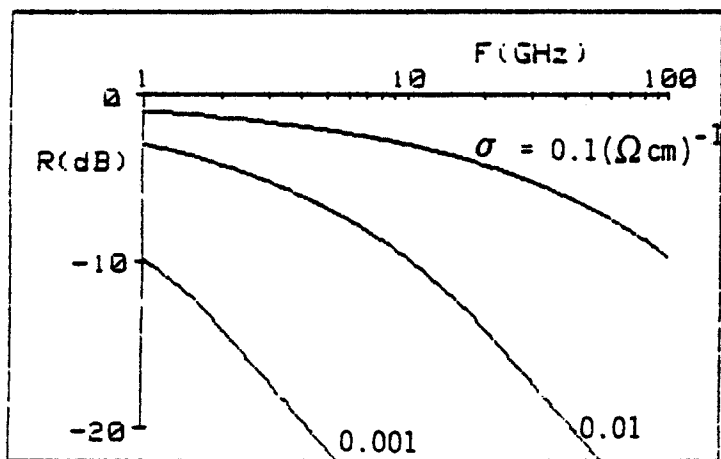
- CAS OÙ .....  $\epsilon \neq 1$

Nous avons pris deux exemples,  $\epsilon = 2$  et  $\epsilon = 4$ , pour traiter ce cas.

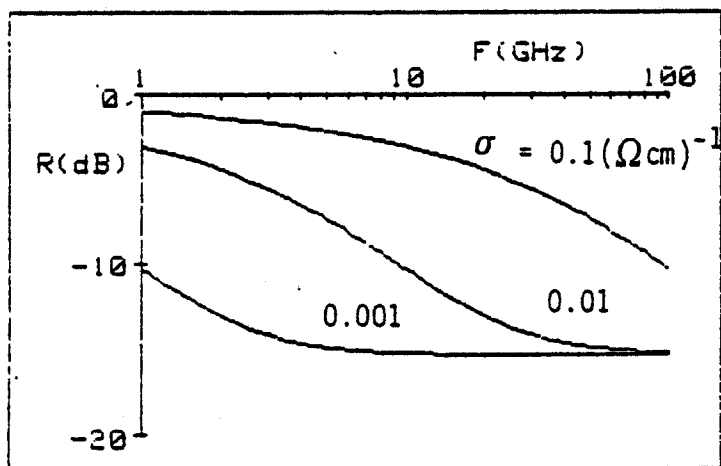
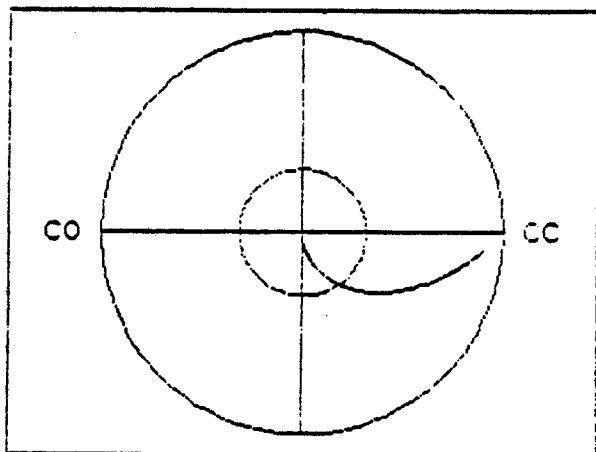
Nous constatons que le coefficient de réflexion :

- est indépendant de  $\epsilon$  quelque soit  $\sigma$  aux basses fréquences
- est indépendant de  $\epsilon$  pour des valeurs élevées de  $\sigma$  aux fréquences élevées
- tend vers une valeur limite pour des valeurs faibles de  $\sigma$  aux fréquences élevées. Cette valeur augmente quand la permittivité augmente.

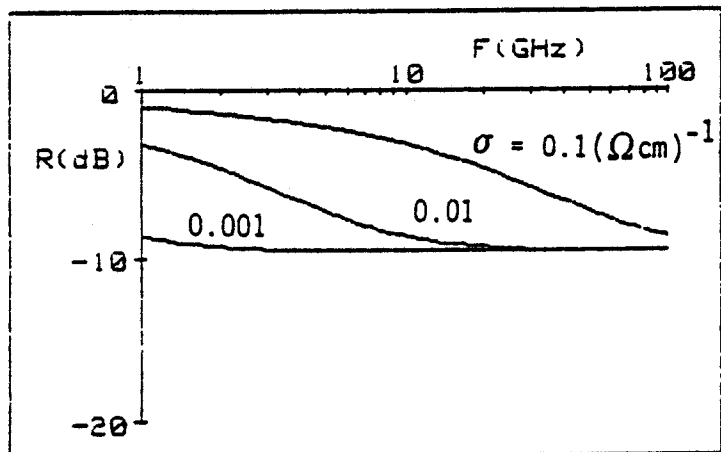
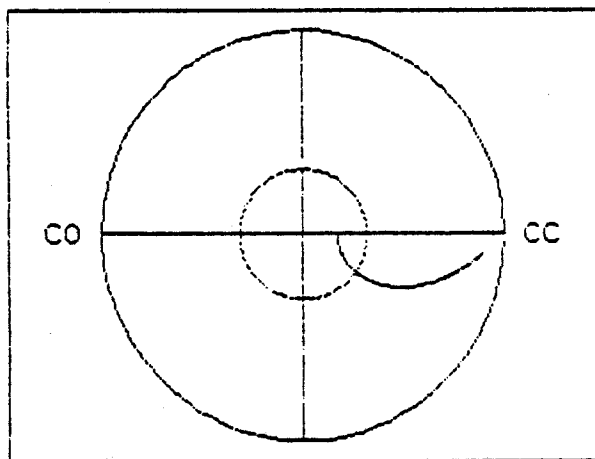
Remarque : Quand la fréquence est infinie, le module du coefficient de réflexion prend la valeur suivante,  $\left| \frac{1 - \sqrt{\epsilon}}{1 + \sqrt{\epsilon}} \right|$ , qui augmente quand  $\epsilon$  augmente.



$\epsilon = 1$



$\epsilon = 2$



$\epsilon = 4$

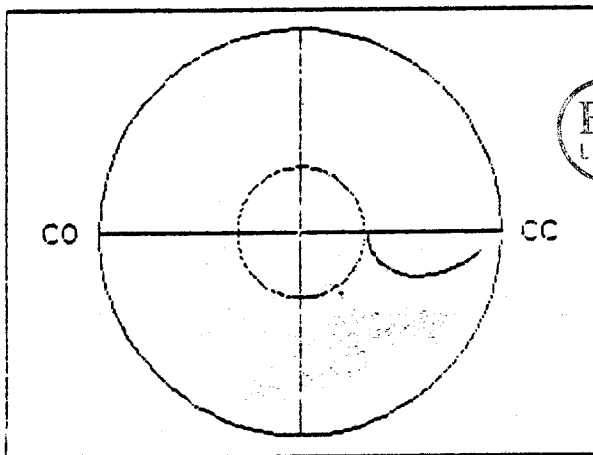
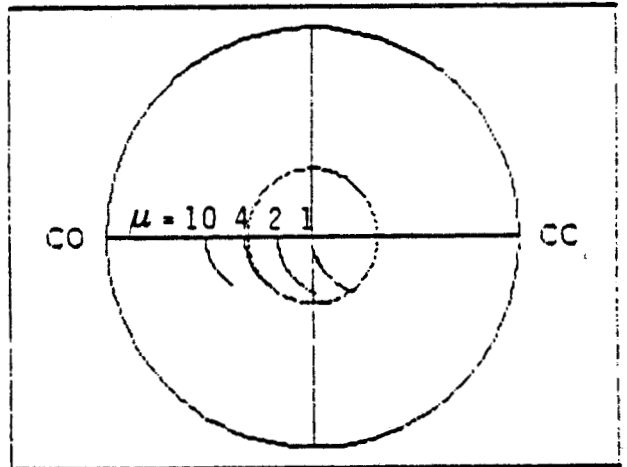
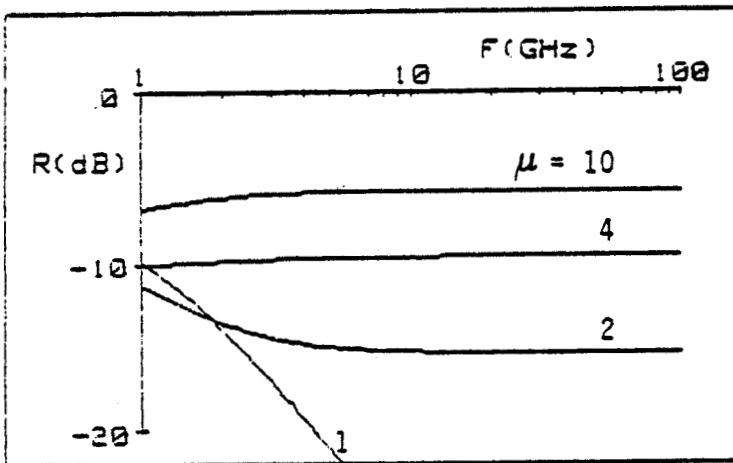


Figure 3. Evolution du coefficient de réflexion quand  $\mu = 1$

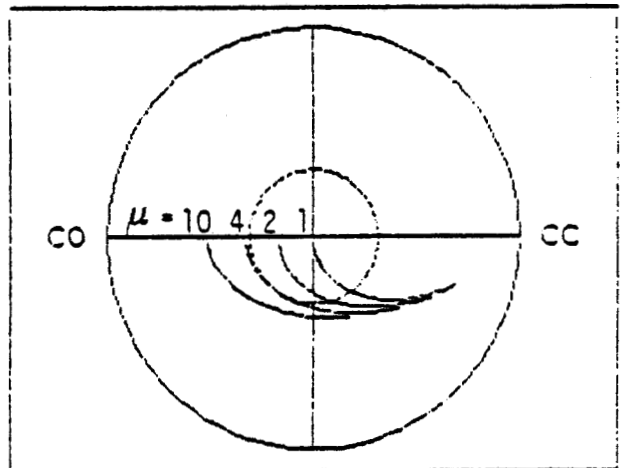
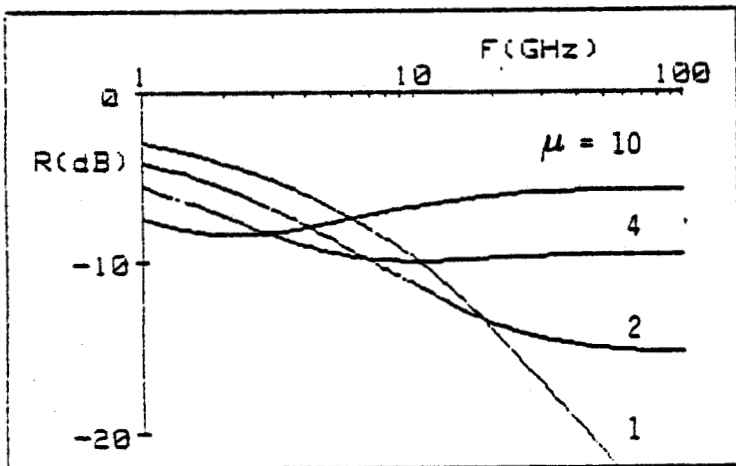
### 3. MILIEU MAGNETIQUE ( $\mu \neq 1$ )

- CAS LIMITE,  $\epsilon = 1$

Nous représentons sur la figure 4 le coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour plusieurs valeurs de perméabilité magnétique et de conductivité électrique.



$$\sigma = 0.001 (\Omega \text{ cm})^{-1}$$



$$\sigma = 0.01 (\Omega \text{ cm})^{-1}$$

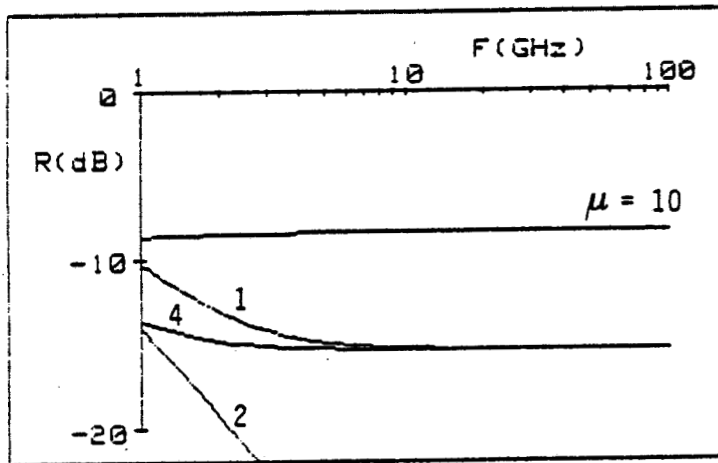


Figure 4. Evolution du coefficient de réflexion quand  $\mu \neq 1$  et  $\epsilon = 1$

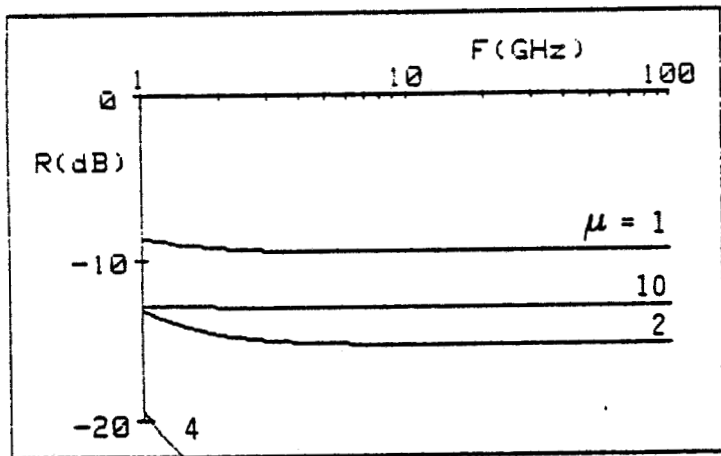
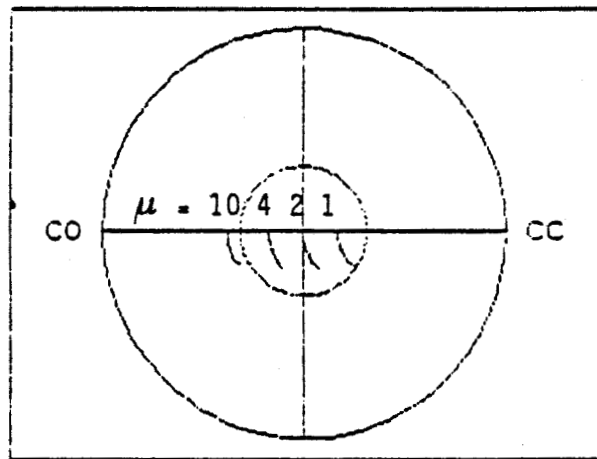
Nous observons que la présence de  $\mu$  n'améliore pas significativement les résultats. De plus, comme dans le cas du milieu non magnétique, il faut choisir  $\sigma$  suffisamment faible pour minimiser le coefficient de réflexion.

- CAS OÙ  $\epsilon \neq 1$   
.....

Pour traiter ce cas nous donnons deux exemples, (figure 5), où la permittivité est différente de 1, ( $\epsilon = 2$  et  $\epsilon = 4$ ), et choisissons une valeur de conductivité suffisamment faible, ( $\sigma = 0.001 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ).



$\epsilon = 2$



$\epsilon = 4$

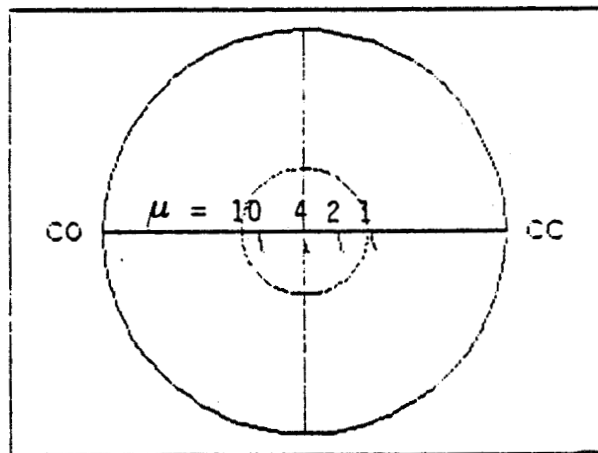


Figure 5. Evolution du coefficient de réflexion quand  $\mu \neq 1$  et  $\epsilon \neq 1$

Nous vérifions, au vue des courbes, que le coefficient de réflexion est considérablement diminué à condition de choisir  $\mu = \epsilon$ . Il est d'autant plus faible que  $\epsilon$  est élevé, pour une conductivité donnée, et pour des fréquences élevées.

Remarque : Nous avons vu précédemment que pour  $\omega \rightarrow \infty$  ou  $\sigma \rightarrow 0$  :

$$A \rightarrow \frac{\sqrt{\mu} - \sqrt{\epsilon}}{\sqrt{\mu} + \sqrt{\epsilon}} \quad \text{et} \quad B \rightarrow 0.$$

Il faudra alors choisir  $\mu = \epsilon$  pour annuler le coefficient de réflexion.

#### 4. OPTIMALISATION ET CONCLUSION

Nous distinguons deux cas favorables à l'absorption de l'onde, celui du milieu non magnétique et celui du milieu magnétique.

- Dans le premier cas, il faut que la permittivité soit la plus faible possible, sachant que  $\epsilon = 1$  est un cas limite qui n'est physiquement pas réalisable. La conductivité doit également être faible. En effet, le milieu, étant considéré comme infini, atténuera totalement l'onde y pénétrant.
- Dans le cas du milieu magnétique, il apparait une condition qui semble primordiale pour l'absorption,  $\mu = \epsilon$ .

Cette condition nous permet de minimiser le coefficient de réflexion sur toute la bande de fréquences. Elle justifie, en outre, le fait de choisir  $\epsilon = 1$  dans le cas du milieu non magnétique ( $\mu = 1$ ).

Une deuxième condition doit également être respectée, en particulier pour les basses fréquences,  $\sigma < 0.01 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ .

- 10 -

## CHAPITRE II

-----

### MILIEU D'ÉPAISSEUR FINIE DÉPOSÉ SUR UN

### PLAN MÉTALLIQUE

Le milieu semi-conducteur est limité par un plan métallique. Son épaisseur est  $e$  (figure 6). L'onde se propageant dans le milieu va subir des réflexions multiples au niveau du plan métallique et de l'interface air - milieu.

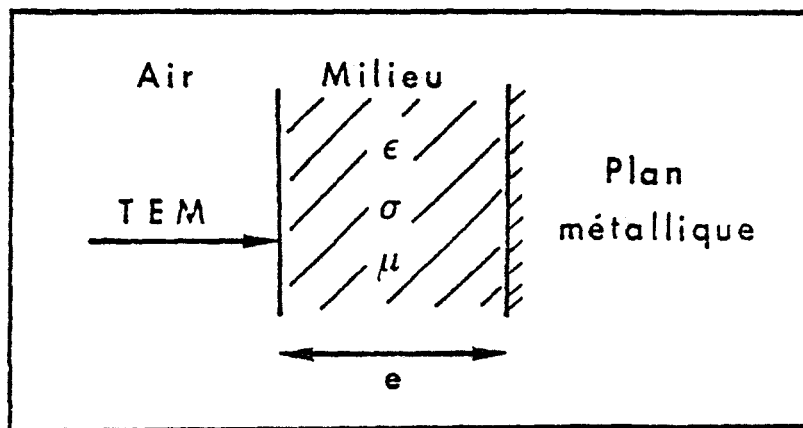


Figure 6.

L'intérêt de l'étude est de voir si une onde peut être atténuée par un milieu de faible épaisseur (quelques mm).

Dans un premier temps, nous présentons le phénomène de multiples réflexions et calculons le coefficient de réflexion à l'interface. Ensuite nous étudierons ce coefficient en fonction de la fréquence et des différents paramètres liés au milieu.



1. CALCUL GENERAL TENANT COMPTE DES MULTIPLES REFLEXIONS

Nous considérons une onde électromagnétique en incidence normale sur le milieu semi-conducteur et représentons le phénomène de multiples réflexions sur le schéma suivant (figure 7) .

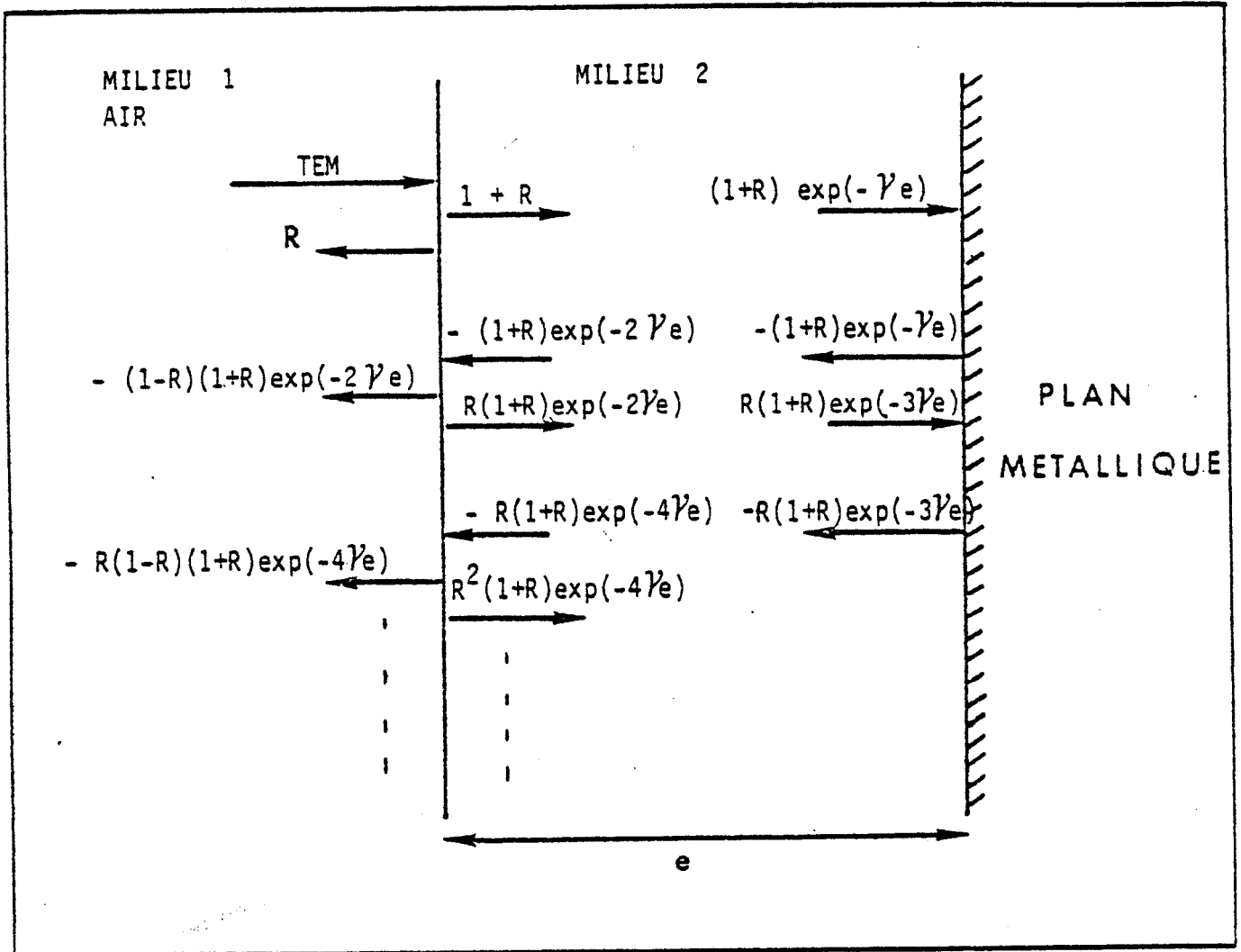


Figure 7 : Phénomène de multiples réflexions.

L'onde subit une première réflexion (R) au niveau du dioptre, avant de pénétrer dans le milieu. Viennent s'ajouter à R, des termes résultants des multiples réflexions dans le milieu. Nous appelons  $\Sigma$  la somme de ces termes. Le coefficient de réflexion à l'interface s'écrit alors :

$$Re = R + \Sigma \quad \text{avec } \Sigma = \frac{(R \oplus 1) \cdot (R - 1) \cdot \exp(-2 \gamma e)}{1 - R \cdot \exp(-2 \gamma e)}$$

Nous obtenons donc :

$$Re = \frac{R - \exp(-2 \gamma e)}{1 - R \cdot \exp(-2 \gamma e)} \quad \text{avec } R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} = A + j B$$

Ce terme est complexe, on s'intéressera à son module. Ses parties réelle et imaginaire s'écrivent de la façon suivante :

$$Rx = \frac{A - (1 + A^2 + B^2) \cdot \exp(-2 \alpha e) \cdot \cos(2 \beta e) + A \cdot \exp(-4 \alpha e)}{1 + (A^2 + B^2) \cdot \exp(-4 \alpha e) - 2 (A \cdot \cos(2 \beta e) + B \cdot \sin(2 \beta e)) \cdot \exp(-2 \alpha e)}$$

$$Ry = \frac{B + (1 - A^2 - B^2 + AB) \cdot \exp(-2 \alpha e) \cdot \sin(2 \beta e) - B \exp(-4 \alpha e) \cdot \sin(2 \beta e) (\sin(2 \beta e) + \cos(2 \beta e))}{1 + (A^2 + B^2) \cdot \exp(-4 \alpha e) - 2 (A \cdot \cos(2 \beta e) + B \cdot \sin(2 \beta e)) \exp(-2 \alpha e)}$$

$$Re = Rx + j Ry$$

Le but de notre étude revient comme précédemment à minimiser Re.

Le problème peut être traité de deux façons différentes :

- Re = 0, quand  $\Sigma = -R$ , l'absorption est résonnante.
- Re = R, quand  $\Sigma = 0$ , si R est faible l'absorption est alors large bande.

Dans ce cas, on supprime les multiples réflexions. Il est évident que  $\Sigma = 0$  quand  $e = \infty$ , mais c'est un cas limite.

Nous nous efforcerons donc de nous rapprocher de la condition  $\Sigma = 0$  en limitant l'épaisseur e.

## 2. CONDITIONS SUR LE CHOIX DE L'ÉPAISSEUR

Nous nous proposons d'étudier le coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, la conductivité et la permittivité en considérant le milieu non magnétique ( $\mu = 1$ ) puis le milieu magnétique ( $\mu \neq 1$ ). Ceci nous permettra de déterminer des limites dans le choix de l'épaisseur du milieu afin de réaliser l'absorption de l'onde électromagnétique.

### 2.1. Milieu non magnétique ( $\mu = 1$ )

Nous avons vu dans le chapitre précédent que la condition de minimisation de R était  $\epsilon = 1$  dans le cas d'un milieu non magnétique. Nous allons donc traiter le cas  $\epsilon = 1$ , puis le cas  $\epsilon \neq 1$ .

#### - CAS LIMITE, $\epsilon = 1$ .....

Nous présentons, sur la figure 8, l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, pour différentes valeurs de la conductivité. Sur chaque figure, nous traçons respectivement les courbes correspondant au cas de l'épaisseur infinie et d'épaisseurs de quelques mm.

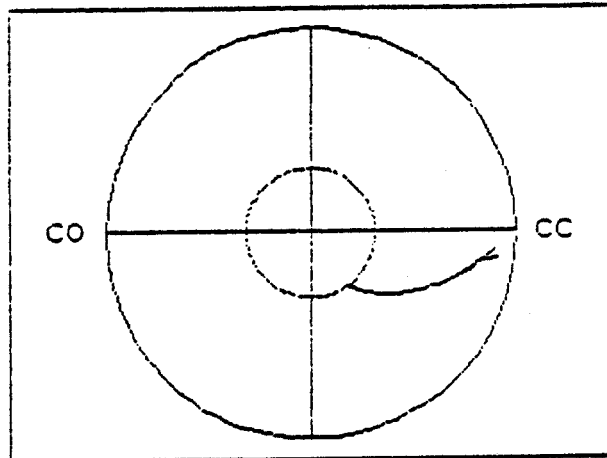
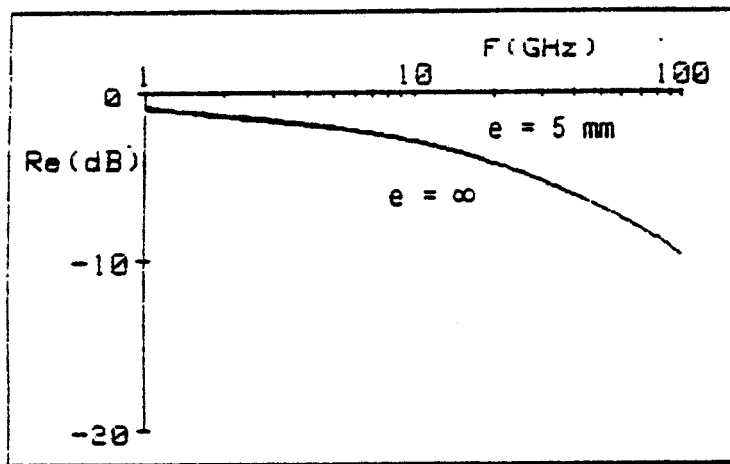
Nous constatons en premier lieu que plus la conductivité est faible, plus il faudra une épaisseur élevée pour supprimer le phénomène de multiples réflexions, c'est-à-dire obtenir  $R_e = R$ . (Comparaison avec  $e = \infty$ ).

En effet, le coefficient d'atténuation de l'onde dans un milieu diminue avec la conductivité, ce qui explique que pour atténuer totalement l'onde il faudra des épaisseurs élevées quand le milieu sera faiblement conducteur (par exemple  $\sigma = 0.001 (\Omega \cdot \text{cm})^{-1} \Rightarrow e > 20 \text{ mm}$ , pour avoir  $R_e < -10 \text{ dB}$ ).

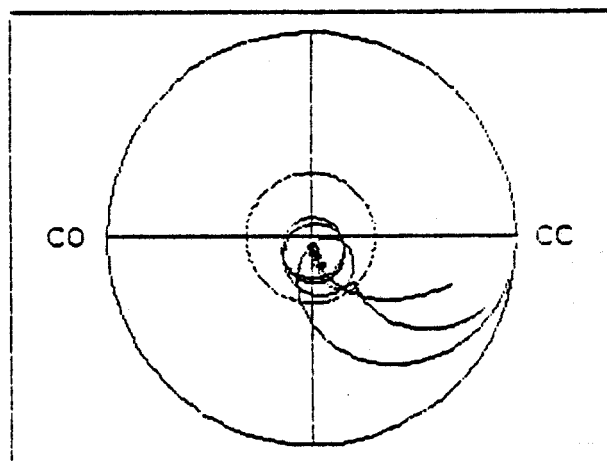
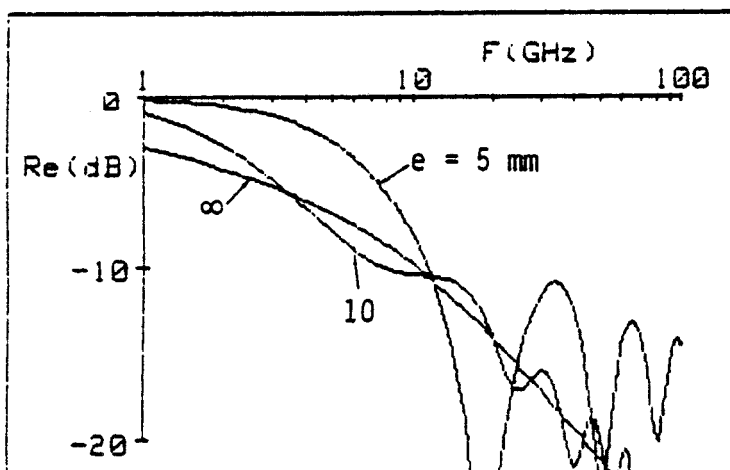
Pour des conductivités élevées ( $\sigma = 0.1 (\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$ ), quelques mm suffisent pour atténuer l'onde qui pénètre dans le milieu, mais le coefficient de réflexion reste important ( $R_e = R > -10 \text{ dB}$ ).

Si l'on veut atténuer l'onde avec de faibles épaisseurs, tout en ayant un faible coefficient de réflexion, il faudra choisir une conductivité intermédiaire voisine de  $0.01 (\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$  [ 3 ]. Cependant il sera difficile d'atténuer l'onde sur toute la bande de fréquences et en particulier aux basses fréquences.

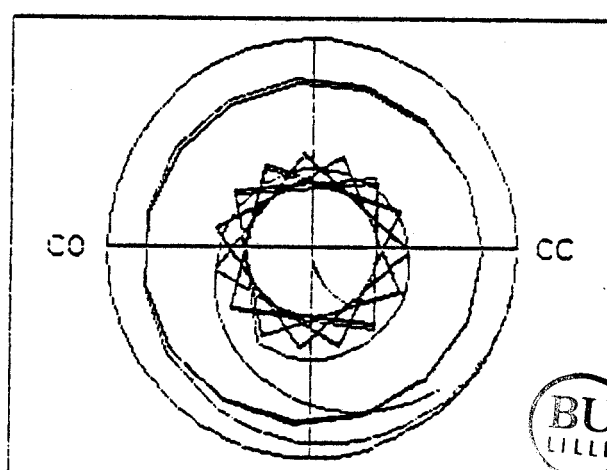
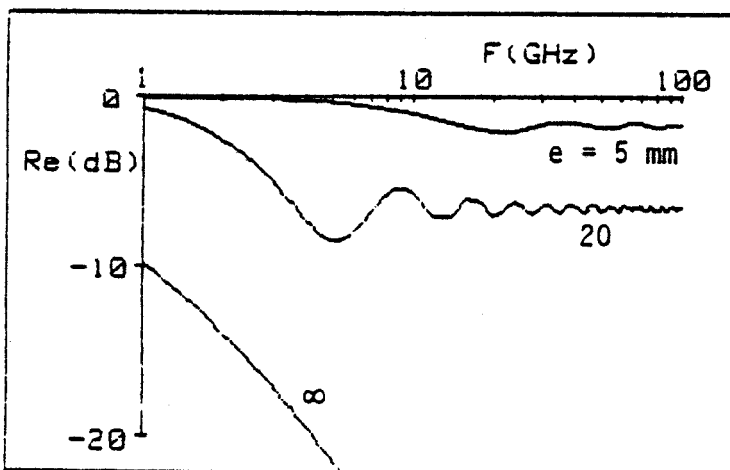
*Remarque : Cette valeur de  $\sigma = 0.01 (\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$  représente un ordre de grandeur qu'il faudra choisir pour réaliser un absorbant correct quelque soit son type, résonnant ou large bande.*



$$\sigma = 0.1 (\Omega \text{cm})^{-1}$$



$$\sigma = 0.01 (\Omega \text{cm})^{-1}$$

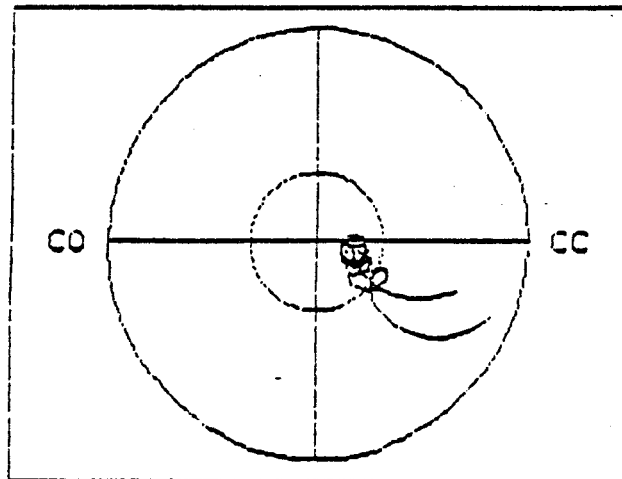
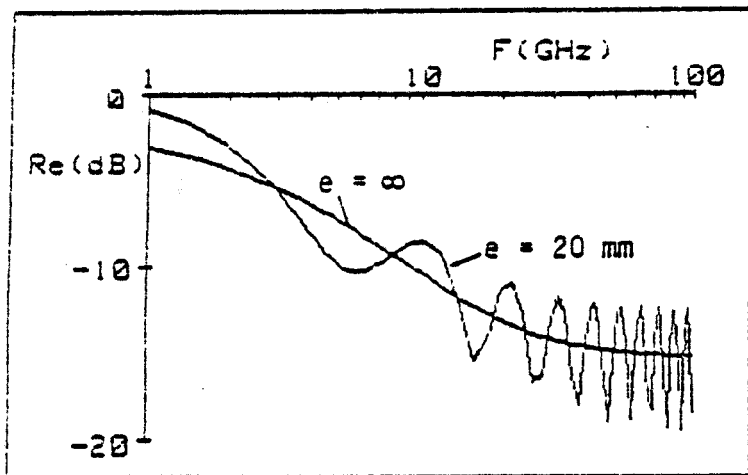


$$\sigma = 0.001 (\Omega \text{cm})^{-1}$$

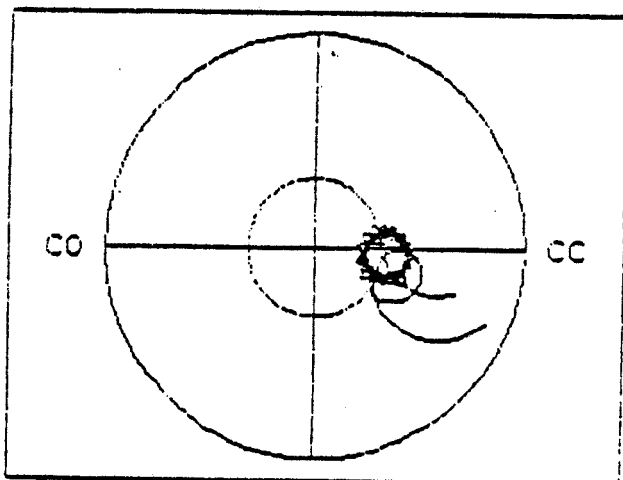
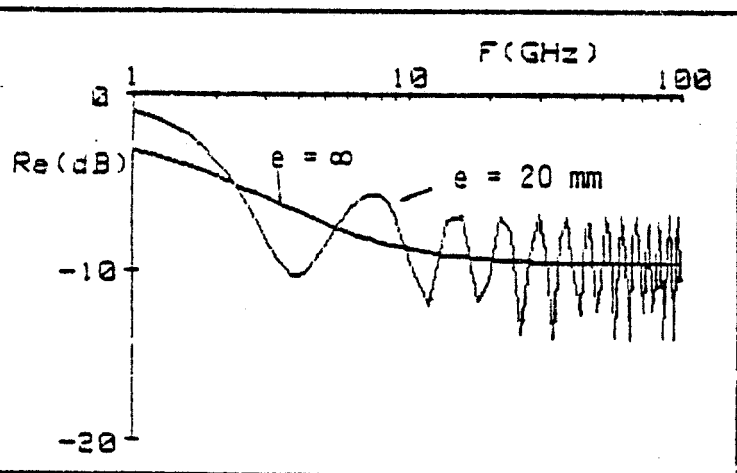
Figure 8. Evolution du coefficient de réflexion quand  $\mu = 1$  et  $\epsilon = 1$

- CAS OU  $\epsilon \neq 1$ .

Étudions maintenant le comportement du coefficient de réflexion pour des permittivités supérieures à 1 (figure 9).



$$\sigma = 0.01 (\Omega \text{cm})^{-1} \quad \epsilon = 2$$



$$\sigma = 0.01 (\Omega \text{cm})^{-1} \quad \epsilon = 4$$

Figure 9. Evolution du coefficient de réflexion quand  $\mu = 1$  et  $\epsilon \neq 1$

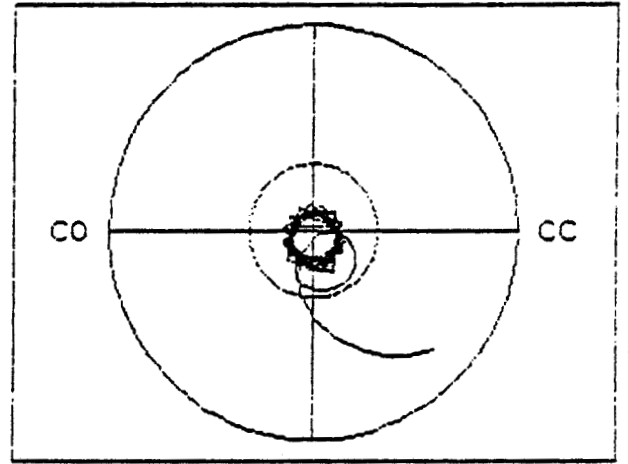
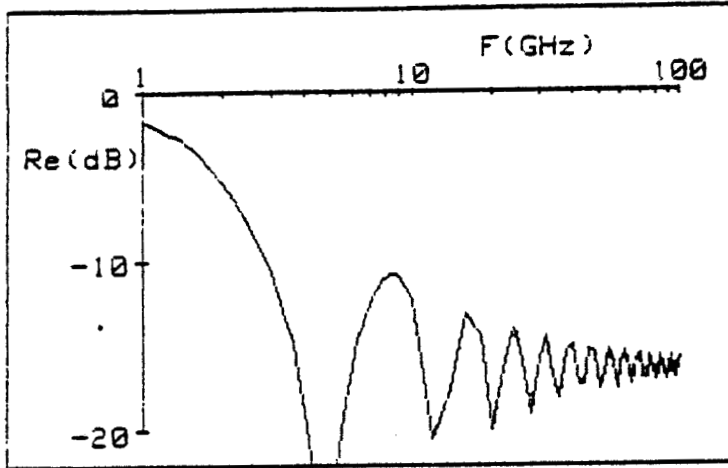


Nous pouvons faire les mêmes observations que précédemment.

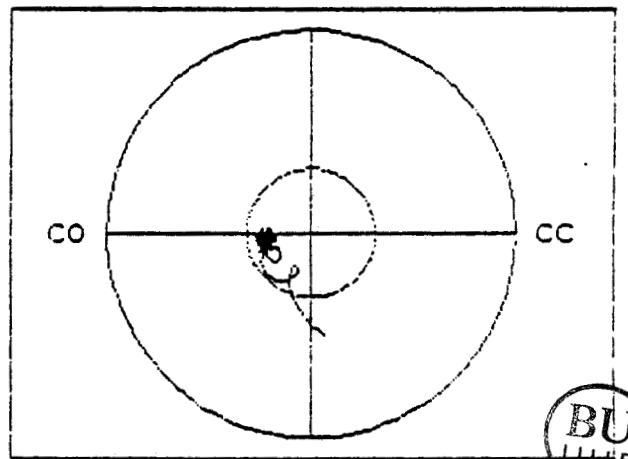
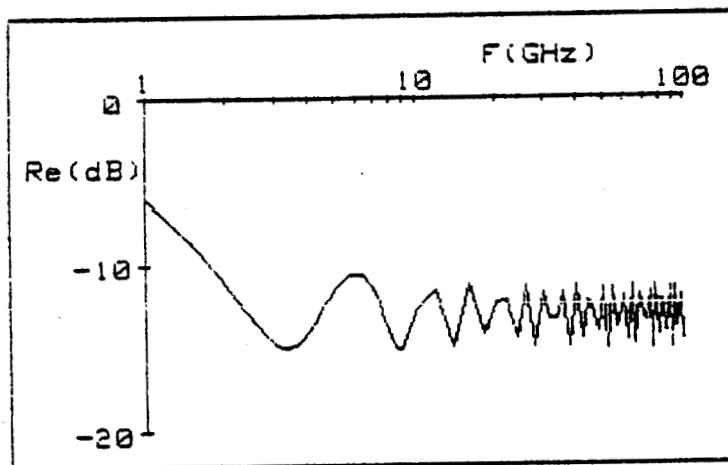
Sur l'ensemble de ces courbes, on voit apparaître un phénomène d'oscillations qui tend à s'atténuer au fur et à mesure que l'épaisseur augmente. On remarque aussi que pour une épaisseur donnée, l'amplitude des oscillations dépend fortement de la permittivité et de la conductivité. Elle augmente quand  $\epsilon$  augmente, pour des conductivités moyennes ( $0.01 \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ). Les oscillations n'apparaissent plus quand  $\sigma$  est élevé ( $0,1 \Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ), mais  $\text{Re}$  est élevé.

## 2.2 Milieu magnétique ( $\mu \neq 1$ )

Sur la figure 10 nous donnons un exemple d'évolution du coefficient de réflexion pour plusieurs valeurs de la perméabilité, en choisissant  $\sigma = 0.01 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ,  $\epsilon = 4$ ,  $e = 5 \text{ mm}$ .



$\mu = 4$



$\mu = 10$

Figure 10. Evolution du coefficient de réflexion quand  $\mu \neq 1$

Nous remarquons que  $\mu$  permet de diminuer, voire supprimer le phénomène d'oscillations et ainsi d'améliorer l'absorption.

Nous avons vu, dans le chapitre précédent, qu'il fallait respecter la condition  $\mu = \epsilon$ , afin de minimiser le coefficient de réflexion sur une large bande de fréquences. Sur les figures, nous observons en effet que le cas le plus favorable est celui où  $\mu = \epsilon = 4$ .

### 3. OPTIMALISATION DE LA STRUCTURE MONOCOUCHE

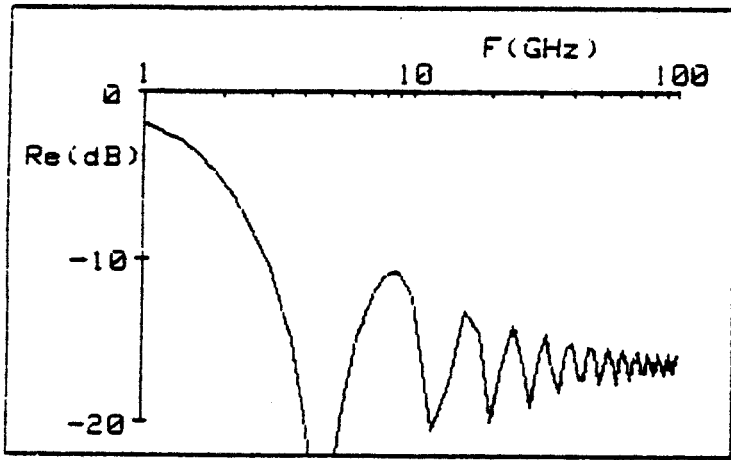
Nous nous sommes limités, jusqu'à présent, à des épaisseurs de 5 mm et plus. Nous allons vérifier qu'il est possible d'obtenir un faible coefficient de réflexion en réduisant l'épaisseur à condition de choisir adéquatement  $\sigma$  et  $\mu = \epsilon$ .

Pour chaque épaisseur, que nous avons choisie respectivement égale à 5 mm, 3 mm, 1 mm (figure 11), nous proposons un exemple où  $\mu = \epsilon$ .

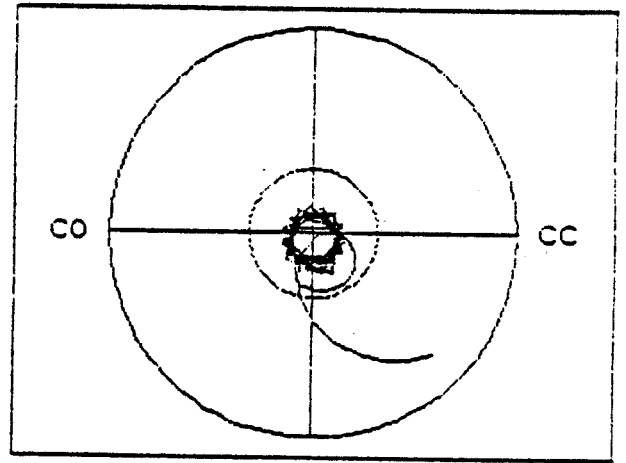
Nous observons qu'il faut augmenter  $\mu$ ,  $\epsilon$ ,  $\sigma$ , quand on diminue l'épaisseur, si l'on veut que le coefficient de réflexion reste faible.

Pour rester dans des cas réalistes (cf. 3e partie), on ne prend pas des valeurs de  $\mu$  et  $\epsilon$  supérieures à 12.

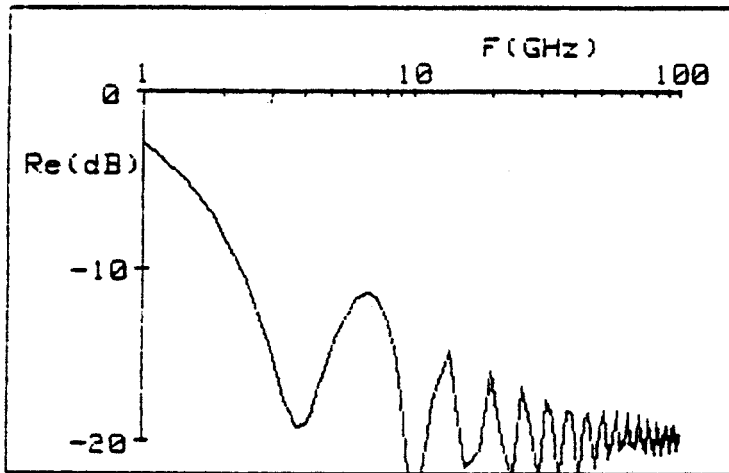
Les résultats que nous donnons représentent les valeurs optimisées de  $\mu$ ,  $\epsilon$ ,  $\sigma$  obtenues par approximations successives pour avoir la couche la plus favorable possible.



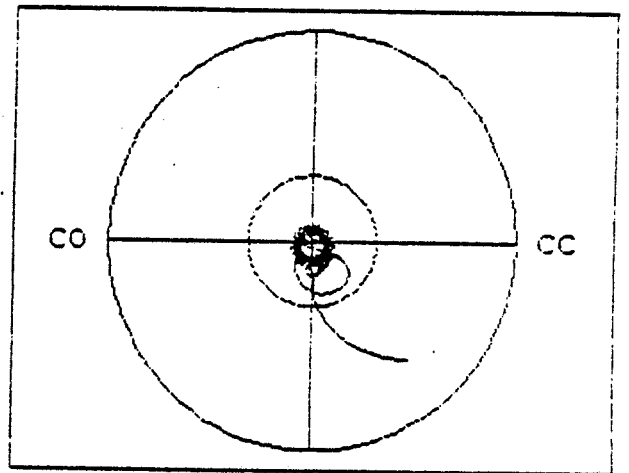
$e = 5 \text{ mm}$        $\mu = \epsilon = 4$



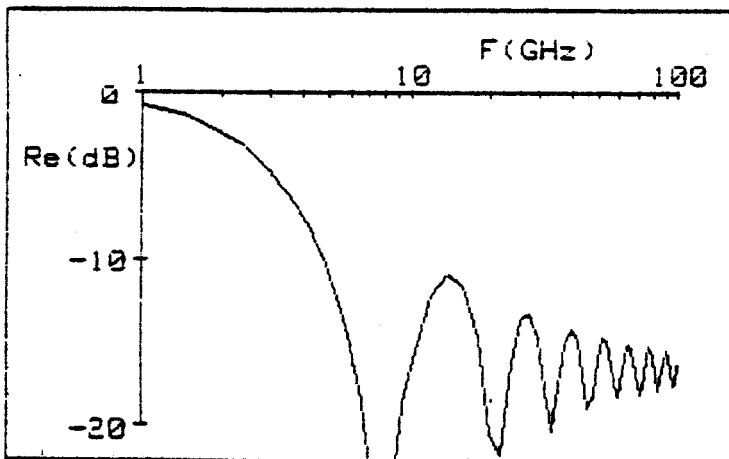
$\sigma = 0.01 \text{ } (\Omega\text{cm})^{-1}$



$e = 3 \text{ mm}$        $\mu = \epsilon = 8$



$\sigma = 0.02 \text{ } (\Omega\text{cm})^{-1}$



$e = 1 \text{ mm}$        $\mu = \epsilon = 12$        $\sigma = 0.05 \text{ } (\Omega\text{cm})^{-1}$

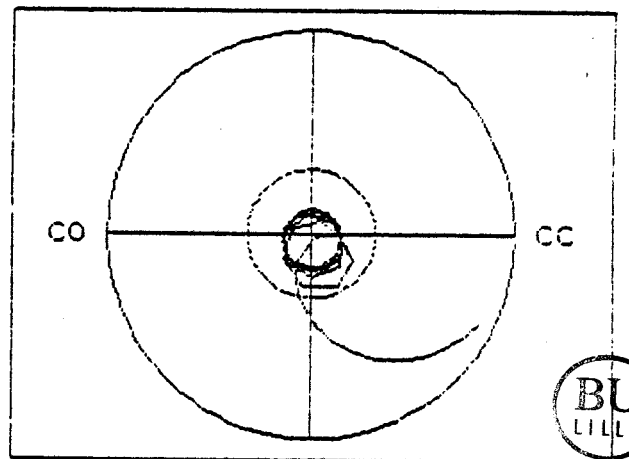


Figure 11. Courbes d'optimisation.



#### 4. CONCLUSIONS

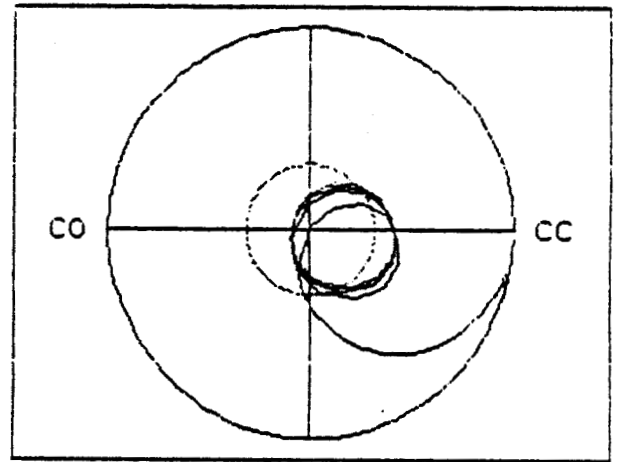
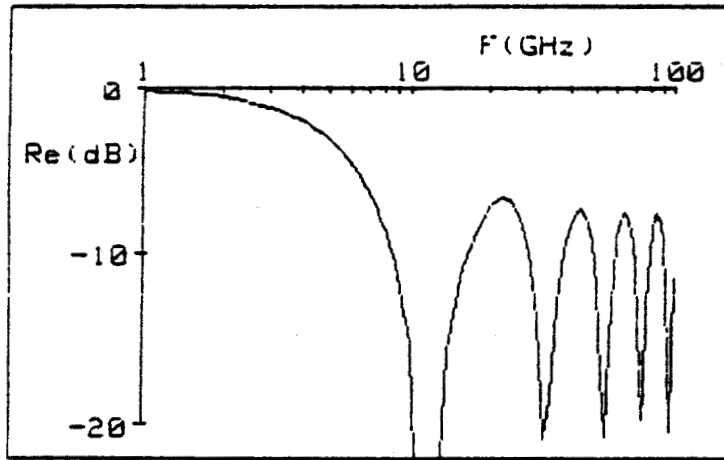
Le but recherché est d'annuler la réflexion à l'interface environnement/absorbant. On voit apparaître plusieurs cas d'absorption :

- l'absorption résonnante qui sélectionne une bande de fréquences étroite. Dans ce cas, le milieu ne doit pas être forcément magnétique.
- l'absorption large bande. La présence d'un milieu magnétique dans la structure semi-conductrice est très favorable. L'épaisseur du milieu peut alors être très faible.

Nous donnons deux exemples (figure 12) illustrant ces deux cas, dans la gamme de fréquences 1 GHz - 100 GHz.

*Remarque : Si l'on désire limiter la bande de fréquences, les valeurs des paramètres optimaux peuvent être légèrement différentes de celles données ici. Par ailleurs, d'autres critères peuvent intervenir, notamment celui d'avoir un coefficient de réflexion constant dans toute la bande de fréquences. Ce cas est illustré sur la figure 13 dans la bande 2 GHz - 18 GHz.*

- Absorbant résonnant :  $e = 5 \text{ mm}$ ,  $\sigma = 0.01 (\Omega\text{cm})^{-1}$ ,  $\epsilon = 2$



- Absorbant large bande :  $e = 3 \text{ mm}$ ,  $\sigma = 0.02 (\Omega\text{cm})^{-1}$ ,  $\mu = \epsilon = 8$

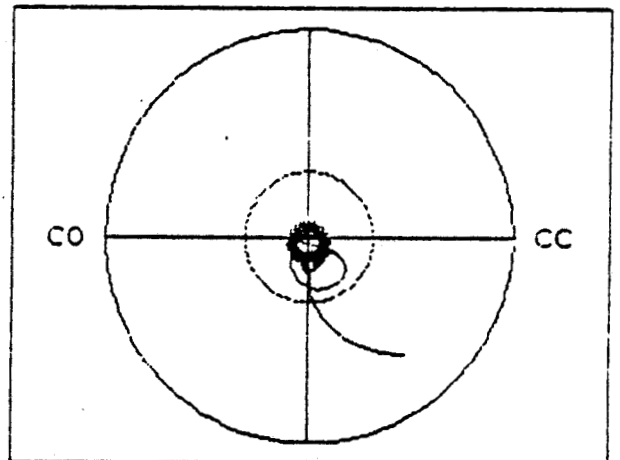
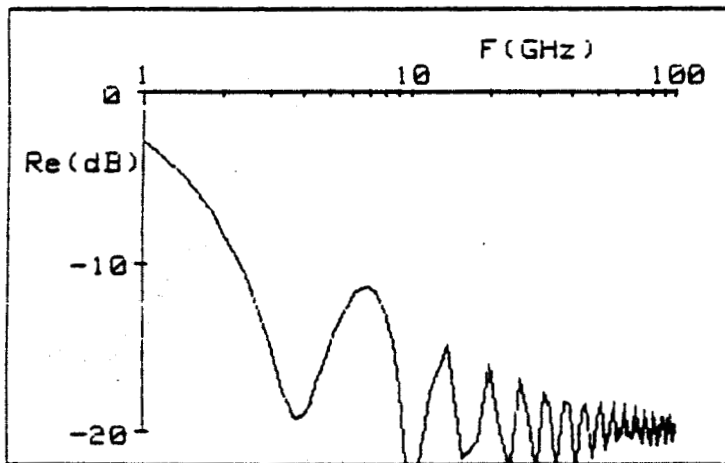
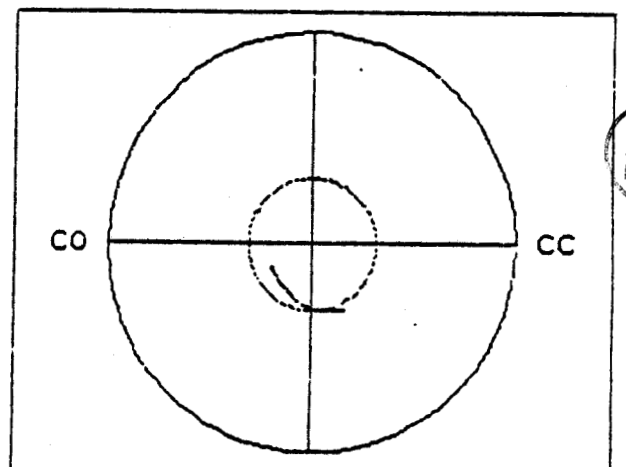
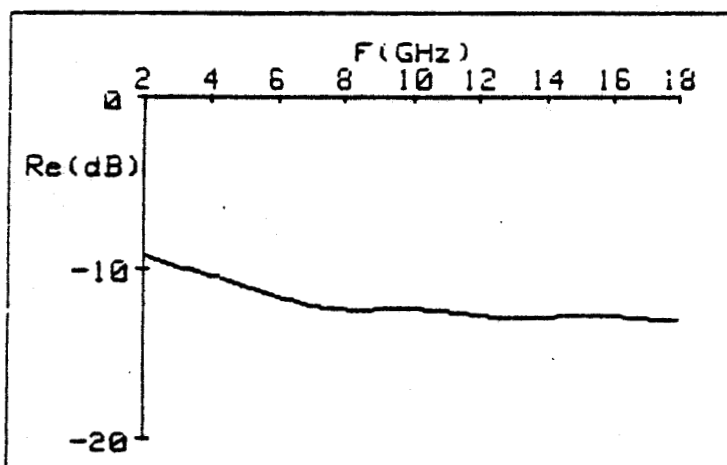


Figure 12. Coefficient de réflexion d'un absorbant résonnant et d'un absorbant large bande.

$e = 5 \text{ mm}$ ,  $\sigma = 0.02 (\Omega\text{cm})^{-1}$ ,  $\mu = 10$ ,  $\epsilon = 4$



BU  
LILLE

Figure 13. Cas particulier d'un absorbant large bande dans la gamme 2 GHz - 18 GHz

### CHAPITRE III

-----

#### STRUCTURES MULTICOUCHES

=====

Dans le cas d'une structure monocouche non magnétique de faible épaisseur, nous avons vu que la bande de fréquences dans laquelle a lieu l'absorption est étroite. Nous allons montrer qu'il est possible d'élargir cette bande de fréquences en utilisant un type particulier de structure, dite multi-couches.

Le principe de cette structure consiste à superposer des couches de caractéristiques électriques différentes, comme le montre la figure 14.

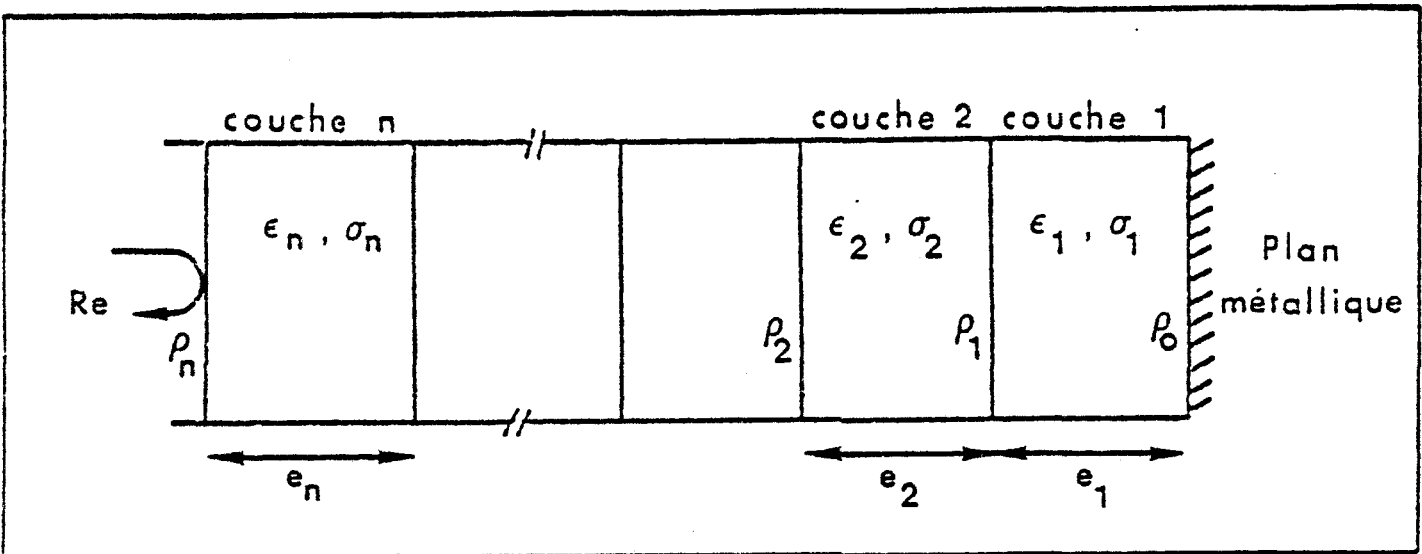


Figure 14. Principe de la structure multi-couches.

Après avoir développé le calcul du coefficient de réflexion, nous donnons quelques exemples types.

#### 1. CALCUL DU COEFFICIENT DE REFLEXION

Le coefficient de réflexion à l'interface air/milieu (Re) s'obtient par récurrence de la façon suivante :

On calcule successivement le coefficient de réflexion à chaque interface de couches ( $\rho_1, \rho_2, \dots, \rho_n$ ) pour aboutir au coefficient de réflexion  $Re = \rho_n$ , en considérant l'incidence normale.

- Au niveau du plan métallique :

$$\rho_0 = -1 + j \cdot 0 = \rho_{xcc} + j \rho_{ycc}$$

- Au niveau de la première interface on obtient le coefficient de réflexion en utilisant le calcul suivant :

$$\rho_x = \rho_{xcc} \cdot \exp(-2\alpha_1 e_1) \cdot \cos(2\beta_1 e_1) + \rho_{ycc} \cdot \exp(-2\alpha_1 e_1) \cdot \sin(2\beta_1 e_1)$$

$$\rho_y = -\rho_{xcc} \cdot \exp(-2\alpha_1 e_1) \cdot \sin(2\beta_1 e_1) + \rho_{ycc} \cdot \exp(-2\alpha_1 e_1) \cdot \cos(2\beta_1 e_1)$$

On en déduit l'admittance réduite par rapport à  $Z_1$  (impédance caractéristique du milieu 1)  $y_1 = g_1 + j b_1$ , où

$$g_1 = \frac{1 - \rho_x^2 - \rho_y^2}{(1 + \rho_x)^2 + \rho_y^2} \quad \text{et} \quad b_1 = \frac{-2\rho_y}{(1 + \rho_x)^2 + \rho_y^2}$$

Nous pouvons alors calculer l'admittance réduite par rapport à  $Z_2$  (impédance caractéristique du milieu 2) :

$$y = (g_2 + j b_2) = (g_1 + j b_1) \cdot \frac{Z_2}{Z_1}$$

$$\text{avec } Z_1 = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0\mu_1}{\sigma_1 + j\omega\epsilon_0\epsilon_1}} \quad \text{et} \quad Z_2 = \sqrt{\frac{j\omega\mu_0\mu_2}{\sigma_2 + j\omega\epsilon_0\epsilon_2}}$$

Et ainsi obtenir le coefficient de réflexion à la première interface

$$\rho_1 = \rho_x + j \cdot \rho_y, \text{ où}$$

$$\rho_x = \frac{1 - g_2^2 - b_2^2}{(1 + g_2)^2 + b_2^2} \quad \text{et} \quad \rho_y = \frac{-2b_2}{(1 + g_2)^2 + b_2^2}$$

Nous aboutissons, par récurrence, au coefficient  $\rho_n$ .

Un programme de simulation numérique nous permet d'effectuer ce calcul et d'obtenir le module du coefficient de réflexion.

## 2. EXEMPLES D'APPLICATION

Nous donnons dans les pages suivantes quelques résultats d'optimisation obtenus quand la structure est composée de deux ou trois couches. Sur chaque représentation graphique nous traçons également le coefficient de réflexion dans le cas d'une structure monocouche, ce qui nous permet d'effectuer la comparaison et évaluer l'élargissement de la bande de fréquences. Pour cela, nous avons fixé l'épaisseur de chaque structure égale à 5 mm et donnons les exemples dans les gammes de fréquences 1 GHz - 100 GHz .

Sur la figure 15, nous présentons un exemple où la structure est composée d'une couche dopée (face arrière) et d'une couche isolante (face avant).

- Quand on passe d'une structure monocouche à une structure multicouches, le coefficient de réflexion diminue sur une large bande de fréquences.

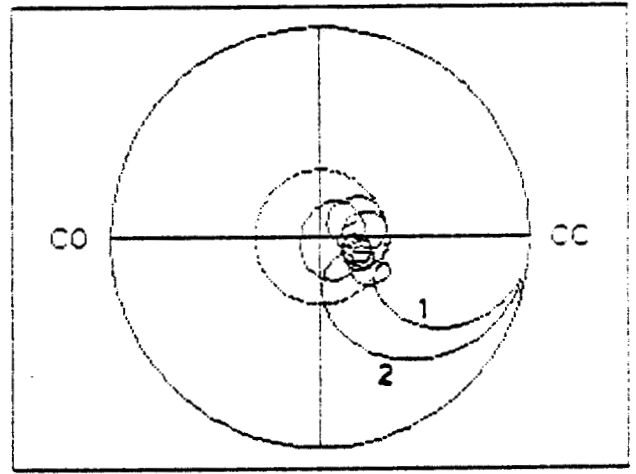
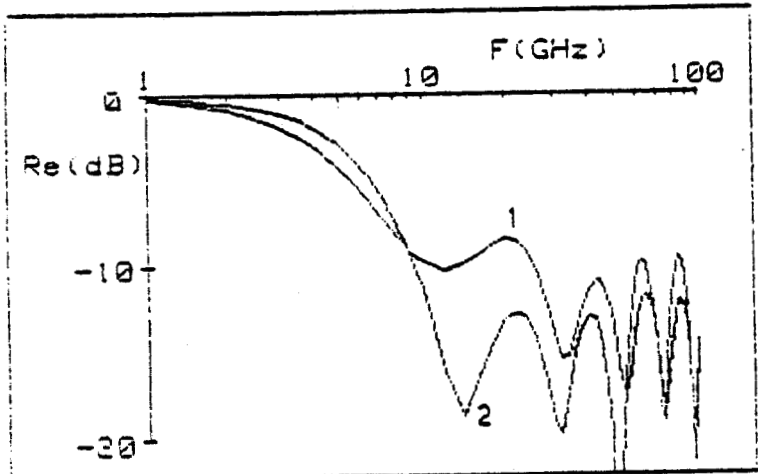
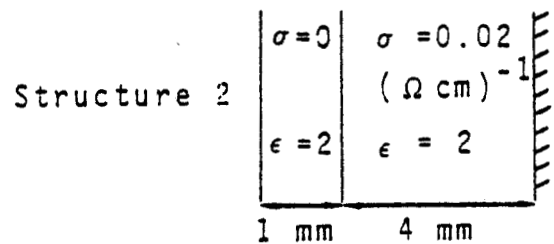
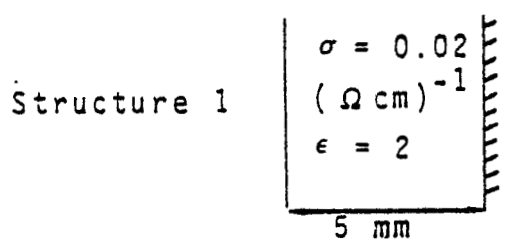


Figure 15. Structure bicouches

- Dans le cas d'une structure bicouche, les variations d'épaisseur permettent d'améliorer la bande, comme on le voit sur la figure 15 bis.

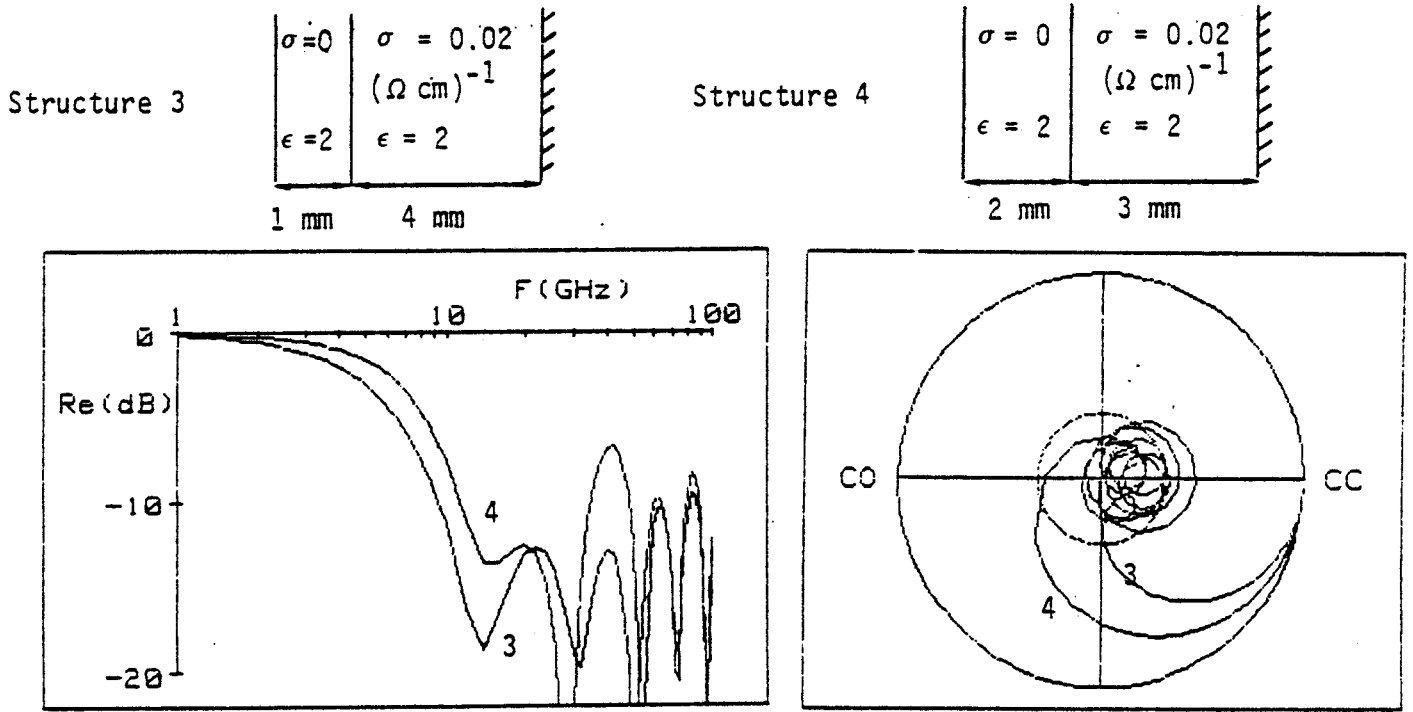


Figure 15.bis

Remarque : L'effet d'élargissement de la bande passante est plus spectaculaire si l'on considère une bande plus étroite.

Un exemple, dans la bande 2 GHz - 18 GHz est donné sur la figure 16.

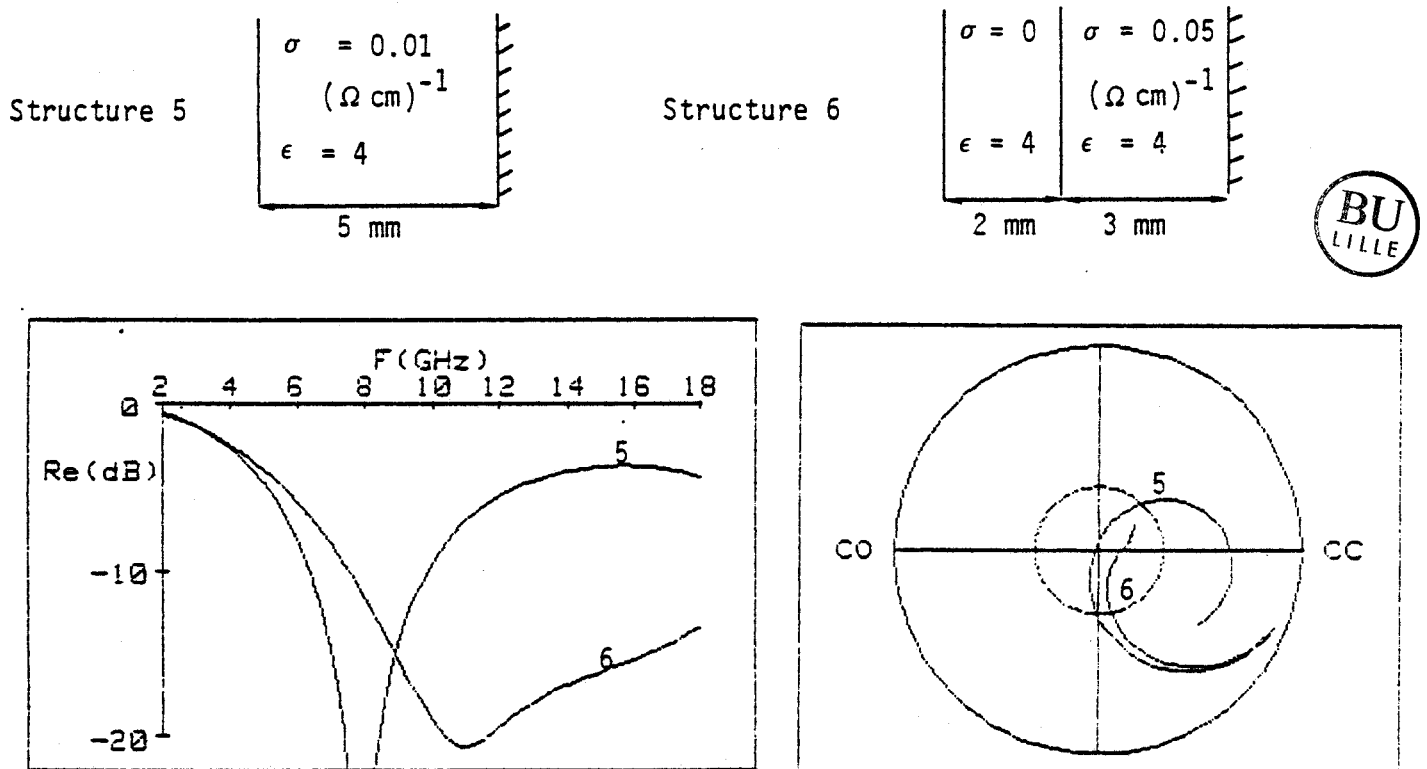


Figure 16

Examinons maintenant un exemple (figure 17) où la structure est composée de trois couches, dans la bande 1 GHz - 100 GHz, puis une bande plus étroite, 2 GHz - 18 GHz (figure 17 bis).

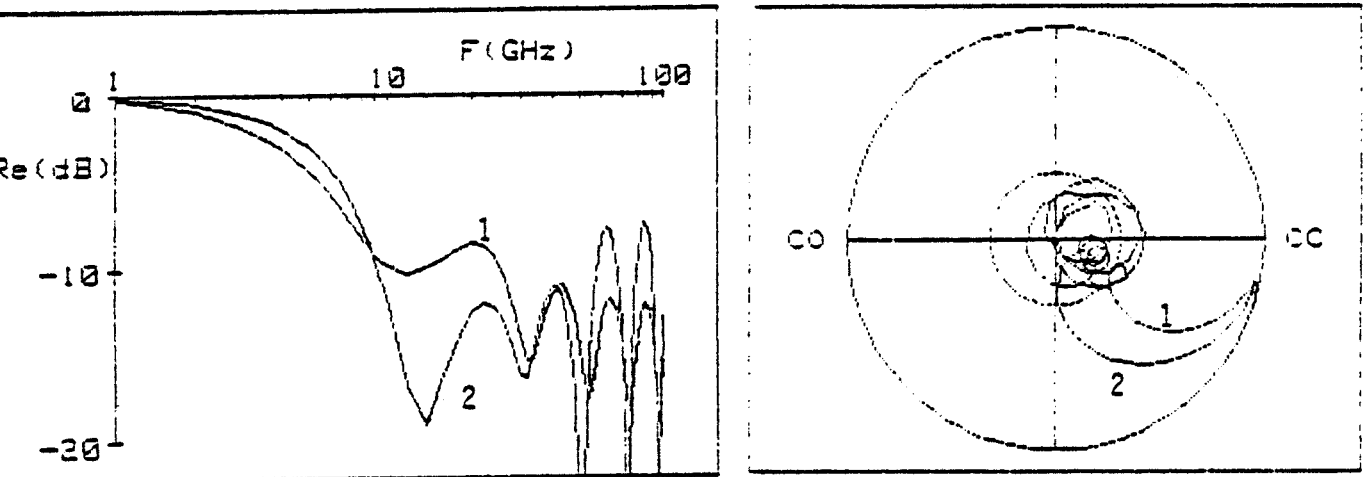


Figure 17

Structure 1	$\sigma = 0.02$
	$(\Omega \text{ cm})^{-1}$
	$\epsilon = 2$
5 mm	

Structure 2	$\sigma = 0$	$\sigma = 0.02$	$\sigma = 0$
	$(\Omega \text{ cm})^{-1}$	$(\Omega \text{ cm})^{-1}$	$(\Omega \text{ cm})^{-1}$
	$\epsilon = 2$	$\epsilon = 2$	$\epsilon = 2$
1 mm		3 mm	1 mm



En comparant avec une structure monocouche, on voit que le coefficient de réflexion peut être diminué de 10 dB dans une bande de fréquences relativement large (figure 17 bis).

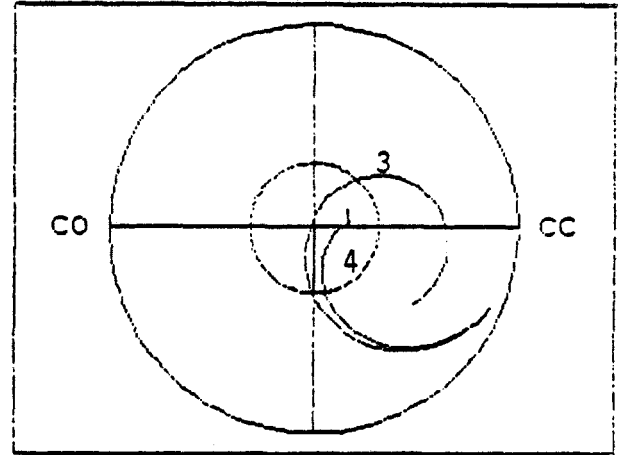
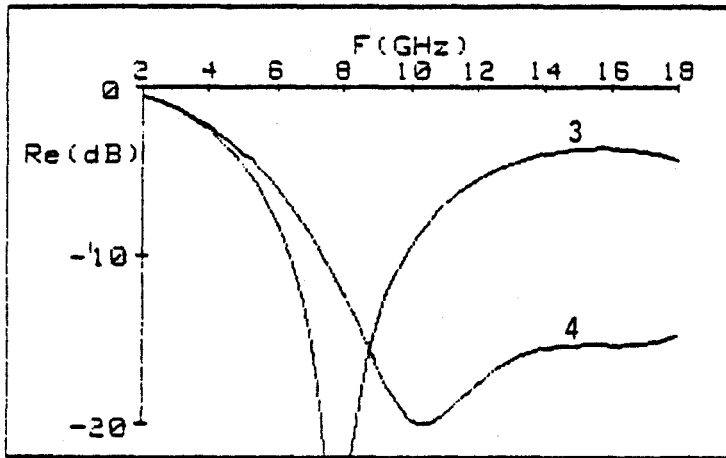
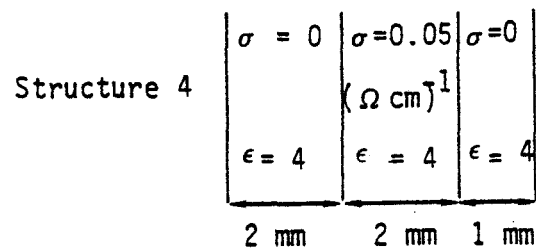
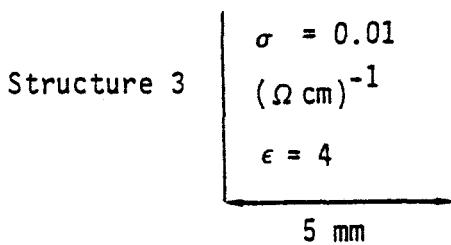


Figure 17 bis



Sur ces quelques exemples, nous constatons qu'il est possible de réduire le coefficient de réflexion et donc d'obtenir une absorption de l'onde électromagnétique sur une large bande de fréquences, en utilisant une structure multicouche. Les différents cas présentés ne sont pas optimisés ; en effet, plus le nombre de couches augmente, plus il y a de paramètres intervenant dans le calcul et donc le problème se complique. Il devient alors difficile de trouver les paramètres de chaque couche, qui permettent d'obtenir une absorption large bande.



## CONCLUSIONS DE LA PREMIERE PARTIE

Dans cette partie nous avons montré la faisabilité d'un blindage électromagnétique. Après avoir étudié l'absorption d'une onde plane dans un milieu semi-conducteur, nous avons montré qu'il était possible d'atténuer cette onde, sur des gammes de fréquences plus ou moins larges, par un milieu de faible épaisseur. Ce milieu pouvant être composé soit d'un matériau semi-conducteur, magnétique ou non, soit d'une structure à plusieurs couches.

On distingue alors deux types d'absorbants :

- ceux qui sont résonnants. Ils peuvent être très minces en termes de longueur d'onde.
- ceux qui sont large bande. Ils se regroupent en plusieurs catégories :
  - . structure monocouche épaisse
  - . structure multicouches
  - . structure monocouche magnétique mince.

Le but de cette étude étant de montrer la faisabilité d'un absorbant micro-ondes, nous avons écarté les cas possibles où la conductivité, la permittivité, la perméabilité évoluent en fonction de la fréquence\*. Nous avons également supposé que l'onde était T E M dans toute la gamme de fréquences, et en incidence normale.\*\* Et par conséquent, ces hypothèses limitent notre modèle.

Ce modèle pourrait être amélioré par l'élaboration d'un programme d'optimisation qui tiendrait compte de différents gradients de conductivité, de permittivité et de perméabilité en fonction de la fréquence, de la température et du type de structure. Ainsi, il serait possible de connaître les paramètres composant la structure selon le type d'absorption désiré.

\* L'annexe I montre quelques résultats où  $\sigma$  varie avec la fréquence pour des structures monocouche et multicouches.

Dans cette annexe, nous évaluons également les variations des performances de l'absorbant en fonction des variations relatives de la conductivité et de la permittivité.

\*\* L'approche élémentaire du cas de l'incidence oblique est présentée dans l'annexe II.

DEUXIEME PARTIE

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

ET ECHANTILLONS ETUDIES

Nous avons vu dans l'étude précédente que les paramètres conductivité et permittivité avaient un rôle déterminant dans la réalisation de l'absorbant. Ces deux paramètres sont définis de façon générale par les expressions complexes suivantes :

$$\sigma^* = \sigma' + j \sigma''$$

$$\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon''$$

Les parties réelle et imaginaire de chaque expression sont liées par les relations suivantes :

$$\sigma' = \omega \epsilon_0 \epsilon''$$

$$\sigma'' = \omega \epsilon_0 \epsilon'$$

La caractérisation électrique du matériau consiste à déterminer sa conductivité  $\sigma^*$  ou sa permittivité  $\epsilon^*$ . Pour ce faire, nous utilisons différents dispositifs de mesure que nous décrivons dans cette deuxième partie.

## CHAPITRE I

-----

### DISPOSITIFS 5 Hz - 1 GHz

La caractérisation aux basses fréquences des matériaux nous permet de connaître le comportement de la conductivité et de la permittivité du matériau en fonction de la fréquence.

#### 1. DISPOSITIFS DE MESURE

L'ensemble du dispositif expérimental, représenté figure 18 est composé de deux analyseurs d'impédances commerciaux Hewlett - Packard HP 4 192 A et HP 4 191 A fonctionnant respectivement dans les gammes de fréquences 5 Hz - 13 MHz et 1 MHz - 1 GHz.

Le principe de fonctionnement de ce dispositif a fait l'objet d'une étude au laboratoire [ 4 ] , et ne sera abordé ici que très brièvement.

Chaque pont est relié à un commutateur sur lequel on vient fixer la cellule de mesure. L'ensemble est piloté automatiquement par un calculateur HP 87 et donne, à chaque fréquence préalablement choisie, l'admittance d'entrée de la cellule. Avant toute série de mesures, chaque dispositif est calibré au moyen d'éléments de référence :

- court-circuit
- circuit-ouvert
- charge adaptée.

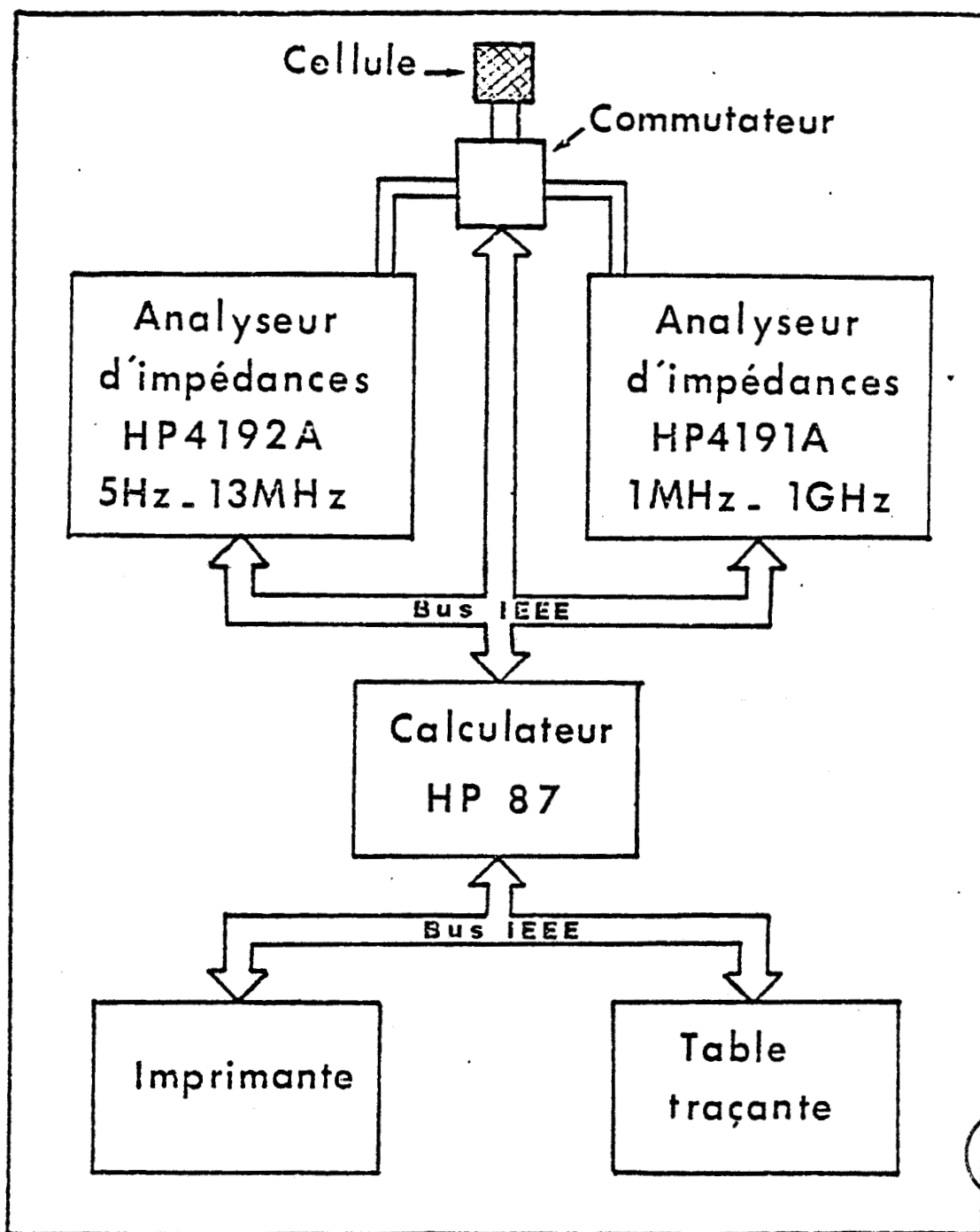


Figure 18. Dispositif automatique 5 Hz - 1 GHz

1.1. Analyseur d'impédances HP 4 192 A [ 5 ]

L'appareil calcule l'impédance du dipôle inconnu en mesurant le courant complexe le traversant et la tension complexe à ses bornes .  
Le schéma de principe de la mesure d'impédances est représenté sur la figure 19.  
Des valeurs de I et V, nous déduisons

$$Y = G + jB = \frac{[I]}{[V]}$$

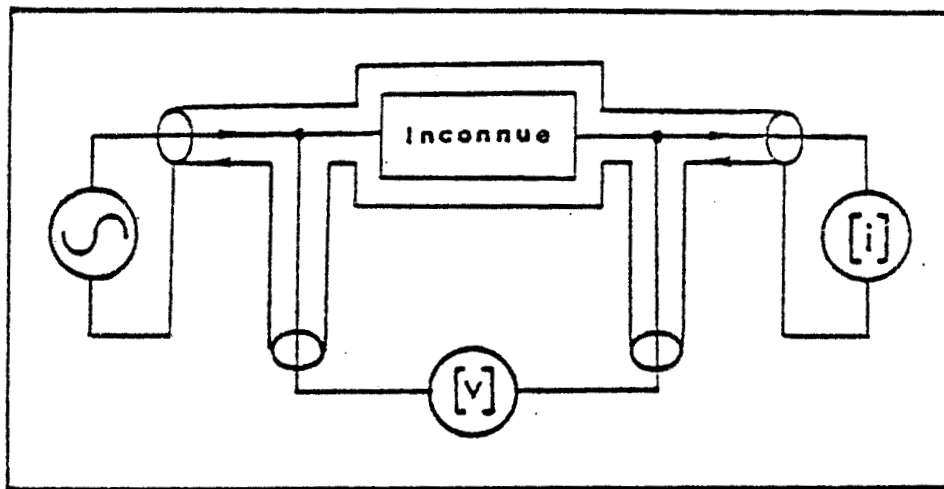


Figure 19. Principe de l'analyseur d'impédances HP 4192 A

1.2. Analyseur d'impédances HP 4 191 A [ 6 ]

Son principe de mesure est différent. L'appareil mesure le coefficient de réflexion de la cellule dont il déduit ensuite l'admittance d'entrée.  
L'inconnue est placée dans la branche d'un circuit type pont de Wheatstone (figure 20). Le coefficient de réflexion est obtenu à l'aide de la relation suivante :

$$R = \frac{Z - Z_x}{Z + Z_x} = 8 \cdot \frac{e_2}{e_1}$$

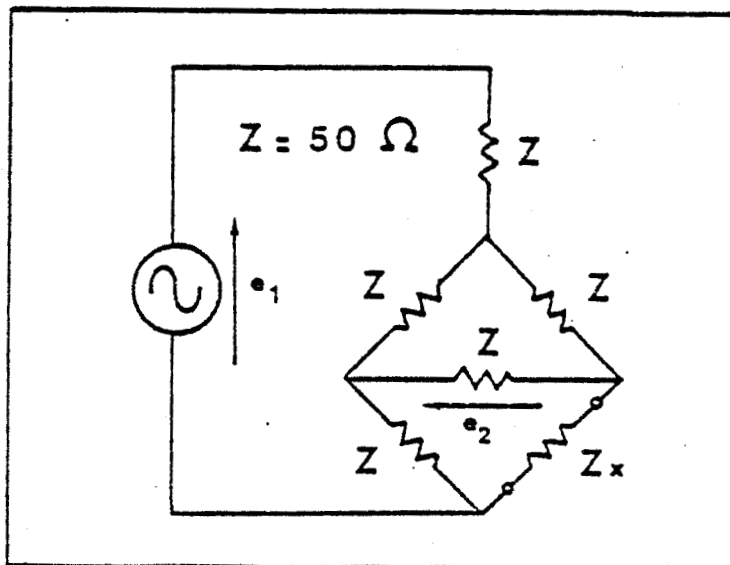


Figure 20.  
Principe de l'analyseur d'impédances HP 4191 A

## 2. CELLULES DE MESURE

Les polymères que nous avons à étudier se présentent sous forme de poudres, de films ou de pastilles. Afin de caractériser les échantillons dans la gamme de fréquences utilisée, deux types de cellules ont été étudiés : la cellule ouverte et la cellule pastille.

### 2.1 Cellule "circuit-ouvert"

#### - Schéma de principe

Cette cellule à structure coaxiale cylindrique (figure 21) est réalisée dans le standard APC7 (  $\varnothing_{\text{ext.}} = 7 \text{ mm}$  ;  $\varnothing_{\text{int.}} = 3.04 \text{ mm}$  ).

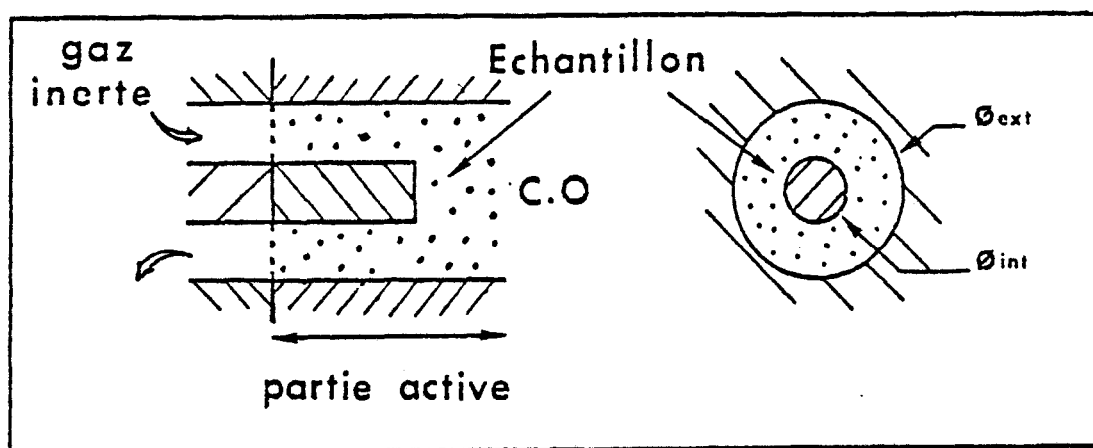


Figure 21. Schéma de la cellule "c-o"

La partie active est un tronçon de ligne rempli de l'échantillon à caractériser. Cet élément est en fait un porte-échantillon permettant un remplissage relativement facile, homogène et une bonne définition du plan d'entrée de la partie active. L'échantillon sous forme de poudre est tassé dans le porte-échantillon. Il vient se fixer dans un tronçon de ligne servant de transition qui permet le passage d'un gaz inerte. Un schéma détaillé de la cellule est présenté en annexe III.

- Calcul de la conductivité et de la permittivité

Comme nous le voyons sur la figure 21, la cellule est terminée par un circuit ouvert. Il existe une discontinuité au niveau de la transition guide coaxial guide circulaire, et le plan de circuit ouvert n'est pas bien défini. [7,8] Un étalonnage de la cellule [ 9 ] nous a permis de nous affranchir de la capacité liée à cette discontinuité et ainsi déterminer la capacité active  $C_a$ .

Le calcul de la conductivité et de la permittivité s'effectue à partir de la mesure de l'admittance d'entrée dans le plan de référence (plan de mesure, figure 22)  $Y_m = G_m + j.B_m$  à chaque fréquence.

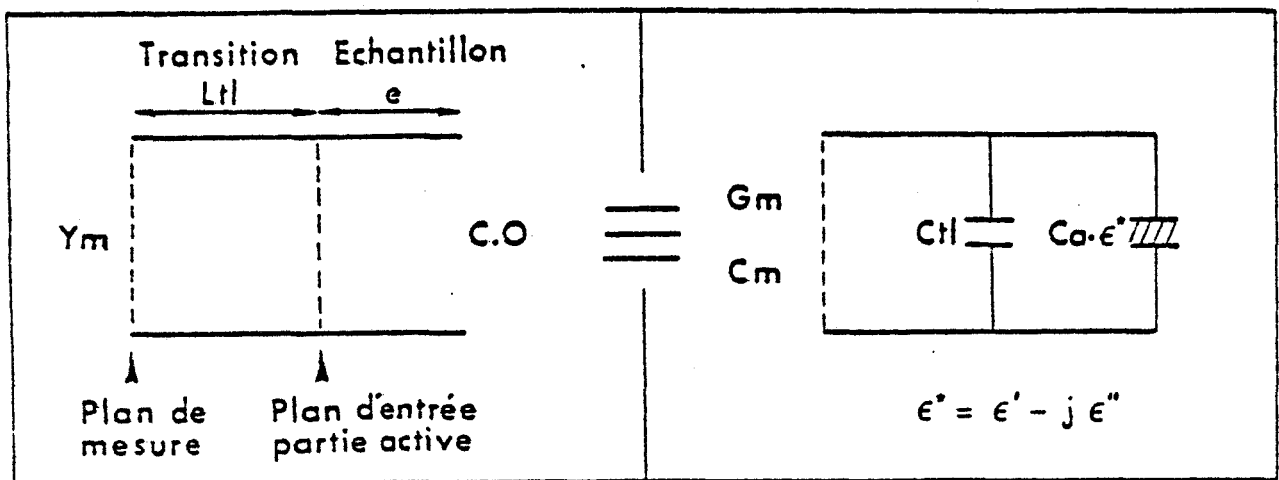


Figure 22. Schéma électrique équivalent

$L_{t1}$  est la longueur électrique de la ligne de transition, de capacité électrique  $C_{t1}$   
On en déduit les composantes diélectriques de la façon suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \epsilon' = \frac{C_m - C_{t1}}{C_a} \Rightarrow \epsilon = \epsilon' \\ \epsilon'' = \frac{G_m}{\omega \cdot C_a} \Rightarrow \sigma = \frac{\epsilon_0 \cdot G_m}{C_a} \end{array} \right.$$

## 2.2 Cellule "pastille"

### - Schéma de principe

Cette cellule a été développée pour l'étude de films et de pastilles. Elle est également réalisée dans le standard APC7. Son schéma de principe est donné par la figure 23.

L'échantillon est placé sur une électrode dont le diamètre est  $\varnothing_{int}$ . Un piston de court circuit vient appuyer sur l'autre face de l'échantillon. Cette cellule a également été conçue de façon à permettre le passage d'un gaz inerte.

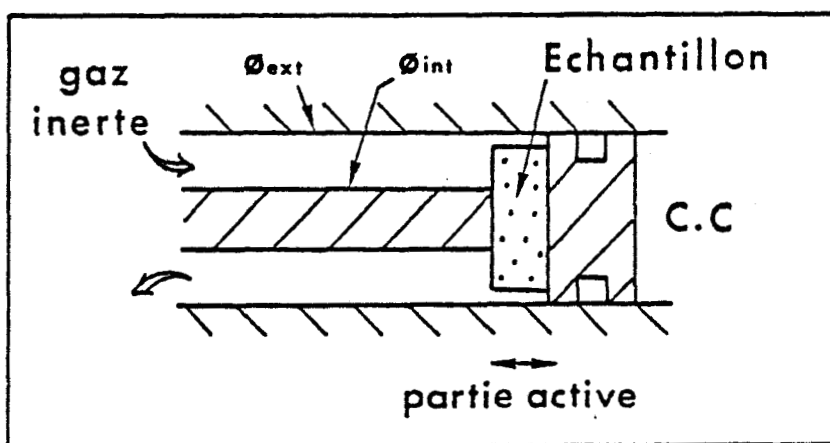


Figure 23. Schéma de la cellule pastille.

### - Calcul de la conductivité et de la permittivité

Il s'obtient de façon similaire au cas précédent.

Une étude, par étalonnage, de la capacité active  $C_a$  a été effectuée au laboratoire [ 10 ]. Elle dépend de l'épaisseur et du diamètre de la pastille.

*Remarque :* Les précisions de mesure de la permittivité et de la conductivité, dans la gamme de valeurs qui nous intéressent pour l'application à l'absorbant, sont comparables à celles obtenues en utilisant les systèmes de mesure classiques, soit :

$$< 2 \% \text{ sur } \epsilon \quad \text{et} \quad < 5 \% \text{ sur } \sigma$$



## CHAPITRE II

### DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES

Les performances des absorbants ont été testées dans la gamme de fréquences 2 GHz - 18 GHz.

Dans un premier temps nous décrivons le dispositif de mesure, utilisé en propagation guidée, qui permet de tester des échantillons de faibles dimensions (quelques millimètres).

Dans le but de tester des matériaux absorbants, en vraie grandeur, nous utilisons un dispositif de mesure en propagation libre, qui est décrit dans une seconde partie.

#### 1. DISPOSITIF DE MESURE EN PROPAGATION GUIDÉE :

L'appareil de mesure est un analyseur de réseaux Hewlett - Packard HP 8 410 B utilisé dans la gamme de fréquences 2 GHz - 18 GHz. Il permet de déterminer les paramètres  $S_{ij}$  d'un quadripôle (cellule de mesure). L'ensemble, représenté sur la figure 24, est piloté par un ordinateur qui permet le dépouillement de la mesure et le tracé automatique des courbes expérimentales.

Dans notre cas, nous nous intéressons à la mesure du paramètre  $S_{11}$  (module et phase du coefficient de réflexion) en fonction de la fréquence. Une calibration du dispositif est nécessaire pour obtenir des mesures corrigées et définir le plan de référence (caractérisation d'éléments de référence : charge adaptée, court-circuit, circuit ouvert). La mesure du coefficient de réflexion à toute fréquence nous permet de déduire la conductivité et la permittivité de l'échantillon placé dans la cellule.

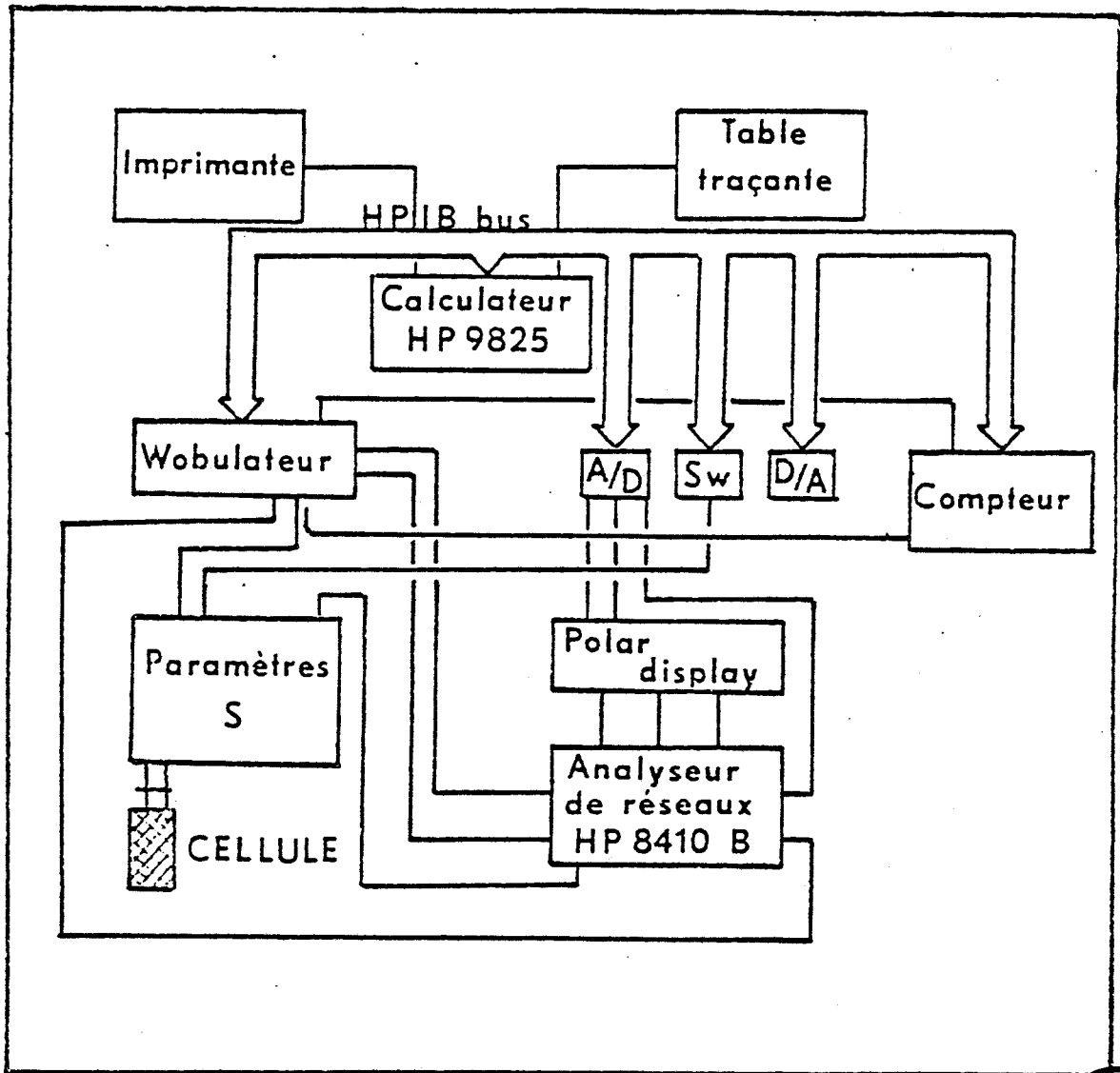


Figure 24. Dispositif automatique 100 MHz - 18 GHz



## 1.1. Cellules de mesure

Deux types de cellules classiques ont été utilisés :

- Une cellule à structure coaxiale cylindrique en circuit ouvert, décrite précédemment.
- Une cellule à structure coaxiale cylindrique court-circuitée, qui se rapproche de la configuration réelle (échantillon + plan métallique), est utilisée pour mesurer le coefficient de réflexion. Elle peut également être utilisée pour la caractérisation du matériau.

Cette cellule dont un schéma détaillé est donné en annexe a été réalisée dans le standard APC 7. La partie active est un tronçon de ligne (porte-échantillon) dans lequel est introduit l'échantillon (figure 25). Ce porte-échantillon a été étudié afin de faciliter le tassement de polymères sous forme pulvérulente sur des épaisseurs  $e$  ne dépassant pas 5 mm. Il vient s'emboîter dans un tronçon de ligne servant de transition et permettant le passage du gaz inerte.

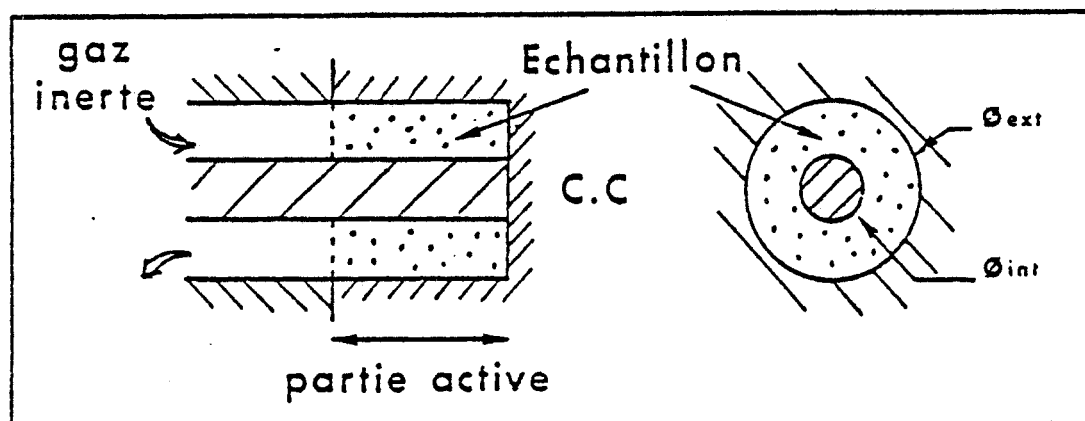


Figure 25. Schéma de la cellule "c-c"



## 1.2 Calcul du coefficient de réflexion

Il est impératif de bien connaître les plans de mesure et d'entrée de la cellule afin de connaître le schéma électrique équivalent (figure 26 ).

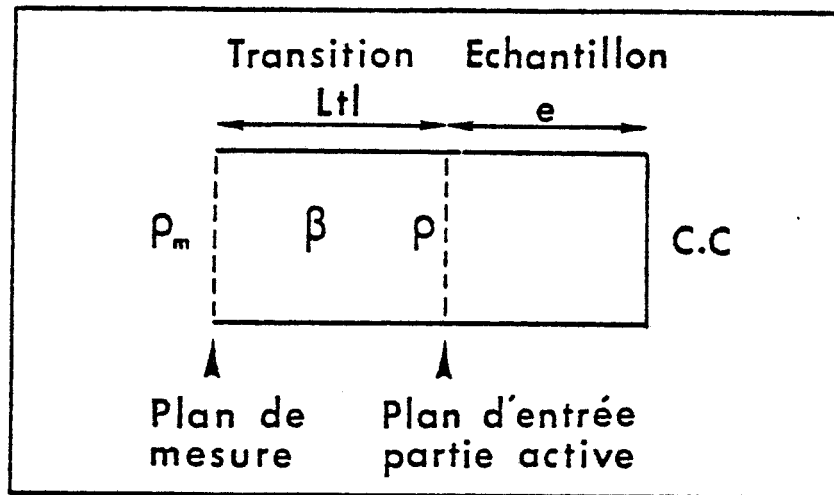


Figure 26. Schéma électrique équivalent.

L'analyseur de réseau mesure directement le paramètre  $S_{11}$  du quadripôle présenté dans le plan de mesure.

$$S_{11} = \rho_m = \rho_{mx} + j\rho_{my}$$

On en déduit les composantes réelle et imaginaire du coefficient de réflexion à l'interface air-échantillon (plan d'entrée) en utilisant les relations suivantes :

$$\rho_x = \rho_{mx} \cdot \cos(2\beta L_{tl}) - \rho_{my} \cdot \sin(2\beta L_{tl})$$

$$\rho_y = \rho_{mx} \cdot \sin(2\beta L_{tl}) + \rho_{my} \cdot \cos(2\beta L_{tl})$$

$$\rho = \rho_x + j\rho_y$$

Un programme numérique [ 11, 12 ] nous permet de calculer et tracer le coefficient de réflexion en module et phase (abaque de Smith) en fonction de la fréquence.

### 1.3 Calcul de la conductivité et de la permittivité

Nous l'appliquons dans le cas de milieux non magnétiques.

La méthode de détermination, basée sur la théorie des lignes (on suppose une onde T E M dans la cellule), est la même quelque soit le type de cellule utilisée. Elle se ramène à la résolution d'un système d'équations transcendentes.

Le système d'équations dépend du type de cellule utilisé pour la mesure.

A partir de la mesure du coefficient de réflexion  $\rho$ , à chaque fréquence, on détermine l'admittance d'entrée de la cellule réduite par rapport à  $Y_c$  ( $Z_c = 50 \Omega$ ), figure 27.

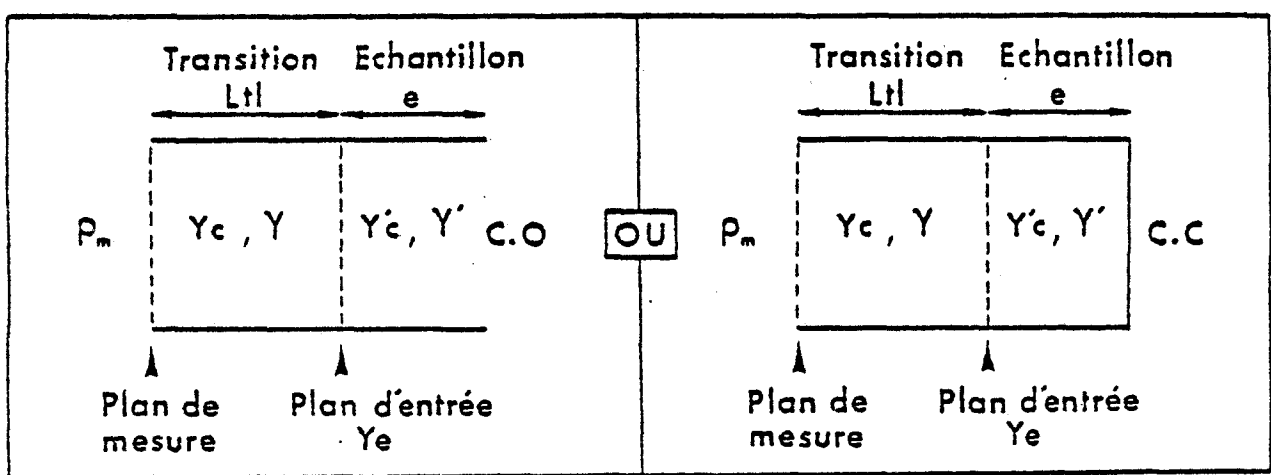


Figure 27. Schémas électriques équivalents des cellules "c-o" et "c-c"

$$\frac{Y_e}{Y_c} = Y_e = g_e + j.b_e = \frac{1 - \rho}{1 + \rho} \text{ avec } \rho = \rho_x + j \rho_y$$

Les constantes de propagation et les impédances caractéristiques sont telles que

$$Y_e = \frac{Y'_c}{Y_c} = \frac{\gamma'}{\gamma} = \frac{\gamma'}{j\beta}$$

Pour une cellule C - O on a  $Y_e = Y'_c . th (\gamma' e)$

Pour une cellule C - C on a  $Y_e = Y'_c . coth (\gamma' e)$

$$\text{avec } \gamma' = \alpha' + j \beta' = j \omega \sqrt{\epsilon_0 \epsilon^*}$$

En posant  $\mathcal{Y}'e = u + j v$  et en développant les termes  $\text{th}(\mathcal{Y}'e)$  ou  $\text{coth}(\mathcal{Y}'e)$ , nous obtenons le système d'équations :

$$\left\{ \begin{array}{l} g_e \cdot \beta \cdot e = \frac{v \cdot \text{sh } 2u + u \cdot \sin 2v}{\text{ch } 2u + \cos 2v} \\ b_e \cdot \beta \cdot e = \frac{v \cdot \sin 2v - u \cdot \text{sh } 2u}{\text{ch } 2u + \cos 2v} \end{array} \right.$$

OU

$$\left\{ \begin{array}{l} - b_e \cdot \beta \cdot e = \frac{u \cdot \text{sh } 2u + v \cdot \sin 2v}{\text{ch } 2u - \cos 2v} \\ g_e \cdot \beta \cdot e = \frac{v \cdot \text{sh } 2u - u \cdot \sin 2v}{\text{ch } 2u - \cos 2v} \end{array} \right.$$

Un programme numérique nous permet de résoudre le système d'équations et donne dans les deux cas :

$$\left\{ \begin{array}{l} \epsilon = \frac{v^2 - u^2}{(\beta \cdot e)^2} \\ \sigma = \omega \epsilon_0 \frac{2u \cdot v}{(\beta e)^2} \end{array} \right.$$

*Remarque : Les précisions de mesure de la permittivité et de la conductivité sont du même ordre de grandeur que celles obtenues avec les dispositifs de mesure en basses fréquences, soit :*

$$< 2 \% \text{ sur } \epsilon \quad \text{et} \quad < 5 \% \text{ sur } \sigma$$

## 2. DISPOSITIF DE MESURE EN PROPAGATION LIBRE [13]

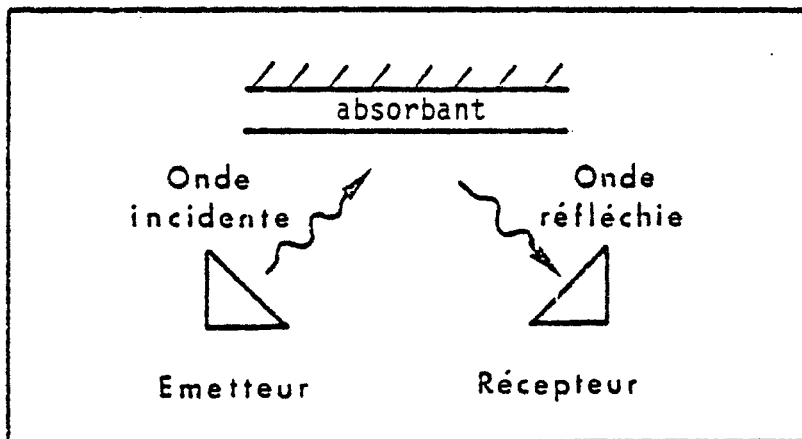
Nous avons envisagé de réaliser des mesures en vraie grandeur, pour cela nous avons mis au point un banc de mesure en réflectométrie, dont le schéma est représenté sur la figure 28. Ce dispositif fonctionne pour le moment en bande X (8 GHz - 12 GHz).

Les antennes de type cornet et l'échantillon testé sont placés dans une chambre anéchoïque, afin de limiter d'éventuelles ondes parasites qui pourraient perturber la mesure, [14].

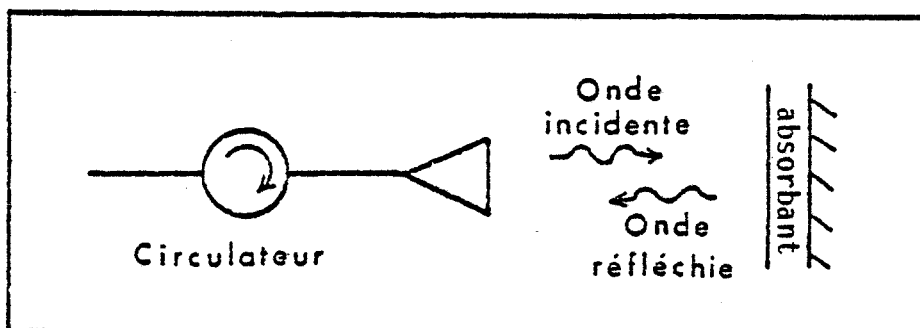
### 2.1 Principe de mesure

Deux configurations de fonctionnement ont été envisagées.

- l'incidence oblique : Une antenne est utilisée pour l'émission, l'autre antenne pour la réception.



- l'incidence normale : Une seule antenne est utilisée, en émission et réception. Un circulateur est placé en aval de l'antenne, il permet de séparer l'onde réfléchie de l'onde incidente.



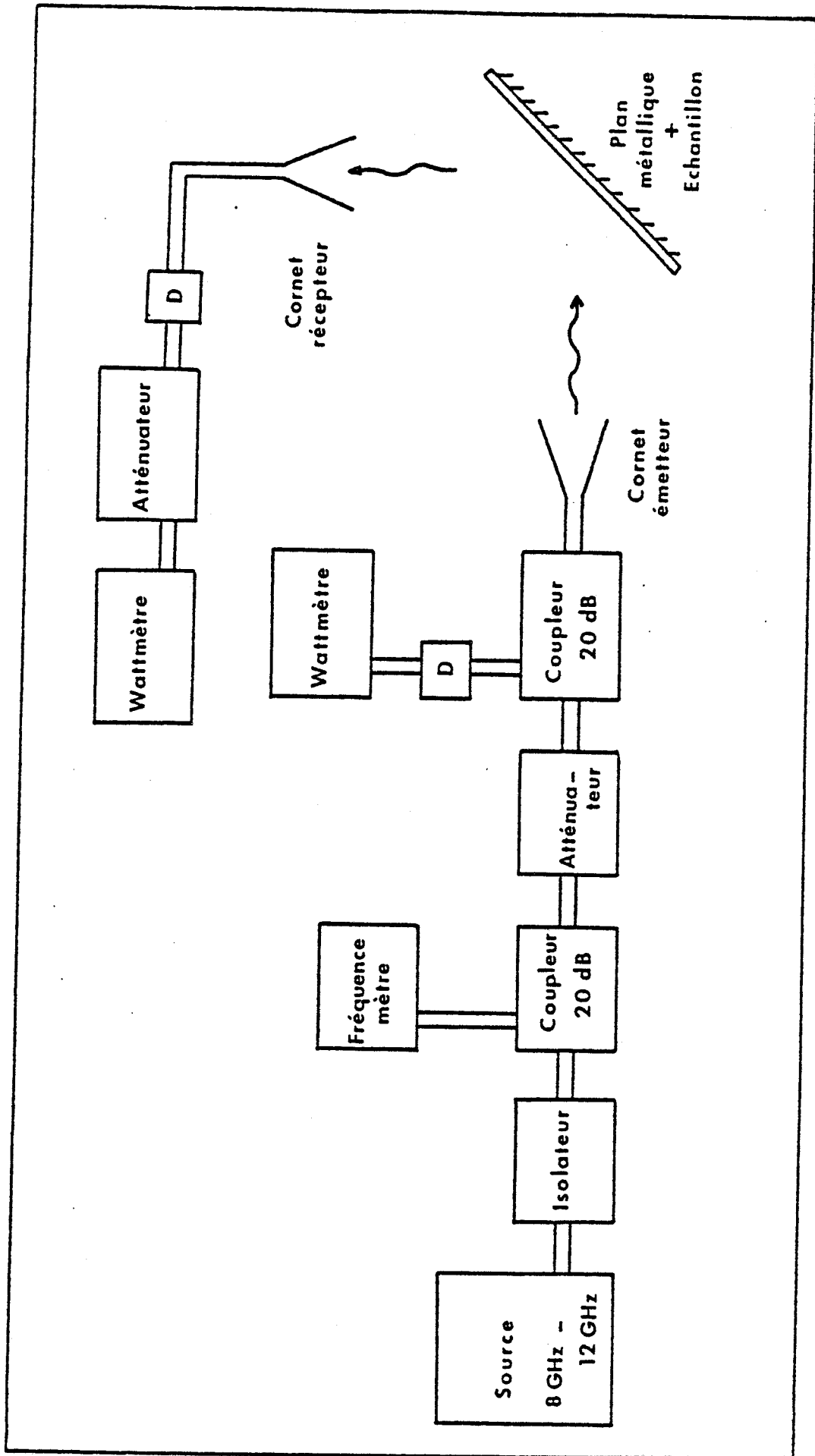
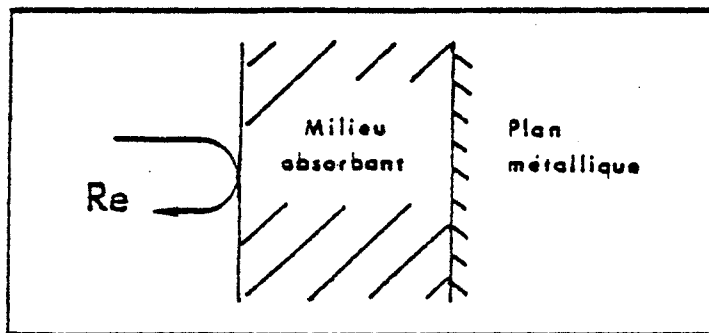


Figure 28. Dispositif de mesure en réflectométrie



## 2.2 Calcul du coefficient de réflexion

La mesure a pour but de déterminer le coefficient de réflexion d'une onde hyperfréquence en incidence sur une couche de matériau absorbant placé sur un plan métallique .



Après avoir placé les antennes (incidence normale ou oblique), on mesure à chaque fréquence la puissance réfléchie sur les éléments tests suivants, placés dans le plan de mesure.

- Inconnue (Absorbant + plan métallique)

Une partie de la puissance incidente est réfléchie, on mesure  $P_r$ .

- On place ensuite le court-circuit de référence et on fait varier l'atténuateur jusqu'à ce que la puissance réfléchie atteigne la valeur  $P_r$ .

On mesure l'atténuation  $A$  (dB), qui est en fait le coefficient de réflexion  $R_e$

$$R_e = (P_i - P_r) \text{ (dB)}.$$

où  $P_i$  est la puissance incidente  
et  $P_r$  la puissance réfléchie

# CHAPITRE III

## EXEMPLES ET TESTS

Nous présentons dans ce chapitre quelques résultats de mesures effectuées à l'aide des dispositifs que nous venons de décrire.

### 1. PROPAGATION GUIDÉE

#### - Cellule ouverte

Nous avons mesuré la permittivité et les pertes diélectriques d'un liquide (Octanol à 26°C) dans la gamme 5 Hz - 18 GHz. On s'aperçoit qu'il y a un bon recouplement des mesures des différents dispositifs (figure 29), et que les résultats sont comparables à ceux donnés dans la littérature [ 15 ].

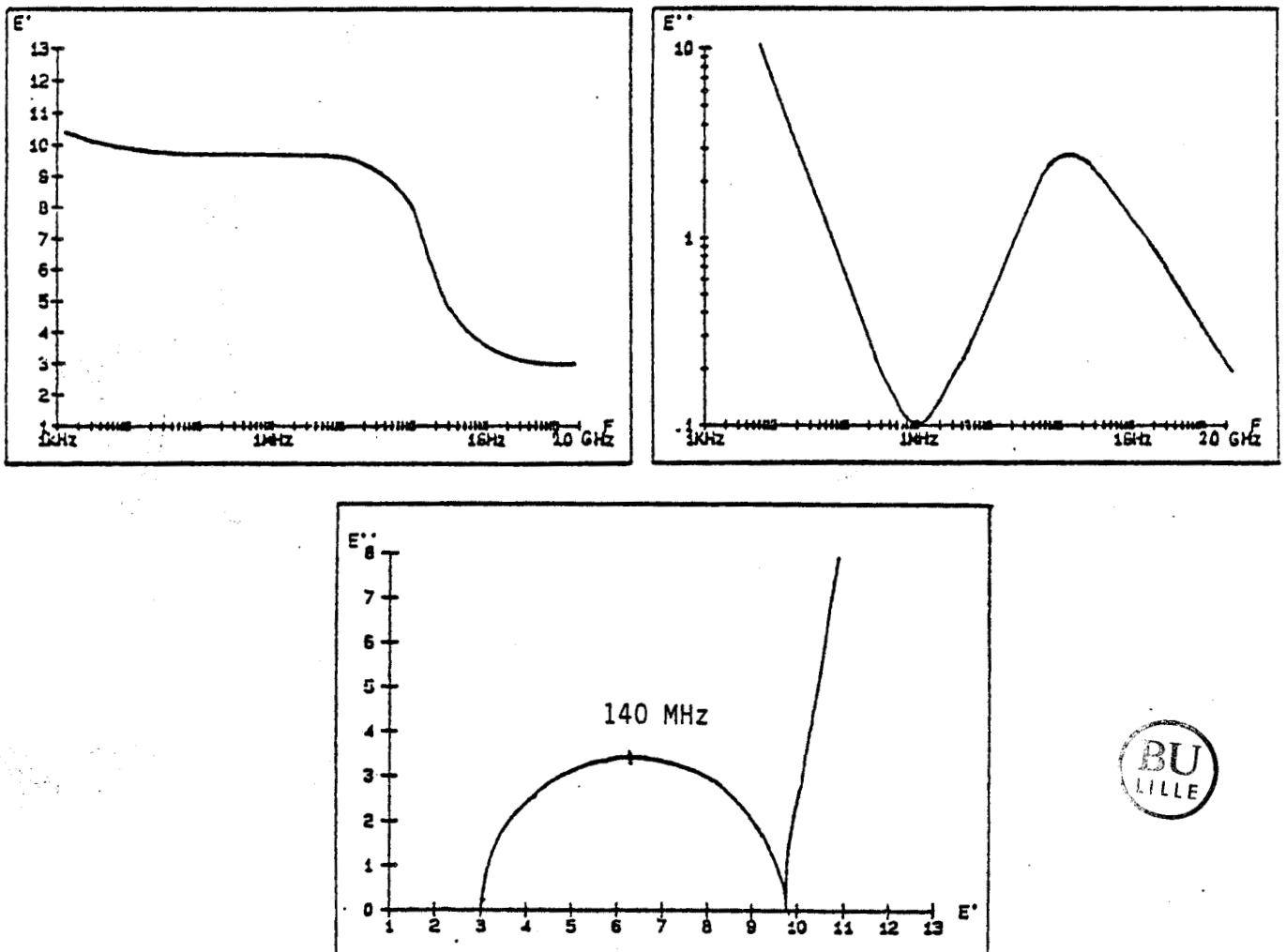


Figure 29. Résultats de mesure sur l'Octanol à 26°C



- Cellule court-circuit

Nous présentons sur la figure 30 le coefficient de réflexion d'un absorbant résonnant (ECCOSORB - SF 10), mesuré par l'analyseur de réseaux.

On s'aperçoit que notre résultat est assez proche de celui donné par le constructeur.

Lors de l'expérience nous n'avons pas réussi à placer l'échantillon (caoutchouc silicone) de façon homogène dans la cellule. Ceci expliquerait l'écart entre les deux courbes.

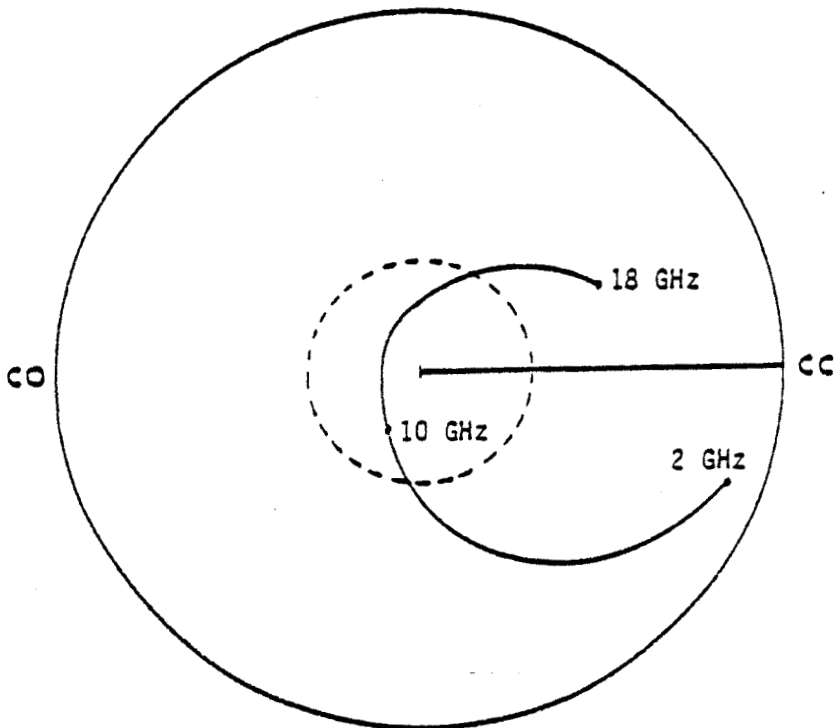
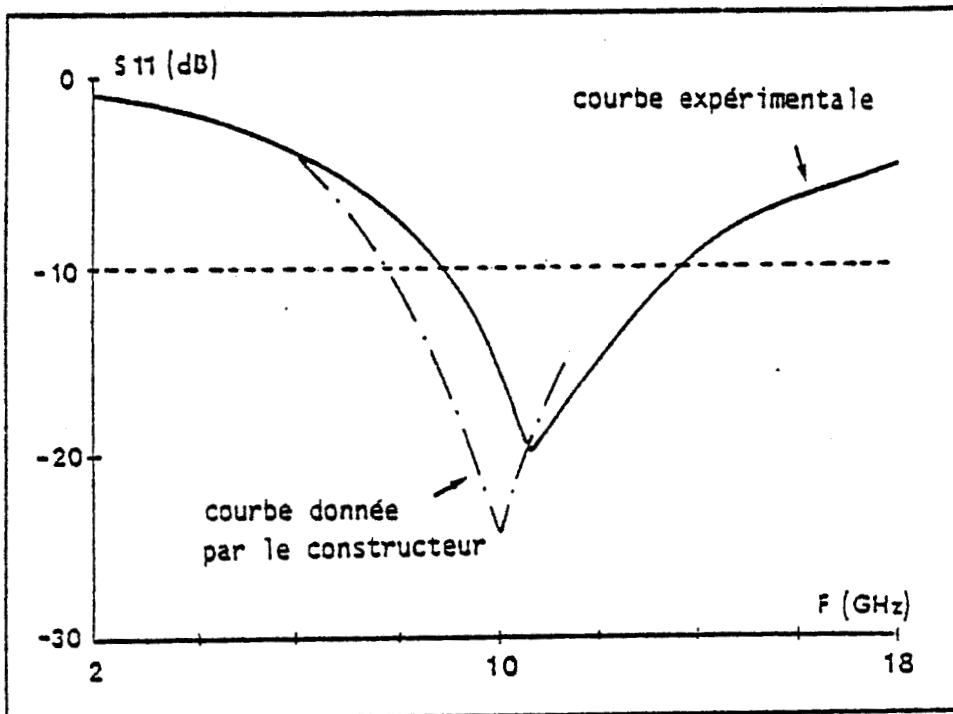


Figure 30 : Allure du coefficient de réflexion (S<sub>11</sub>)

- Cellule pastille

Sur la figure 31, nous donnons l'allure de la permittivité de deux échantillons solides (pastilles) dans la gamme 1 MHz - 1 GHz.

Les valeurs obtenues expérimentalement coïncident avec celles que l'on peut trouver dans la littérature. [ 15 ]

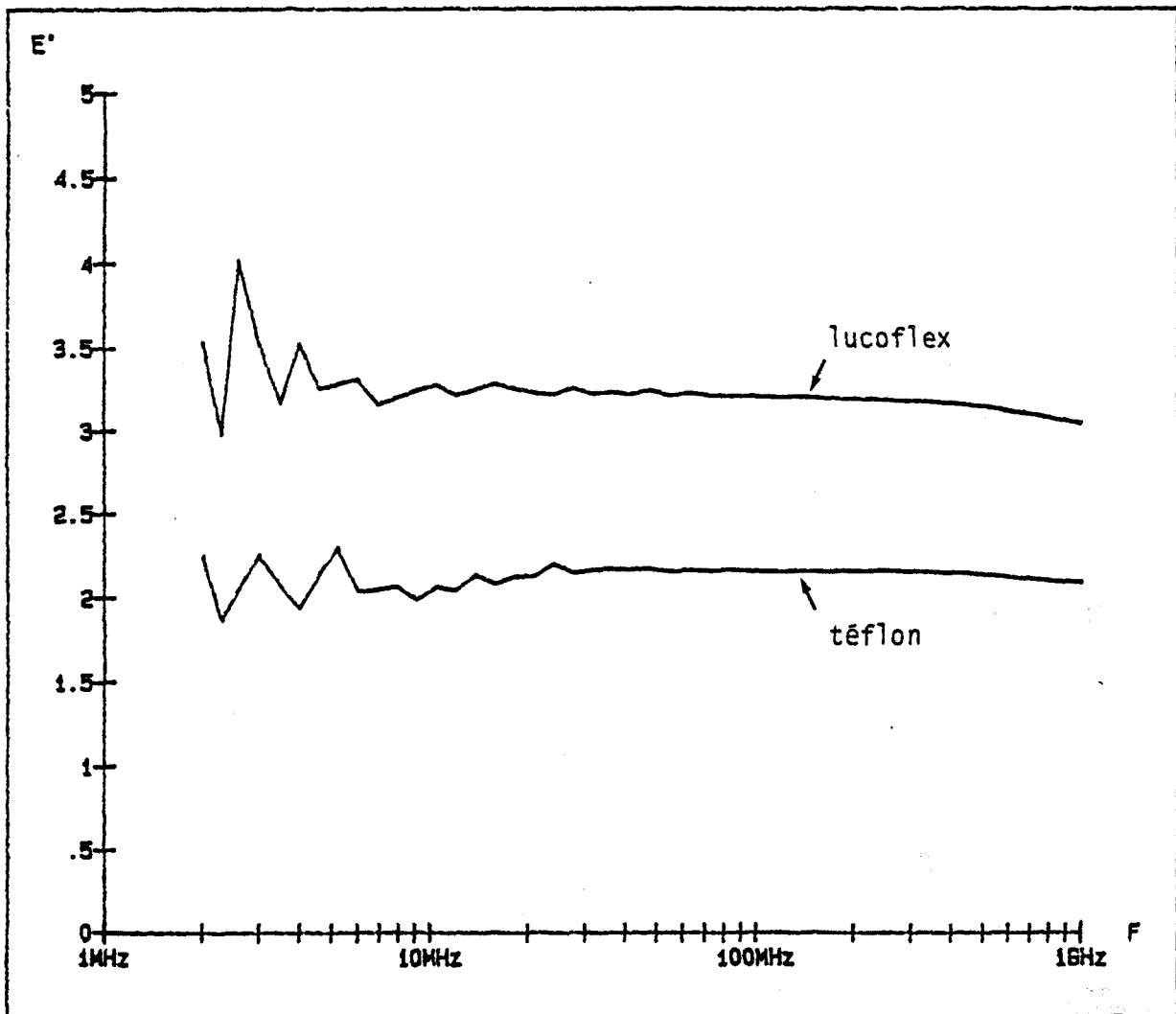


Figure 31. Permittivité du lucoflex et du téflon.

## 2. PROPAGATION LIBRE

Nous avons utilisé le banc de mesure en propagation libre dans le cas de l'incidence normale. Afin de vérifier la validité de la mesure, nous avons testé un matériau absorbant (ECCOSORB AN 73) dans la bande de fréquences 8 GHz - 12 GHz. L'échantillon est une plaque de mousse polyuréthane chargée, d'épaisseur 9 mm, placée sur un disque métallique de diamètre 30 cm.

Nous avons placé l'échantillon testé suffisamment loin de l'antenne pour respecter la condition du champ lointain.

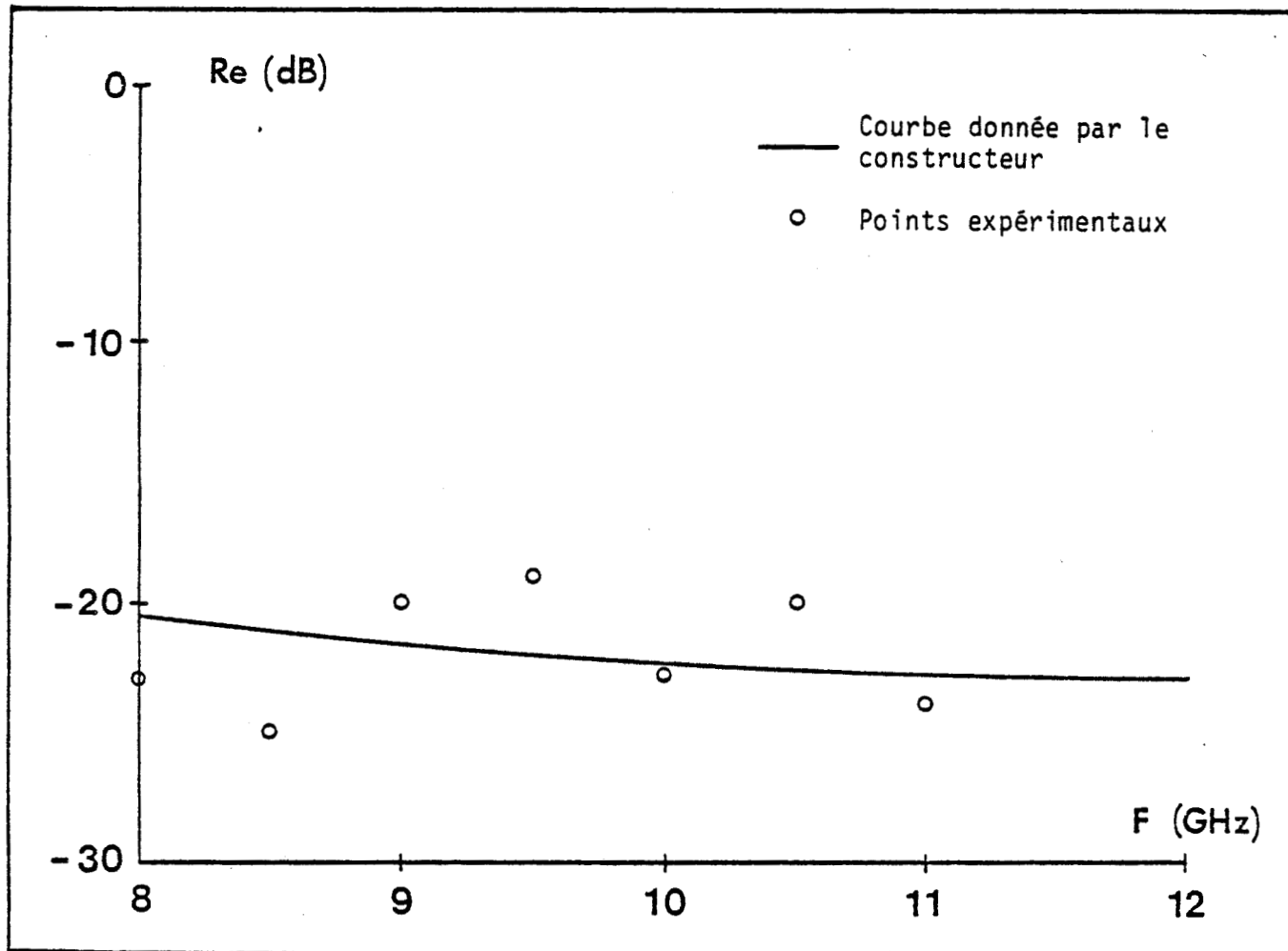
Nous représentons, sur la figure suivante, la courbe donnée par le constructeur du matériau absorbant et les points expérimentaux.

Nous nous apercevons que les résultats de mesure sont tout à fait cohérents avec ceux donnés par le constructeur.

Cette expérience n'a pas pour but d'obtenir une mesure précise, mais de montrer la validité de la mesure.

Nous attribuons les imprécisions de mesure au fait que :

- nous n'avons pas utilisé un banc de mesure micro métrique (respect des distances).
- nous n'avons pas utilisé la chambre anéchoïque de façon optimale [ 14 ] .



Coefficient de réflexion d'un absorbant micro-ondes, placé sur un plan métallique.



## CHAPITRE IV

-:~::~:~::~:~::~:~::~:~::~:-

### DISPOSITIFS ANNEXES

\*\*\*\*\*

#### 1. DISPOSITIF DE MISE EN TEMPERATURE

Le dispositif que nous utilisons est classique. La cellule est placée dans un socle en laiton dans lequel sont insérées sondes de température et résistances chauffantes. Un système de régulation permet de faire varier la température de - 180°C (Azote liquide) à +200°C. En pratique, compte tenu des matériaux utilisés, qui sont très peu stables, nous n'avons pas dépassé la température ambiante pour éviter toute dégradation supplémentaire du matériau.

#### 2. ATMOSPHERE INERTE

Parmi les polymères électroactifs étudiés, certains sont très sensibles à la présence d'eau et d'oxygène se trouvant dans l'air et se dégradent rapidement. Pour éviter et limiter cet effet de dégradation, il est impératif que le matériau soit protégé par un milieu inerte tel que l'azote ou l'argon.

Nous stockons les matériaux dans une boîte à gants en plexiglass, équipée de système de régénération en azote. L'enceinte se trouve en légère surpression afin de diminuer les problèmes de rétrodiffusion.

Durant les expériences, le matériau est placé dans la cellule de mesure, qui est également conçue pour recevoir un système de régénération en azote.

## CHAPITRE V

-:-:-:-:-

### ECHANTILLONS ETUDIÉS

=====

Nous avons étudié différents types de polymère électroactif :

- le polyacétylène (CH)<sub>x</sub>
- le polyparaphénylène PPP
- le polythophène PT

Différentes méthodes de synthèse et techniques de dopage permettent d'obtenir ces matériaux.

#### 1. LES METHODES DE SYNTHÈSE ET DE DOPAGE

##### 1.1. Le polyacétylène [ 16 ]

C'est le premier polymère conducteur à avoir été synthétisé [ 17 ] .  
Actuellement, la méthode de Shirakawa [ 18 ] est la plus utilisée pour synthétiser le polyacétylène.

Le monomère acétylène, polymérise à basse température pour donner une chaîne cis ; en revenant à température ambiante, il se produit une isomérisation vers la forme trans thermodynamiquement stable.

Pour obtenir une conduction électrique, le dopage crée des trous ou apporte des électrons supplémentaires et il convient donc d'utiliser des accepteurs d'électrons (dopage type p) ou des donneurs d'électrons (dopage type n).  
D'une façon générale, les dopants p sont des oxydants (I<sub>2</sub>, AsF<sub>5</sub>, ...) et les dopants n des réducteurs (métaux alcalins; ...).

L'échantillon de polyacétylène que nous allons étudier a été dopé électrochimiquement avec le trichlorure d'indium (In Cl<sub>3</sub>), dans une solution de LiCl.



## 1.2 Le polyparaphénylène [ 19 ]

De nombreuses techniques peuvent être utilisées pour synthétiser le polyparaphénylène, les plus courantes sont les méthodes dites de Yamamoto [ 20 ] et de Kovacic [ 21, 22 ]. Le polyparaphénylène que nous étudions est synthétisé d'après la méthode de Yamamoto.

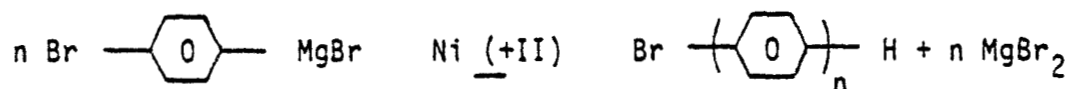
Le polymère est obtenu sous forme de poudre après une réaction chimique, sous vide, qui se fait dans le THF (tétrahydrofuranne).

La réaction se fait en deux étapes, [ 23 ] :

- formation du magnésien du dibromobenzène



- la polycondensation du magnésien est catalysée par un complexe du Nickel + II



On récupère le 3P par lavages successifs dans HCl bouillant, puis par rinçages à l'eau distillée et enfin séchage à l'étuve sous vide.

Il est ensuite dopé chimiquement par un oxydant, le pentafluorure d'arsenic ( $\text{AsF}_5$ ), ce qui conduit à un dopage de type p. La conductivité de l'échantillon passe alors de  $\sigma < 10^{-15} (\Omega \text{cm})^{-1}$  à environ  $200 (\Omega \text{cm})^{-1}$  après quelques heures de dopage. Le matériau obtenu n'est alors plus stable à l'air.

*Remarque : Le 3P peut également être dopé électrochimiquement (dopage type p ou n) et les réactions mises en jeu sont des réactions d'oxydo-réduction.*

## 1.3 Le polythiophène [ 24, 25 ]

La synthèse du polythiophène se fait par voie électrochimique. Elle consiste à polariser une électrode métallique ou semi-conductrice dans un milieu électrolytique composé d'un solvant organique, d'un sel support et du monomère. Le matériau obtenu est alors un film conducteur dopé p (anion  $\text{SO}_3 \text{CF}_3^-$ ), il offre l'avantage d'être stable à l'air et ne nécessite donc pas de précautions particulières.

*Remarque : contrairement au dopage chimique ce n'est pas l'action d'un composé extérieur, donneur ou accepteur d'électrons, qui induit la réaction, c'est le potentiel appliqué qui produit la réaction électrochimique et l'anion migre dans le matériau pour neutraliser les charges créées lors de cette réaction.*

## 2. PREPARATION DES ECHANTILLONS

### 2.1 Tableau récapitulatif des échantillons utilisés

Nous regroupons dans le tableau suivant les échantillons étudiés et leur type de dopage.

MATERIAU	DOPAGE	CONTINU <sub>1</sub> ( $\Omega$ cm) <sup>-1</sup>	ECHANTILLON
Polyacétylène	Electrochimique avec InCl <sub>3</sub>	2.10 <sup>-4</sup>	(CH) <sub>x</sub>
Polyparaphénylène	Chimique avec AsF <sub>5</sub>	5.10 <sup>-2</sup> (*)	3P-1
		5.10 <sup>-3</sup> (*)	3P-2
Polythiophène	Electrochimique (anion SO <sub>3</sub> CF <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	10 <sup>-6</sup>	PT-1
		10 <sup>-3</sup>	PT-2
		10 <sup>-2</sup>	PT-3

(\*) Cette valeur a été obtenue par une mesure à quatre pointes, effectuée immédiatement après la synthèse et le dopage, sur une pastille réalisée à partir de la poudre dopée.

### 2.2 Contrôle du taux de dopage des échantillons

Le dopage chimique ne permet pas un contrôle aisé de la conductivité. En effet, le matériau passe brusquement de l'état isolant à un état semi-conducteur ( $\sigma = 10^{-3}$  à  $10^{-2}$  ( $\Omega$  cm)<sup>-1</sup>). Au-delà de cette transition le taux de dopage croit beaucoup plus lentement avec la durée du dopage et tend vers une saturation. Autour de cette transition, il est difficile de connaître la concentration et on ne peut lier précisément la conductivité de l'échantillon à la durée du dopage.

Pour le dopage électrochimique, il est beaucoup plus facile de contrôler la conductivité. C'est la tension de polarisation qui fixe le taux de dopage et la concentration évolue de façon continue en fonction de la tension de polarisation. Donc il suffit de fixer la tension de polarisation qui permet d'obtenir la conductivité désirée. Cette opération est réversible et reproductible.

### 2.3 Stabilité des échantillons

Le polyacétylène et le polyparaphénylène obtenus par dopage chimique sont instables et le moindre contact à l'air dégrade le matériau. Le dopage électrochimique permet au contraire d'obtenir des matériaux plus stables. Ceci est le cas du polythiophène et du polyacétylène étudiés dans ce travail. Le polyparaphénylène a pu être récemment dopé électrochimiquement [19,23].

### 2.4 Polymères chargés

A titre de comparaison, nous avons également effectué des mesures sur des polymères chargés commercialisés [ 26 ] . Ces matériaux absorbants se présentent sous forme de plaque de mousse polyuréthane chargée ou de caoutchouc silicone chargé de ferrite.

Ils sont d'épaisseur variable :

Eccosorb	SF 10	:	1.9 mm
Eccosorb	FGM 125	:	3.2 mm
Eccosorb	AN 73	:	9 mm

## 3. CONCLUSIONS

Dans l'optique d'une réalisation d'un absorbant, il est évident qu'une condition de base est d'avoir un matériau stable dont on peut facilement contrôler la conductivité. Le polythiophène semble donc plus adapté dans notre cas. Néanmoins, le polyacétylène et le polyparaphénylène (polymères électroactifs les plus étudiés jusqu'à présent) nous ont permis de montrer la faisabilité de l'absorbant. Par ailleurs, les résultats que nous obtenons avec ces matériaux sont confrontés à ceux obtenus par d'autres techniques et que l'on trouve dans la littérature. Le dopage électrochimique de ces matériaux permettra peut-être d'envisager d'éventuelles applications pour l'absorbant.

## TROISIEME PARTIE

### RESULTATS EXPERIMENTAUX

Dans cette partie nous avons regroupé les résultats expérimentaux préliminaires que nous avons obtenus avec trois polymères :

le polyparaphénylène, le polyacétylène et le polythiophène. Les échantillons que nous avons préparés ont été choisis (conductivité, permittivité, épaisseur) en fonction de l'étude par simulation que nous avons développée dans la première partie.

Après avoir présenté les résultats de la caractérisation des échantillons, nous donnons les allures du coefficient de réflexion des structures absorbantes que nous avons réalisées. Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus avec des absorbants commerciaux de type polymères chargés.

## CHAPITRE I

---:---:---:---

### CARACTERISATION ELECTRIQUE

=====

Cette caractérisation va nous permettre de fixer les ordres de grandeur de la conductivité  $\sigma$  et de la permittivité  $\epsilon$  en fonction du polymère, du dopant et du taux de dopage. Elle nous permet également de voir les variations de  $\sigma$  et  $\epsilon$  avec la fréquence, avec la température et le temps (vieillessement) qui sont des paramètres importants dans l'optique des applications.

#### 1. VARIATIONS CARACTERISTIQUES DE $\sigma$ ET $\epsilon$ JUSQU'A 1 GHz

Les figures 32 et 33 montrent l'évolution caractéristique de  $\sigma$  et  $\epsilon$  avec la température, dans la bande de fréquences 5 GHz - 1 GHz, dans le cas du polyacétylène dopé au trichlorure d'indium ( $\text{InCl}_3$ ).

##### *- Pour la conductivité*

Les courbes expérimentales font apparaître deux régimes [ 27 à 31 ]

- le régime statique, pour les fréquences inférieures à environ 1 MHz, pour lequel la conductivité reste constante en fonction de la fréquence :  
 $\sigma = \sigma_{dc}$ .
- le régime dynamique, pour les fréquences supérieures, pour lequel  $\sigma$  croît de façon monotone avec la fréquence. Si l'on déduit de la conductivité  $\sigma$  la composante continue  $\sigma_{dc}$  du régime statique, nous obtenons l'équivalent d'une conductivité dynamique  $\sigma_{ac}$  :  $\sigma_{ac} = \sigma - \sigma_{dc}$ . On peut montrer que  $\sigma_{ac}$  suit en fonction de la fréquence une loi du type  $f^s$  où  $s$  est un exposant inférieur à 1.

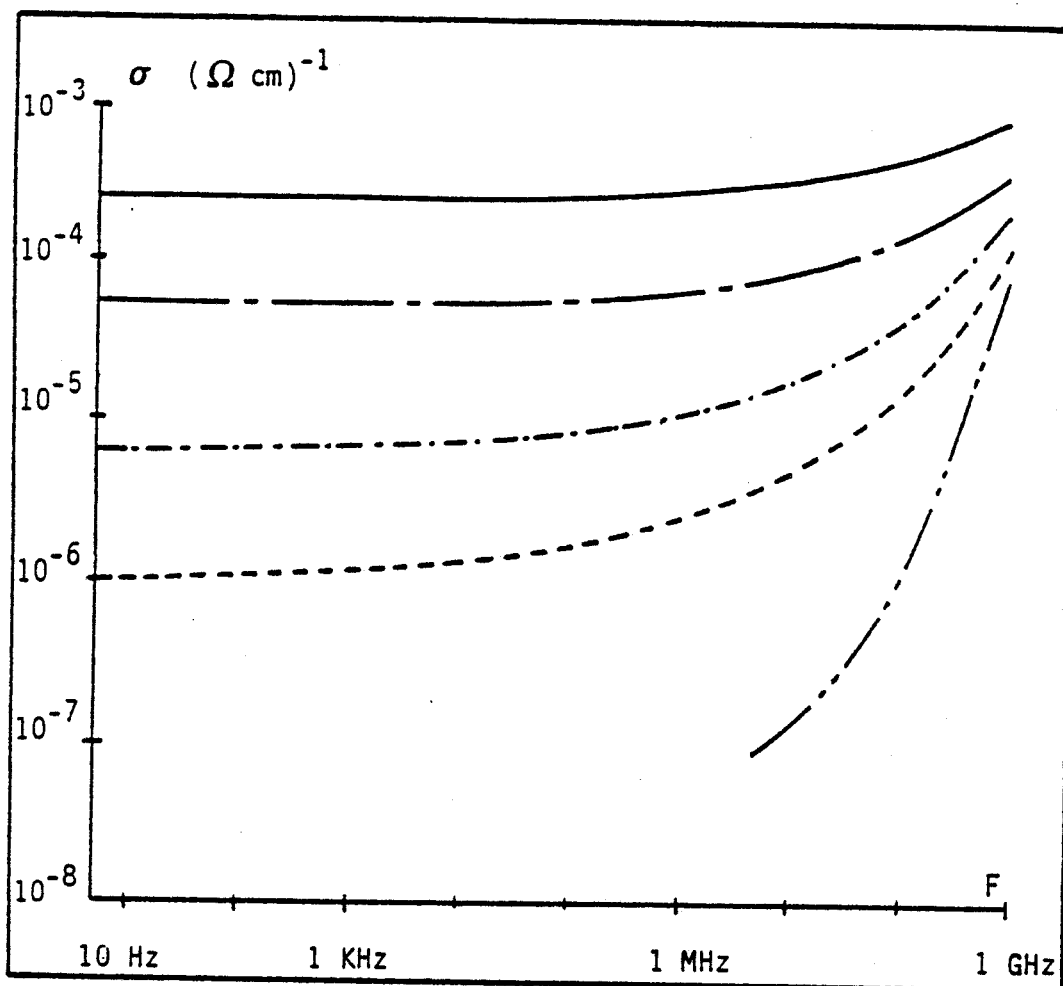


Figure 32 : Evolution de la conductivité du polyacétylène avec la température

- 20°C
- - 20°C
- . - . - 60°C
- - 80°C
- - 185°C



Nous ne rentrerons pas dans l'interprétation des mécanismes physiques de conduction à l'origine de cette loi, ceci fait l'objet d'un autre travail effectué au laboratoire [ 32 ] .

Nous constatons d'autre part que la conductivité diminue quand la température diminue et les écarts sont beaucoup plus importants du côté des basses fréquences. Donc  $\sigma_{dc}$  diminue plus rapidement que  $\sigma_{ac}$  quand la température diminue, (4 ordres de grandeur pour  $\sigma_{dc}$ , pour 1 ordre de grandeur pour  $\sigma_{ac}$ ).

- Pour la permittivité

On aperçoit des écarts en fonction de la fréquence qui dépendent de la conductivité et, par conséquent, de la température. Ils sont importants pour des fréquences inférieures à 10 MHz, au delà la permittivité est relativement constante. Nous attribuons ce phénomène comme un effet de polarisation aux électrodes [ 32 ] .

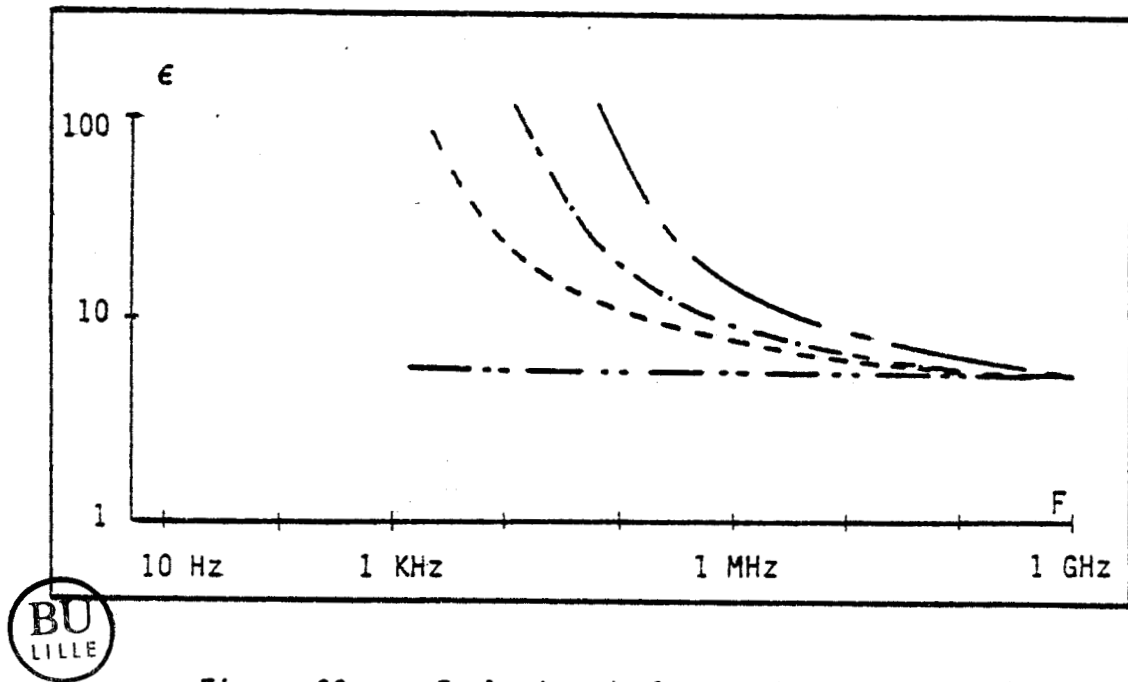


Figure 33 : Evolution de la permittivité du polyacétylène avec la température

- - 20°C
- - 60°C
- - - - - - 80°C
- . - . - . - 185°C

*Remarque : Pour atteindre des conductivités voisines de  $10^{-2} (\Omega \text{ cm})^{-1}$  au delà de 1 GHz, deux possibilités sont envisageables :*

- effectuer un dopage élevé sur le matériau de façon à atteindre la conductivité désirée qui est alors proche de  $\sigma_{dc}$ , dans ce cas elle varie fortement avec la température.*
- effectuer un dopage peu élevé qui permette d'obtenir, au delà de 1 GHz, la conductivité désirée qui est alors alternative  $\sigma_{ac}$ , et varie peu avec la température.*

*Cette dernière semble être la plus intéressante, ce qui sera confirmé par la suite.*



## 2. CARACTERISATION HYPERFREQUENCES

Pour la réalisation de structures absorbantes, les valeurs de la conductivité et de la permittivité en hyperfréquences sont nécessaires. Nous présentons désormais les résultats dans la bande de fréquences 2 GHz - 18 GHz.

### 2.1 Mesure de $\sigma$ et de $\epsilon$ à température ambiante

#### *- Pour la conductivité*

Sur la figure 34 nous donnons l'évolution de  $\sigma$  en fonction de la fréquence, du polyparaphénylène et du polythiophène ayant subi différents taux de dopage (Cf. tableau, 2e partie, chapitre 5).

Dans cette gamme de fréquences, la conductivité évolue également suivant la loi du type  $f^s$  et correspond à la conductivité alternative  $\sigma_{ac}$ . On constate que la pente est légèrement plus forte dans le cas du polythiophène, donc  $s$  varie avec la nature du matériau et du dopant.

Par exemple : pour le 3P-1,  $s = 0,5$  et pour le PT-2,  $s = 1$ .

Nous observons également que pour les dopages élevés, PT-3 et 3P-2, la pente est sensiblement plus faible, comparativement aux PT-2 et 3P-1 qui ont des taux de dopage un peu plus faibles. Ceci s'expliquerait par le fait que  $\sigma_{ac}$  se rapproche de  $\sigma_{dc}$  dans le cas de dopages élevés.

#### *- Pour la permittivité*

L'évolution de  $\epsilon$  en fonction de la fréquence, du polyparaphénylène et du polythiophène, est décrite sur la figure 35.

La permittivité est relativement indépendante du dopage,  $\epsilon = 4$ , dans le cas du polyparaphénylène [ 28 ], tandis qu'elle évolue de 2.5 à 7.5 quand le taux de dopage augmente dans le cas du polythiophène.

En général, les valeurs de permittivité pour les taux de dopage qui nous intéressent ici ( $\sigma \approx 10^{-2} (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ) restent faibles et inférieures à 8.

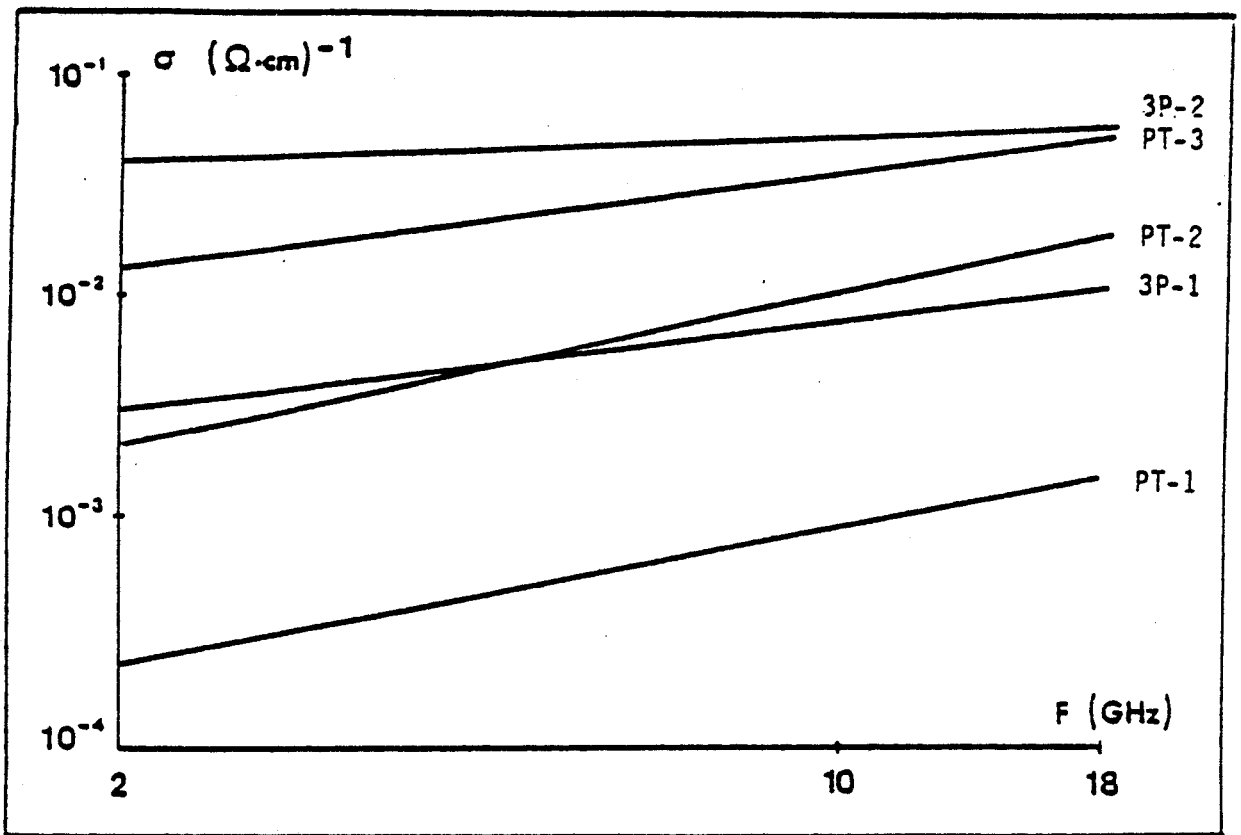


Figure 34. Conductivité de différents polymères électroactifs

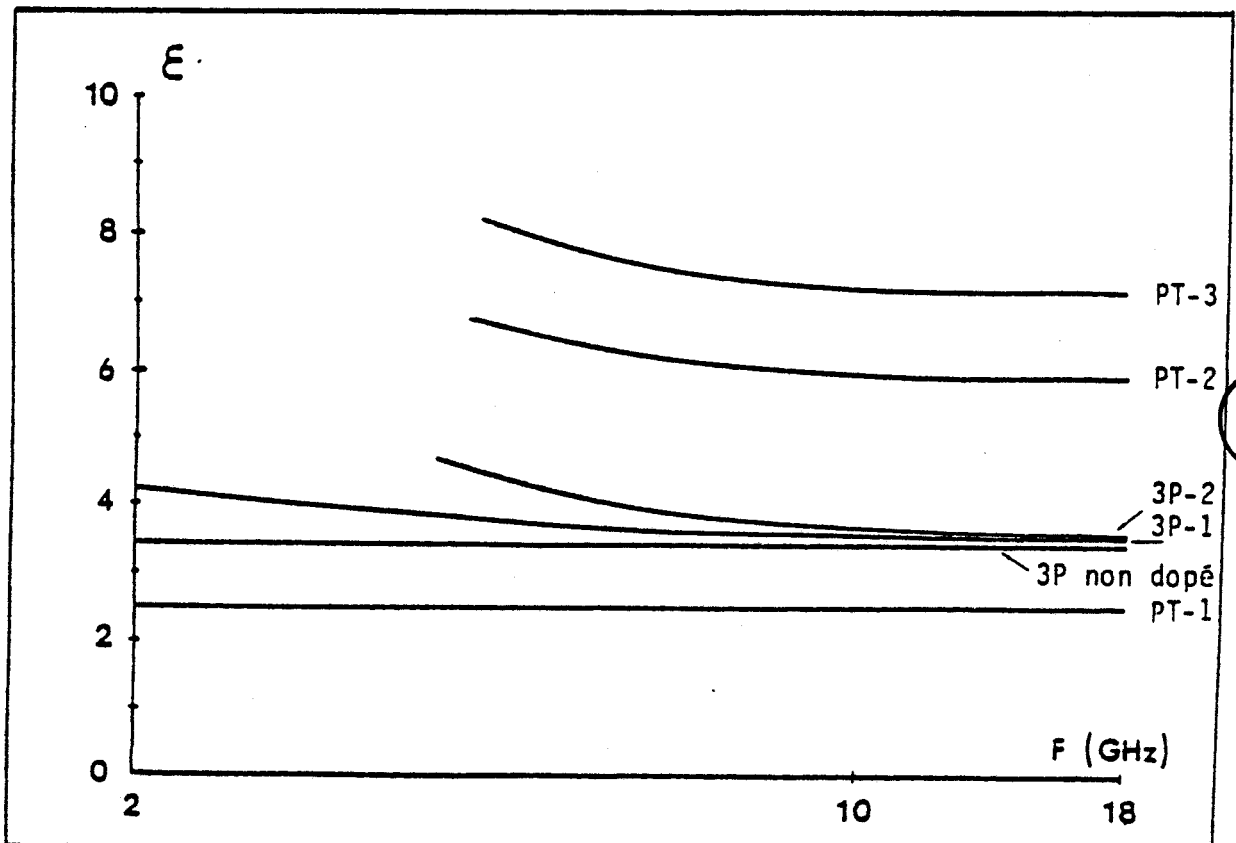


Figure 35. Permittivité de différents polymères électroactifs

## 2.2 Evolution de $\sigma$ et de $\epsilon$ avec la température

Sur la figure 36, nous présentons l'évolution en fréquence de  $\sigma$  et de  $\epsilon$  du polyparaphénylène (3P-1) en fonction de la température.

### - Pour la conductivité

Nous observons une diminution de  $\sigma$  quand la température diminue. Cette conductivité correspond à  $\sigma_{ac}$  et on note une légère variation de  $s$  qui passe de 0.5 à 0.7 quand la température passe de 20°C à - 140°C. Comme nous l'avons observé dans le cas du polyacétylène,  $\sigma_{ac}$  varie peu avec la température.

### - Pour la permittivité

La permittivité  $\epsilon$  diminue également quand la température diminue, mais dans des proportions beaucoup moins grandes que pour  $\sigma$ . Nous pouvons considérer comme secondaire cette variation, pour l'application aux absorbants micro-ondes.

## 2.3 Evolution de $\sigma$ dans le temps

Nous avons mesuré la conductivité du polyparaphénylène (3P-2) successivement à des dates différentes (figure 37). Entre chaque mesure, l'échantillon a été stocké sous atmosphère inerte en boîte à gants. Le polyparaphénylène est instable à l'air et se dégrade très rapidement, cette dégradation se traduit par une diminution de  $\sigma$  [ 23 ] .

Bien que l'échantillon soit relativement bien protégé, on note une diminution de  $\sigma$  d'environ 2 ordres de grandeur en 2 semaines et d'autre part, une variation de pente où  $s$  varie de 0.3 à 1.2 dans le même temps. Ceci montre l'extrême sensibilité du polyparaphénylène dopé.

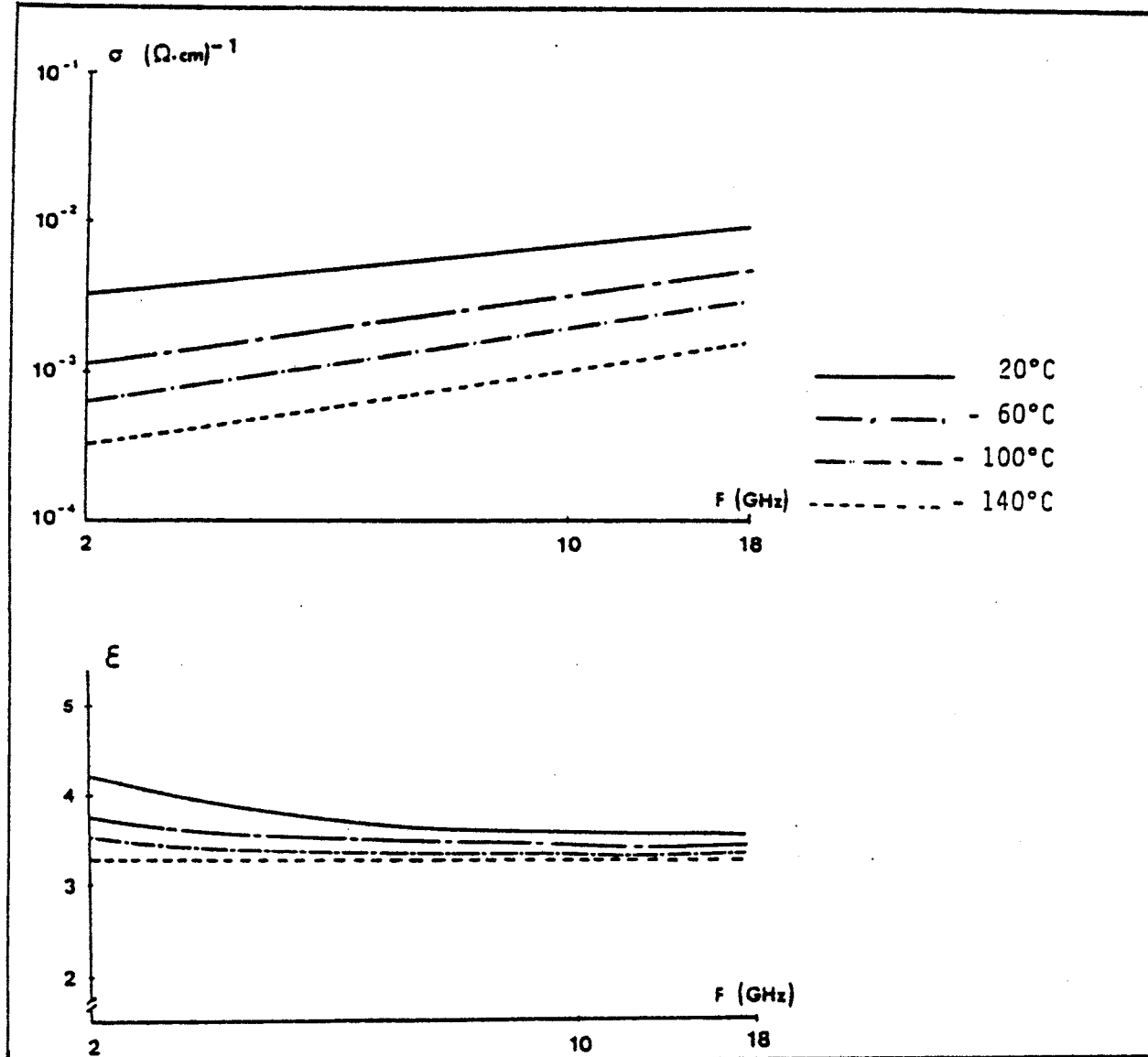


Figure 36. Evolution de la conductivité et de la permittivité du polyparaphénylène avec la température

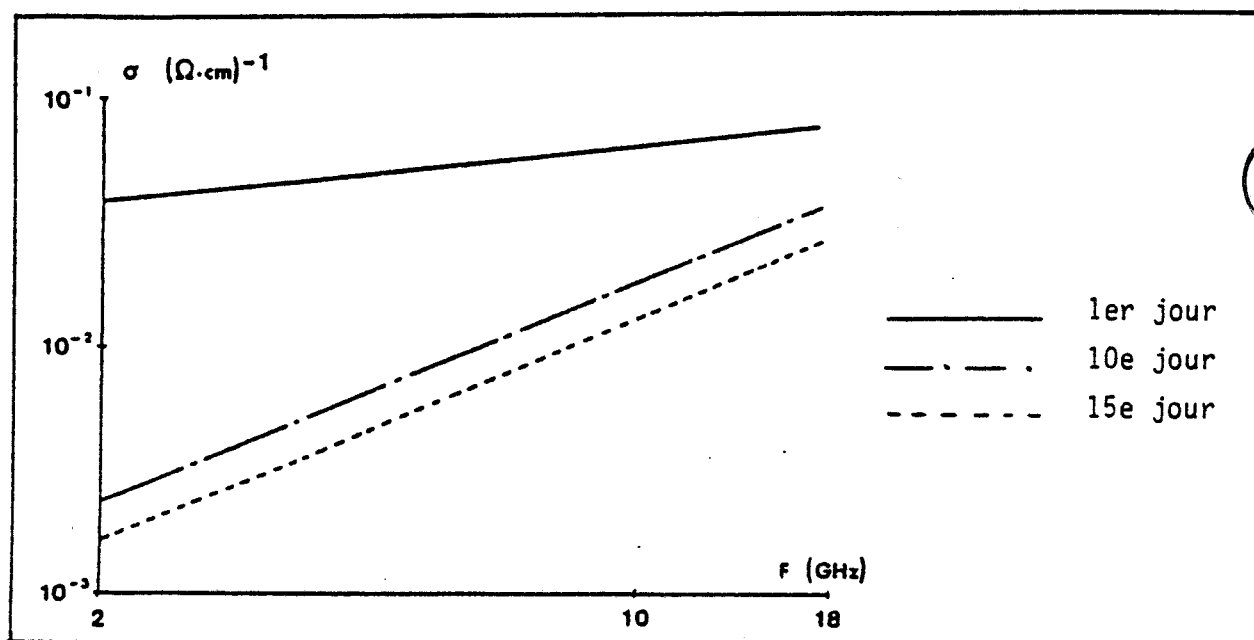


Figure 37. Evolution de la conductivité du polyparaphénylène dans le temps



## 2.4 Conductivité d'un polymère chargé

A titre de comparaison nous donnons, sur la figure 38, l'évolution de  $\sigma$  en fonction de la fréquence, à différentes températures, d'un polymère chargé (FGM 125).

La gamme de conductivité est comparable à celle des polymères électroactifs que nous avons caractérisés.  $\sigma$  est cependant constant dans la partie basses fréquences, puis diminue brusquement à partir de 10 GHz. L'évolution de  $\sigma$ , pour ce type de polymère chargé, est donc très différente de celle que l'on observe chez les polymères électroactifs.

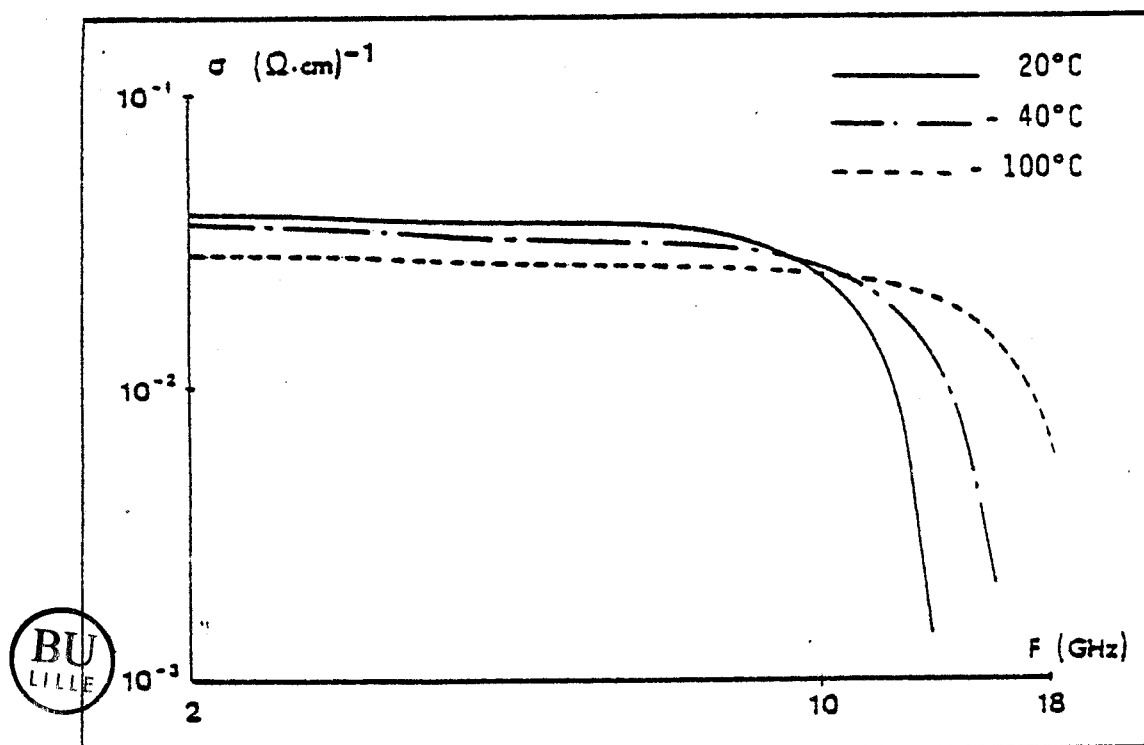


Figure 38. Evolution de la conductivité du FGM 125 avec la température

## CHAPITRE II

-:-:-:-:-

### ETUDE DE STRUCTURES ABSORBANTES

Dans ce chapitre nous étudions expérimentalement le coefficient de réflexion,  $Re$ , de plusieurs structures absorbantes que nous avons réalisées, dans la gamme de fréquences 2 GHz - 18 GHz. Les mesures sont faites sur l'analyseur de réseaux que nous avons présenté dans la deuxième partie.

Pour réaliser les structures nous tassons le polymère, sous forme de poudre, dans la cellule "court-circuit" décrite précédemment. Nous pouvons ainsi obtenir des structures monocouche et multicouches, et imposer l'épaisseur de chaque couche dans la structure.

#### 1. ABSORBANT RESONNANT

Envisageons d'abord la structure monocouche.

##### 1.1 Etude de $Re$ pour différentes épaisseurs

Le matériau utilisé est le polythiophène (PT-2), il est tassé dans la cellule sur une épaisseur de 2 mm, puis de 3 mm. Nous présentons sur la figure 39 l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour les deux structures.

Nous observons bien une diminution de la fréquence de résonance quand l'épaisseur augmente. Nous avons vu que dans ce cas l'ordre de grandeur de la fréquence de résonance était donné par la relation  $f = \frac{c}{4e\sqrt{\epsilon}}$ .

Sur la figure nous avons représenté également les résultats obtenus par simulation numérique en fixant les paramètres  $\sigma$  et  $\epsilon$  (tous deux constants) les plus proches de ceux mesurés par caractérisation,  $\sigma = 0,015 (\Omega \text{cm})^{-1}$  et  $\epsilon = 6$ . Etant donné que  $\sigma$  évolue, expérimentalement, avec la fréquence, il y a des écarts entre les courbes théoriques et expérimentales, mais ils restent faibles.

On notera que dans le cas où l'épaisseur est de 3 mm, la bande de fréquences où  $Re < -10$  dB est environ de 4 GHz.

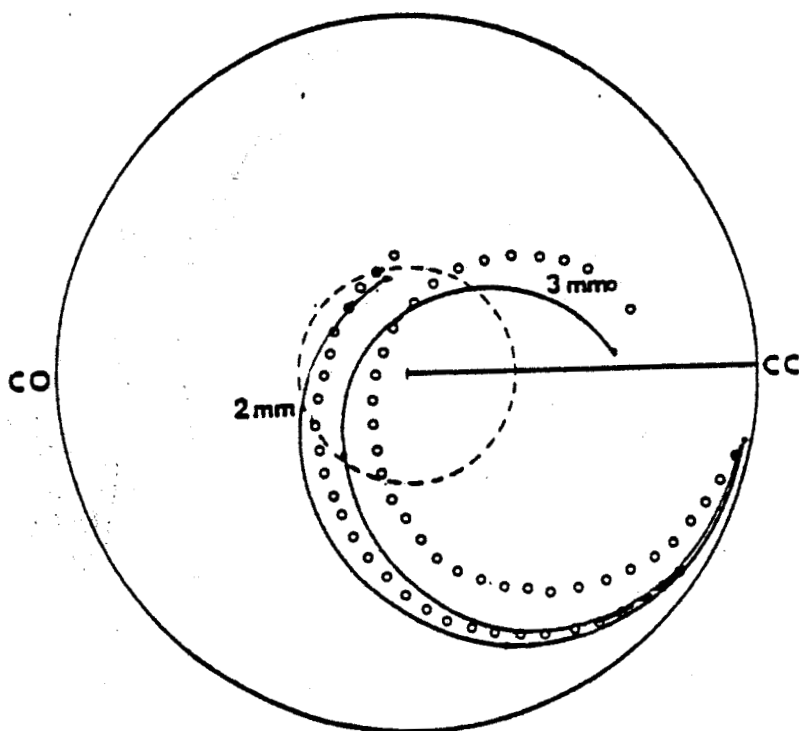
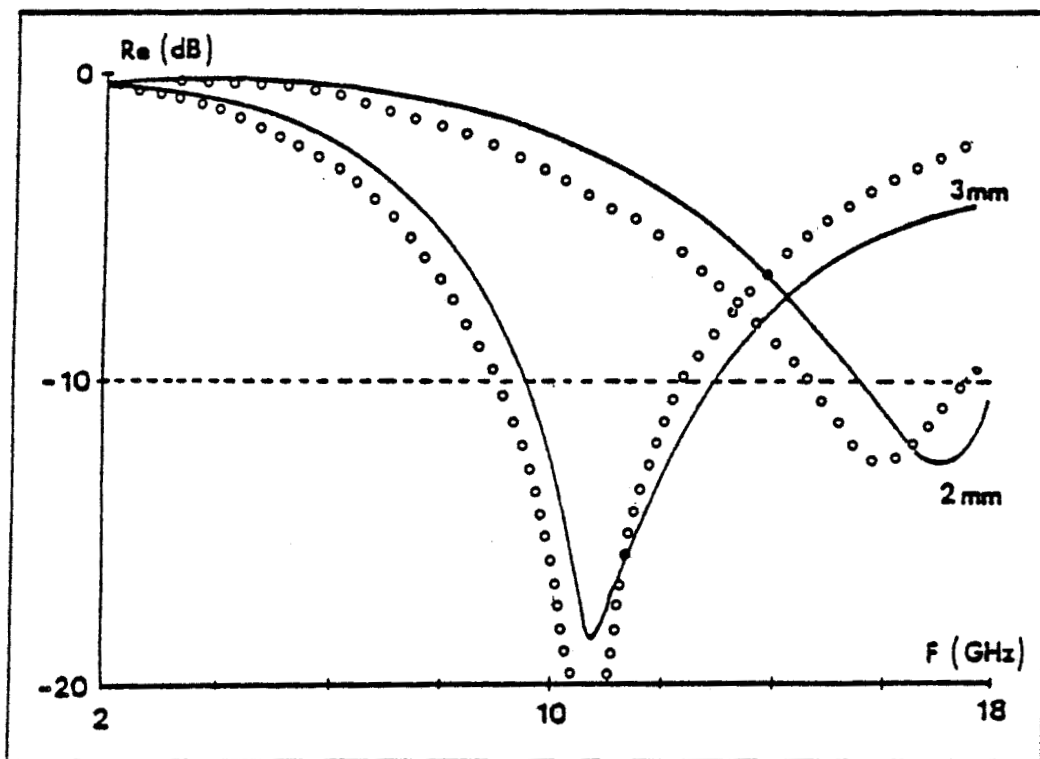


Figure 39. Allure du coefficient de réflexion de deux structures monocouche d'épaisseur différente.

———— courbe expérimentale  
 ○○○○○ courbe de simulation

## 1.2 Etude de $R_e$ en fonction de la température

Les figures 40 et 41 montrent l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la température, de deux structures monocouche respectivement réalisées avec le polyparaphénylène (3P-2 ,  $e = 4.8 \text{ mm}$ ,  $\sigma \approx 5.10^{-2} (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ,  $\epsilon \approx 4$  à  $t^\circ$  ambiante) et le polythiophène (PT-2 ,  $e = 3 \text{ mm}$ ,  $\sigma \approx 10^{-2} (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ,  $\epsilon \approx 6$  à  $t^\circ$  ambiante).

Nous avons vu, au paragraphe 2 du chapitre I, que la conductivité des polymères électroactifs diminue quand la température diminue. On constate qu'à une certaine température le coefficient de réflexion est minimum, c'est-à-dire absorption maximum. A cette température, la conductivité est optimale pour obtenir la résonance. Par exemple, pour le 3P-2, la température est de  $- 100^\circ\text{C}$ .

Nous remarquons également que la fréquence de résonance augmente légèrement quand la température diminue, dans le cas où il y a absorption. Ceci est dû au fait que  $\epsilon$  diminue légèrement quand la température diminue.



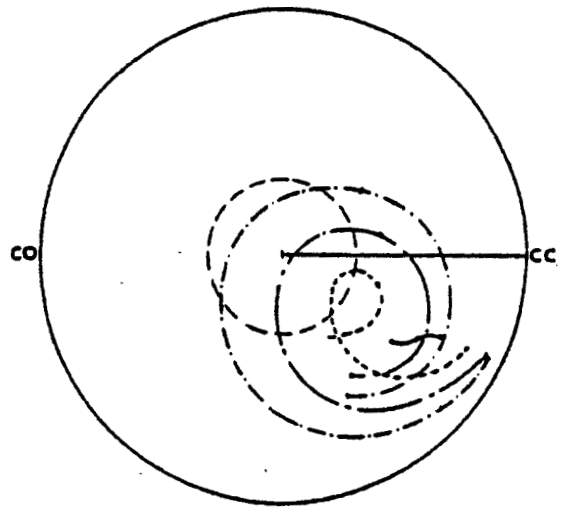
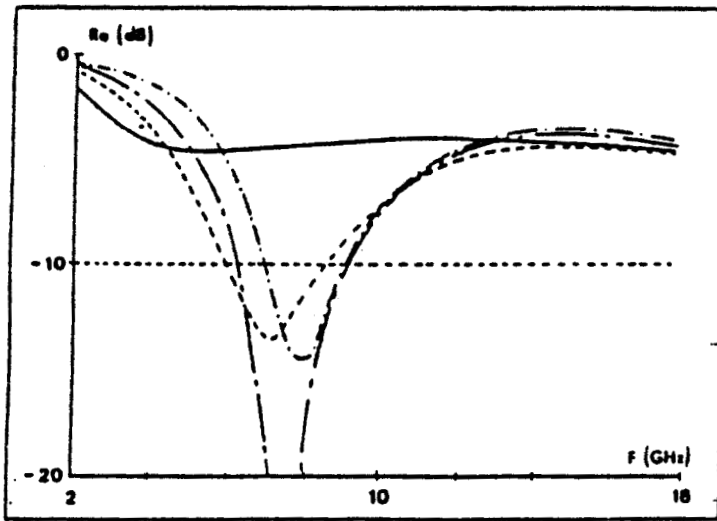


Figure 40. Evolution du coefficient de réflexion de la structure monocouche (3P-2) avec la température.

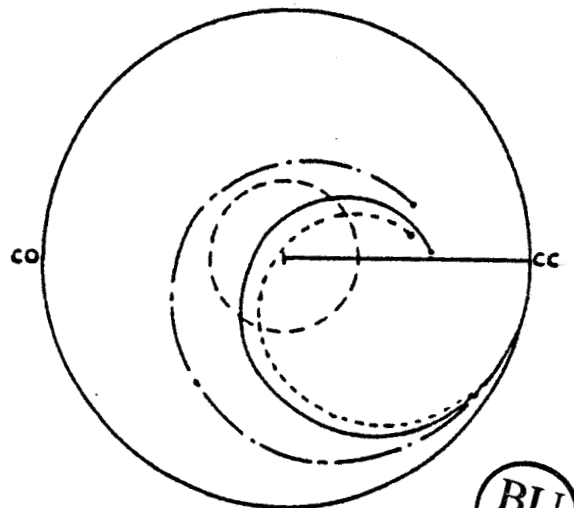
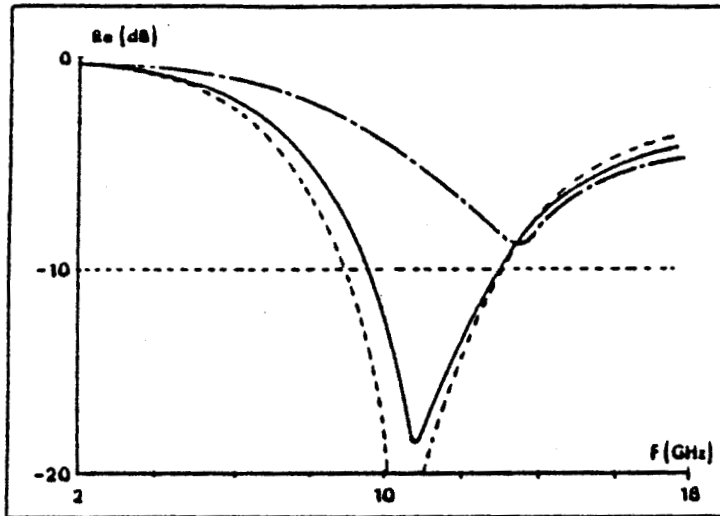
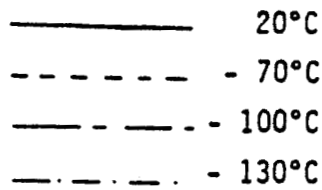
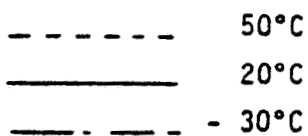


Figure 41. Evolution du coefficient de réflexion de la structure monocouche (PT-2) avec la température



### 1.3 Etude de Re en fonction du vieillissement du 3P

Nous avons vu, dans le chapitre précédent, que la conductivité du polyparaphénylène diminue dans le temps.

Sur la figure 42, nous représentons l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, à des moments différents.

Lors de la première mesure, le matériau est trop conducteur et le coefficient de réflexion est élevé. Au fil des jours le matériau se dégrade et la conductivité diminue, jusqu'à une valeur telle que la structure permet d'obtenir une absorption résonnante. Si on se réfère à la figure 37 du chapitre I,  $\sigma$  est de l'ordre de  $10^{-2} (\Omega \text{ cm})^{-1}$ , à cet instant. Par suite, la conductivité continue à diminuer avec la dégradation et le matériau n'est plus assez conducteur pour absorber l'onde qui y pénètre. Ainsi le coefficient de réflexion tend à redevenir élevé.

### 1.4 Coefficient de réflexion d'un polymère chargé

A titre de comparaison, nous avons placé un échantillon de SF 10, qui est un absorbant résonnant, dans une cellule "court-circuit" et mesuré le coefficient de réflexion que nous représentons sur la figure 43.

Au vue des courbes, il apparaît que l'absorption obtenue à l'aide de polymères électroactifs est aussi performante que celle obtenue avec ce type de polymère chargé. De plus, la bande de fréquences (quelques GHz) où  $Re < -10 \text{ dB}$  est comparable pour les deux polymères.

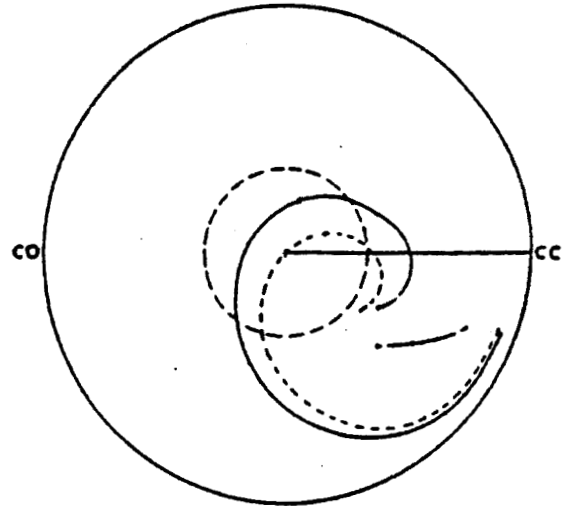
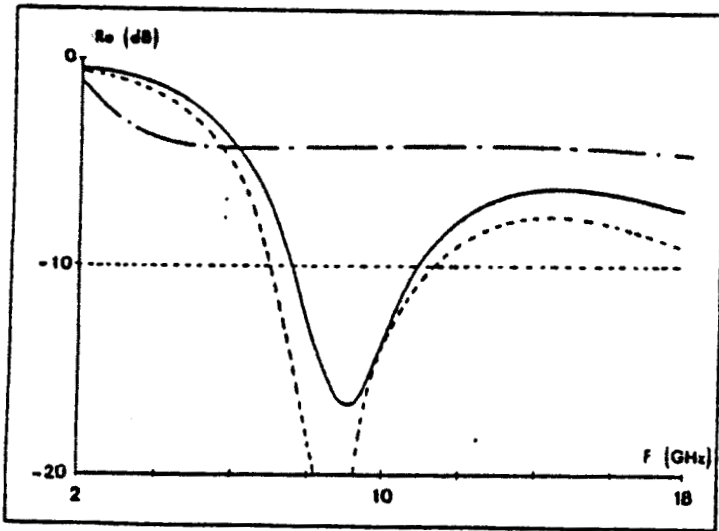


Figure 42. Evolution du coefficient de réflexion de la structure monocouche (3P-2) dans le temps

— . — . — . —      1er jour  
 - - - - -              15e jour  
 —————            17e jour

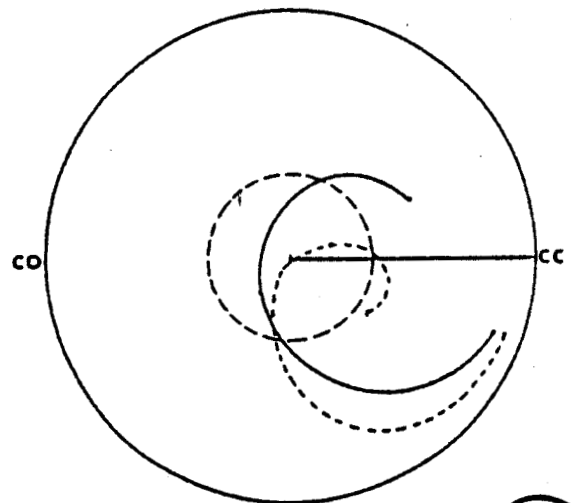
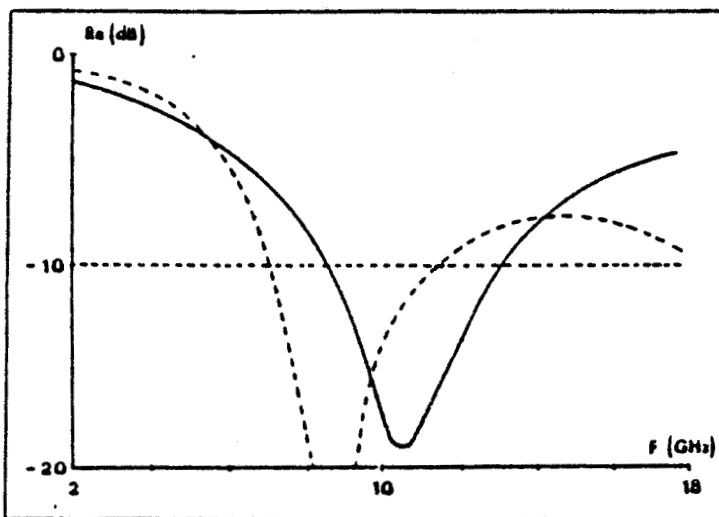


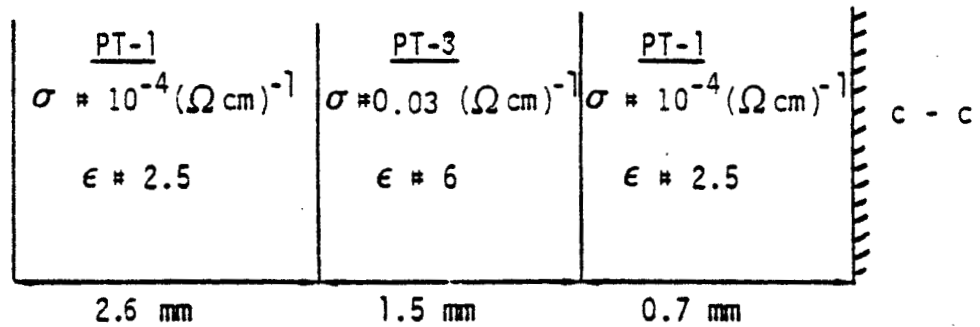
Figure 43. Allure du coefficient de réflexion du polymère chargé SF 10 (—) et du polyparaphénylène (-----)

## 2. ABSORBANT LARGE BANDE

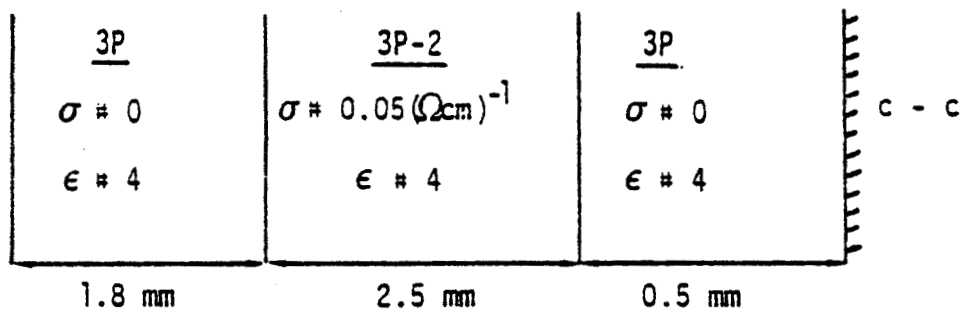
Pour obtenir l'absorption de l'onde sur une large bande de fréquences dans la gamme où nous effectuons nos mesures, nous avons réalisé des structures multicouches composées chacune de deux couches isolantes (ou très peu dopées) et d'une couche dopée.

Nous étudions les deux structures suivantes.

- Structure 1 : le matériau est du polythiophène



- Structure 2 : le matériau est du polyparaphénylène



L'épaisseur totale de chaque structure ne dépasse pas 5 mm .

### 2.1 Coefficient de réflexion de la structure 1

Sur la figure 44, nous donnons l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, à différentes températures. A température ambiante, il semble que les caractéristiques des couches ne sont pas favorables à l'absorption. On remarque cependant l'effet d'élargissement de bande quand la température diminue. Il y a alors diminution de  $\sigma$  et  $\epsilon$  de chaque couche.

Sur la figure nous avons également représenté les courbes obtenues par simulation numérique.

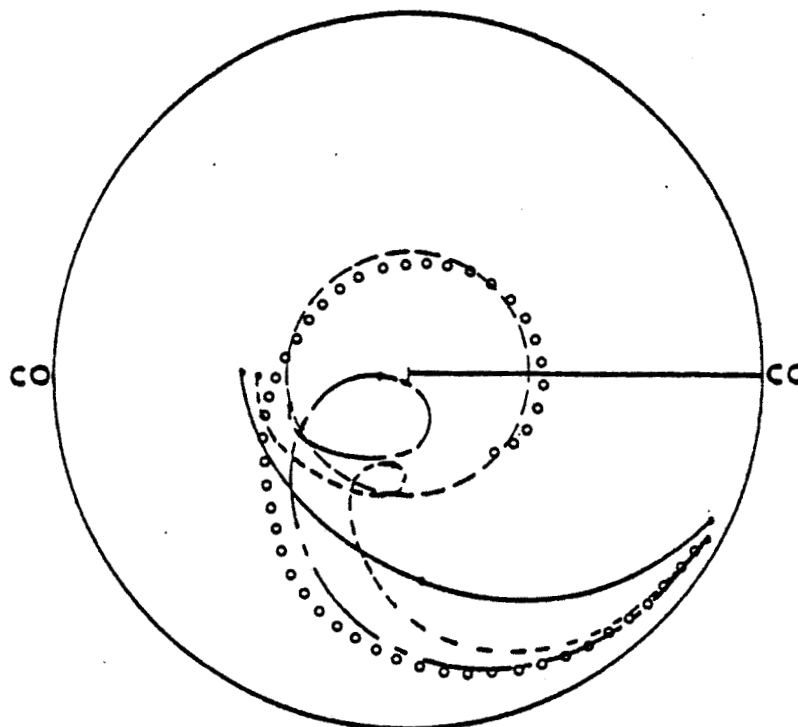
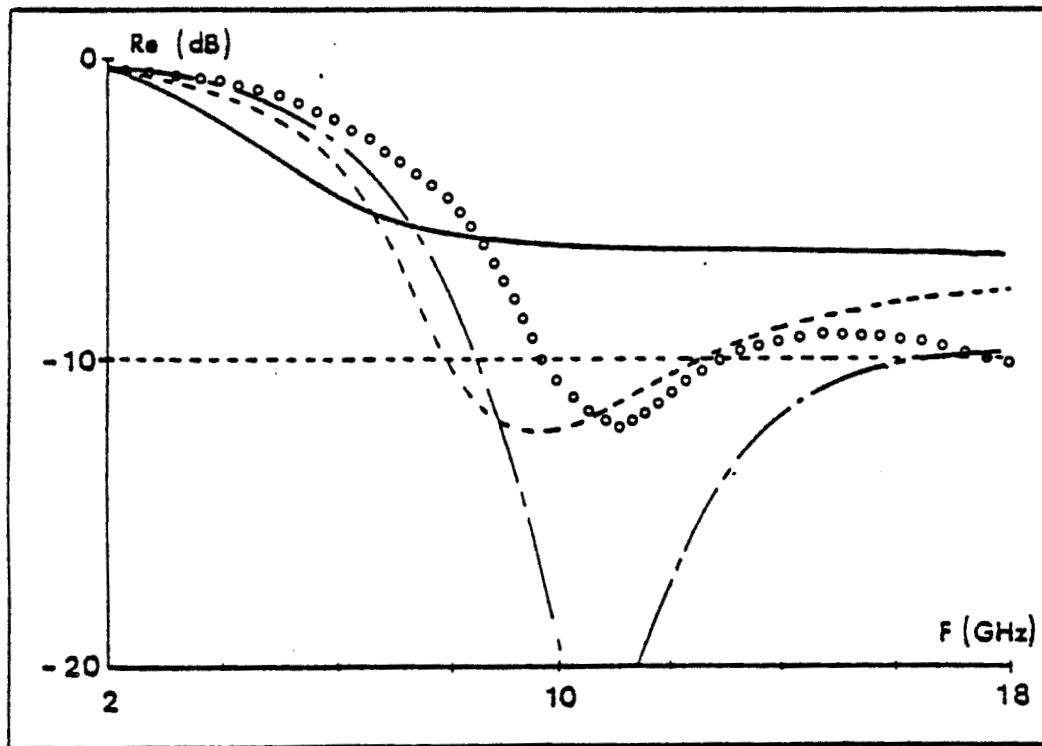


Figure 44. Evolution du coefficient de réflexion de la structure multicouches 1. avec la température

- 20°C
- - - - - 70°C
- · - · - 120°C
- · · · Courbe de simulation

## 2.2 Coefficient de réflexion de la structure 2

### *- Etude en température*

Sur la figure 45, nous présentons l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, à différentes températures. On constate que  $Re < -10$  dB à partir de 7 GHz environ, à température ambiante. Quand on diminue la température, la conductivité de la couche dopée diminue et passe par une valeur telle que l'on voit apparaître le phénomène de résonance. Dans ce cas, la bande de fréquences, où a lieu l'absorption, a tendance à se rétrécir.

### *- Etude du vieillissement*

Nous avons volontairement laissé la cellule, contenant la structure, hors de la boîte à gants et ainsi la couche dopée n'est protégée que par la couche isolante du côté de l'air (face avant).

Sur la figure 46 nous donnons l'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence, au cours du vieillissement du matériau. On constate que  $Re$  passe par un cas optimal (7<sup>e</sup> jour,  $Re < -12$  dB à partir de 7 GHz), puis tend à devenir de plus en plus élevé. Ceci montre que le matériau dopé se dégrade malgré la présence de la couche isolante (face avant), donc diminution de la conductivité de la couche dopée et par conséquent diminution de la capacité à absorber.

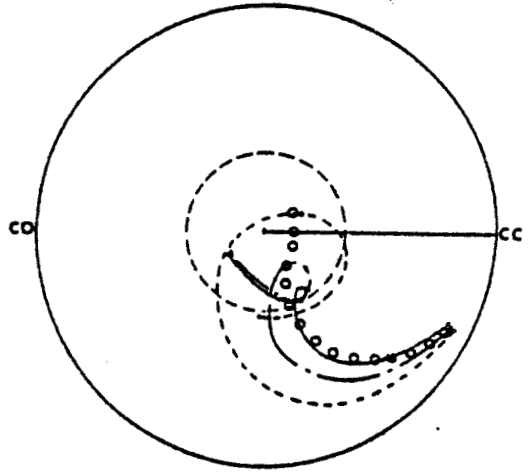
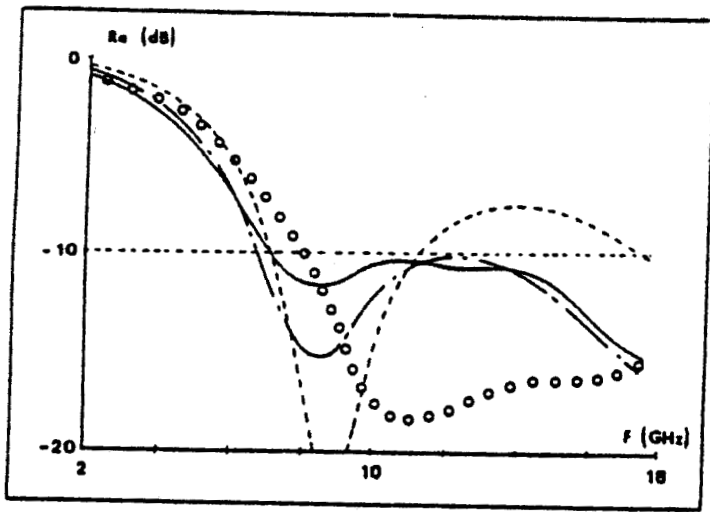


Figure 45. Evolution du coefficient de réflexion de la structure multicouches 2. avec la température

- 20°C
- - - - - 10°C
- . - . - 50°C
- o o o o o Courbe de simulation

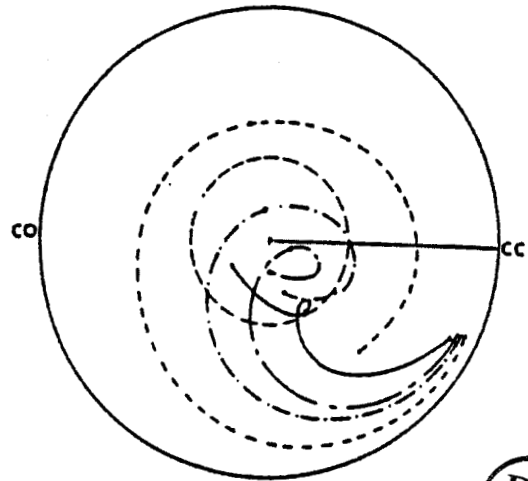
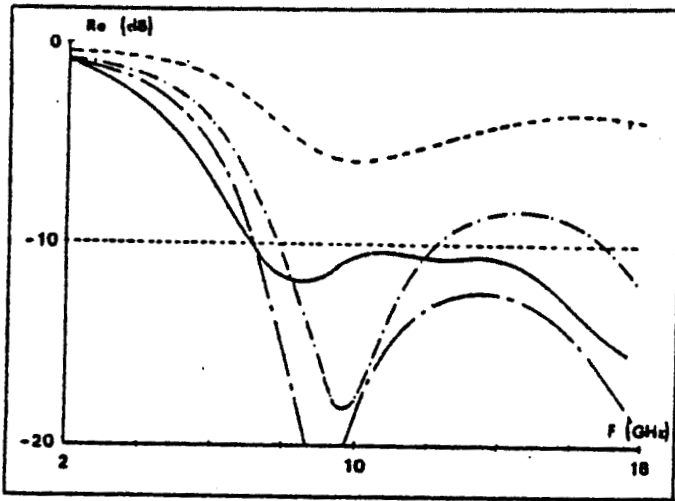


Figure 46. Evolution du coefficient de réflexion de la structure multicouches 2. dans le temps

- 1er jour
- - - - - 4e jour
- . - . - 7e jour
- . . . . 11e jour



### 3. COMPARAISON DES DIFFERENTS ABSORBANTS ET CONCLUSIONS

L'évolution du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence , à température ambiante, de différents types d'absorbant , est montré sur la figure 47. Nous donnons trois exemples, un absorbant résonnant, un absorbant large bande, tous deux réalisés à partir de polymères électroactifs, et un absorbant large bande type polymère chargé de ferrite (FGM 125 ,  $\mu = 1$ ).

On remarque la différence nette de largeur de bande entre les structures monocouche et multicouches. On constate également que le polymère chargé est absorbant dans les basses fréquences, tandis que la structure multicouches réalisée avec des matériaux non magnétiques, absorbe à des fréquences plus élevées, ce qui vérifie la simulation.

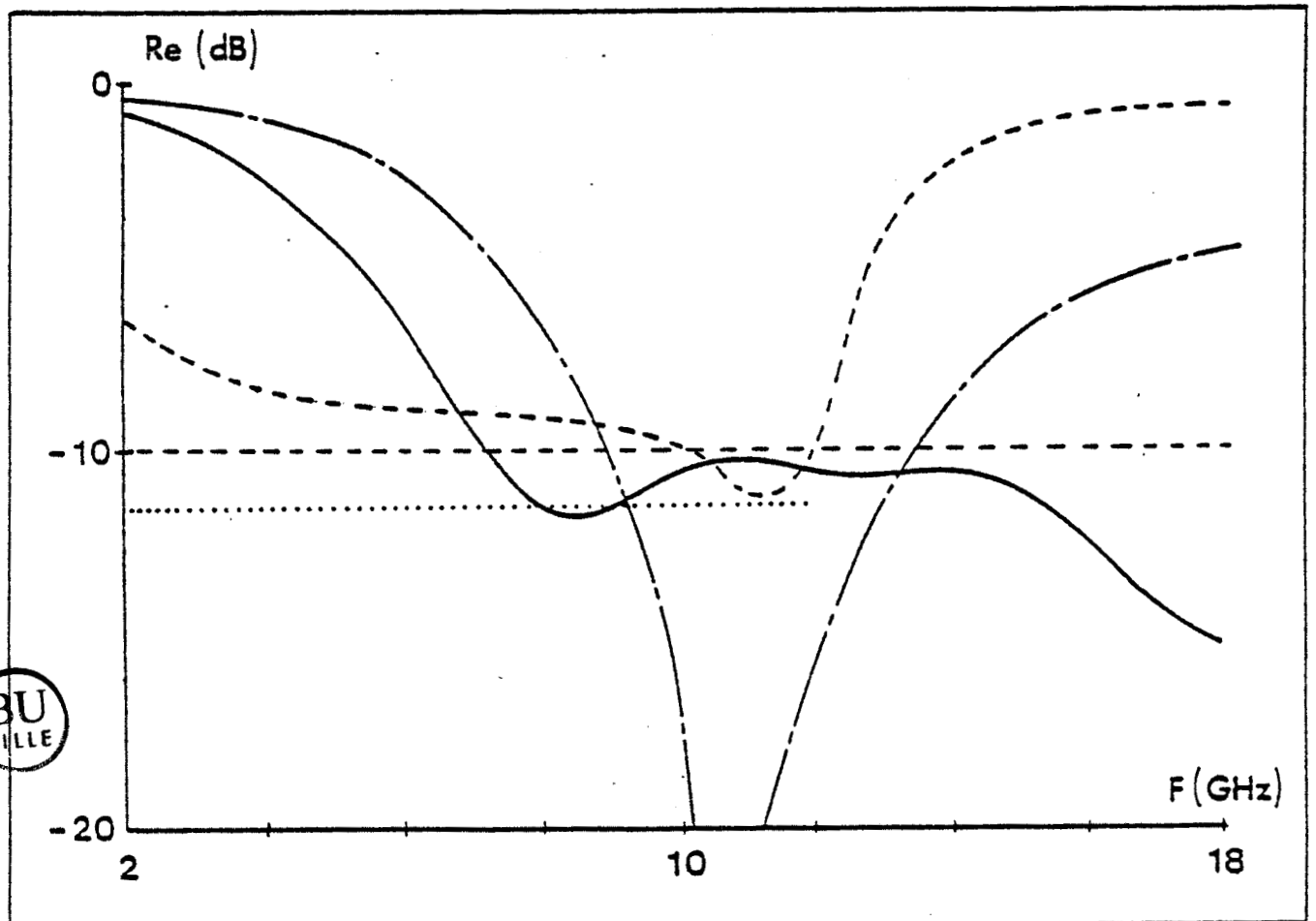


Figure 47. Coefficient de plusieurs types d'absorbants

- Structure multicouches
- - - - Structure monocouche
- . - . Polymère chargé (courbe expérimentale)
- ..... Polymère chargé (courbe donnée par le constructeur)



Dans ce chapitre, nous avons présenté différents résultats d'expériences effectuées sur des matériaux absorbants. Ces résultats préliminaires montrent l'intérêt d'utiliser les polymères électroactifs en tant qu'absorbants micro-ondes, dont les performances sont aussi bonnes que celles des absorbants de type polymère chargé.

La caractérisation des matériaux nous a montré que leurs conductivité et permittivité étaient favorables à l'absorption d'une onde électromagnétique. Ces valeurs concordent avec celles que l'on a trouvées par simulation numérique.

Les structures monocouche et multicouches ont été réalisées avec des échantillons se présentant sous forme de poudre. Il est difficile de tasser la poudre de façon homogène et régulière dans les cellules, cela entraîne de sensibles variations de la permittivité et de la conductivité des structures réalisées, en fonction du tassement. Ceci explique les écarts entre les résultats expérimentaux et les résultats obtenus par simulation numérique.

★ CONCLUSION ★

L'objectif de ce travail était de montrer la faisabilité d'un absorbant micro-ondes au moyen de polymères électroactifs. Nous avons, dans un premier temps, développé un modèle théorique, par simulation numérique, nous permettant de définir les conditions favorables à la réalisation d'absorbants.

Pour y parvenir, nous nous sommes imposés des hypothèses simplificatrices, onde plane en incidence normale dans la bande de fréquence 1 GHz - 100 GHz, paramètres physiques du milieu indépendants de la fréquence. Nous avons ainsi défini deux types classiques d'absorbant (l'absorbant résonnant et l'absorbant large bande) réalisés à partir de structures monocouche et multicouches de faibles épaisseurs.

Cette étude nous a permis de cerner les valeurs des caractéristiques physiques telles que la conductivité électrique  $\sigma$ , la permittivité  $\epsilon$  et la perméabilité magnétique  $\mu$ , de chaque structure.

Chaque paramètre a un rôle important pour la réalisation de l'absorbant et en pratique il faudra choisir des matériaux dont les caractéristiques se rapprochent au mieux de celles trouvées lors de la simulation. Nous avons vu que la présence d'un milieu magnétique dans la structure était indispensable pour réaliser l'absorbant large bande de faible épaisseur. Dans le cas de matériaux non magnétiques, seule la structure multicouches permet d'obtenir l'absorption large bande.

Ce travail nous a permis de déboucher sur une étude expérimentale de polymères électroactifs. Les échantillons étant conditionnés sous forme de film, de pastille ou de poudre, nous avons été amenés à utiliser différents types de cellule :

- la cellule "circuit-ouvert"
- la cellule "pastille"
- la cellule "court-circuit".

Les deux premières ont été utilisées pour la caractérisation électrique des matériaux, la troisième a été utilisée plus particulièrement pour la mesure du coefficient de réflexion des structures absorbantes (échantillon + court-circuit).

Les mesures de caractérisation ont été effectuées sur les analyseurs d'impédances dans la gamme 5 Hz - 1 GHz et sur l'analyseur de réseaux dans la gamme 2 GHz - 18 GHz. Ce dernier nous donnant également le coefficient de réflexion des structures. Ces dispositifs sont automatisés et permettent le calcul et la visualisation des résultats en temps réel.

Pour la caractérisation des échantillons, la mesure de la conductivité en fonction de la fréquence montre deux types d'évolution en fonction du dopage et de la fréquence, l'un en régime statique, l'autre en régime dynamique.

En ce qui concerne l'étude des échantillons absorbants, différentes structures ont été réalisées à l'aide des matériaux se présentant sous forme de poudre, chaque structure ayant une épaisseur de 5 mm. Nous avons obtenu l'absorbant résonnant (structure monocouche) et l'absorbant large bande (structures multicouches). Leurs performances sont comparables à celles des absorbants de type polymère chargé.

Nous avons considéré, lors de la simulation, la conductivité constante en fonction de la fréquence. Les expériences ont montré qu'elle évoluait en fonction de la fréquence, cependant, cette évolution n'a pas grande influence sur le coefficient de réflexion dans la gamme de fréquences 2 GHz - 18 GHz et les résultats expérimentaux sont en accord avec la simulation.

Nous pouvons envisager différents prolongements à ce travail :

- . Sur le plan simulation :
  - une étude, tenant compte d'autres modes que le mode T.E.M, et de l'évolution en fréquences des paramètres, permettrait d'évaluer quantitativement l'erreur introduite par les hypothèses simplificatrices.
  - la réalisation d'un programme d'optimisation des paramètres selon la structure et le type d'absorption désirée.
- . Sur le plan expérimental :
  - élaboration d'échantillons avec inclusions magnétiques dans le cas de structures monocouches
  - structures multicouches à gradients de permittivité et de conductivité

- extension des mesures, en propagation guidée, jusqu'à 26 GHz  
(analyseur de réseaux)
- développement d'un banc de mesure micrométrique, pour faire des expériences en vraie grandeur
- étude des problèmes mécaniques en fonction de la température.

★ BIBLIOGRAPHIE ★

- [ 1 ] R.E. COLLIN, Field Theory of guided waves, Mac Graw-Hill, Inc (1960)
- [ 2 ] D. MARCUSE, Light transmission optics, Van Nostrand Reinhold (1972)
- [ 3 ] A. FELDBLUM, Y.W. PARK, A.J. HEEGER, A.G. Mac DIARMID, J.Pol. Sci., 19, 173, (1981)
- [ 4 ] C. LEGRAND, Thèse doctorat 3e cycle, LILLE (1984)
- [ 5 ] Notice d'utilisation, Impedance Analyzer HP 4192 A
- [ 6 ] Notice d'utilisation, Impedance Analyzer HP 4191 A
- [ 7 ] M. RAZAZ, I. BRIAN DAVIES, I.E.E.E. Trans. M.T.T., 27, 6, 564 (1979)
- [ 8 ] J.P. PARNEIX, S. TOUTAIN, C. LEGRAND, I.E.E.E. Trans. M.T.T., 30, 2015 (1982)
- [ 9 ] S. VILLERS, rapport D.E.A., LILLE (1983)
- [ 10 ] A. M'KADMI, rapport D.E.A., LILLE (1985)
- [ 11 ] J.P. PELLETIER, Méthodes numériques appliquées au calcul scientifique, MASSON (1971)
- [ 12 ] J.P. PARNEIX, Thèse doctorat d'état, LILLE (1982)
- [ 13 ] Les antennes, Notice d'utilisation PHILIPS /SILVERS LAB
- [ 14 ] N. KHAYATA, rapport D.E.A., LIMOGES (1979)
- [ 15 ] Tables of Dielectric Dispersion, National Bureau of Standards, Circular 89
- [ 16 ] Les échantillons de polyacétylène nous ont été fournis par le Groupe de la Dynamique des Phases condensées, MONTPELLIER, P. BERNIER, M. GALTIER
- [ 17 ] G. FROYER, J. JERPHAGNON, l'Echo des Recherches, 114 (1983)
- [ 18 ] H. SHIRAKAWA, S. IKEDA, J. Pol. Sci, 12, 11 (1974)
- [ 19 ] Les échantillons de polyparaphénylène nous ont été fournis par le département ROC / TIC du C.N.E.T.. Lannion, G. FROYER, F. MAURICE, Y. PELOUS
- [ 20 ] T. YAMAMOTO, A. YAMAMOTO, Chem. Soc. Jap ; Chem. Letters (1977) 353
- [ 21 ] P. KOVACIC, A. KYRIAKIS, J. Am. Chem. Soc., 85 (1963) 454
- [ 22 ] P. KOVACIC, J. OZIOMEK, J. Org. Chem, 29, 100 (1964)

- [ 23 ] J.Y. GOBLOT, Thèse docteur-ingénieur, RENNES (1984)
- [ 24 ] Les échantillons de polythiophène nous ont été fournis par le Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique, ORSAY, G. TOURILLON
- [ 25 ] G. TOURILLON, F. GARNIER, J. Electroanal. Chem., 135, 173 (1982)
- [ 26 ] Les échantillons de polymères chargés nous ont été fournis par la Société Emerson & Cuming, AUBERVILLIERS
- [ 27 ] A. J. EPSTEIN, H. ROMMELMANN, M. ABKOWITZ, J.W. GIBSON  
Phys. Rev. Letters, 47, 21, (1981)
- [ 28 ] J.P. PARNEIX, S.VILLERS, M. EL KADIRI, G. FROYER, F. MAURICE, J.Y. GOBLOT  
Mol. Cryst. Liq. Cryst., à paraître (1985)
- [ 29 ] M. EL KADIRI, J.P. PARNEIX, A. CHAPOTON, Annales de Physique à paraître  
(1985)
- [ 30 ] S. KIVELSON, Phys. Rev. B, 25, 6, 3798 (1982)
- [ 31 ] K. EHINGER, S. SUMMERFIELD, W. BAUHOFER, S. ROTH, J. Phys. C :  
Solid State Phys., 17 (1984)
- [ 32 ] M. EL KADIRI, Thèse doctorat d'état, LILLE, à paraître (1986)



★ ANNEXES ★

## ANNEXE I

Les polymères électroactifs voient leur conductivité alternative évoluer suivant une loi du type  $f^s$  où  $s$  est inférieur à 1.

Nous donnons dans les pages suivantes quelques courbes typiques (Figures 48,49,50) obtenues par simulation numérique, du coefficient de réflexion dans la gamme 2 GHz - 18 GHz, dans les cas :

1.  $\sigma$  constant
2.  $\sigma$  évolue avec la fréquence.

Nous donnons également quelques courbes, en introduisant des erreurs relatives de 10 % sur la permittivité et sur la conductivité, pour une structure monocouche et pour une structure multicouches.

## Evolution de Re avec $\sigma$ constant ou variable avec la fréquence

Les figures 48, 49 et 50 montrent l'évolution du coefficient de réflexion dans le cas où  $\sigma$  est constant en fonction de la fréquence (courbe 1) et dans le cas où  $\sigma$  varie en fonction de la fréquence (courbe 2), dans la gamme de fréquence 2 GHz - 18 GHz, pour des structures monocouches.

Pour des structures monocouches (figures 48 et 49), on s'aperçoit que :

- à la fréquence de résonance, le coefficient de réflexion est plus faible quand  $\sigma$  est constant.
- en fin de gamme, le coefficient de réflexion est plus faible quand  $\sigma$  évolue avec la fréquence.

Cependant, les écarts restent faibles dans toute la gamme de fréquences, pour les exemples que nous avons choisis et qui se rapprochent des cas expérimentaux. Nous pouvons donc considérer l'effet comme négligeable dans cette gamme.

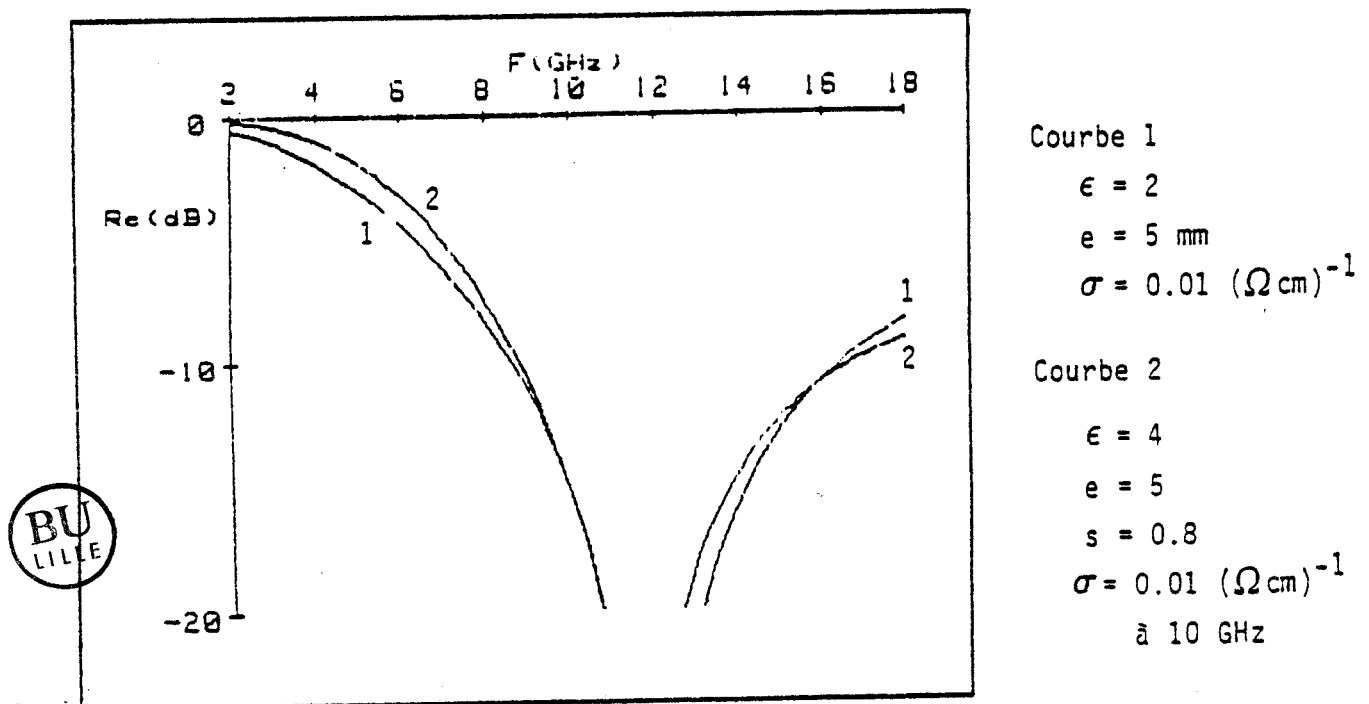
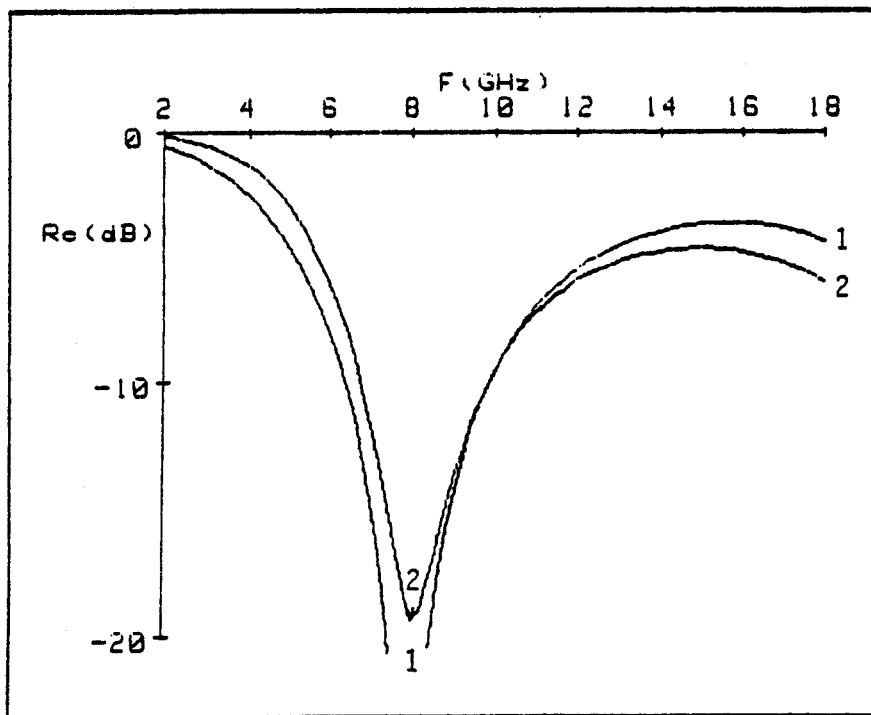


Figure 48.



Courbe 1

$$\begin{aligned} \epsilon &= 4 \\ e &= 5 \text{ mm} \\ \sigma &= 0.01 \text{ } (\Omega \text{ cm})^{-1} \end{aligned}$$

Courbe 2

$$\begin{aligned} \epsilon &= 4 \\ e &= 5 \text{ mm} \\ s &= 0.8 \\ \sigma &= 0.01 \text{ } (\Omega \text{ cm})^{-1} \\ &\text{à } 10 \text{ GHz} \end{aligned}$$

Figure 49.

Dans le cas d'une structure bicouche (figure 50), le coefficient de réflexion lorsque  $\sigma$  évolue en fonction de la fréquence (courbe 2) est différent de celui calculé avec  $\sigma$  constant (courbe 1). Dans l'exemple traité, cette différence se manifeste à des fréquences supérieures à 10 GHz.

Il est facile d'introduire cette évolution de  $\sigma$  en fréquence dans le programme de simulation. Cette évolution doit être donnée par la caractérisation du matériau.

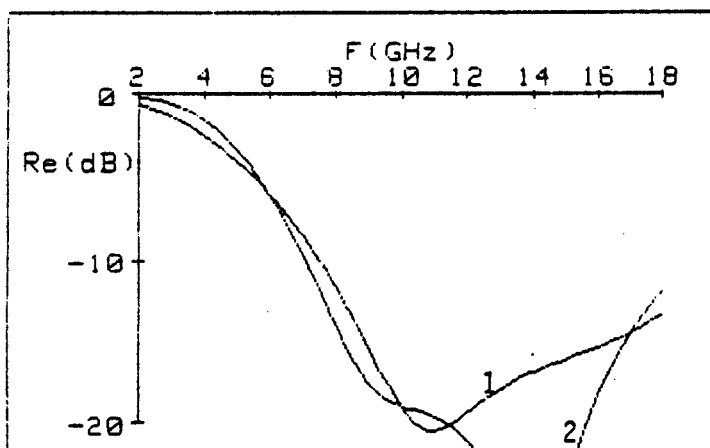


Figure 50.

Structure bicouche 1

$\sigma = 0$	$\sigma = 0.05$
$\epsilon = 4$	$(\Omega \text{ cm})^{-1}$
	$\epsilon = 4$

2 mm

3 mm

Structure bicouche 2

$\sigma = 0$	$\sigma = 0.05$
	$(\Omega \text{ cm})^{-1}$
	$s = 0.8$
	à 10 GHz
$\epsilon = 4$	$\epsilon = 4$

2 mm

3 mm



Variations de  $R_e$  compte tenu d'éventuelles erreurs sur  $\sigma$  et  $\epsilon$

Examinons tout d'abord le cas d'une structure monocouche. Si on commet une erreur relative de 10 % sur la permittivité on remarque que la fréquence de résonance se déplace de quelques dixièmes de GHz, pour notre exemple (figure 51). En effet, cette fréquence augmente quand  $\epsilon$  diminue, ( voir page 70 ).

Une erreur relative de 10 % sur la conductivité a très peu d'influence sur le coefficient de réflexion comme le montre la figure 52.

Dans le cas d'une structure bicouches, une erreur relative de 10 % sur la permittivité (figure 53) ou sur la conductivité (figure 54) entraîne des variations de quelques dB du coefficient de réflexion.

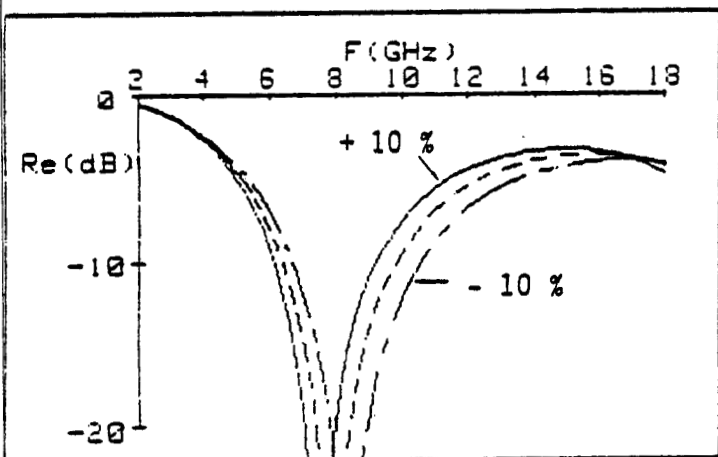


Figure 51.

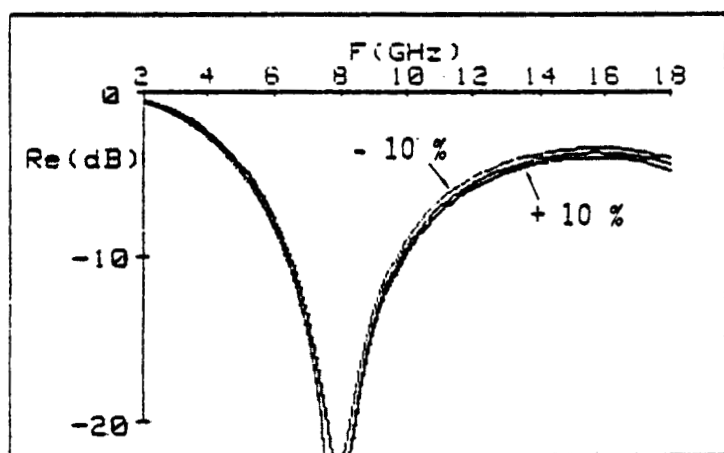


Figure 52.

-----  $\sigma = 0.01 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ,  $\epsilon = 4$ ,  $e = 5 \text{ mm}$

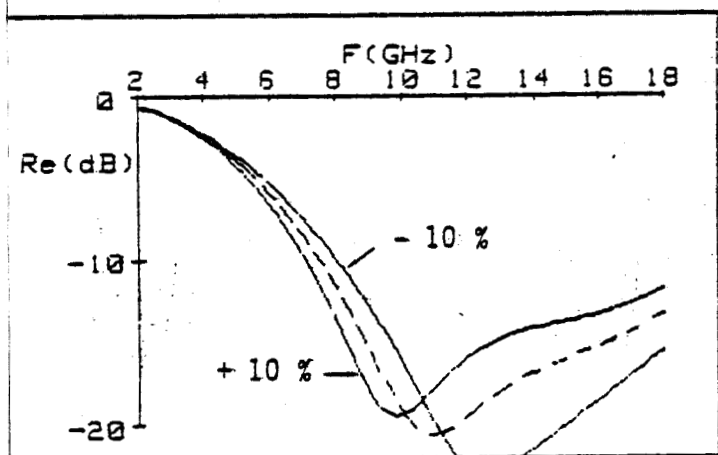


Figure 53.

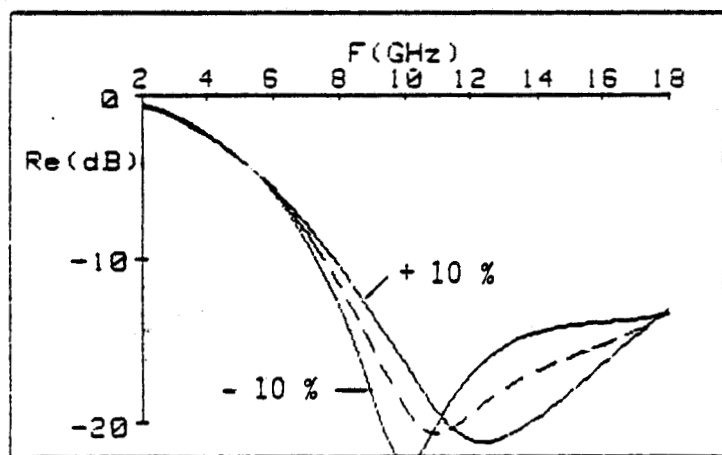
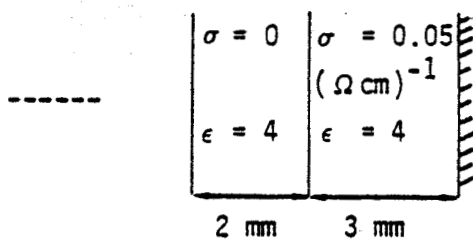


Figure 54.



## ANNEXE II

### INCIDENCE OBLIQUE

#### Introduction

Une cible éclairée par un radar est définie par sa surface équivalente  $S_e$ . Si à l'endroit de la cible, la densité de puissance est  $p$  et si la cible rayonne dans la direction du radar (incidence normale) une certaine densité de puissance, tout se passe comme si la cible rayonnerait de façon omnidirectionnelle une puissance  $p.S_e$ .

Si l'on prend le cas d'une plaque plane pour cible :

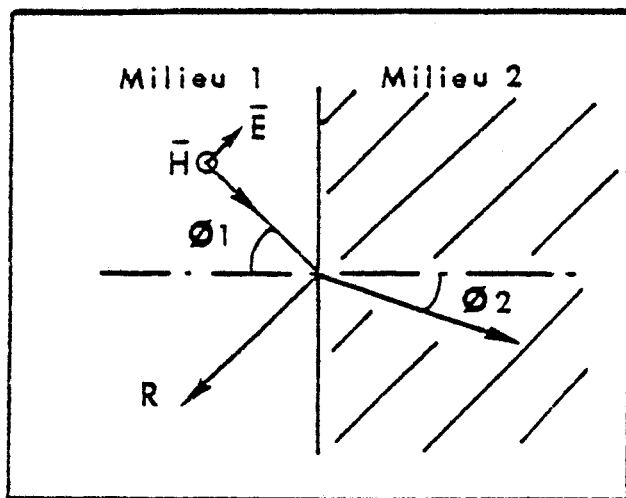


Se est très grande si  $\theta = 0$ , mais très faible si  $\theta$  s'écarte de la normale de quelques dixièmes de degrés [ 33 ].

En général, la surface équivalente moyenne d'une cible est pratiquement la même (à 50 % près), que l'onde est utilisée soit en polarisation horizontale, verticale ou circulaire. Si l'on s'écarte de la normale, il y a peu de chance de retour de l'onde.

Nous présentons, dans cet annexe, le principe de la méthode de calcul du coefficient de réflexion dans le cas d'une onde en incidence oblique sur un milieu semi-conducteur, pour deux types de polarisation : parallèle, perpendiculaire.

[ 33 ] M. CARPENTIER, Radars Bases modernes, 4e ed., Masson (1981).



Indice de réfraction

$$n = \frac{\beta_2}{\beta_1}$$

$\beta_2$  et  $\beta_1$  sont les constantes de propagation dans les milieux 1 et 2.

$$\sin \phi_2 = \frac{1}{n} \cdot \sin \phi_1$$

Figure 55. Polarisation parallèle.

1er cas :- Onde polarisée dans le plan d'incidence (figure 55).

Le champ électrique est contenu dans le plan d'incidence et le coefficient de réflexion s'écrit de la façon suivante :

$$R^* = R_{//} = \frac{Z_2 \cdot \cos \phi_2 - Z_1 \cdot \cos \phi_1}{Z_2 \cdot \cos \phi_2 + Z_1 \cdot \cos \phi_1}$$

2e cas : Onde polarisée normalement au plan d'incidence.

Dans ce cas c'est le champ magnétique qui est contenu dans le plan d'incidence et

$$R^* = R_{\perp} = \frac{Z_2 \cdot \cos \phi_1 - Z_1 \cdot \cos \phi_2}{Z_2 \cdot \cos \phi_1 + Z_1 \cdot \cos \phi_2}$$

Les courbes suivantes représentent le coefficient de réflexion en fonction de la fréquence pour plusieurs angles d'incidence, dans le cas du milieu semi-infini non magnétique avec  $\epsilon = 1$  et  $\sigma = 0,01 (\Omega \text{cm})^{-1}$ , (figures 56 et 57). On peut considérer l'effet comme négligeable tant que l'angle d'incidence est inférieur à  $45^\circ$ .

Dans le cas d'une polarisation perpendiculaire, plus l'angle d'incidence est élevé, plus le coefficient de réflexion est élevé. Tandis que dans le cas d'une polarisation parallèle, le coefficient de réflexion diminue tant que l'angle d'incidence ne dépasse pas une certaine valeur ( $70^\circ$  pour notre exemple) qui correspond à l'angle de Brewster [ 34 ] , au-delà de cet angle critique le coefficient de réflexion redevient élevé.



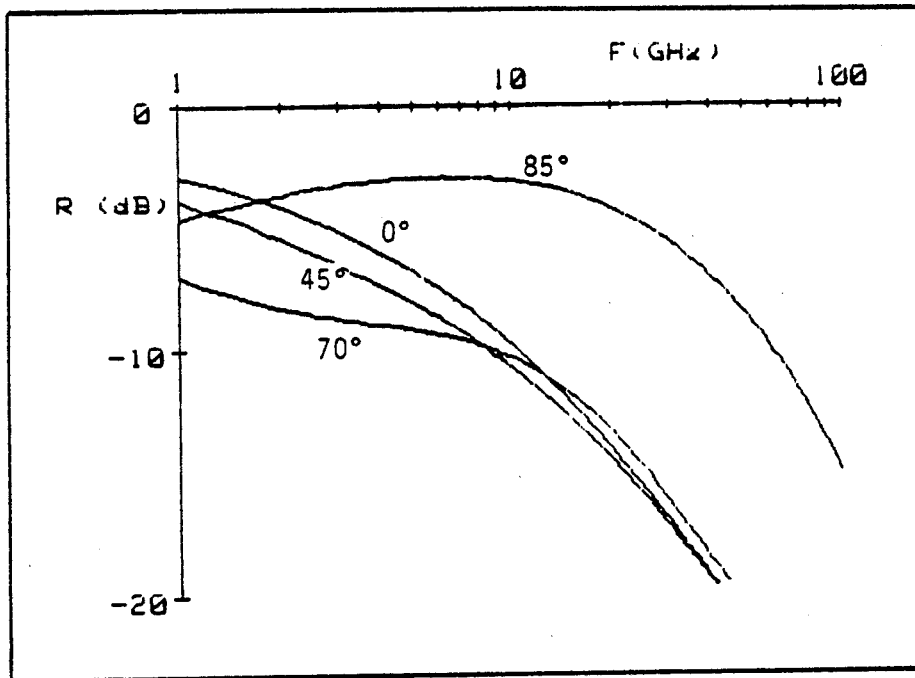


Figure 56. Polarisation parallèle.

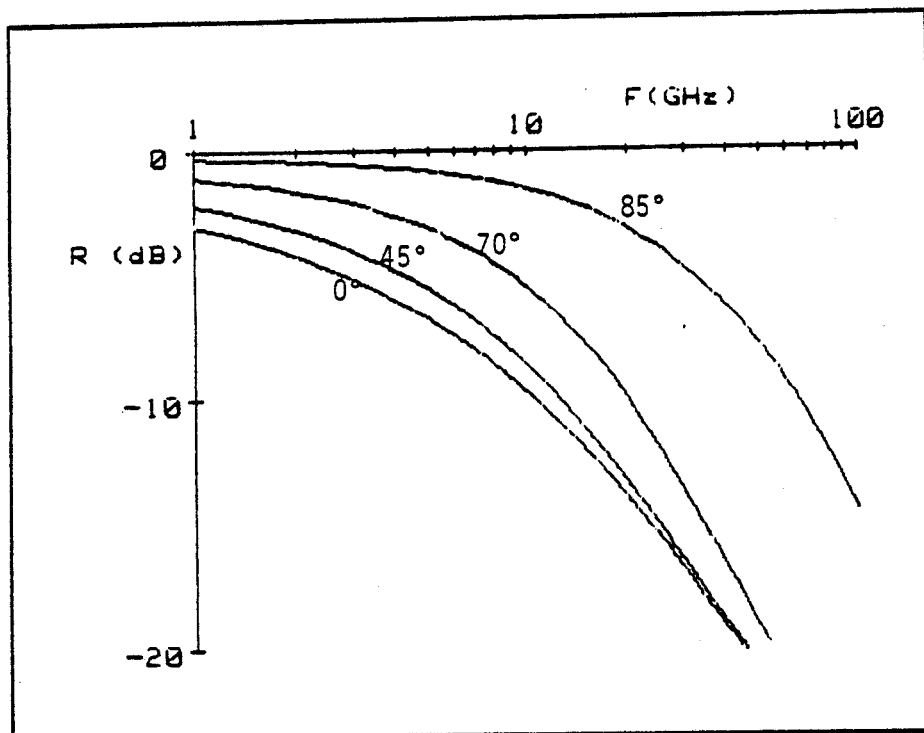
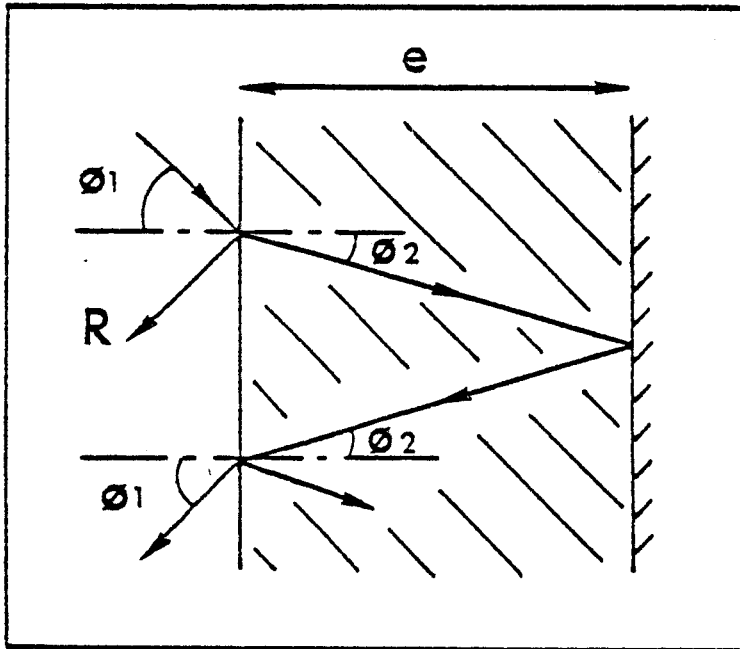


Figure 57. Polarisation perpendiculaire.



Milieu d'épaisseur  $e$  déposé sur un plan métallique



Dans ce cas, intervient le phénomène de réflexions multiples.

$$\sin \Phi_2 = \frac{1}{n} \cdot \sin \Phi_1$$

La forme générale du coefficient de réflexion s'écrit :

$$R_e = \frac{R - \exp(-2\gamma d)}{1 - R \cdot \exp(-2\gamma d)}$$

Dans le cas de l'incidence oblique,  $d > e$  et  $d = \frac{e}{\cos \Phi_2}$

Donc :

$$R_e = \frac{R - \exp\left(-2 \frac{e}{\cos \Phi_2}\right)}{1 - R \exp\left(-2 \frac{e}{\cos \Phi_2}\right)}$$

$R = R_{//}$  si la polarisation est parallèle .

$R = R_{\perp}$  si la polarisation est perpendiculaire.

Les figures 58 et 59 montrent que le coefficient de réflexion ne varie pas de façon importante tant que l'angle d'incidence est inférieur à  $45^\circ$ . Pour cet exemple,  $\sigma = 0.01 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ ,  $\epsilon = 4$ ,  $e = 5 \text{ mm}$ .

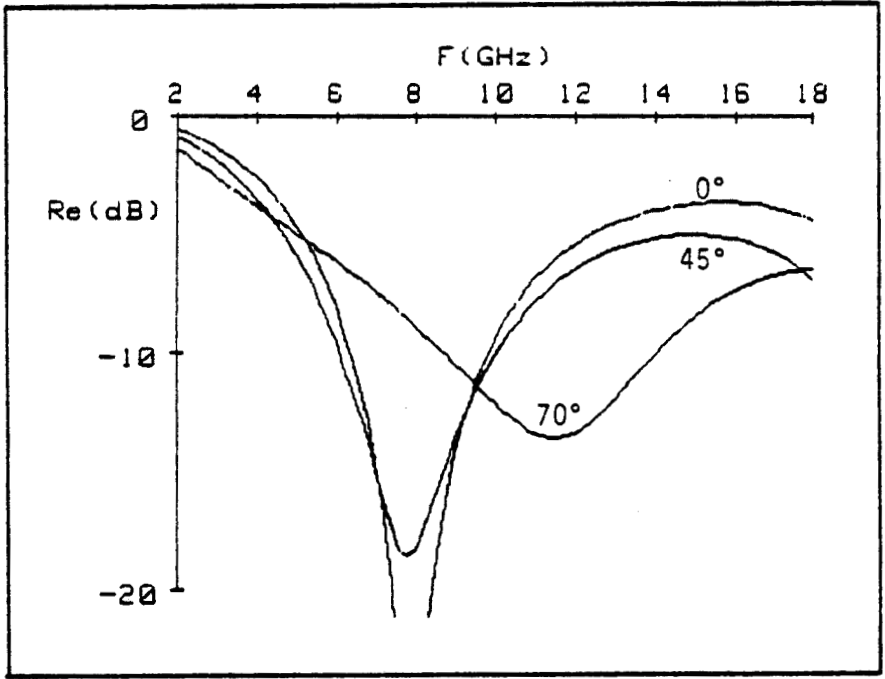


Figure 58 Polarisation parallèle.

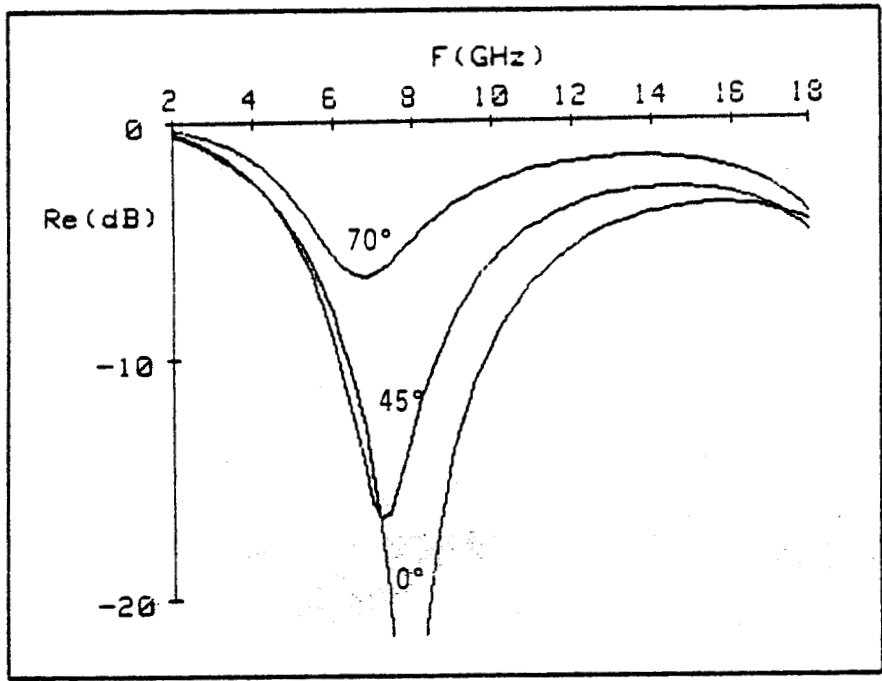


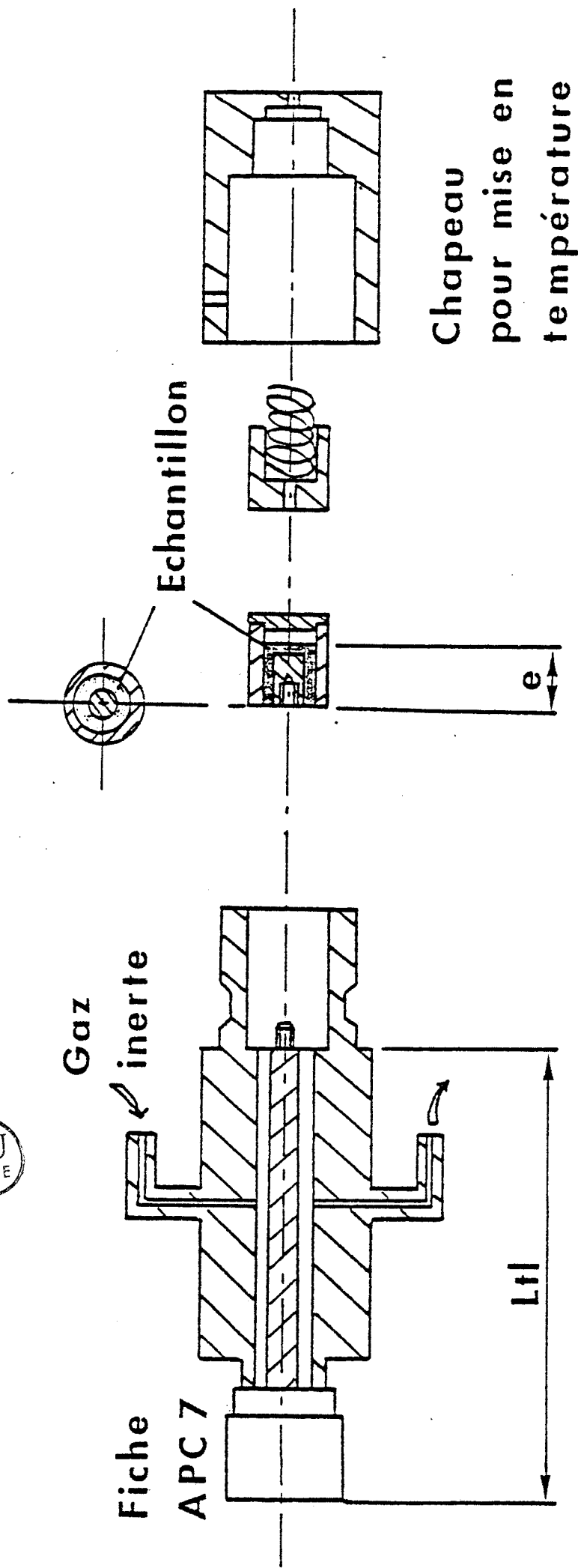
Figure 59 Polarisation perpendiculaire.



ANNEXE III

Schémas des cellules de mesure

1. Cellule "circuit-ouvert"
2. Cellule "court-circuit".

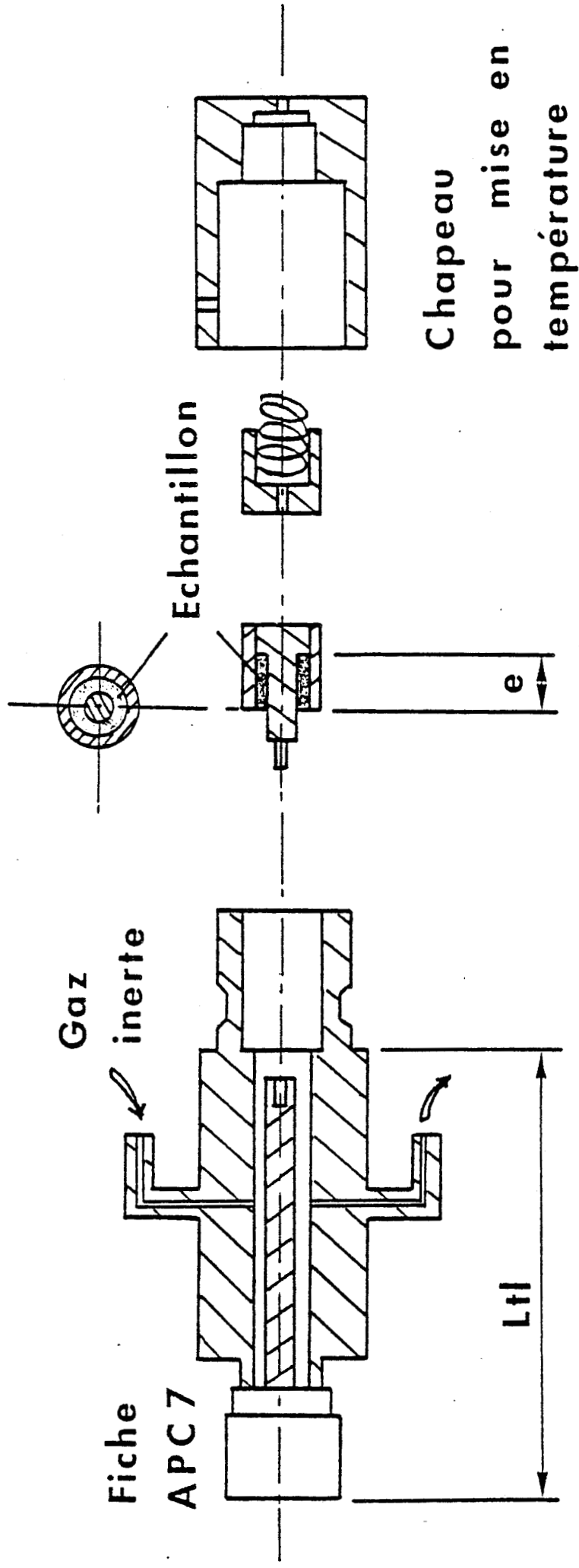


Porte échantillon

Ligne de transition

Chapeau pour mise en température

CELLULE "CIRCUIT-OUVERT"



Ligne de transition

Porte échantillon

Chapeau pour mise en température



CELLULE "COURT-CIRCUIT"

## RESUME

Le travail présenté dans ce mémoire décrit l'étude de la réflexion d'une onde électromagnétique sur un milieu semi-conducteur et montre la faisabilité d'un absorbant micro-ondes, de faible épaisseur, au moyen de polymères électroactifs.

L'étude, par simulation numérique, du coefficient de réflexion du milieu défini par les paramètres physiques tels que la permittivité  $\epsilon$ , la conductivité  $\sigma$ , la perméabilité magnétique  $\mu$ , nous a permis de cerner les conditions favorables au blindage électromagnétique.

Deux types d'absorbants ont été ainsi définis ; la structure est soit "monocouche", soit "multicouches" : l'absorbant résonnant et l'absorbant large bande.

Différents dispositifs de mesures automatiques sont décrits. Ils permettent de déterminer expérimentalement le coefficient de réflexion des différentes structures, de calculer la permittivité et la conductivité des matériaux étudiés. Après avoir caractérisé les échantillons, nous avons réaliser quelques structures absorbantes dont nous avons déterminé les performances. Les résultats expérimentaux obtenus dans ces différents cas sont présentés et comparés aux absorbants de type polymères chargés qui sont disponibles actuellement.

MOTS CLES : Simulation  
Absorbant  
Blindage  
Conductivité  
Polymères  
Polymères conducteurs  
Polymères électroactifs

