

N° d'ordre : 549 .

5037  
199  
20

50376  
1990  
203

# THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE FLANDRES ARTOIS

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE**

**Spécialité : Electronique**

par

Jean-Jacques BONTE



**CONTRIBUTION A LA CARACTERISATION ELECTROMAGNETIQUE  
DE NOUVEAUX MATERIAUX DANS UNE LARGE  
BANDE DE FREQUENCES**



030 030182 4

Soutenue le 29 Juin 1990 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :	MM.	G.	SALMER	Président
		J.P.	PARNEIX	Directeur de Thèse
		L.	FAUCON	Directeur de Thèse
		A.	LE MEHAUTE	Rapporteur
		A.	CHAPOTON	Rapporteur
		J.P.	CHAUMAT	Examineur
		J.M.	GUYON-GELLIN	Examineur

*Cette étude a été réalisée au sein de l'équipe "Nouveaux Matériaux" du Centre Hyperfréquences et Semiconducteurs de l'Université des Sciences et Techniques de Lille, dirigé par Monsieur le Professeur SALMER. Il m'honore de sa présence en présidant le jury de cette thèse.*

*Le sujet de ce travail m'a été proposé par Monsieur le Professeur J.P. PARNEIX qui en a assuré la direction conjointement avec Monsieur L. FAUCON. Qu'ils soient assurés de ma gratitude pour leur disponibilité et l'aide constante qu'ils m'ont apportées.*

*Je remercie tout particulièrement Monsieur le Professeur A. CHAPOTON qui a porté un intérêt constant à ce sujet et a bien voulu rapporter sur cette thèse. Son aide et sa compétence m'ont été très profitables lors de nombreuses phases de ce travail, comme les nombreuses discussions que nous avons eues.*

*Mes remerciements vont également à Monsieur LE MEHAUTE Directeur de recherche du Laboratoire de Marcoussis de la Compagnie Générale d'Electricité, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de juger ce travail ; qu'il me soit permis de lui témoigner toute ma reconnaissance.*

*Je suis très sensible à la présence de Monsieur J.P. CHAUMAT, Ingénieur à la Société Nationale des Poudres et Explosifs et à celle de Monsieur J.M. GUYON-GELLIN Ingénieur civil à la DRET pour leur participation à ce jury.*

*Je tiens à témoigner toute ma sympathie à Madame E. DELOS, Madame S. LEPILLIET et particulièrement Monsieur E. PLAYEZ de la Centrale de Caractérisation.*

*Je tiens à remercier également pour leur aide amicale et leur gentillesse l'ensemble de mes collègues du laboratoire et tout spécialement les membres de l'équipe "Nouveaux Matériaux" : Messieurs C. LEGRAND, O. BRIHAYE, J. HINOJOSA, A. M' KADMI.*

*Je remercie tout le personnel technique et administratif et en particulier Messieurs ANDRIES, JENNEQUIN, MICHON pour leur concours efficace en réalisant les cellules de mesures et Messieurs DEHORTER et LEMAIRE qui ont assuré la reproduction de ce mémoire.*

*Enfin, j'adresse mes vifs remerciements à Madame DERUDDER et également à Madame VANDAELE pour la qualité de leur travail, et la patience qu'elles ont eue en assurant la composition de cette thèse, réalisée au CITI à l'aide du logiciel de traitement de texte MINT, imprimante P400ps.*

A Mylène,  
à Nicolas,  
à mes parents.

## **Table des Matières**

**1 ère partie: Techniques expérimentales de caractérisation de matériaux.**

<b>1. Mesures à l'analyseur de réseaux</b>	<b>3</b>
1.1 Principe des mesures	3
1.2 Performances de la mesure	4
1.2.1 Calibrage de l'analyseur de réseaux	4
1.2.2 Incertitudes sur les paramètres mesurés	7
1.3 Conclusion	8
<b>2. Caractérisation électromagnétique fréquentielle de matériaux</b>	<b>9</b>
2.1 Introduction	9
2.2 Cellule de mesure	10
2.2.1 Choix de la méthode de mesure	10
2.2.2 Conception de la cellule	10
2.2.3 Etalonnage	11
2.3 Configuration de type quadripôle	14
2.3.1 Calcul de la permittivité et la perméabilité	14
2.3.2 Validation expérimentale de la méthode	16
2.3.2.1 Matériaux à faibles pertes	16
2.3.2.2 Matériaux avec pertes	17
2.4 Configuration de type dipôle	18
2.4.1 Détermination de la permittivité	18
2.4.2 Validation expérimentale de la méthode	20
2.4.2.1 Matériaux à faibles pertes	20
2.4.2.2 Matériaux avec pertes	20
2.5 Défauts inhérents à l'imperfection des contacts échantillon-cellule	21
2.5.1 Modélisation des contacts échantillon-cellule	21
2.5.2 Précision et correction à apporter par la présence de lames d'air entre conducteurs et échantillon.	22
2.5.3 Validation expérimentale	24
2.6 Influence des incertitudes de mesure	26
2.6.1 Choix d'une longueur optimale	26
2.6.2 Précision propre à la mesure	27
2.6.2.1 Description de la méthode adoptée	27
2.6.2.2 Application à la détermination de la précision sur les caractéristiques $\epsilon_r$ et $\mu_r$	28
2.6.2.3 Précision des mesures lors de l'utilisation de la cellule dans sa configuration de type dipôle	29
2.7 Conclusion	33

<b>3. Caractérisation d'absorbants microondes</b>	<b>34</b>
3.1 Introduction	34
3.2 Mesures d'absorbants en chambre anéchoïde	35
3.2.1 Dispositif de mesure	35
3.2.2 Principe de la mesure	36
3.2.2.1 Notion de champ lointain	36
3.2.2.2 Acquisition du coefficient de réflexion	38
3.2.3 Limitations de la méthode	38
3.3 Caractérisation fréquentielle d'un absorbant à partir d'une analyse temporelle	39
3.3.1 Description du dispositif	39
3.3.2 Description de la méthode	41
3.3.3 Limitation et précisions de la méthode	42
3.3.3.1 Influence de la fonction "fenêtre" lors du passage dans le domaine temporel	42
3.3.3.2 Notion de portée	44
3.3.3.3 Résolution	45
3.3.3.4 Influence de la porte	46
3.4 Validation des méthodes de caractérisation d'absorbants	47
3.5 Conclusion	47
<b>2 ème partie: Application à l'étude de matériaux aux propriétés électromagnétiques spécifiques.</b>	
<b>4. Structures hétérogènes</b>	<b>49</b>
4.1 Introduction	49
4.2 Etude expérimentale	50
4.2.1 Etude du terme $\mu_r \epsilon_r$	50
4.2.2 Propriétés électriques des mélanges	52
4.2.3 Propriétés magnétiques des mélanges	53
4.3 Interprétation des résultats expérimentaux	58
4.3.1 Rappel de quelques modèles théoriques	58
4.3.2 Comparaison mesure-lois de mélange	60
4.4 Conclusion	64
<b>5. Matériaux magnétiques : les ferrites</b>	<b>65</b>
5.1 Introduction	65
5.2 Généralités	65
5.3 Présentation et description des ferrites spinelles	66
5.4 Description des principaux phénomènes observés	69
5.4.1 Propriétés magnétiques	69
5.4.2 Propriétés électriques	71
5.5 Etude expérimentale de ferrites Nickel Zinc	71
5.5.1 Etude préliminaire - Effet du tassement	72
5.5.2 Etude du ferrite $Ni_{0.4}Zn_{0.5}Co_{0.1}Fe_2O_4$	73
5.5.3 Influence de la synthèse des ferrites	73
5.6 Etude expérimentale de ferrites Manganèse Zinc	74

5.7	Etude de mélanges résine-ferrites	76
5.7.1	Mélange à base de ferrite Nickel Zinc	76
5.7.2	Mélange à base de ferrite Manganèse Zinc	77
5.8	Conclusion	79
<b>6.</b>	<b>Etude d'absorbants microondes</b>	<b>80</b>
6.1	Introduction	80
6.2	Modèles théoriques - Développement d'un logiciel de simulation	81
6.2.1	Etude de la réflexion sur une structure plane semi-infinie	81
6.2.2	Etude de la réflexion sur une structure plane multicouches	84
6.2.3	Développement d'un logiciel de simulation	86
6.2.4	Influence de l'angle d'incidence et de la polarisation	87
6.3	Application du logiciel développé	88
6.3.1	Validation expérimentale à partir de matériaux connus	88
6.3.1.1	Structure monocouche	90
6.3.1.2	Structure multicouches.	90
6.3.2	Recherche d'une structure optimale	91
6.3.2.1	Utilisation de matériaux magnétiques	91
6.3.2.2	Optimalisation à partir d'une structure donnée	92
6.3.2.3	Utilisation de matériaux hétérogènes	95
6.4	Conclusion	99
	<b>Conclusion</b>	<b>100</b>
	<b>Bibliographie</b>	

Remarque générale : Les variables représentant les diverses permittivités  $\epsilon$  et perméabilités  $\mu$  ainsi que les variables qui en découlent sont des variables complexes.  
 $\Re(x)$  représente la partie réelle de la variable complexe  $x$   
 $\Im(x)$  représente la partie imaginaire de la variable complexe  $x$

## **INTRODUCTION**

## INTRODUCTION

Les progrès importants accomplis ces dernières années dans des domaines aussi variés que l'électronique industrielle ou grand public, l'informatique, les télécommunications ou même l'aéronautique ont conduit les chercheurs à élaborer des matériaux possédant des propriétés chimiques et physiques très spécifiques. Parmi les propriétés chimiques souhaitées, on note la stabilité moléculaire dans le temps, la résistance à la corrosion, alors que les propriétés physiques désirées sont la légèreté, la stabilité des caractéristiques en fonction de la température, la résistance aux collisions, une souplesse définie, et pour le domaine qui nous intéresse un comportement électromagnétique spécifique.

Le comportement électromagnétique d'un matériau est défini par  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ . Un choix judicieux des matériaux effectués à partir de ces caractéristiques permet de réaliser des dispositifs aussi divers que des supports de propagation électromagnétique, des résonateurs diélectriques, des absorbants microondes, des multipôles microondes intégrés réalisant des fonctions spécifiques. Ceci montre toute l'importance de la détermination de ces paramètres.

Dans le cadre de l'équipe " Nouveaux matériaux ", les progrès des systèmes de mesure, notamment en ce qui concerne les analyseurs de réseaux, leur automatisation, et l'utilisation de calculateurs performants ont permis d'améliorer considérablement la qualité et la rapidité des techniques de caractérisation à large bande de fréquences.

Dans la première partie de ce travail, notre contribution réside dans la mise en oeuvre de nouvelles méthodes de mesure afin de déterminer l'ensemble des paramètres électromagnétiques de matériaux conditionnés sous des formes très diverses, aussi bien dans l'état solide que liquide tel que produits pulvérulents, peintures, solides en plaques. Nous avons développé deux techniques de caractérisation dépendant du conditionnement.

- Les matériaux de petite taille, facilement usinables sont placés dans une cellule. Cette méthode

bénéficiant de tous les avantages de la propagation guidée a nécessité la mise au point et la réalisation d'un nouveau type de cellule et l'élaboration d'un logiciel adapté pour obtenir à partir du même échantillon l'évolution fréquentielle de  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ . Ceci est présenté dans les chapitres 1 et 2 où nous étudions également les limitations et performances des méthodes proposées.

- Les matériaux de grande taille doivent être caractérisés en propagation libre. Cette technique donne une mesure en vraie grandeur, intéressante pour les absorbants microondes, mais elle nécessite de s'affranchir de l'environnement perturbateur. La première méthode envisagée est l'utilisation d'une chambre anéchoïque. La seconde est une méthode originale, développée à partir de la fonction "time-domain" d'un analyseur de réseaux ( Chapitre 3 ).

L'ensemble de ces techniques de mesures a permis de caractériser des matériaux particuliers, dans le cadre des collaborations industrielles avec le laboratoire de la Compagnie Générale d'Electricité à Marcoussis et le centre de recherche de la Société Nationale des Poudres et Explosifs au Bouchet.

- Dans le chapitre 4, nous avons étudié des matériaux hétérogènes constitués d'inclusions conductrices dispersées dans une résine isolante. Après avoir décrit les caractéristiques électromagnétiques mesurées des matériaux obtenus, nous interprétons les résultats en termes de lois de mélanges, en montrant l'influence des éléments constitutifs.

- Le chapitre 5 présente l'étude de ferrites spinelles se présentant sous forme de poudre seule ou en inclusion dans une résine. Nous avons étudié la reproductibilité de leurs modes de préparation et leur comportement électromagnétique en inclusion ou non.

- Le dernier chapitre de ce travail est relatif à l'étude d'absorbants microondes. Un logiciel intégrant les modèles théoriques présentés a été développé. Il tient compte d'un grand nombre de paramètres, pouvant simuler des structures simples ou beaucoup plus complexes. La validation expérimentale de l'ensemble est obtenue à partir de structures connues. Nous présentons également des applications de ce logiciel pour la recherche et l'optimisation d'absorbants spécifiques.

## **1ère partie**

**Techniques expérimentales de  
caractérisation de matériaux**

# Chapitre 1

## Mesures à l'analyseur de réseau

### 1.1 Principe des mesures

Pour caractériser un système microondes dans le domaine fréquentiel, nous disposons au Centre Hyperfréquences et Semi-conducteurs, soit d'analyseurs d'impédances [1] jusqu'à 1 GHz, soit d'analyseurs de réseaux HP8510b dans la gamme de fréquences 40 MHz - 40 GHz. Ces derniers déterminent les paramètres de la matrice de répartition ("scattering").

Tout quadripôle hyperfréquence peut-être schématisé par un graphe de fluence similaire à celui représenté figure 1.

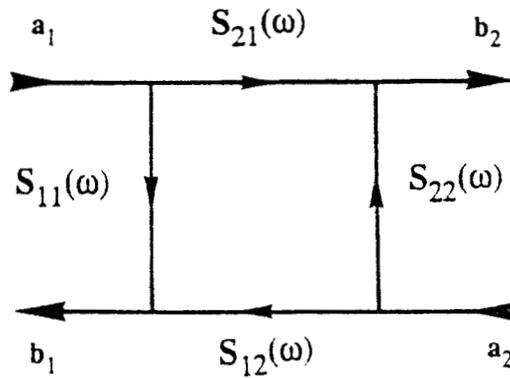


Figure 1: Graphe de fluence schématisant un quadripôle hyperfréquences.

Il est défini par sa matrice de répartition [S] dont les paramètres de réflexion et de transmission sont donnés par l'équation matricielle :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = [S] \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \quad (1-1)$$

Pour la caractérisation de matériaux, nous avons utilisé une cellule qui constitue le quadripôle

CALCULATEUR HEWLETT PACKARD  
SERIE 300

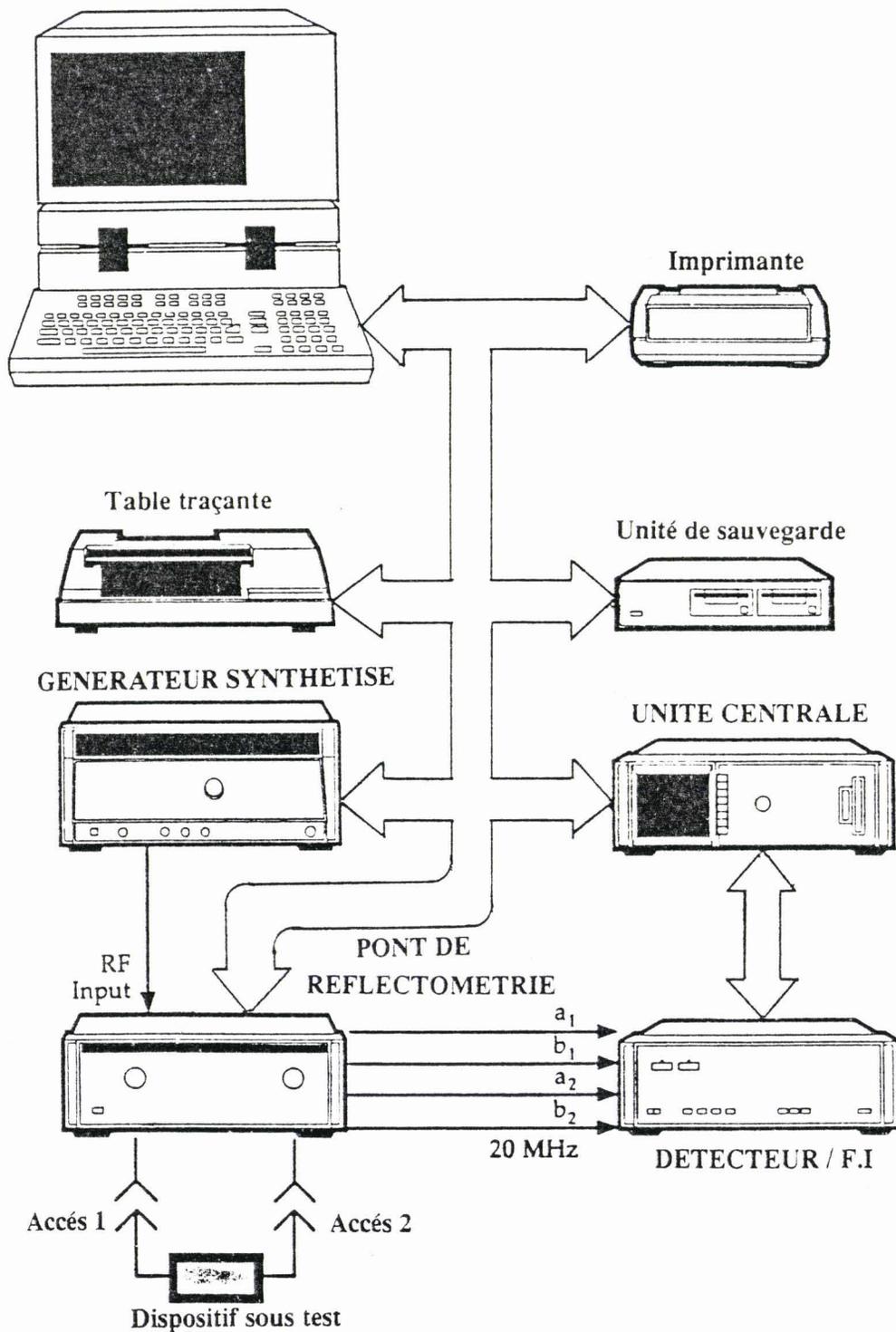


Figure 2: Système de mesure des paramètres  $S_{ij}$  d'un quadripôle hyperfréquences.

hyperfréquences. A partir du traitement électromagnétique, il est possible de relier les paramètres caractéristiques ( $\epsilon_r, \mu_r$ ) du matériau à caractériser aux paramètres de la matrice de répartition. L'ensemble du système, Analyseur-dispositif sous test (cellule) est illustré sur la figure 2. L'analyseur de réseaux utilisé est le Hewlett Packard 8510B. Il permet d'effectuer jusqu'à 800 points de mesures dans la bande 40 MHz - 40 GHz.

L'automatisation par un ordinateur, et la mémorisation d'étapes préliminaires à toute mesure correcte accroissent respectivement la rapidité et la reproductibilité des mesures. La connexion sur des périphériques permet une grande liberté de choix des modes de visualisation et de mémorisation.

L'option "time domain" de l'analyseur offre la possibilité de travailler dans le domaine temporel et de vérifier la correspondance temps et fréquence. Cet avantage permet de s'affranchir de l'utilisation d'une cellule et de travailler en propagation libre. Ceci est rendu possible par l'analyse des perturbations extérieures à la mesure qui sont traitées dans le cas des discontinuités, ou isolées dans le cas du bruit.

## 1.2 Performances de la mesure

La précision sur les mesures est liée à deux types d'erreurs :

- les erreurs systématiques dont on tient compte à partir du calibrage de l'analyseur de réseaux réalisé en bout de câbles assurant la liaison avec le dispositif sous test.
- les erreurs résiduelles, regroupant les erreurs non reproductibles et donnant l'exactitude avec laquelle les coefficients de la matrice scattering sont mesurés.

### 1.2.1 Calibrage de l'analyseur de réseaux

Les erreurs systématiques sont dues à la présence de câbles réalisant les interconnexions, de coupleurs, d'adaptateurs, d'atténuateurs... qui sont des éléments internes à l'analyseur. [2]

Afin de garder un formalisme matriciel sous la forme de graphes de fluence, nous complétons la

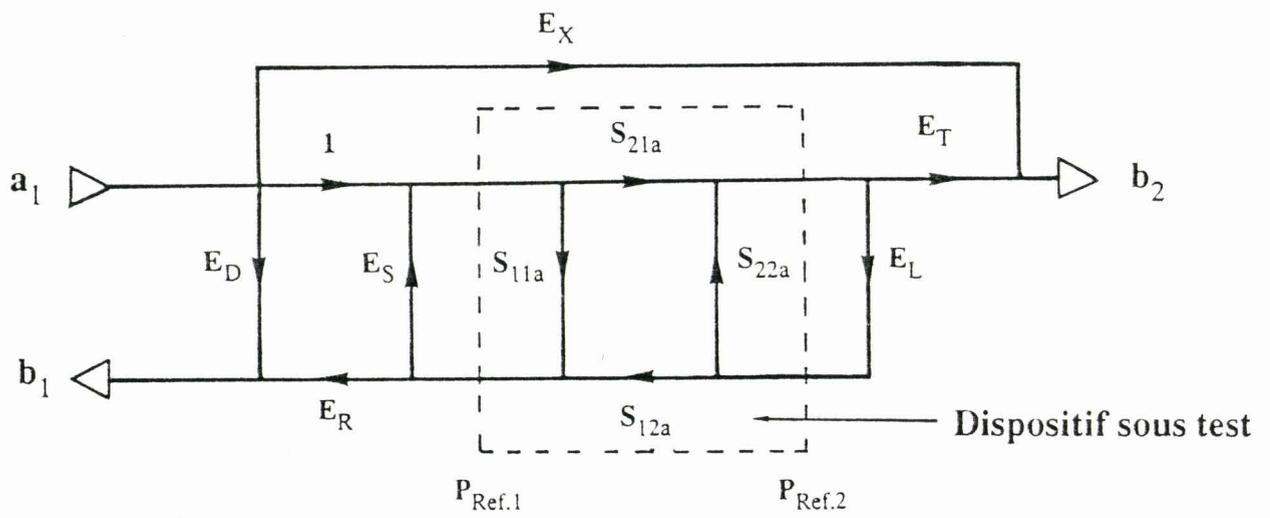


Figure 3: Modèle d'erreurs à 6 termes pour la mesure "directe".

matrice  $[S]_a$  du dispositif sous test par des termes représentant les imperfections mentionnées précédemment.

Dans le cas, appelé mesure "directe", où le générateur hyperfréquences est connecté à l'accès 1 ( $a_2 = 0$ ), le graphe de fluence complet est représenté sur la figure 3. Les termes  $E_D, E_R, E_S$  caractérisent les erreurs en réflexion. Ces termes corrigent le paramètre  $S_{11}$ . Les termes  $E_T, E_L, E_X$  sont liés à la transmission et interviennent sur le terme  $S_{21}$ .

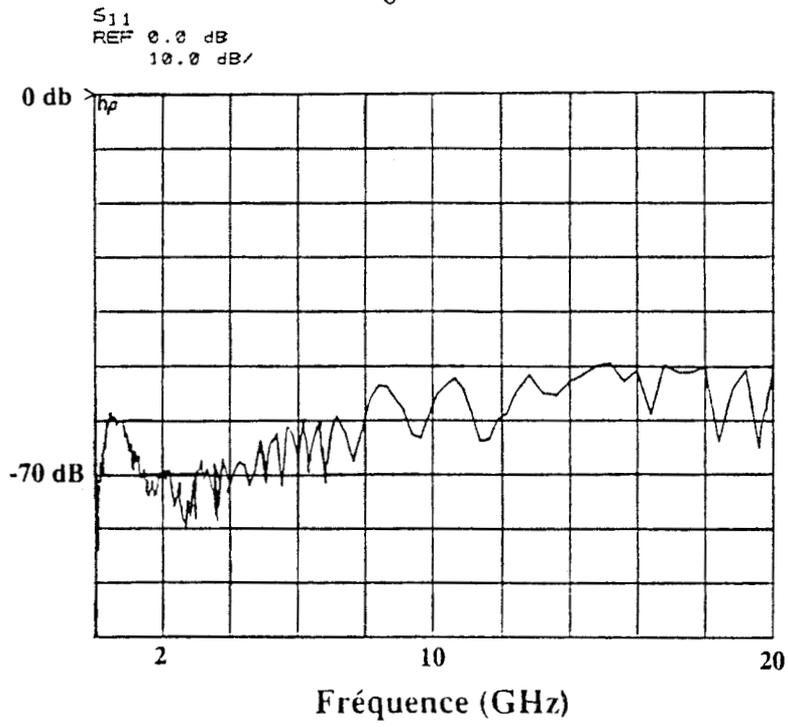
Afin d'extraire de la mesure (matrice  $[S_m]$ ), les paramètres vrais de l'élément sous test (matrice  $[S_a]$ ) il est nécessaire de résoudre le système suivant :

$$\begin{cases} S_{11m} = E_D + E_R \frac{S_{11a} - E_L \det[S_a]}{1 - E_S S_{11a} - E_L S_{22a} + E_S E_L \det[S_a]} \\ S_{21m} = E_X + E_R \frac{S_{21a}}{1 - E_S S_{11a} - E_L S_{22a} + E_S E_L \det[S_a]} \end{cases} \quad (1-2)$$

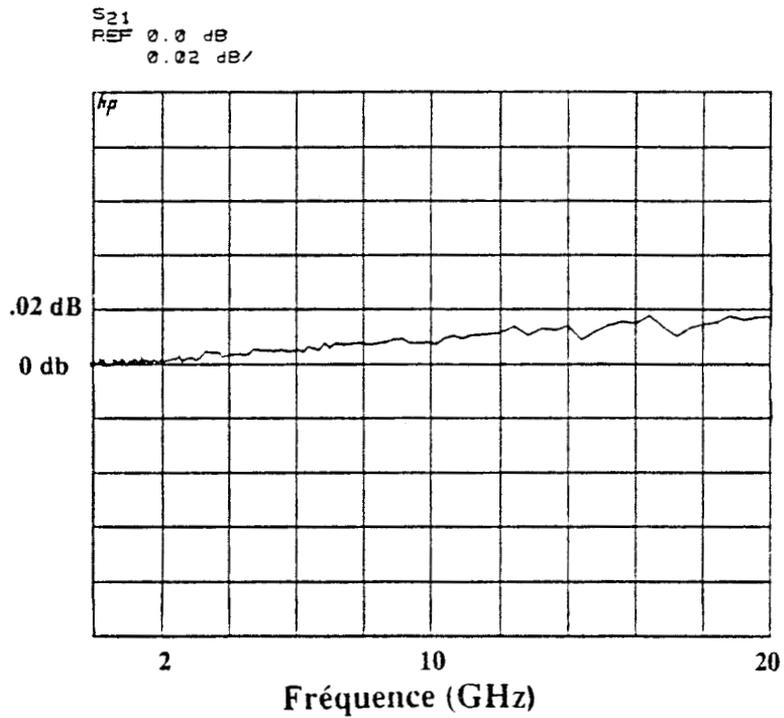
La détermination des termes  $E_D, E_R, E_S$  est obtenue par la réflexion d'une onde sur des éléments étalons tels que circuit ouvert, court-circuit et charge adaptée, alors que les termes  $E_L, E_T, E_X$  sont déterminés en étudiant la transmission lors d'une connexion directe des câbles de liaison et en considérant les valeurs calculées de  $E_D, E_R, E_S$ . Les deux types de mesure constituent le calibrage du système. [3]

En excitant le quadripôle par l'accès 2 ( $a_1 = 0$ ), on définit de la même façon des paramètres d'erreurs corrigeant les termes  $S_{22}$  et  $S_{12}$ . Leur détermination est également obtenue lors du calibrage.

Une fois calibré, nous pouvons chiffrer les performances du système de mesure. L'ordre de grandeur de la directivité équivalente est de 50 dB et l'erreur résiduelle en transmission reste inférieure à 0.02 dB. Les évolutions fréquentielles de ces performances sont représentées figure 4.

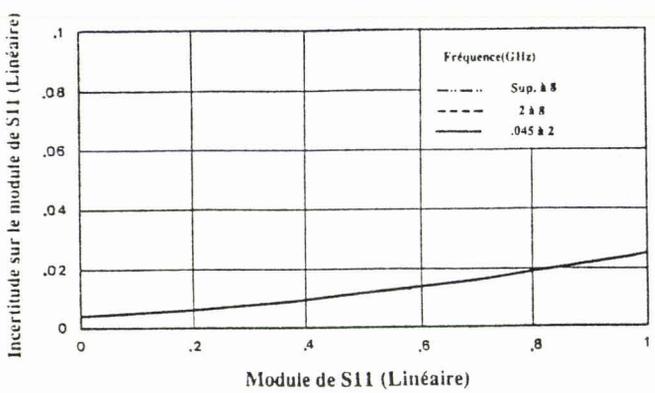


a/ Directivité équivalente.

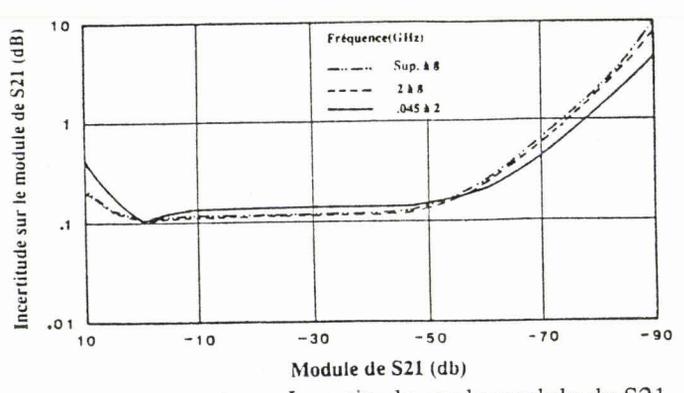


b/ Erreur résiduelle en transmission.

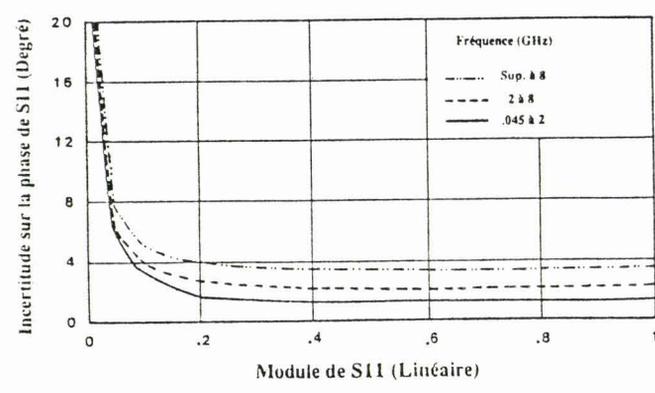
Figure 4: Performances du système de mesure.



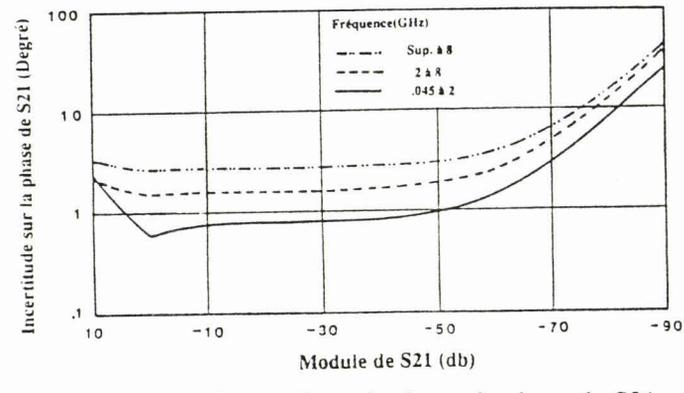
a/ Incertitude sur le module de S11.



c/ Incertitude sur le module de S21.



b/ Incertitude sur la phase de S11.



d/ Incertitude sur la phase de S21.

Figure 5: Précision de mesure des paramètres  $S_{ij}$ .

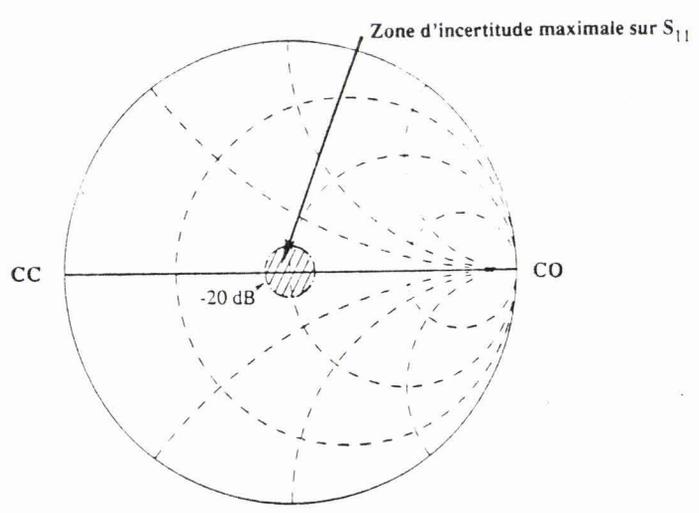


Figure 6: Représentation sur abaque de Smith de la zone d'incertitude maximale sur S11.

## 1.2.2 Incertitudes sur les paramètres mesurés

Lors du calibrage, il n'est pas possible de prendre en compte les erreurs résiduelles liées aux incertitudes de mesures. Ces sources d'erreurs comprennent les valeurs résiduelles de la directivité, de l'adaptation de la source et de la charge, de la réponse en fréquence ainsi que la précision dynamique et la reproductibilité de mesure des connecteurs.

Les graphiques représentés figure 5 sont reproduits à partir des caractéristiques techniques de l'analyseur [4]. Ils représentent l'incertitude maximale en module et phase pour les mesures de réflexion ( $S_{11}$  et  $S_{22}$ ) et de transmission ( $S_{21}$  et  $S_{12}$ ).

L'erreur sur le module de  $S_{11}$ , figure 5a montre une évolution linéaire indépendamment de la fréquence. Pour un coefficient de réflexion ( $|S_{11}|$ ) supérieur à .4, elle est typiquement de 2.5 % alors que pour un coefficient de réflexion plus faible cette erreur relative croît légèrement.

La figure 5b représente une allure quasi hyperbolique. Ainsi pour un coefficient de réflexion supérieur à .1 (- 20 dB), l'incertitude sur la phase reste inférieure à 4°. Il n'en est pas de même pour un très faible coefficient de réflexion où la mesure de phase devient beaucoup plus imprécise. Une représentation sur abaque de Smith figure 6 permet une mise en évidence de cette constatation. En effet, la partie hachurée correspond aux valeurs de  $S_{11}$  ou  $S_{22}$  pour lesquelles l'incertitude est importante.

Les courbes représentant les incertitudes sur le module et la phase des paramètres de transmission montrent figure 5c, 5d qu'il est possible de réaliser des mesures correctes pour des coefficients de transmission supérieur à - 50 dB. En effet, négligeables pour de tels coefficients, les incertitudes deviennent conséquentes pour des coefficients inférieurs. Néanmoins de telles valeurs sont peu fréquentes lors de la caractérisation de matériaux.

## 1.3 Conclusion

L'utilisation d'analyseur de réseaux nécessite un calibrage permettant de définir les plans de références de la mesure, mais aussi de corriger les imperfections du dispositif de mesure.

Une fois calibré, dans le cadre de caractérisation de matériaux, nous pouvons conclure en la faible influence des incertitudes sur les coefficients de transmission contrairement aux incertitudes sur les coefficients de réflexion.

## Chapitre 2

# Caractérisation électromagnétique fréquentielle de matériaux

## 2.1 Introduction

La réalisation d'absorbants microondes nécessite la parfaite connaissance des caractéristiques électriques et magnétiques des matériaux [5] :

$$\begin{aligned}\epsilon &= \epsilon_0 (\epsilon'_r - j\epsilon''_r) \\ \mu &= \mu_0 (\mu'_r - j\mu''_r)\end{aligned}\quad (2-1)$$

avec  $\epsilon_0 = \frac{1}{36\pi} 10^{-9} \text{ F/m}$

$$\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \text{ H/m}$$

où  $\epsilon$  et  $\mu$  représentent respectivement les permittivité complexe et la perméabilité magnétique complexe.

$\epsilon''_r$ , est lié aux pertes par conduction et relaxation.

$\mu''_r$ , est lié aux pertes magnétiques dues à la résonance et aux mécanismes de relaxation.

Dans cette optique, il est indispensable de mettre au point des méthodes de mesure utilisables sur une large bande de fréquences et pour une grande diversité de matériaux. L'ensemble de ces méthodes [6] peut se répartir en deux classes :

- les mesures en propagation libre nécessitent une quantité importante de matériaux. Ceci permet d'effectuer une étude en vraie grandeur [7], [8] mais pose le problème du conditionnement, surtout s'il s'agit de liquides ou de poudres.
- les mesures en propagation guidée requièrent l'utilisation d'une cellule de mesure dans laquelle est placé le matériau à caractériser. Cette cellule peut se présenter sous des formes les plus diverses : cavité résonnante [9], [10], cellule rectangulaire [11], cellule de type pastille [12], lignes plaquées [13] etc...

La cellule que nous avons élaborée est un tronçon de ligne coaxiale. Elle permet de caractériser la majorité des matériaux isotropes ; les matériaux anisotropes tels les cristaux liquides nécessitant des configurations particulières [14].

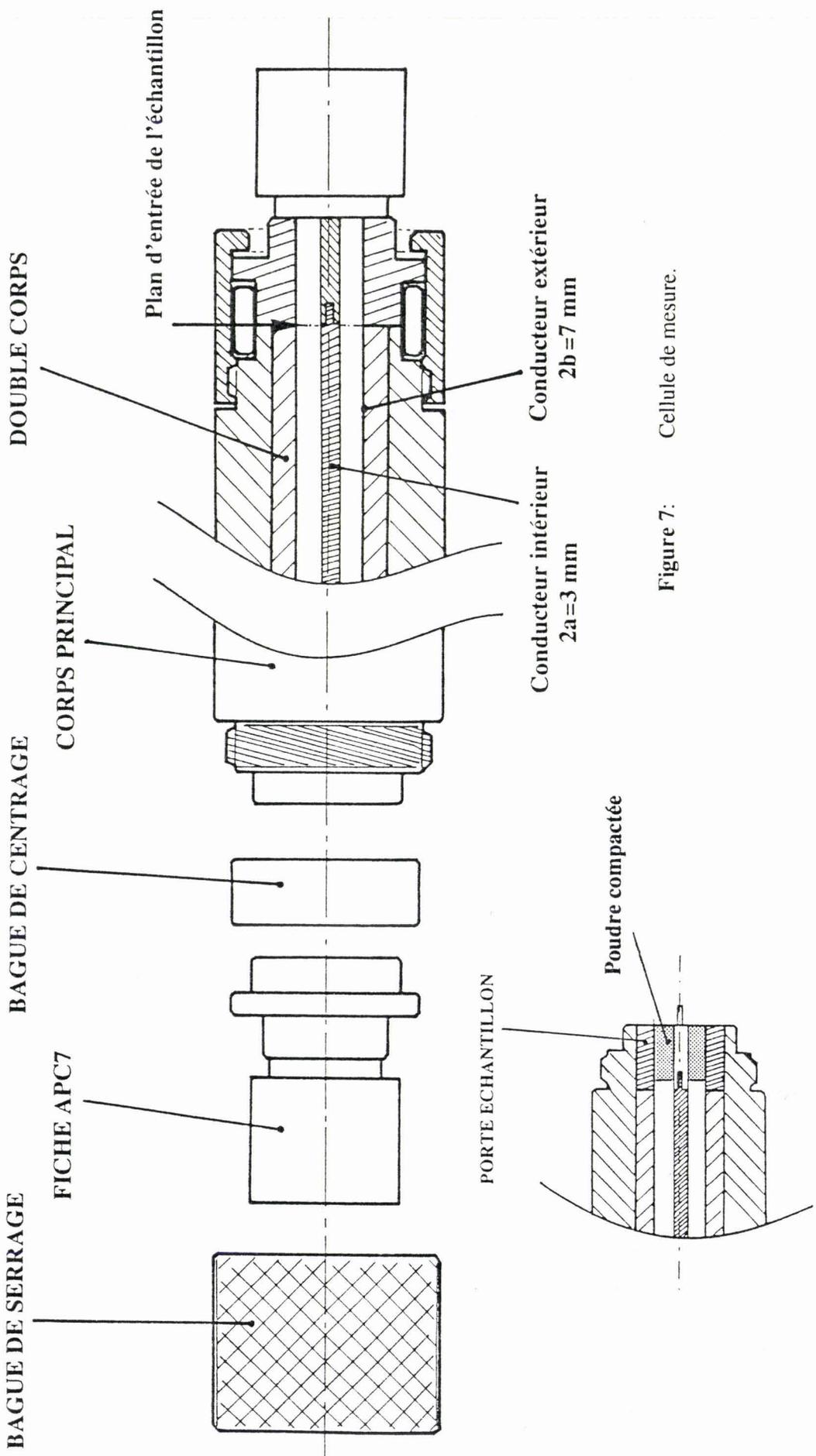


Figure 7: Cellule de mesure.

a/ Configuration porte échantillon.

## 2.2 Cellule de mesure

### 2.2.1 Choix de la méthode de mesure

En propagation guidée, il existe plusieurs méthodes qui permettent la caractérisation électromagnétique de matériaux ( $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ ) :

- les unes sont basées sur la mesure seule du coefficient de réflexion, soit sur deux échantillons de longueurs différentes, soit sur un seul échantillon avec un court-circuit glissant [15]. Elles travaillent à large bande de fréquences mais nécessitent des manipulations : changements de l'échantillon, déplacements du court-circuit.
- d'autres font appel à des dispositifs résonnants qui ont l'inconvénient de fonctionner à bande étroite de fréquences [9].
- d'autres encore consistent à mesurer sur le même échantillon la matrice scattering du quadri-pôle constituée par la cellule. Elles présentent plusieurs avantages : échantillon unique, large bande de fréquences [16] [17].

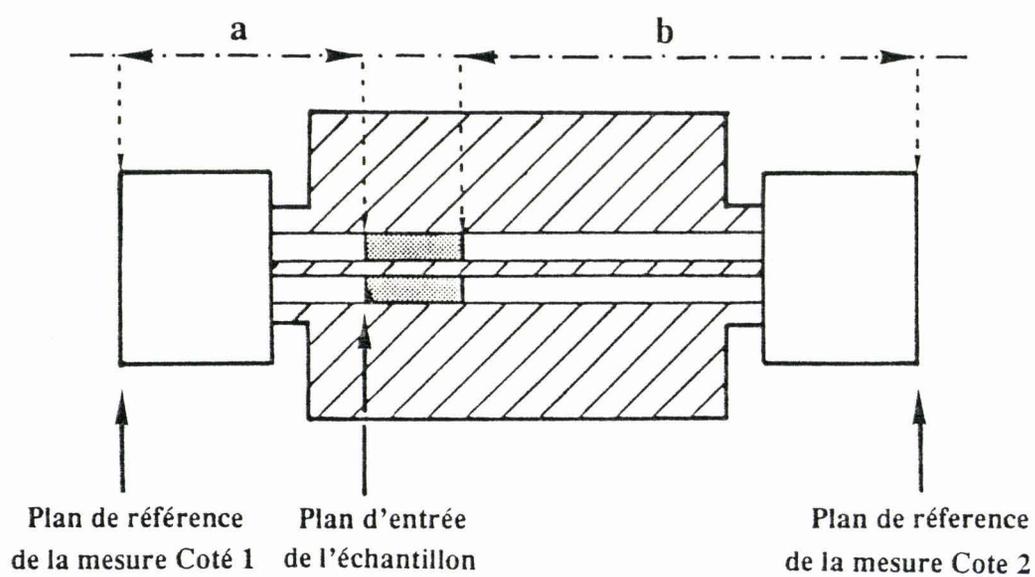
Pour ces raisons, nous avons choisi une cellule de mesure de structure "ligne de transmission".

### 2.2.2 Conception de la cellule

La cellule mise au point a été réalisée dans le standard APC7, celui des bornes de sortie de l'analyseur de réseaux et des analyseurs d'impédances. Elle est présentée figure 7. Elle permet l'étude :

- d'échantillons solides usinés au standard APC7 (conducteur intérieur = 3.04 mm, conducteur extérieur = 7 mm).
- de produits pulvérulents préalablement compactés dans un porte-échantillon (cf. figure 7.a).
- de liquides, grâce à l'utilisation d'un mica définissant le plan d'entrée de l'échantillon et assurant l'étanchéité.

En outre, cette cellule peut être utilisée en configuration dipôle, ce qui la rend compatible avec



**Figure 8:** Schéma de principe de la mesure dans la cellule.

les autres méthodes de mesure développés jusqu'à maintenant au sein de l'équipe "Nouveaux matériaux" [14] [18].

La ligne coaxiale (deux conducteurs disjoints (cf figure 7) placés dans un milieu homogène) assure la propagation d'une onde transverse électromagnétique (TEM). Toutefois, il s'avère nécessaire de définir la limitation en fréquence apportée par l'apparition de modes supérieurs. Cette détermination est déduite de la résolution des équations de Helmotz après application du traitement guide d'onde, dans le cas de coordonnées cylindriques [19].

La fréquence de coupure du premier mode supérieur ( $TE_{10}$ ) susceptible de se propager dans la cellule vide est donnée par la relation :

$$fc_{TE_{10}} = \frac{3 \cdot 10^{11}}{\Pi(a+b)} \quad (2-2)$$

où  $a, b$  désignent les dimensions géométriques de la cellule (cf figure 7) en millimètres. Dans le cas de la cellule APC7 cette fréquence est de 19 GHz. Le second mode apparaît pour une fréquence double. Pour une ligne coaxiale chargée d'un matériau ( $\epsilon_r, \mu_r$ ), les fréquences de coupures de chaque mode supérieur sont modifiées selon la relation

$$fc_{\text{cellule chargée}} = \frac{fc_{\text{vide}}}{\left| (\epsilon_r \mu_r)^{1/2} \right|} \quad (2-3)$$

Ainsi dans la bande de fréquences utilisée (45 MHz - 20 GHz) plusieurs modes sont susceptibles de se propager dans la cellule chargée du matériau à caractériser. Cependant, leurs faibles couplages au mode fondamental n'altèrent pas de manière sensible les mesures.

### 2.2.3 Etalonnage

Le calibrage décrit au § 1.2.1 permet de prendre en compte les imperfections apportées par l'analyseur et les câbles assurant les liaisons. Cette opération définit également les plans de référence de mesure des deux côtés de la cellule. L'échantillon étant placé à l'intérieur de la cellule (figure 8) il

est alors nécessaire de déduire parfaitement les plans d'entrée de l'échantillon. Comme indiqué sur la figure 8, les plans d'entrée de l'échantillon sont différents des plans où s'effectue le calibrage. Le décalage d'un plan de référence peut être réalisé mathématiquement à l'aide de termes correctifs de phase notés  $\Delta\varphi$  donnés ci-dessous [15].

$$\begin{aligned} \Delta\varphi(S_{11}) &= 2\beta a \\ \Delta\varphi(S_{ij}) &= \beta(a+b) \begin{cases} i = 1,2 \\ j = 1,2 \end{cases} \quad \text{avec } i \neq j \\ \Delta\varphi(S_{22}) &= 2\beta b \end{aligned} \quad (2-4)$$

avec  $\beta$  constante de propagation dans le vide  
 $a, b$  décalage des plans de référence (figure 8)

L'étalonnage que nous avons adopté permet non seulement la définition des plans d'entrées de l'échantillon, mais apporte aussi des informations sur les imperfections dans la cellule selon le type de configuration que l'on adopte : ce sont les défauts de centrage, d'adaptation ....

Il comprend, deux étapes conduisant à la définition d'une matrice d'étalonnage  $[S]_e$  :

- la première est une mesure de réflexion, ayant placé un court-circuit dans le plan d'entrée de l'échantillon.
- la seconde consiste en une mesure de transmission de la cellule vide.

Une fois l'étalonnage effectué, la mesure des paramètres de la matrice de répartition de la cellule avec l'échantillon (Matrice  $[S]_a$ ) permet l'obtention des paramètres propres du matériau inconnu (matrice  $[S]_{inc}$ ) selon les relations.

Pour les modules :

$$|S_{ij}|_{inc} = |S_{ij}|_a / |S_{ij}|_e \begin{cases} i = 1,2 \\ j = 1,2 \end{cases} \quad \text{avec } i = j \quad (2-5)$$

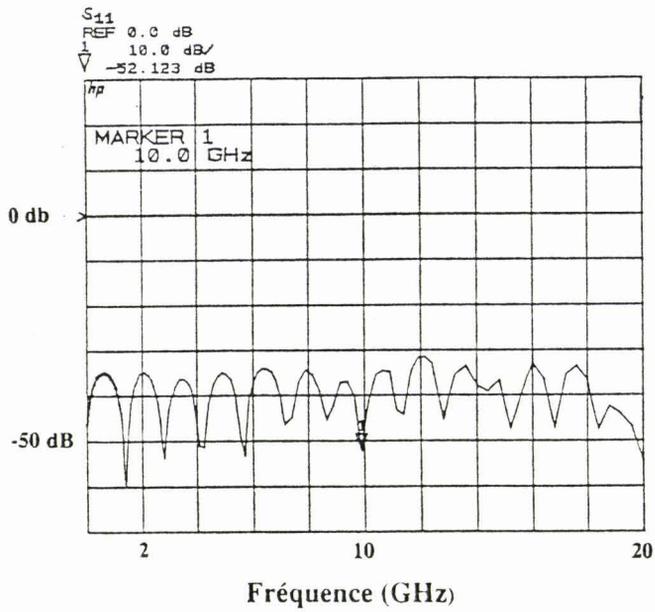
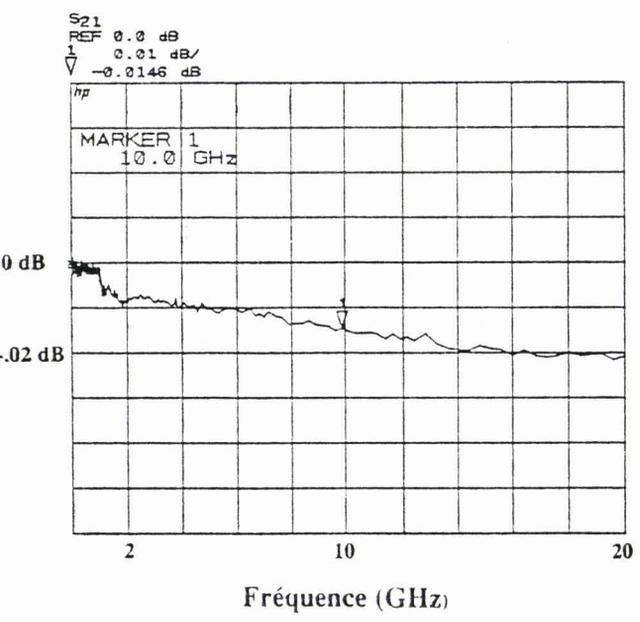
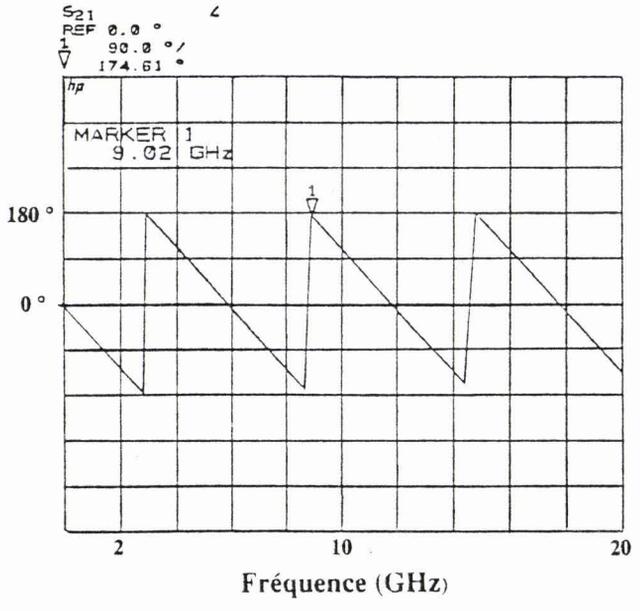


Figure 9: Représentation du module de S11 de la cellule vide.



a/ Module de S21.



b/ Phase de S21.

Figure 10: Représentation du paramètre S21 de la cellule vide.

Pour les phases notées  $\varphi$ :

$$\varphi(S_{ij_{inc}}) = \varphi(S_{ij_a}) - \varphi(S_{ij_e}) - \beta d \begin{cases} i = 1,2 \\ j = 1,2 \end{cases} \quad \text{avec } i \neq j$$

$$\varphi(S_{11_{inc}}) = \varphi(S_{11_a}) - \varphi(S_{11_e})$$

$$\varphi(S_{22_{inc}}) = \varphi(S_{22_a}) - \varphi(S_{22_e}) - 2 \beta d \quad (2-6)$$

avec  $d$  longueur de l'échantillon  
 $\beta$  constante de propagation dans le vide

Comme pour le calibrage, l'étalonnage est mémorisé, ceci permet d'améliorer la rapidité et la reproductivité des mesures.

Afin de contrôler la validité de l'étalonnage, nous caractérisons la cellule vide afin de vérifier son comportement comme ligne de transmission. Ceci détermine aussi la qualité des transitions.

Une première mesure du coefficient de réflexion  $S_{11}$  de la cellule à vide figure 9. montre que nous pouvons caractériser des matériaux dont le module de réflexion est supérieur à - 35 dB. Cette valeur montre que l'insertion de la cellule permet de conserver une bonne qualité de mesure.

La mesure présentant le coefficient de transmission de la cellule vide figure 10.a précise les caractéristiques de propagation puisque cela permet de chiffrer une erreur en transmission maximale de .02 dB. La phase quant à elle, figure 10 b, évolue d'une façon classique en  $\beta \cdot l$ .

La cellule, connectée à l'analyseur de réseau ayant été étalonnée, il est maintenant possible de

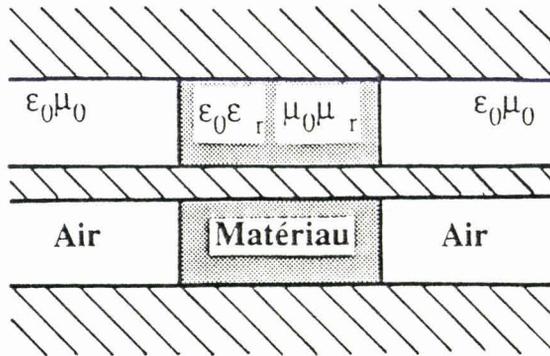


Figure 11: Tronçon de ligne coaxiale chargé du matériau à caractériser.

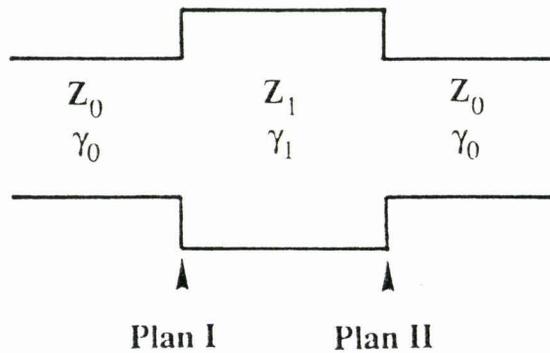


Figure 12: Impédances caractéristiques et constantes de propagation de la ligne chargée.

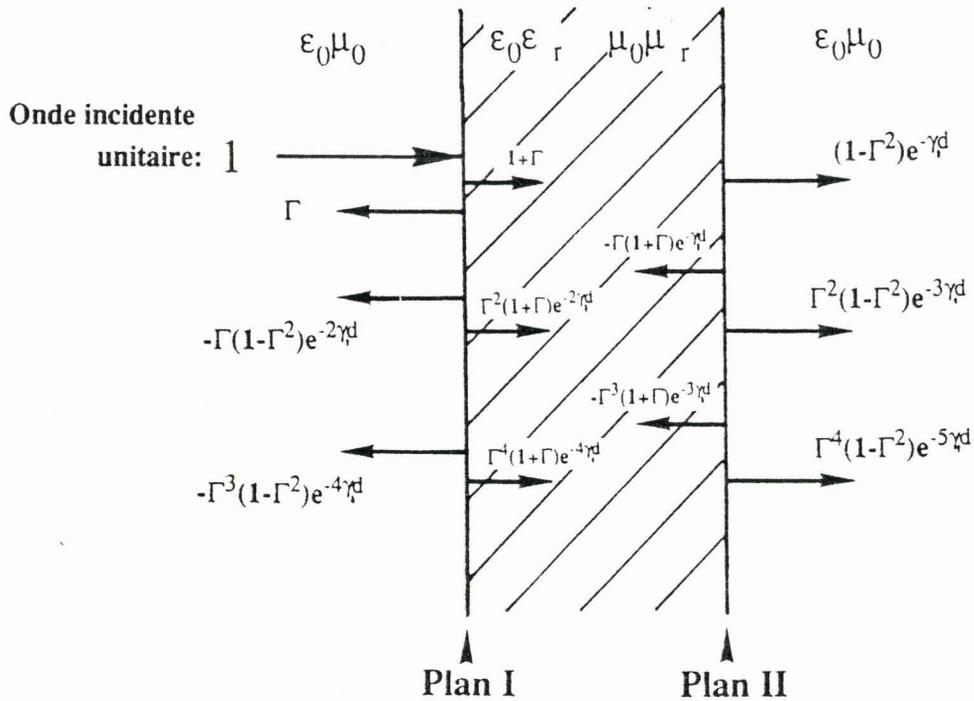


Figure 13: Schéma des multiples réflexions.

déterminer les paramètres électromagnétiques de matériaux diélectriques et magnétiques aussi divers que mélanges, céramiques, polymères ou ferrites.

## 2.3 Configuration de type quadripôle

### 2.3.1 Calcul de la permittivité et la perméabilité

Le tronçon de ligne dans lequel est inséré le matériau de permittivité  $\epsilon_r$  et de perméabilité  $\mu_r$  peut être représenté par la figure 11 [20] [21].

Les impédances caractéristiques et les constantes de propagation des portions de ligne repérées par les indices (0 à 1) sur la figure 12 sont données par les relations

$$Z_i = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{\mu_o \mu_{ri}}{\epsilon_o \epsilon_{ri}} \right)^{1/2} \text{Log} \frac{b}{a} \quad (2-7)$$

et

$$\gamma_i = j \omega \left( \mu_o \mu_{ri} \epsilon_o \epsilon_{ri} \right)^{1/2} \quad (2-8)$$

Ainsi la portion de ligne incluant l'échantillon (Région 1) présente une impédance caractéristique et une constante de propagation différentes de celles de la ligne à air (Région 0). L'analyse de la figure 13 met en évidence une infinité de réflexions multiples sur les deux interfaces (plan I et plan II). En effet, l'onde incidente sur le plan de discontinuité I engendre une onde réfléchie et une onde transmise. L'onde transmise rencontre le plan de discontinuité II, et se sépare à nouveau en ondes réfléchie et transmise. Ce phénomène se répète (pour l'onde réfléchie) et ce pour une infinité de décompositions.

L'étude de ces multiples réflexions montre que la mesure des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  permet de décrire les caractéristiques électromagnétiques du matériau. En effet  $S_{11}$  caractérise les réflexions

multiples présentes sur le plan (I) et  $S_{21}$  l'ensemble des ondes transmises du plan d'interface (I) vers le plan d'interface (II).

En appliquant ces définitions à la figure 13, les calculs de  $S_{11}$  et  $S_{21}$  conduisent aux relations.

$$S_{11} = \frac{(1 - e^{-\gamma_1 d}) \Gamma}{1 - \Gamma^2 e^{-2\gamma_1 d}} \quad (2-9)$$

$$S_{21} = \frac{(1 - \Gamma^2) e^{-\gamma_1 d}}{1 - \Gamma^2 e^{-2\gamma_1 d}} \quad (2-10)$$

où  $d$  désigne la longueur de l'échantillon  
 $\Gamma$  la réflexion d'une onde sur un seul plan de discontinuité

ainsi

$$\Gamma = \frac{Z_1 - Z_o}{Z_1 + Z_o} = \frac{\sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} - 1}{\sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} + 1} \quad (2-11)$$

Dans le cas de matériaux homogènes, le quadripôle à caractériser est passif et symétrique. Ainsi  $S_{22} = S_{11}$  et  $S_{12} = S_{21}$ . La mesure se réduit alors à la détermination de deux des paramètres de la matrice scattering : le coefficient de réflexion et le coefficient de transmission.

Afin d'extraire des relations (2-7) et (2-8), les caractéristiques électromagnétiques  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ , il est nécessaire de calculer les quantités physiques  $T$  et  $\Gamma$  qui se déduisent des paramètres de la matrice de répartition [16][20] :

$$\Gamma = K \pm \sqrt{K^2 - 1} \quad (2-12)$$

$$\text{avec } K = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (2-13)$$

$$\text{et } T = e^{-\gamma_1 d} = \frac{S_{11} + S_{21} - \Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21}) \Gamma} \quad (2-14)$$

Dans l'expression (2-12), le signe doit correspondre à une existence physique du coefficient de réflexion ( $\Gamma \leq 1$ ). Compte tenu des relations précédentes, nous obtenons les équations

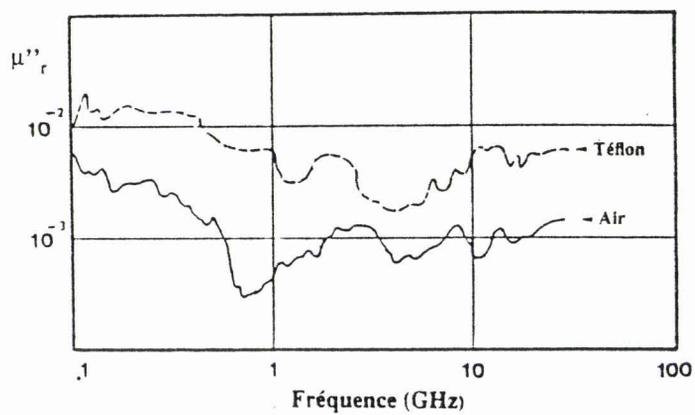
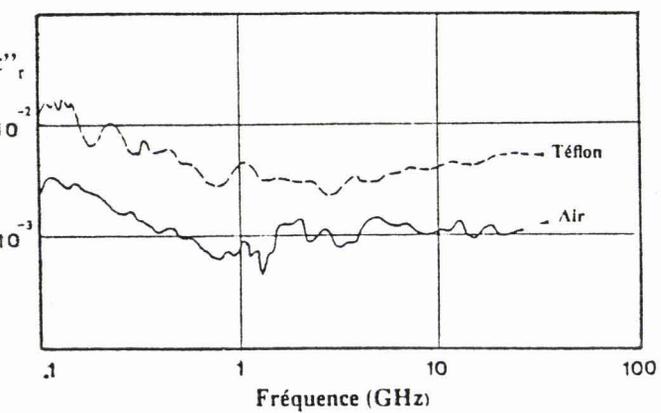
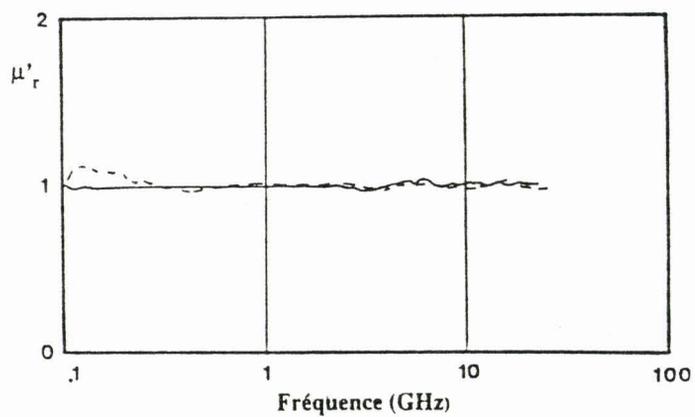
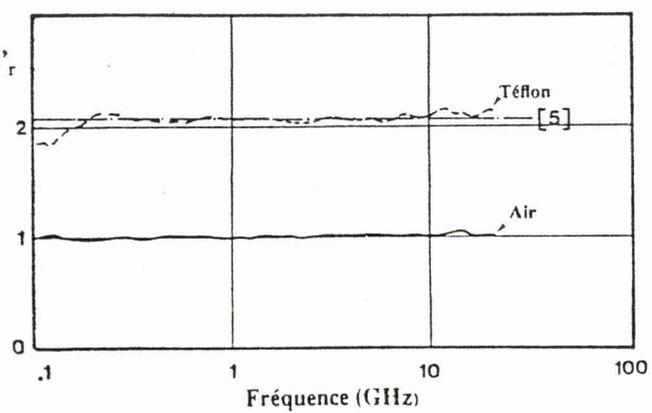


Figure 14: Caractéristiques électromagnétiques du Téflon et de l'air.

$$\frac{\mu_r}{\varepsilon_r} = \left( \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \right)^2$$

$$\text{et } \mu_r \varepsilon_r = - \left( -\text{Log } T / \omega d \sqrt{\varepsilon_o \mu_o} \right)^2 \quad (2-15)$$

La résolution de ces équations conduit aux caractéristiques électromagnétiques  $\varepsilon_r$  et  $\mu_r$  [22].

$$\varepsilon_r = \varepsilon'_r - j\varepsilon''_r = -j \frac{c}{\omega d} \frac{1-\Gamma}{1+\Gamma} \text{Log } T \quad (2-16)$$

$$\mu_r = \mu'_r - j\mu''_r = -j \frac{c}{\omega d} \frac{1+\Gamma}{1-\Gamma} \text{Log } T \quad (2-17)$$

### Remarques :

- Au vu des formules précédentes apparaissent des limitations dans le traitement automatisé des mesures, liées au domaine de définition mathématique de chacune d'entre-elles. En effet, il est important d'assurer la continuité du déphasage de  $\text{Log}(T)$  intervenant dans les formules (2-14) (2-16) (2-17).
- La présence de  $S_{11}$  au dénominateur de la formule (2-13) entraîne un effet prépondérant de l'incertitude pour la mesure de ce paramètre lorsque celui ci est faible. (cf § 1.2.2) ; cet effet se traduisant par une erreur importante sur la détermination de la grandeur K.

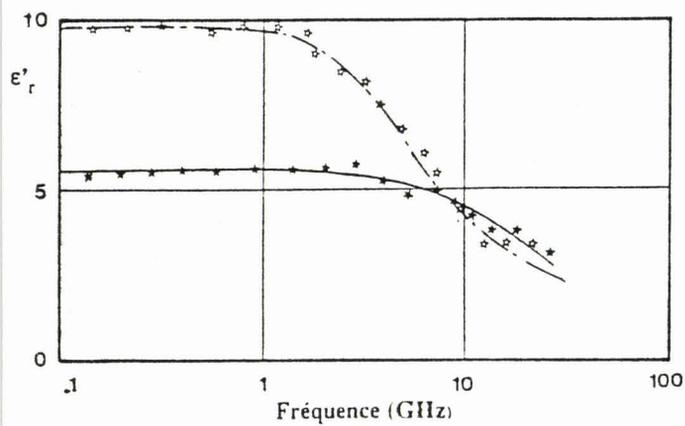
## 2.3.2 Validation expérimentale de la méthode

La validité de la méthode de mesure est testée à l'aide de différents matériaux étalon. [5]

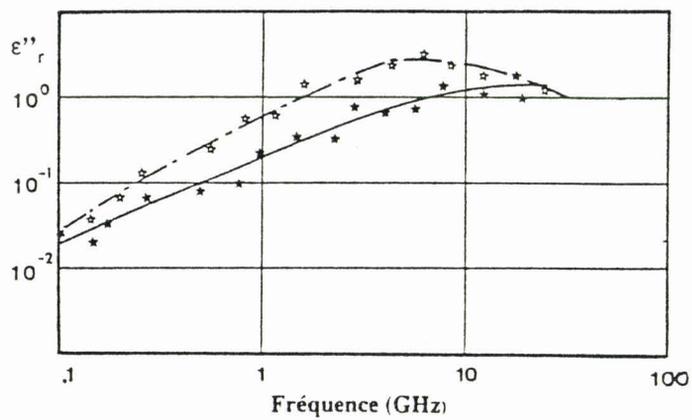
Ne disposant pas d'étalon magnétique, la validation de la caractérisation magnétique consiste à vérifier la valeur unitaire de  $\mu'_r$ .

### 2.3.2.1 Matériaux à faibles pertes

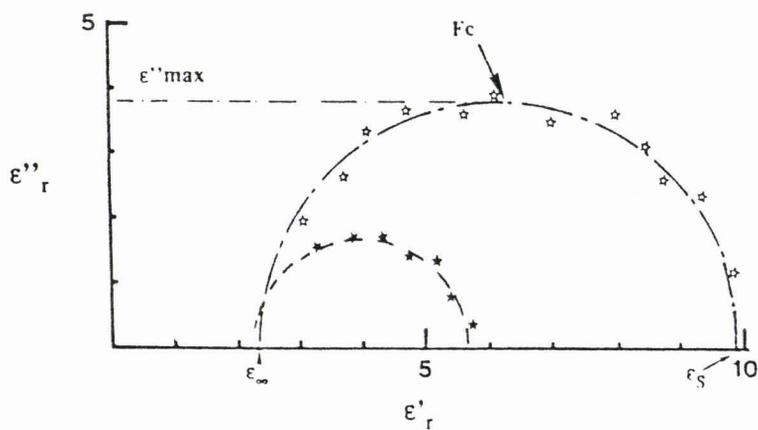
Après avoir vérifié le traitement informatique sur la caractérisation de la cellule vide, nous l'avons validé à l'aide d'un diélectrique connu : Le Téflon de permittivité relative  $\varepsilon'_r = 2.08$ . Les résultats sont présentés figure 14 et coïncident avec ceux de Von Hippel [5]. Ils donnent des



a/ Partie réelle de  $\epsilon_r$ .



b/ Partie imaginaire de  $\epsilon_r$ .



c/ Diagramme de Cole & Cole.

- |                    |   |       |                       |
|--------------------|---|-------|-----------------------|
| Monochlorobenzène: | } | —     | Courbe théorique.     |
|                    |   | ***   | Points expérimentaux. |
| Dichlorobenzène:   | } | - - - | Courbe théorique.     |
|                    |   | ☆☆☆   | Points expérimentaux. |

Figure 15: Caractéristiques diélectriques de matériaux à pertes.

indications sur les limitations de la méthode, puisque si les paramètres réels ( $\epsilon'_r$  et  $\mu'_r$ ) correspondent aux prévisions, les paramètres imaginaires ( $\epsilon''_r$  et  $\mu''_r$ ) bien que faibles, ne sont pas négligeables.

### 2.3.2.2 Matériaux avec pertes

Pour les matériaux présentant des pertes, la validation a été réalisée sur des composés organiques liquides dont les principales caractéristiques sont données dans le tableau 1.

	t °C	$\epsilon_s$	$\epsilon_\infty$	fc (GHz)
Monochlorobenzène C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl	25	5.63	2.35	15.46
dichlorobenzène C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub>	25	9.92	-	-

Tableau 1

Les variations de  $\epsilon$  de ces composés en fonction de la fréquence sont décrites par les équations de type DEBYE [5]

$$\epsilon' = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (f/fc)^2} \quad (2-18)$$

$$\epsilon'' = \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (f/fc)^2} \times (f/fc) \quad (2-19)$$

avec  $\epsilon_\infty$  permittivité réelle pour  $f \rightarrow \infty$

$\epsilon_s$  permittivité réelle statique

$f$  fréquence de mesure

$fc$  fréquence critique =  $\frac{1}{2\pi\tau}$  ( $\tau$  temps de relaxation)

Les résultats présentés figure 15 montrent une bonne correspondance avec la simulation théorique des caractéristiques électriques du monochlorobenzène. Nous ne présentons pas les caractéristiques magnétiques vérifiées expérimentalement. La représentation graphique figure 15c (diagramme de Cole & Cole).

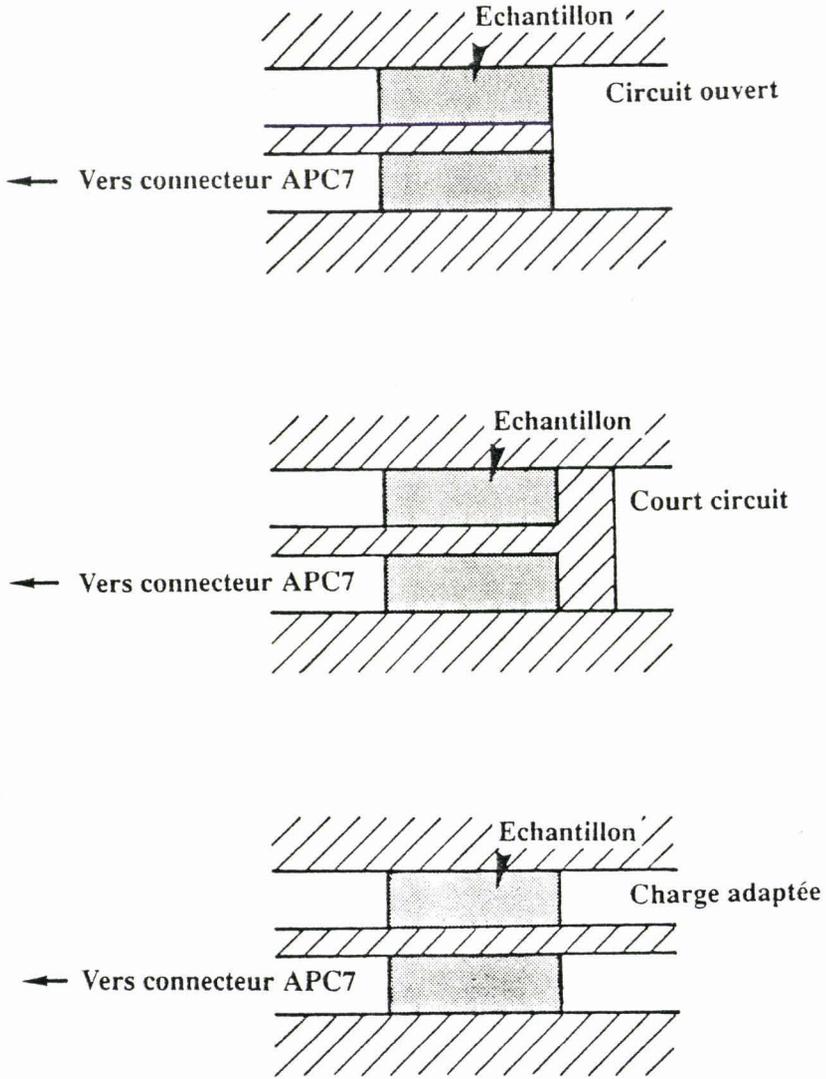


Figure 16: Configurations possibles de la cellule.

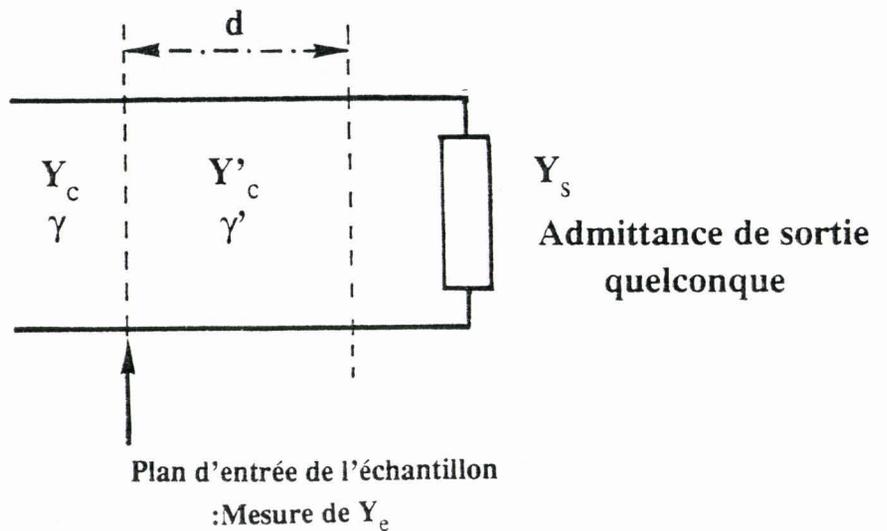


Figure 17: Schéma de principe des mesures pour la cellule dans sa configuration dipole.

En effet :

$$\varepsilon''_{\max} = \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{2} \quad \text{pour } f = f_c$$

Pour le dichlorobenzène nous relevons  $\varepsilon''_{\max} = 3.8$  pour  $f = f_c = 6$  GHz d'où une valeur de 2.32 pour  $\varepsilon_{\infty}$ .

## 2.4 Configuration de type dipôle

Nous rappelons que nous utilisons cette configuration pour déterminer uniquement les caractéristiques électriques des matériaux.

### 2.4.1 Détermination de la permittivité

La configuration du type dipôle peut être considérée, de façon générale, comme un quadripôle (tronçon de ligne) fermé sur une admittance donnée quelconque. C'est pourquoi, nous avons développé une méthode de dépouillement originale des mesures qui tient compte de la nature de cette admittance. Sur la figure 16, nous montrons trois variantes de configuration dipôle [14] [23] résumées schématiquement figure 17. Nous remarquons que la configuration "charge adaptée" n'est autre que la configuration quadripôle présentée au §2.2.3.

La mesure réalisée à l'analyseur de réseau permet de déduire  $Y_e$  de l'acquisition du coefficient de réflexion dans le plan d'entrée de l'échantillon.

L'admittance d'entrée s'exprime sous la forme :

$$Y_e = Y_c \frac{Y_s + Y_c \operatorname{th} \gamma' d}{Y_c + Y_s \operatorname{th} \gamma' d} = Y_c \operatorname{coth}(\gamma' d + \theta) \quad (2-20)$$

où  $Y_s$  indique l'admittance que présente le plan de sortie de l'échantillon

$$Y_s = Y'_c \operatorname{coth}(\theta) \quad (2-21)$$

et  $Y'_c$  l'admittance caractéristique du tronçon de ligne chargé du matériau non magnétique, reliée à l'admittance caractéristique de la ligne à air par la relation

$$Y'_c = Y_c \sqrt{\epsilon_r} \quad (2-22)$$

Ces relations conduisent au système d'équations

$$\begin{cases} j\beta Y_e d = j\beta d \sqrt{\epsilon_r} \coth(j\beta d \sqrt{\epsilon_r} + \theta) \\ j\beta Y_s d = j\beta d \sqrt{\epsilon_r} \coth(\theta) \end{cases} \quad (2-23)$$

dont la résolution permet l'obtention de  $\epsilon_r$ .

La méthode utilisée est celle de Newton [24], appliquée dans le plan complexe à un système de deux équations à deux inconnues.

L'avantage du traitement proposé provient du fait que la détermination de la permittivité  $\epsilon_r$  est obtenue par résolution du même système d'équations quelle que soit l'admittance  $Y_s$ .

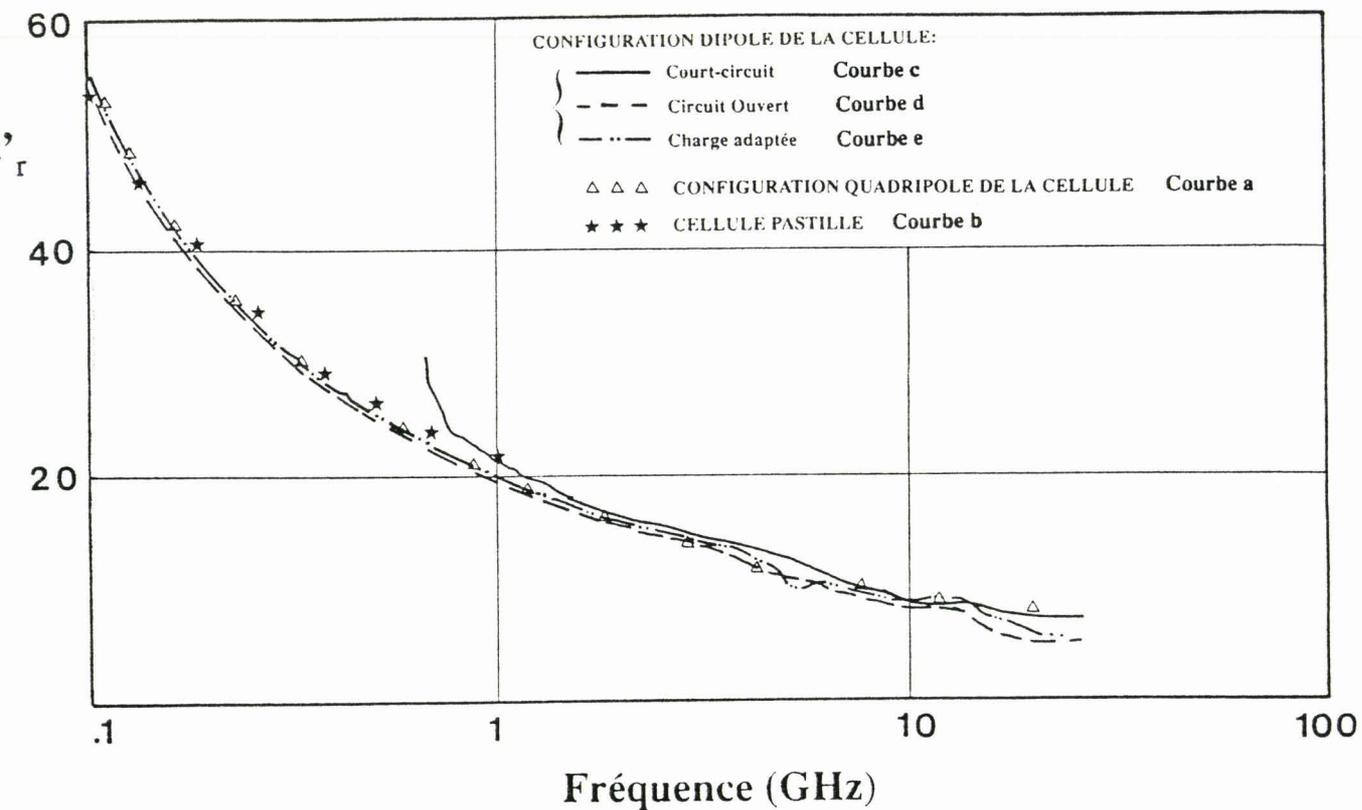
Nous présentons dans le tableau 2 les valeurs prises en compte lors du dépouillement de 3 configurations adoptées : circuit ouvert, court-circuit, charge adaptée.

Type de Configuration	Circuit ouvert	Court circuit	Charge adaptée
$Y_s$	$jC_0 \omega$	$\infty$	$Y_c$

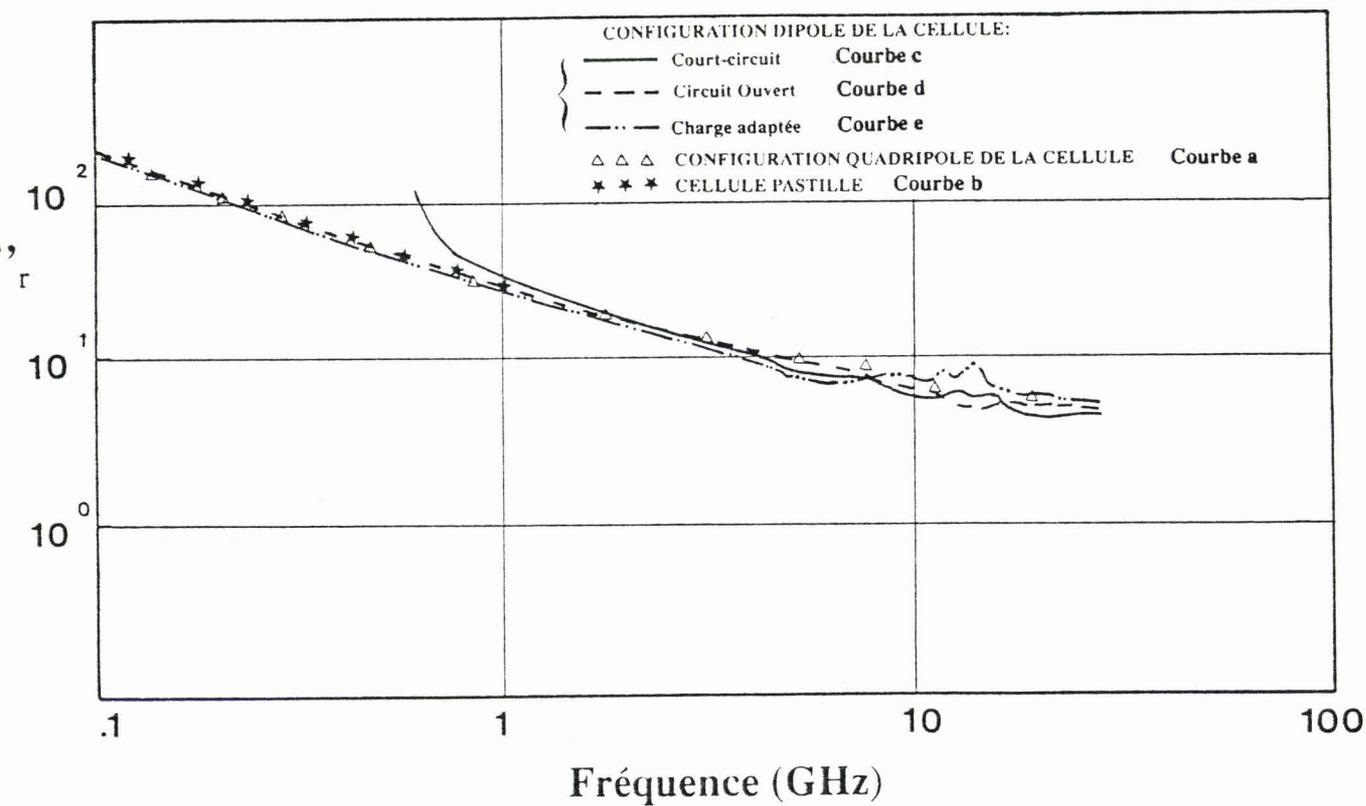
Tableau 2

Remarques :

- Dans le cas du circuit ouvert, la valeur de  $Y_s$  a été choisie afin de prendre en compte, par approximation l'effet de bord, croissant avec la fréquence présent pour ce type de mesure. Ainsi  $C_0 = C_{00} + C_{01}f + C_{02}f^2 + \dots$ [25]



a/ Représentation de  $\epsilon'_r$



b/ Représentation de  $\epsilon''_r$

Figure 18: Comparaison des différentes méthodes de caractérisation sur le polymère chargé SNPE IFP B.

- La mesure en configuration court-circuit n'est valable qu'à partir d'une fréquence voisine du GHz car pour des fréquences inférieures, l'admittance d'entrée mesurée est voisine de celle du court-circuit.

## 2.4.2 Validation expérimentale de la méthode

### 2.4.2.1 Matériaux à faibles pertes

Nous avons effectué dans un premier temps une validation du traitement sur un matériau étalon : Le Téflon. Ces résultats sont en bon accord avec ceux trouvés précédemment

### 2.4.2.2 Matériaux avec pertes

Nous utilisons ici un matériau présentant des pertes, polymère conducteur, réalisé par la SNPE pour l'IFP appelé : SNPE-IFP-B [27]. Dans un premier temps, nous l'avons caractérisé avec des méthodes connues :

- la cellule coaxiale fonctionnant en configuration quadripôle (figure 18 - courbe a) décrite précédemment (cf § 2.3).
- une cellule "pastille" développée par ailleurs dans l'équipe [18]. C'est une capacité localisée à l'extrémité d'une ligne coaxiale. L'échantillon, ayant la forme d'une pastille est pris en "sandwich" entre le conducteur central et un court-circuit. Son schéma est représenté figure 19. Du fait même de sa conception, cette cellule à constantes localisées est limitée en fréquence à quelques gigahertz. (figure 18 - courbe b).

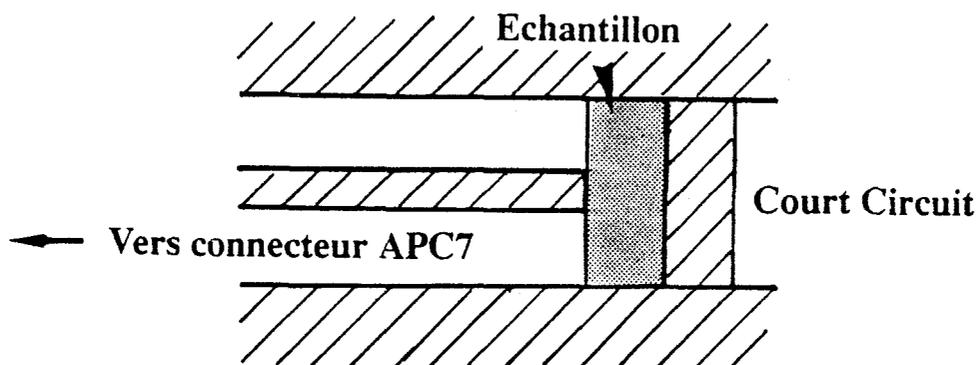
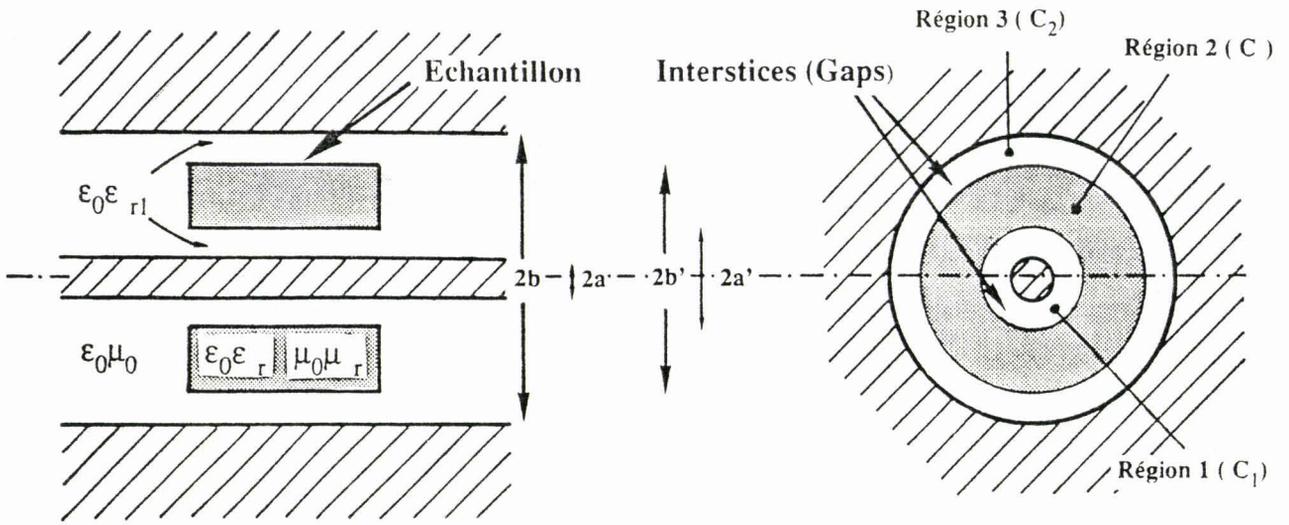
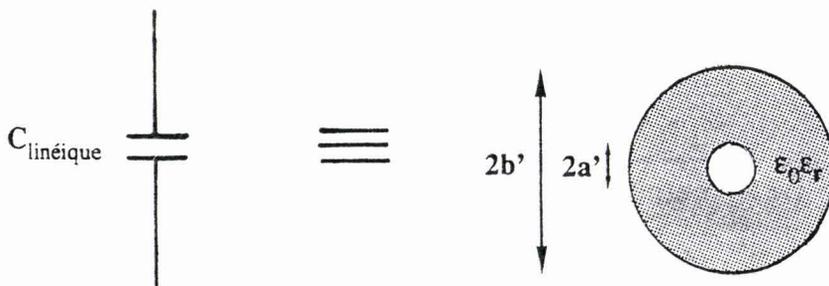


Figure 19: Schéma de principe de la cellule pastille.



**Figure 20 :** Configuration de la cellule lors de la présence de lames d'air entre conducteurs et échantillon.



**Figure 21**

Les résultats obtenus sont en parfait accord.

Dans un deuxième temps, pour valider la méthode développée dans ce travail pour la cellule dans sa configuration dipôle, nous avons étudié le même matériau. Les variations de  $\epsilon'$  et  $\epsilon''$  en fonction de la fréquence sont données sur la figure 18 courbes c, d et e. Les résultats concordent entre eux et avec ceux obtenus avec les autres méthodes.

## **2.5 Défauts inhérents à l'imperfection des contacts échantillon-cellule**

Les méthodes de mesure présentées nécessitent un excellent contact entre le matériau et les parois de la cellule. Si dans le cas de poudre compactée dans un porte échantillon (cf § 2.1), le contact est assuré, il n'en est pas de même avec des échantillons solides usinés.

Il subsiste une lame d'air entre les conducteurs et le matériau. La valeur de cet interstice est donnée par la précision d'usinage. Nous avons donc étudié son influence sur les caractéristiques réelles du matériau. Cette étude s'applique toutefois à des échantillons dont les dimensions sont voisines de la cellule. Elle permet de chiffrer l'erreur apportée par la présence de ces interstices selon la nature des échantillons. Nous proposons deux solutions à cet inconvénient.

### **2.5.1 Modélisation des contacts échantillon-cellule**

Il s'avère nécessaire de développer un modèle mathématique tenant compte de l'interstice présent entre les conducteurs et l'échantillon. La figure 20 représente le modèle développé afin de traduire ces défauts d'usinage.

Le modèle utilisé [28] [29] s'appuie sur le calcul de la capacité totale du tronçon ligne chargé du matériau. L'expression de la capacité linéique (représentée figure 21) d'une cellule coaxiale remplie de diélectrique est donnée par l'expression :

$$C = \frac{2 \Pi \epsilon_0 \epsilon_r}{\text{Log} \frac{b'}{a'}} \quad (2-24)$$

Si nous considérons maintenant la même cellule remplie d'un diélectrique laissant un "gap" de même nature  $|\epsilon_{rl}|$  entre matériau et conducteurs, il est nécessaire de prendre en compte les capacités correspondantes aux trois régions (figure 20) comme

$$\frac{1}{C_m} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C} + \frac{1}{C_2} \quad (2-25)$$

avec

$$C_1 = \frac{2 \Pi \epsilon_0 \epsilon_{rl}}{\text{Log} \frac{a'}{a}} \quad C_2 = \frac{2 \Pi \epsilon_0 \epsilon_{rl}}{\text{Log} \frac{b'}{b}} \quad C_m = \frac{2 \Pi \epsilon_0 \epsilon_{rm}}{\text{Log} \frac{b}{a}} \quad (2-26)$$

$\epsilon_{rl}$  représente le matériau remplissant le "gap" ou interstice.

Connaissant les paramètres géométriques de la cellule et de l'échantillon, il est possible de déduire de la valeur mesurée, la valeur effective du matériau considéré en utilisant la relation

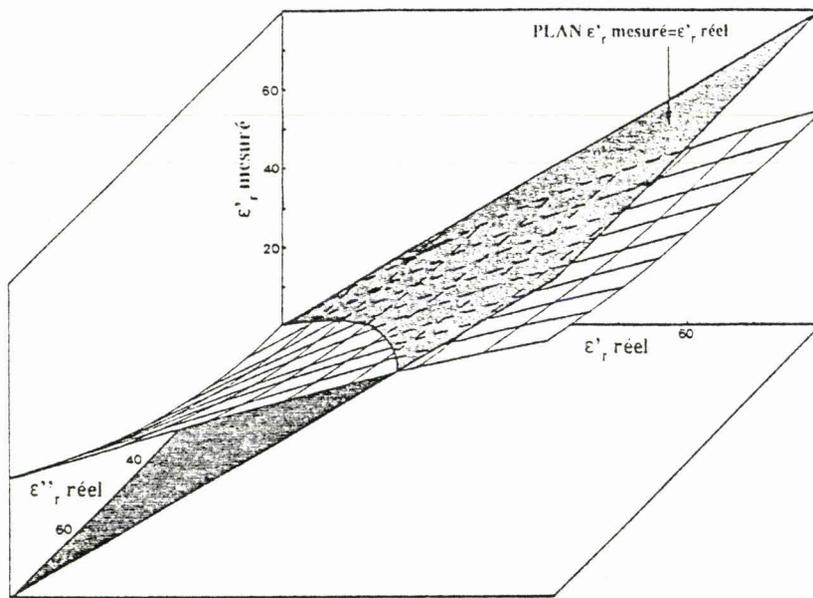
$$\epsilon_{rm} = \text{Log} \frac{b}{a} \left[ \frac{\text{Log} \frac{a'}{a}}{\epsilon_{rl}} + \frac{\text{Log} \frac{b'}{a'}}{\epsilon_r} + \frac{\text{Log} \frac{b}{b'}}{\epsilon_{rl}} \right]^{-1} \quad (2-27)$$

$\epsilon_{rm}$  = permittivité relative déduite de la mesure.

$\epsilon_r$  = permittivité relative réelle du matériau.

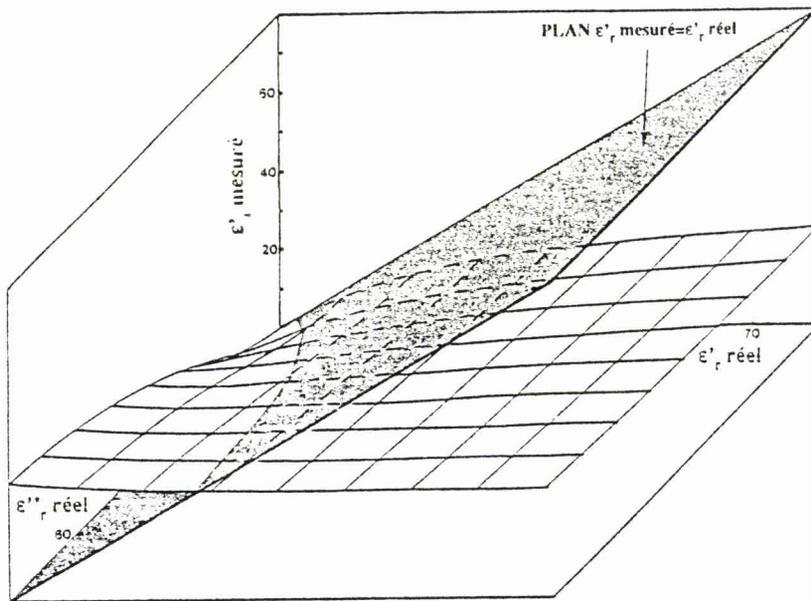
## 2.5.2 Précision et correction à apporter par la présence de lames d'air entre conducteurs et échantillon.

Afin d'évaluer les conséquences d'un usinage insuffisamment précis de l'échantillon, nous étudions la modification de la valeur mesurée par la présence de tels interstices. La précision de l'usinage du conducteur central et du conducteur extérieur étant identique, l'épaisseur de l'interstice aura la même valeur sur les deux conducteurs : notée  $\zeta$  en mm



a/

$\zeta = .01 \text{ mm}$



b/

$\zeta = .05 \text{ mm}$

Figure 22 : Représentation de  $\epsilon'_r$  mesuré en fonction des caractéristiques réelles du matériau .

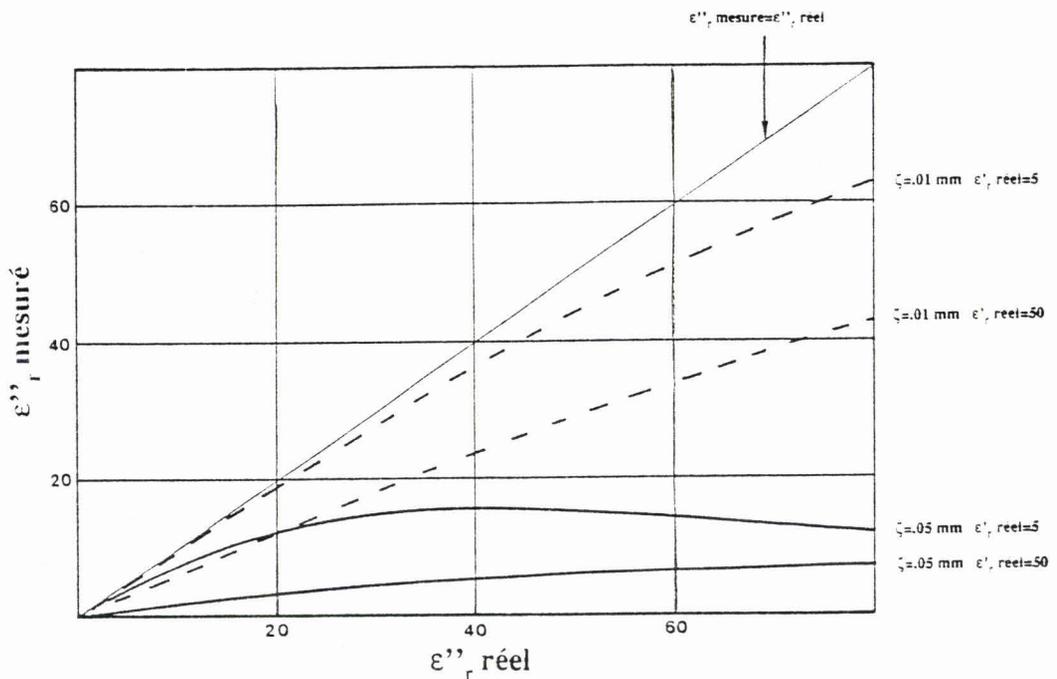


Figure 23 : Représentation de  $\epsilon''_r$  mesuré en fonction de  $\epsilon''_r$  réel pour différentes valeurs de  $\epsilon'_r$  réel et  $\zeta$ .

$$\zeta = b - b' = a' - a \quad (2-28)$$

Nous montrons figure 22a et 22b l'influence des caractéristiques réelles du matériau et de la dimension des interstices sur la valeur apparente mesurée de la permittivité déduite de la mesure : Pour deux valeurs de  $\zeta$  nous traçons les valeurs de  $\epsilon'_{,m}$ , que l'on calcule à l'aide de la relation 2-27 en fonction des valeurs réelles  $\epsilon'_{,r}$  et  $\epsilon''_{,r}$  du matériau. L'étude est réalisée en comparant la position du paramètre  $\epsilon'_{,m}$  par rapport au plan  $\epsilon'_{,m}$  mesuré =  $\epsilon'_{,r}$  réel, quel que soit  $\epsilon''_{,r}$  réel c'est-à-dire lorsqu'il n'y a pas d'interstices.

Au vu de ces courbes deux remarques sont à apporter :

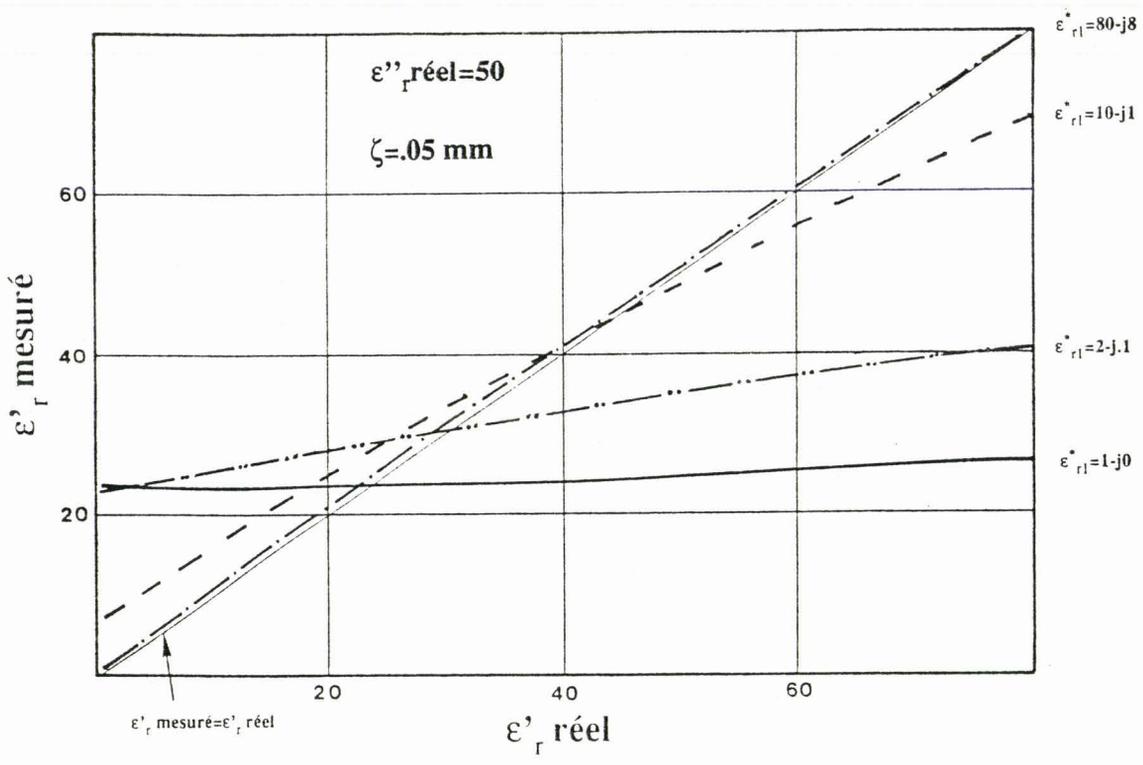
- L'erreur sur la permittivité relative mesurée  $\epsilon'_{,m}$  est d'autant plus importante que l'épaisseur  $\zeta$  est grande.
- A partir d'une valeur de  $\epsilon''_{,r}$  réel proche de 50, la permittivité mesurée devient indépendante de la valeur réelle de la permittivité du matériau. Ceci est principalement illustré figure 22b où nous remarquons que les valeurs de  $\epsilon'_{,m}$  s'éloignent fortement du plan  $\epsilon'_{,m} = \epsilon'_{,r}$  réel.

Ceci se justifie à partir de la relation 2-27 : la capacité correspondant aux interstices ayant une contribution primordiale sur la capacité totale.

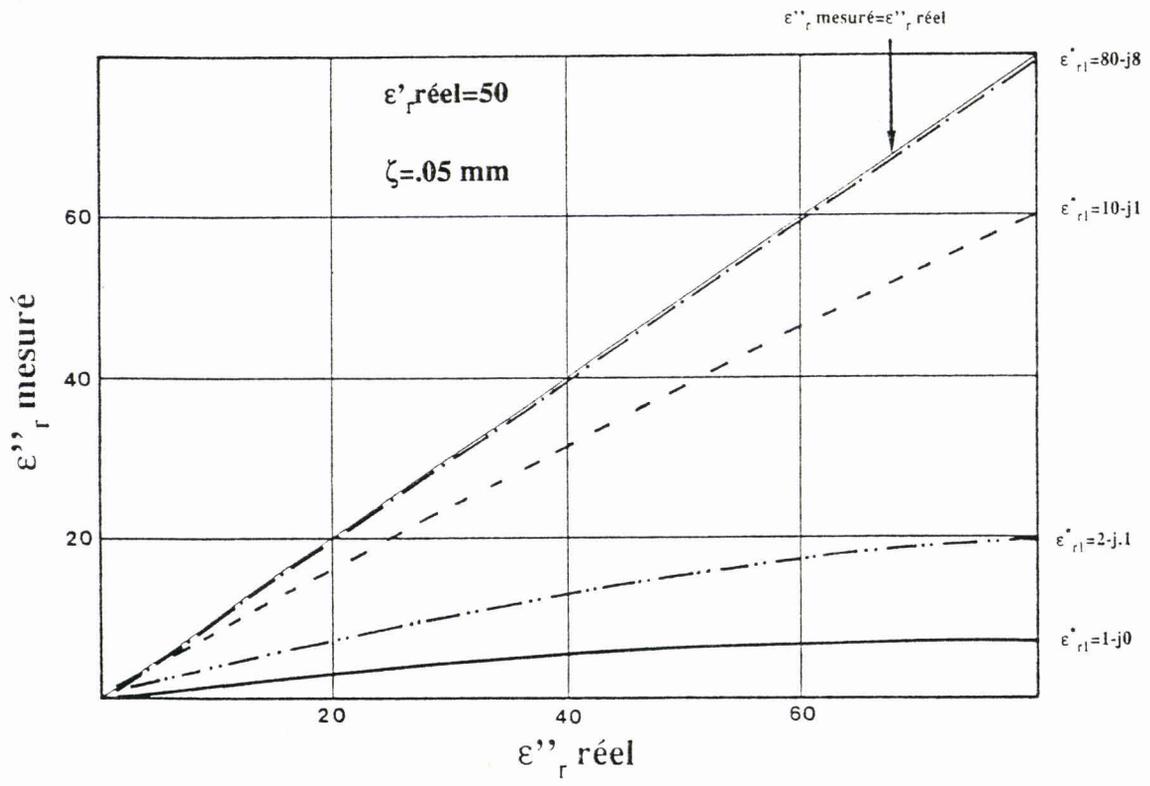
Figure 23, nous étudions l'influence de deux interstices données ( $\zeta = .05$  mm et  $\zeta = .01$  mm) sur l'évolution du paramètre  $\epsilon''_{,m}$ , mesuré pour deux échantillons de permittivité  $\epsilon'_{,r}$  réelles différentes. Nous confirmons ainsi que la perturbation apportée par le "gap" est d'autant moindre que l'échantillon est de faible permittivité.

D'un point de vue électromagnétique, ceci s'explique par une importante diminution de l'amplitude des courants lors du passage au travers du matériau quasi isolant que constituent les interstices.

A partir de cette étude, nous pouvons conclure qu'il est indispensable d'éliminer tout interstice puisque même faible ( $\zeta = 10 \mu m$  pour un échantillon de 7 mm de diamètre) il peut modifier la mesure de 31 % ( $\epsilon'_{,m}$  mesuré = 55 et  $\epsilon''_{,r}$  réel = 80). Néanmoins l'influence de l'épaisseur  $\zeta$  reste faible tant que



a/ Correction sur  $\varepsilon'_{r \text{ mesuré}}$



b/ Correction sur  $\varepsilon''_{r \text{ mesuré}}$

Figure 24 : Influence sur la valeur mesurée de la permittivité du matériau remplissant l'interstice

$$\frac{\epsilon_r}{\text{Log} \frac{b'}{a'}} \gg \frac{1}{\text{Log} \frac{a'}{a'-\zeta}} + \frac{1}{\text{Log} \frac{\zeta+b}{b'}} \quad (2-29)$$

Une solution permettant de réduire cet effet consiste à remplir les interstices. L'étude est effectuée à partir des caractéristiques d'échantillons ( $\epsilon'_{\text{réel}} = 50$ ,  $\epsilon''_{\text{réel}} = 50$ ) et d'interstices ( $\zeta = .05$  mm) pour lesquels la solution proposée sera l'une des plus significatives. Les courbes 24a et 24b sont représentées en considérant l'un des paramètres ( $\epsilon'_r$ , réel) ou ( $\epsilon''_{\text{réel}}$ ) de l'échantillon constant et divers matériaux réalisant le remplissage. Elles montrent bien que le remplissage par un matériau présentant de fortes pertes permet une excellente correction ; l'exemple de l'eau ( $\epsilon_{r,l} = 80 - j 8$  à 1 GHz) confirme cette affirmation.

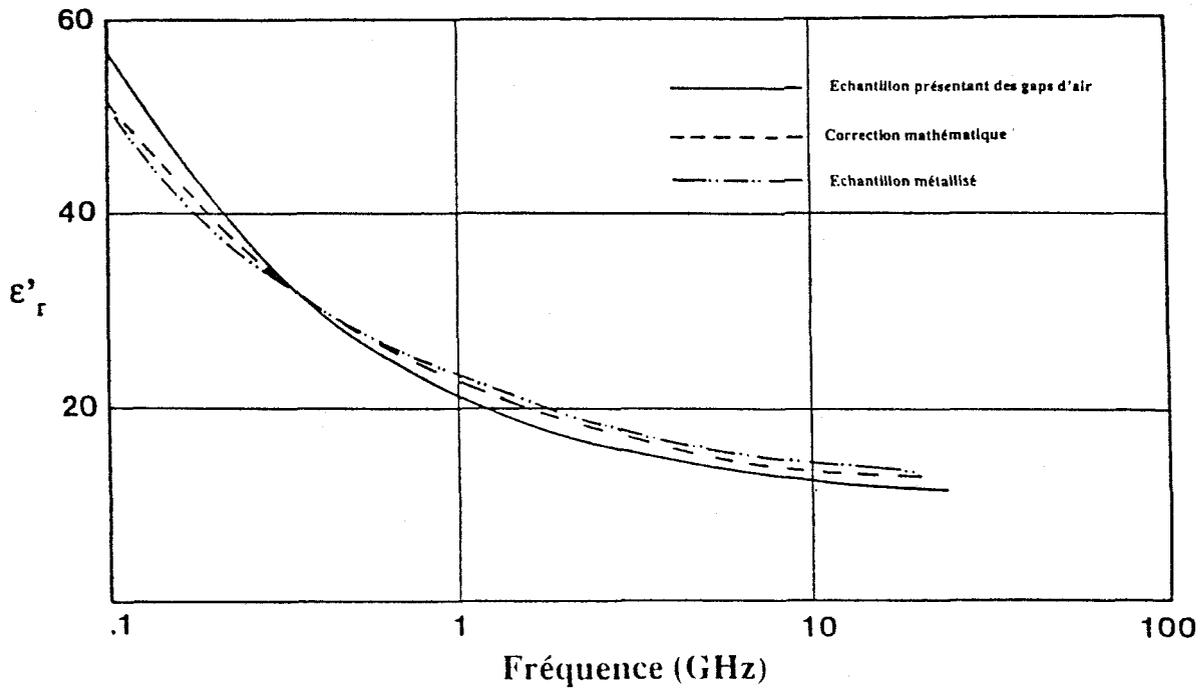
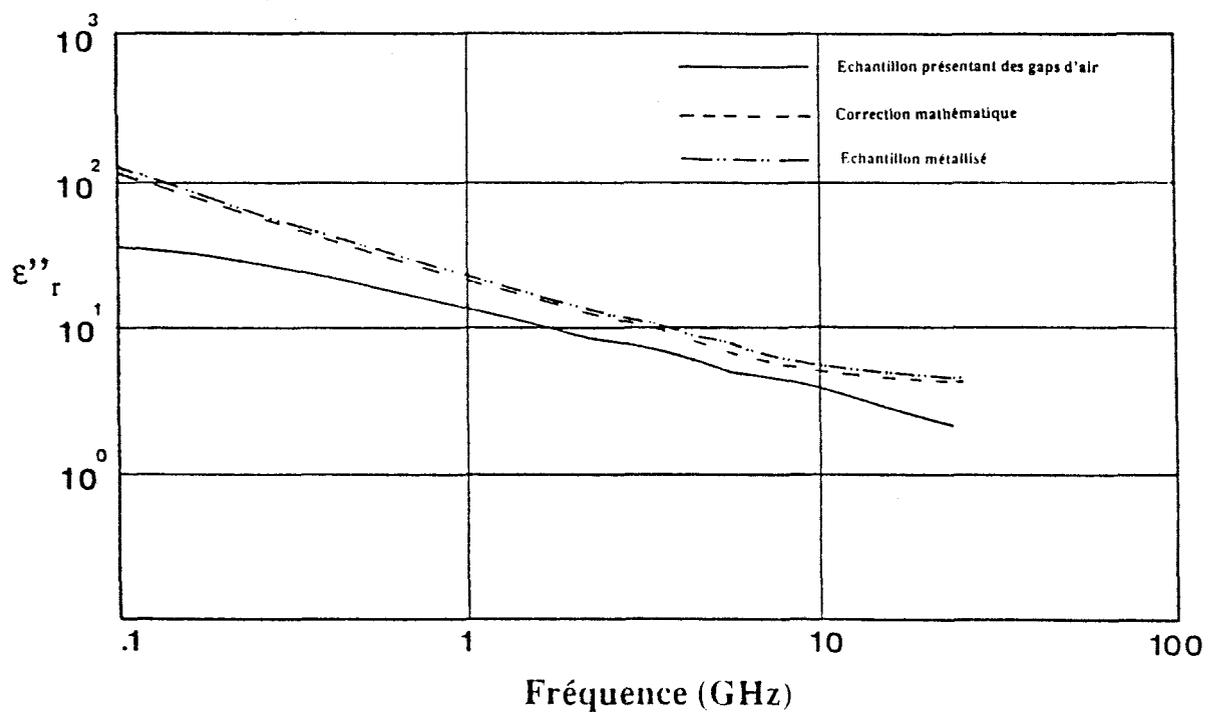
Ces résultats sont prévisibles puisque les lignes de courant se referment mieux dans un matériau conducteur. Dans le cas d'un interstice rempli d'eau, la valeur mesurée est surestimée par rapport à la valeur réelle de l'échantillon ; cette différence est due à la correction qui réalise une modification de la dimension effective de la cellule.

### 2.5.3 Validation expérimentale

Nous avons caractérisé un même matériau : le polymère chargé SNPE - IFP - B de 2 manières [27]. Dans un premier temps en utilisant la correction mathématique qui permet d'éliminer l'influence des interstices sur la mesure de l'échantillon, puis ensuite en métallisant entièrement les surfaces de cet échantillon de façon à réaliser un contact parfait avec la cellule. Ces résultats sont présentés figure 25 où la correction se révèle tout aussi satisfaisante que la métallisation.

Pour des matériaux présentant des pertes élevées, si la métallisation des échantillons s'avère indispensable, la correction mathématique donne des résultats satisfaisants mais nécessite la parfaite connaissance des paramètres géométriques de l'échantillon.

Pour des matériaux présentant de faibles pertes ( $\epsilon''_r < .1$ ) et une permittivité inférieure à 20, la discontinuité au niveau de l'interface échantillon -interstice est faible. Ceci est illustré figure 22a et 22b. La correction dans ce cas n'est pas nécessaire.

a/ Représentation de  $\epsilon'_r$ b/ Représentation de  $\epsilon''_r$ 

**Figure 25 :** Caractérisation du polymère chargé SNPE IFP C.  
 - Mesure sur un échantillon présentant des interstices échantillon-conducteurs  
 Correction mathématique de cette mesure  
 - Mesure sur le même échantillon métallisé

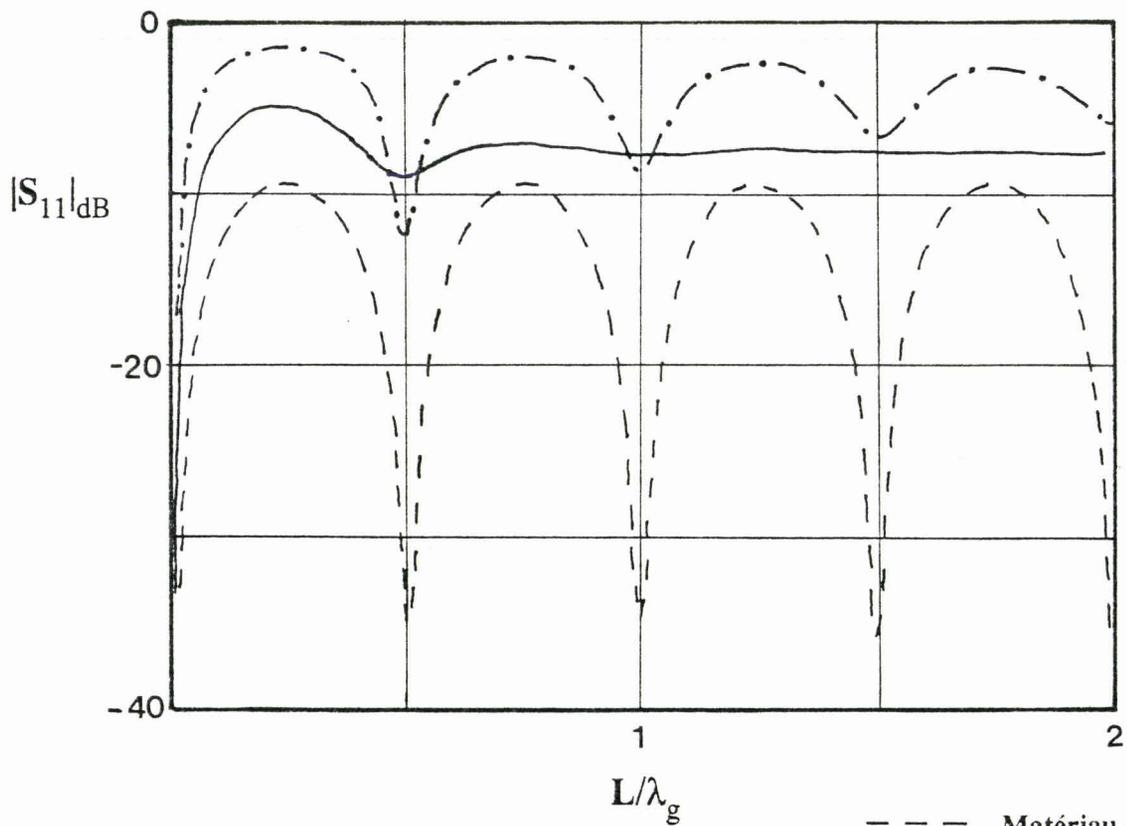


Figure 26: Evolutions du module de  $S_{11}$  en fonction de  $L/\lambda_g$  pour les matériaux A,B,C.

- Matériau A  $\left\{ \begin{array}{l} \epsilon_r = 2.08 - j.0 \\ \mu_r = 1 - j.10^{-3} \end{array} \right.$
- · - · Matériau B  $\left\{ \begin{array}{l} \epsilon_r = 20 - j.5 \\ \mu_r = 1 - j.10^{-3} \end{array} \right.$
- Matériau C  $\left\{ \begin{array}{l} \epsilon_r = 2 - j.05 \\ \mu_r = 10 - j.5 \end{array} \right.$

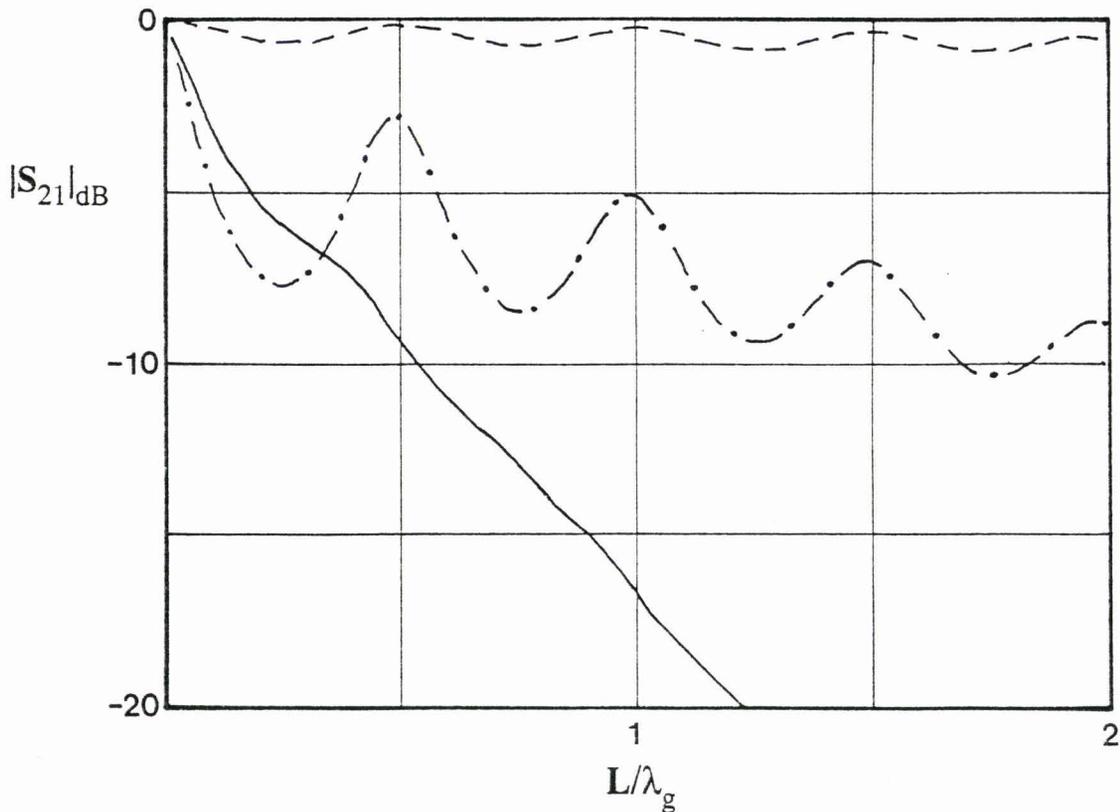


Figure 27: Evolutions du module de  $S_{21}$  en fonction de  $L/\lambda_g$  pour les matériaux A,B,C.

## 2.6 Influence des incertitudes de mesure

Afin de préciser la validité de la détermination des caractéristiques électromagnétiques d'un matériau, il est important d'étudier la précision liée aux incertitudes de mesure. Ces incertitudes, présentées dans le paragraphe §1.2.2 dépendent directement du module du paramètre  $S_{ij}$  mesuré. Qu'il s'agisse du coefficient de réflexion ou de transmission, l'incertitude est maximale pour des amplitudes faibles.

Cette étude permet également de définir la sensibilité aux perturbations de la méthode ; ceci permettant de conclure sur ses limitations.

Parallèlement à la mise au point de programmes de dépouillement, nous avons développé un logiciel de simulation permettant de décrire les erreurs dans de nombreux cas. Ce logiciel permet de déduire les paramètres de la matrice  $[S]$  des caractéristiques électromagnétiques du matériau, de sa géométrie, et du type de cellule utilisé.

### 2.6.1 Choix d'une longueur optimale

Le choix d'un échantillon de longueur optimale peut s'avérer essentiel pour une mesure correcte.

Pour justifier ceci, nous étudions, par une méthode de simulation les variations fréquentielles du module des termes  $S_{11}$  et  $S_{21}$ . Nous présentons leurs évolutions figure 26 et figure 27 pour des matériaux de caractéristiques électromagnétiques différentes :

- un matériau purement diélectrique sans pertes (Matériau A)
- un matériau purement diélectrique avec pertes (Matériau B)
- un matériau magnétique présentant des pertes (Matériau C)

L'étude des tracés présentés figure 26 montre de fortes variations du module de  $S_{11}$  en fonction de  $L/\lambda_g$  où  $\lambda_g = \frac{c}{freq.} \Re(\mu_r \epsilon_r)^{1/2}$ .

Les valeurs de  $L/\lambda_g$  pour lesquelles  $S_{11}$  est minimum sont données par la relation.

$$L/\lambda_g = n/2 \quad (2-30)$$

Pour ces valeurs, le paramètre  $S_{11}$  peut être situé dans la zone d'incertitude maximale définie § 1.2.2 à - 20 dB.

Le matériau A étant sans pertes, il se comporte comme un résonateur diélectrique. Il est donc nécessaire de prévoir un échantillon de longueur optimale. Cette longueur est choisie de manière à ce que les fréquences de résonance soient situées hors bande de mesure. Cette longueur optimale doit donc répondre à l'inégalité.

Pour les matériaux présentant des pertes diélectriques ou magnétiques le choix d'une longueur optimale n'est pas primordial. Ceci s'explique par le fait que l'onde est atténuée progressivement dans le matériau et ne présente donc pas d'intersection avec la zone d'incertitude importante sur  $S_{11}$ .

$$L < \frac{\lambda_{g\min}}{4}$$

$$\text{avec } \lambda_{g\min} = \frac{c}{f_{\max}} \Re(\mu_r \epsilon_r)^{1/2}$$

$f_{\max}$  : fréquence maximale de mesure

(2-31)

Le calcul s'effectue en considérant les évolutions de  $S_{11}$  puisque comme le montre la figure 27, le module de  $S_{21}$  ne prend pas de valeurs inférieures à - 50 dB. Cette valeur correspond à la limite à partir de laquelle la mesure de  $S_{21}$  devient imprécise (§ 1.2.2)

## 2.6.2 Précision propre à la mesure

### 2.6.2.1 Description de la méthode adoptée

La précision sur le calcul de  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$  dépend en grande partie de l'incertitude de mesure sur les paramètres de la matrice de répartition. Ces incertitudes de mesure présentées au § 1.2.2. sont fonction du module du paramètre de la matrice de répartition qui s'exprime de la forme :

$$S_{ij} = |S_{ij}| e^{j\varphi(S_{ij})} \quad (2-32)$$

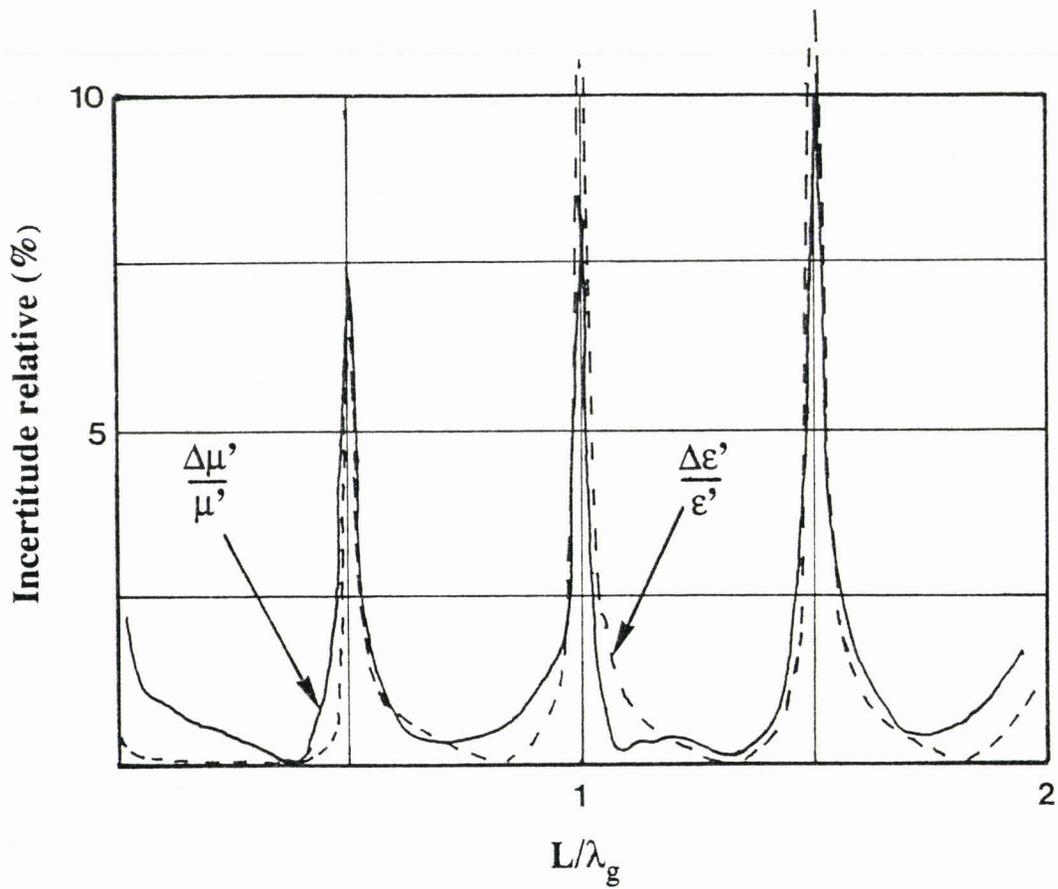


Figure 28: Evolutions des incertitudes relatives sur  $\epsilon'_r$  et  $\mu'_r$  en fonction de  $L/\lambda_g$  pour le matériau A.

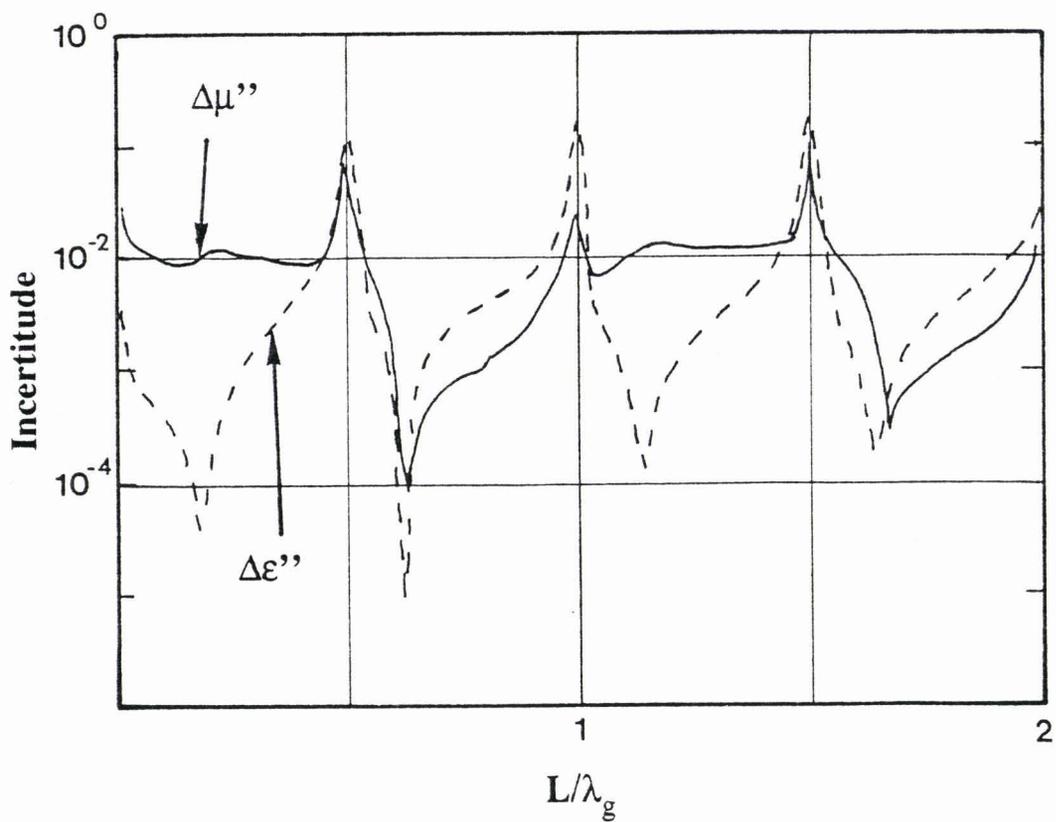


Figure 29: Evolutions des incertitudes absolues sur  $\epsilon''_r$  et  $\mu''_r$  en fonction de  $L/\lambda_g$  pour le matériau A.

et dont le logarithme népérien s'exprime par :

$$\text{Log}(S_{ij}) = \text{Log}|S_{ij}| + j\varphi(S_{ij}) \quad \text{avec } i, j = 1, 2 \quad (2-33)$$

Afin de réaliser un modèle qui fournit l'incertitude de mesure sur les valeurs des caractéristiques électromagnétiques  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ , nous décomposons l'incertitude relative sur  $S_{ij}$  en fonctions des incertitudes en module et phase :

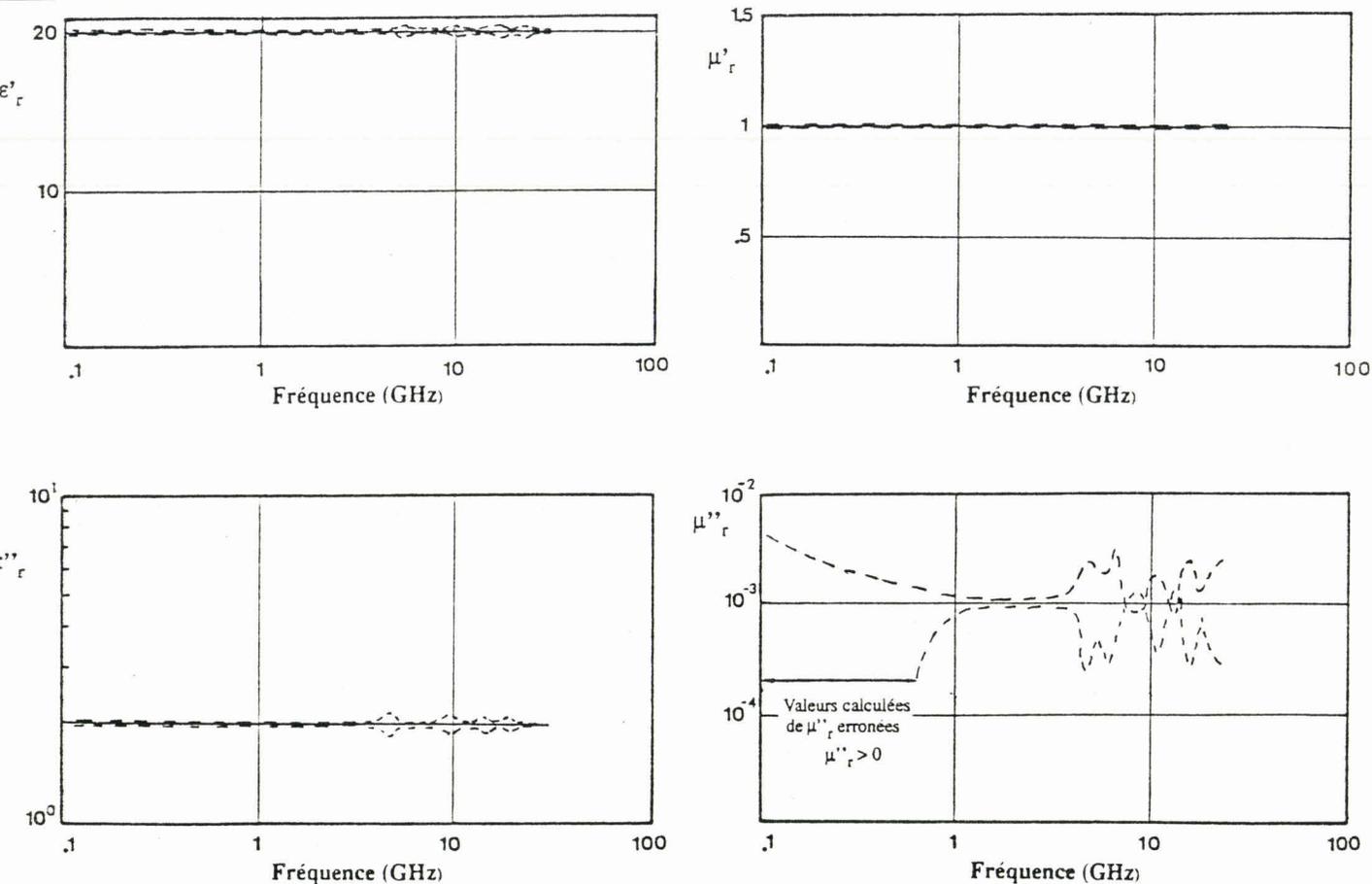
$$\frac{\Delta S_{ij}}{S_{ij}} = \frac{\Delta|S_{ij}|}{|S_{ij}|} + j\Delta\Phi(S_{ij}) \quad (2-34)$$

### 2.6.2.2 Application à la détermination de la précision sur les caractéristiques $\epsilon_r$ et $\mu_r$

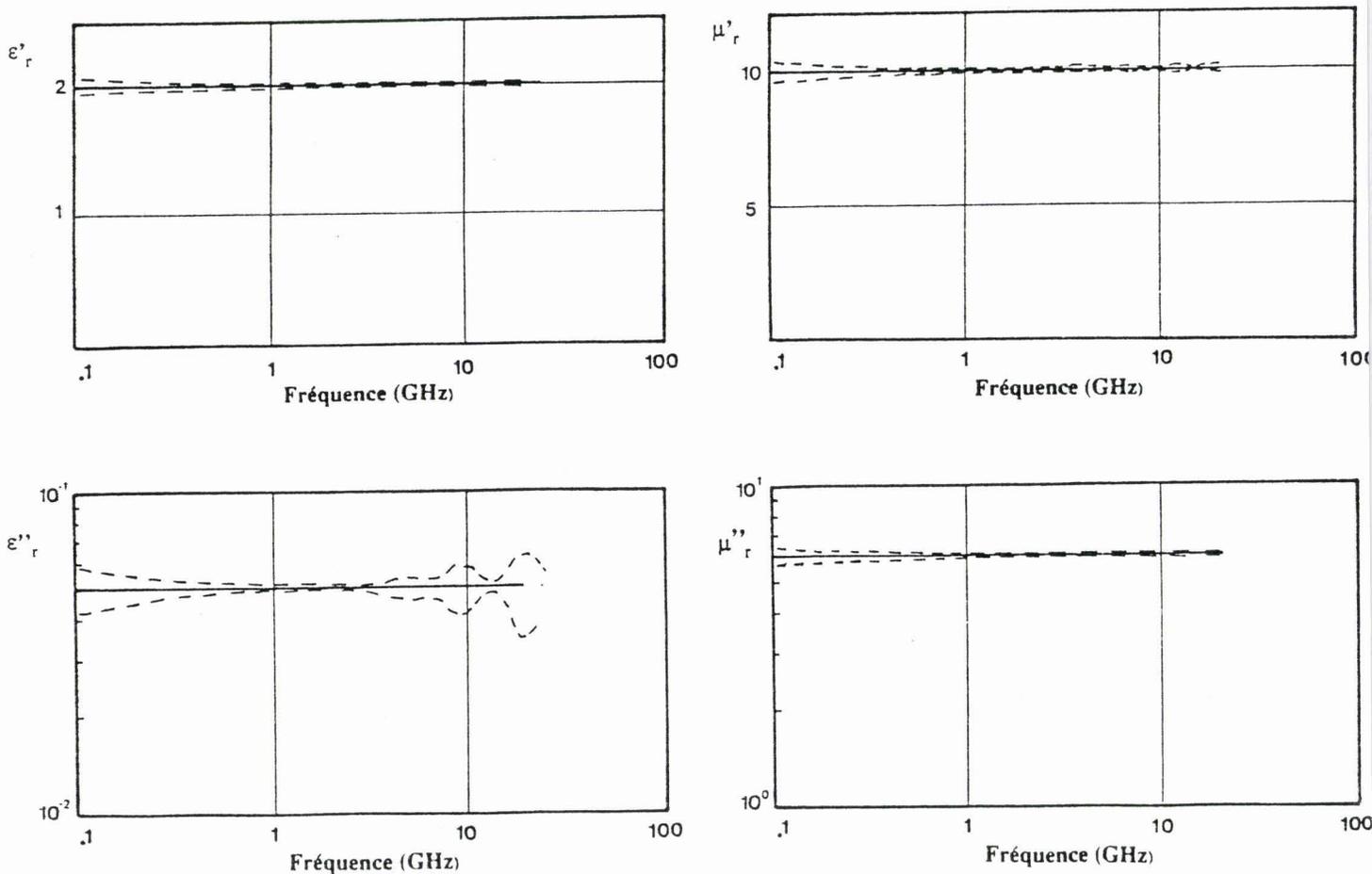
La méthode décrite au § 4.2.1 est appliquée au traitement des mesures lors de l'utilisation de la cellule dans sa configuration de type quadripôle. Cette étude est effectuée sur les trois matériaux A, B, C qui permettent de mettre en évidence l'influence des paramètres  $S_{ij}$ . Nous précisons ici que les courbes présentées traduisent les effets des incertitudes maximales sur les paramètres  $S_j$  mesurés.

#### A. Matériau purement diélectrique sans pertes (Matériau A)

Après les remarques faites dans le paragraphe 2.6.1, nous précisons dans un premier temps le choix d'une longueur optimale. Dans le cas d'une longueur de 2cm, supérieure à la longueur optimale pour ce matériau, nous présentons figure 28 les incertitudes relatives  $\frac{\Delta\epsilon'}{\epsilon'}$  et  $\frac{\Delta\mu'}{\mu'}$  obtenues par simulation en fonction de  $L/\lambda_g$ . Pour des longueurs respectant la condition  $L/\lambda_g = n/2$  nous relevons des incertitudes voisines de 10 %. Ceci confirme l'importance de choisir une longueur optimale pour laquelle les permittivités et perméabilités réelles seront déterminées avec précision. Les tracés de la figure 29 mettent en évidence les limitations de cette méthode pour la caractérisation de matériaux aux faibles pertes diélectriques ou magnétiques. En effet, pour le cas étudié ici ( $\epsilon''_r = 5 \cdot 10^{-2}$  et  $\mu''_r = 10^{-4}$ ), nous remarquons que l'incertitude absolue peut prendre des valeurs supérieures à celles du matériau et induire des valeurs erronées. Ainsi la limite inférieure des pertes diélectriques ou magnétiques mesurables à l'aide de notre méthode est de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-2}$ .



**Figure 30:** Evolutions fréquentielles des incertitudes relevées lors du calcul de  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$  pour le matériau B. Les incertitudes sont représentées en pointillés.



**Figure 31:** Evolutions fréquentielles des incertitudes relevées lors du calcul de  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$  pour le matériau C. Les incertitudes sont représentées en pointillés.

## B. Matériau à pertes diélectriques ou magnétiques (Matériau B et C)

Nous présentons figure 30 et figure 31, les caractéristiques électromagnétiques de tels matériaux ainsi que l'incertitude calculée sur ces caractéristiques. Ces courbes sont présentées en pointillés. Les résultats précisent la bonne caractérisation de matériaux à pertes diélectriques ou magnétiques. Ceci est prévisible suite aux remarques formulées dans le paragraphe 2.6.1 puisque les paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  pour ces matériaux sont mesurées avec une bonne précision. Nous précisons que pour ces échantillons, la longueur n'est pas choisie optimale. Nous relevons d'ailleurs figure 31 de légères variations de l'incertitude pour les fréquences où un des coefficients  $S_{11}$  et  $S_{21}$  est faible.

La précision sur la détermination des caractéristiques diélectriques et magnétiques dépend donc principalement de la nature du matériau. Cependant le choix de la longueur de l'échantillon permet d'augmenter la précision.

- pour des matériaux diélectriques faibles pertes, le choix d'une longueur optimale de l'échantillon est nécessaire. La précision sur la détermination de  $\epsilon_r'$  est alors inférieure à 5 %. Pour les pertes diélectriques ou magnétiques notre étude définit à  $5 \cdot 10^{-2}$  la valeur minimale mesurable.
- La méthode de caractérisation proposée est parfaitement adaptée aux matériaux présentant des pertes diélectriques ou magnétiques.

Remarque : La représentation sur abaque de Smith de la mesure des paramètres  $S_{11}$  et  $S_{21}$  permet, en vérifiant que leurs évolutions ne présentent pas d'intersection avec les zones d'incertitudes maximales, d'évaluer la précision sur la détermination de  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ . Ceci est le cas présenté figures 32 et 33 pour un polymère chargé. Ses caractéristiques électromagnétiques seront donc déterminées avec précision.

### 2.6.2.3 Précision des mesures lors de l'utilisation de la cellule dans sa configuration de type dipôle

La configuration de la cellule sous forme dipôle nécessite un traitement numérique des mesures différent de celui utilisé par la cellule dans sa configuration quadripôle. Il en résulte de nouvelles expressions de l'incertitude sur les résultats obtenus.

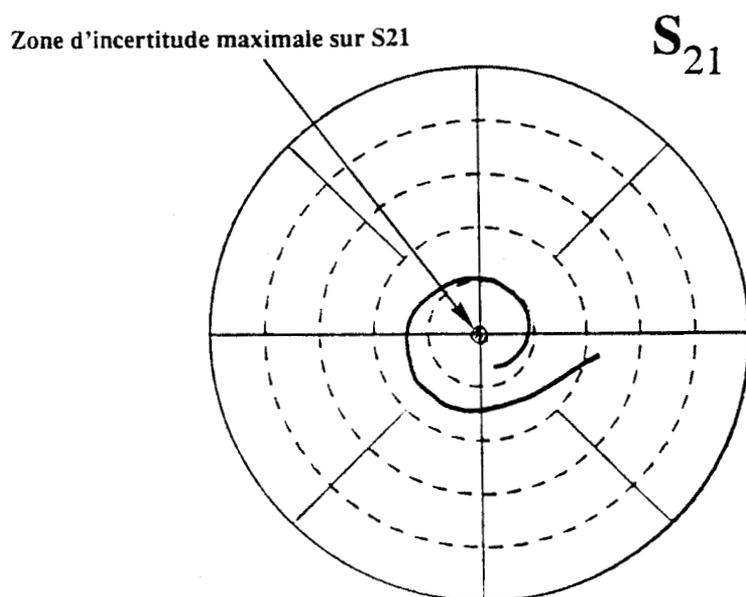


Figure 32: Représentation polaire du paramètre  $S_{21}$  de la mesure du polymère chargé IFP SNPE C.

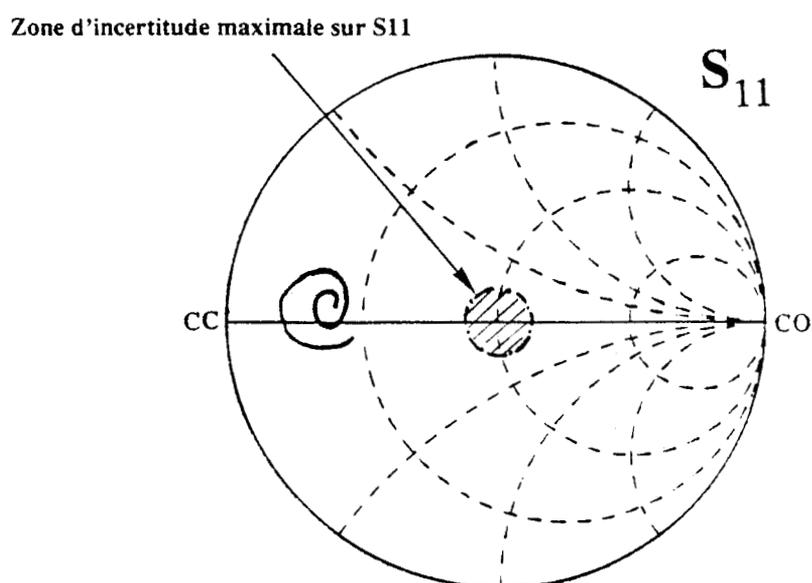
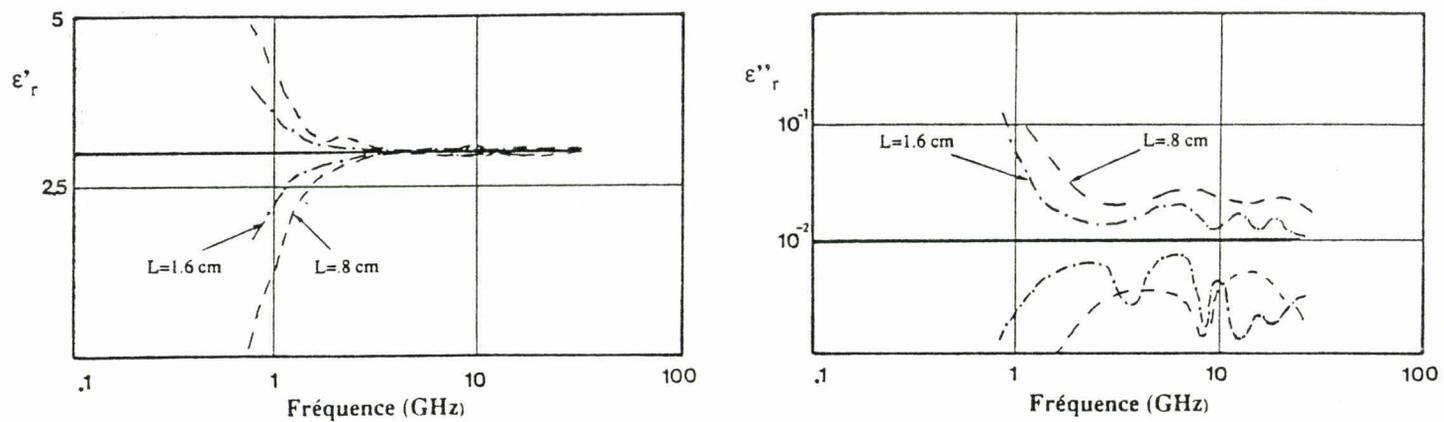
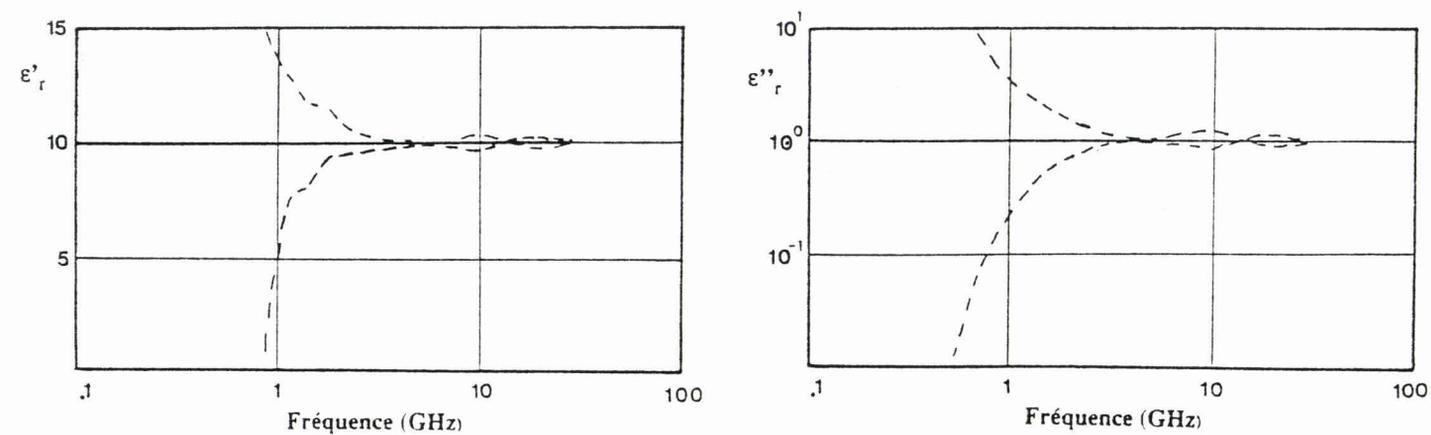


Figure 33: Représentation polaire du paramètre  $S_{11}$  de la mesure du polymère chargé IFP SNPE C.



**Figure 34:** Evolutions fréquentielles des incertitudes relevées lors du calcul de  $\epsilon_r$  pour le matériau faibles pertes.

Les incertitudes sont représentées en pointillés. La cellule est utilisée dans sa configuration dipole "court circuit".



**Figure 35:** Evolutions fréquentielles des incertitudes relevées lors du calcul de  $\epsilon_r$  pour le matériau à pertes.

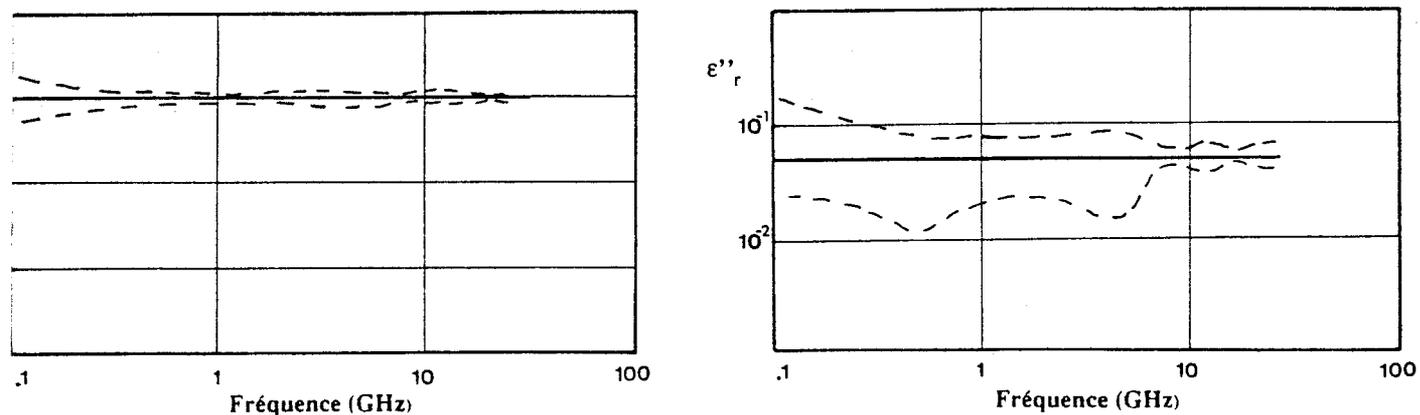
Les incertitudes sont représentées en pointillés. La cellule est utilisée dans sa configuration dipole "court circuit".

Pour les trois types de caractérisation, l'incertitude est calculée sur les caractéristiques électromagnétiques de deux matériaux particuliers : un matériau faibles pertes ( $\epsilon_r = 3 - j.05$ ) et un matériau à pertes ( $\epsilon_r = 10 - j1$ ) ; ces matériaux étant choisis après plusieurs essais afin de bien définir la précision.

Nous présentons figure 34 et figure 35 les résultats de simulations obtenus par la configuration "court-circuit" représentée figure 16. Les variations relevées des incertitudes montrent l'imprécision de la méthode par des fréquences inférieures à 1 GHz quel que soit le matériau et la bonne précision (< 5 %) pour des fréquences supérieures. Ceci confirme les limitations de la méthode pour cette configuration présentées au paragraphe 2.4.2 : La mesure en configuration "court-circuit" n'est valable qu'à partir d'une fréquence voisine du GHz. Nous montrons également sur ces tracés que les matériaux à pertes sont caractérisés correctement et que la précision est augmentée dans le cas de matériaux faibles pertes en utilisant des longueurs d'échantillons plus importantes. Pour ce type de configuration comme pour la mesure en configuration "circuit ouvert" nous obtenons des coefficients de réflexion plus faibles et moins sensibles aux perturbations.

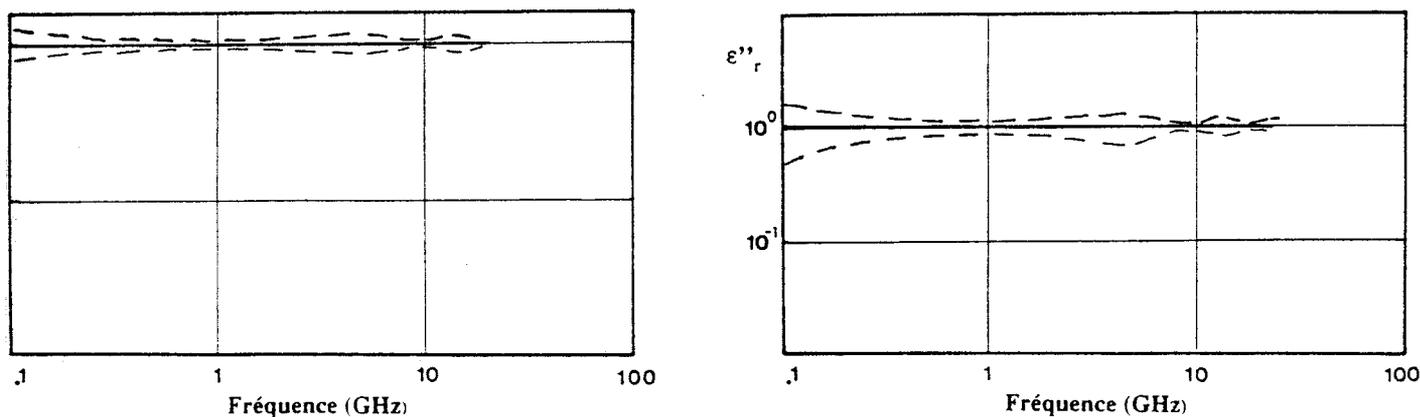
Pour le dépouillement des mesures en cellule circuit ouvert, les tracés des figures 36 et 37 illustrent la bonne précision de la méthode lors de la détermination des caractéristiques de matériaux à faibles et fortes pertes.

Dans le cas de la configuration "charge adaptée" nous ne présentons pas les tracés des incertitudes vérifiées voisines de celles observées pour la configuration quadripôle pour des matériaux purement diélectriques.



**Figure 36:** Evolutions fréquentielles des incertitudes relevées lors du calcul de  $\epsilon_r$  pour le matériau faibles pertes.

Les incertitudes sont représentées en pointillés. La cellule est utilisée dans sa configuration dipole "circuit ouvert".



**Figure 37:** Evolutions fréquentielles des incertitudes relevées lors du calcul de  $\epsilon_r$  pour le matériau à pertes.

Les incertitudes sont représentées en pointillés. La cellule est utilisée dans sa configuration dipole "circuit ouvert".

## 2.7 Conclusion

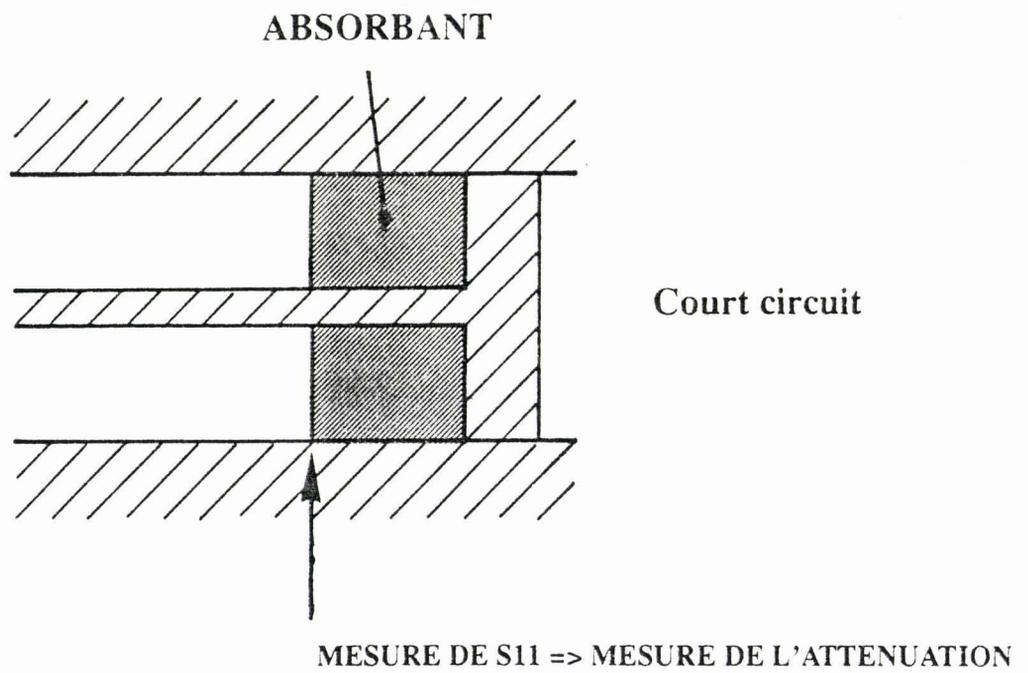
Dans ce chapitre, nous avons présenté les divers bancs et cellules de mesures que nous avons développés autour de l'analyseur de réseaux HP 8510 pour caractériser les matériaux.

Dans le cadre de cette caractérisation électromagnétique les méthodes retenues présentent les avantages suivants :

- une mise en oeuvre rapide
- une faible quantité de matériau
- une caractérisation à large bande de fréquences

Nous rappelons que la caractérisation complète du matériau ( $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ ) n'est possible qu'en utilisant la cellule coaxiale dans sa configuration quadripôle. Ces méthodes requièrent cependant de tenir compte d'éléments limitant leur utilisations :

- Les matériaux présentant des pertes importantes nécessitent un excellent usinage de l'échantillon mais sont caractérisés avec une excellente précision.
- Pour des matériaux à faibles pertes, les échantillons doivent respecter une longueur optimale mais peuvent présenter de légers défauts de contact échantillon-conducteurs.



**Figure 38:** Caractérisation d'un absorbant en cellule coaxiale.

# Chapitre 3

## Caractérisation d'absorbants microondes

### 3.1 Introduction

Les méthodes de caractérisation en microondes d'absorbants nécessitent la mesure du coefficient de réflexion d'une onde électromagnétique incidente sur le matériau [31].

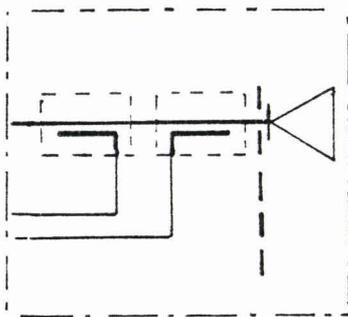
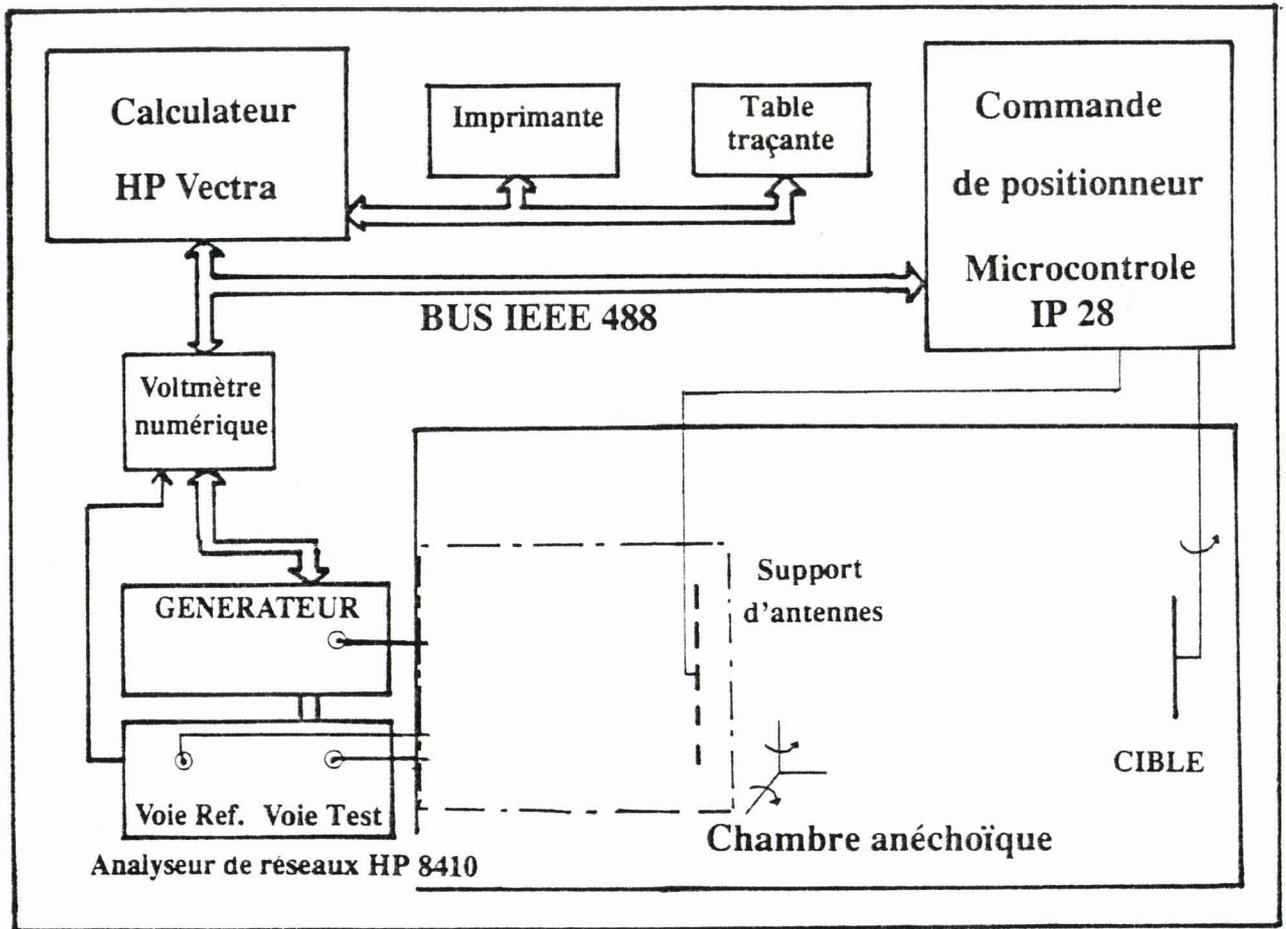
Cette mesure peut être effectuée soit en propagation guidée, soit en propagation libre.

- L'étude en propagation guidée s'effectue dans ce travail à l'aide d'une cellule coaxiale. Elle permet de simplifier le dépouillement des résultats grâce à la propagation d'une onde transverse électromagnétique.

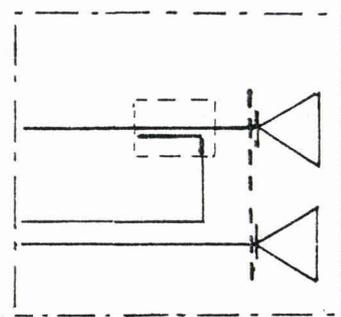
La méthode de mesure a été décrite dans le chapitre II. Rappelons que pour ce type de caractérisation, nous mesurons à l'analyseur de réseaux le paramètre  $S_{11}$  de la matrice de répartition. Il correspond au coefficient de réflexion de l'échantillon déposé sur un plan métallique : Cellule court-circuitée, configuration possible de notre cellule. (cf figure 38)

Pour des matériaux homogènes, cette méthode présente l'avantage d'utiliser de très faibles quantités de matériaux, du fait des faibles dimensions de la cellule. Ces dimensions seront d'autant plus réduites que l'on choisira des fréquences élevées. Par contre cet avantage peut s'avérer un inconvénient pour des matériaux fortement hétérogènes. De plus la mesure n'est effectuée qu'en incidence normale, d'où l'intérêt d'utiliser la propagation libre.

- L'étude en propagation libre présente deux avantages :
  - La mesure sous différents angles d'incidence et sur des échantillons de grandes dimensions, comme c'est le cas pour la majorité des applications des absorbants [32].
  - La propagation d'une onde plane permet une montée en fréquence sans aucune limitation. L'onde



a/ Solution rejetée.



b/ Solution adoptée.

Figure 39: Banc de mesure automatique en chambre anéchoïque.

plane est comparable du point de vue dispersion au mode TEM d'une cellule coaxiale. Leurs diagrammes de dispersion étant tous deux des droites. [19]

Dans ce chapitre nous développons deux types de méthodes en propagation libre basées sur une caractérisation fréquentielle : l'une, utilisant une chambre anéchoïque, l'autre faisant intervenir un traitement numérique pour s'affranchir d'une telle chambre.

## 3.2 Mesures d'absorbants en chambre anéchoïde

### 3.2.1 Dispositif de mesure

Une chambre anéchoïque est un espace fini isolé se comportant comme un espace infini. L'isolement est réalisé par une cage de Faraday assurant un blindage éliminant toute perturbation extérieure à ce milieu [33] [34]. L'assimilation à un milieu infini est réalisée par la présence d'absorbants de haute qualité recouvrant les parois de la chambre. Les caractéristiques de ces absorbants limitent la bande de fréquences d'utilisation de la chambre :

Le banc de mesure utilisé est schématisé figure 39 . L'ensemble peut se diviser en trois parties :

#### a) matériel hyperfréquence

Afin d'effectuer la mesure de réflexion d'une onde électromagnétique sur un matériau absorbant, deux solutions sont possibles :

- la première utilise un seul cornet associé à deux coupleurs assurant la séparation des voies de référence (onde incidente) et de test (onde réfléchié ). Le schéma est présente figure 39a. Nous n'avons pas retenu cette solution : elle nécessite des coupleurs performants, dont nous ne disposions pas.
- la seconde solution représentée figure 39b utilisant deux cornets, l'un en émission, l'autre en réception, s'est avérée satisfaisante compte tenu des contraintes de matériels. La séparation des fonctions d'émission et de réception permet d'améliorer l'isolement entre l'onde incidente et l'onde réfléchié en évitant l'utilisation de coupleurs ou circulateurs. L'onde reçue est traitée et comparée à l'onde émise par un analyseur de réseau semi-automatique Hewlett

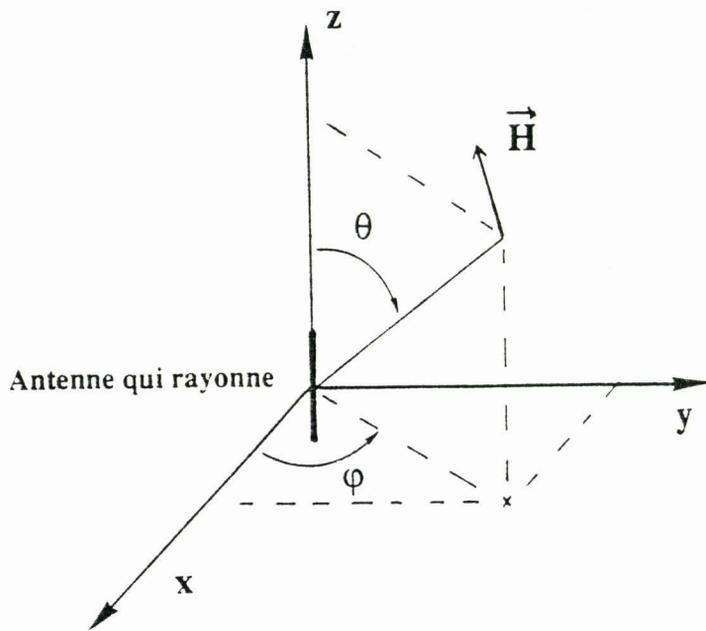


Figure 40

Packard HP 8410. L'information sur le coefficient de réflexion mesuré est alors numérisée pour être envoyée sur un calculateur HP Vectra fonctionnant en acquisition de données.

#### b) Mécanismes de positionnement

Afin de réaliser les mouvements de la cible et des antennes, deux systèmes distincts "positionneurs" sont utilisés. Ils sont commandés par un contrôleur IP 28 Microcontrôle lui-même piloté par le calculateur. Le positionneur d'antennes assure le déplacement relatif des cornets par rapport à la cible, l'un en site et l'autre en azimut, avec une précision au 1/100 de degré. Le positionneur de cible permet de déplacer la cible autour d'un axe vertical.

A l'aide de ces deux positionneurs, il est possible de caractériser le matériau en incidence normale, et sous différentes autres incidences avec un positionnement précis.

#### c) Calculateur

Le calculateur HP Vectra pilote l'ensemble de la manipulation ; à savoir les mesures à des fréquences déterminées et les angles des positionneurs. Il effectue l'acquisition et la mise en mémoire des résultats. Ceux-ci sont alors visualisés sous la forme d'évolutions fréquentielles ou angulaires.

### **3.2.2 Principe de la mesure**

#### **3.2.2.1 Notion de champ lointain**

Le principe de fonctionnement d'une antenne qui assure la production du champ magnétique peut être assimilé à l'étude du rayonnement électromagnétique d'une source de longueur  $l$  parcourue par un courant d'amplitude constante [35] (figure 40).

Antenne qui rayonne

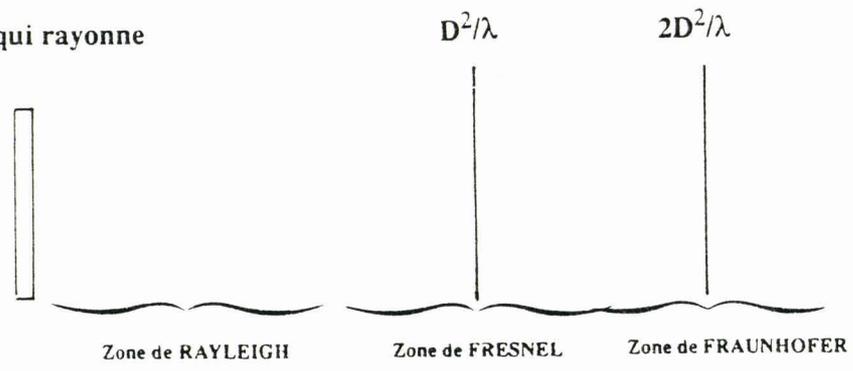


Figure 41: Représentation des zones de rayonnement d'une antenne.

Les composants transverses ( $I_o$ ) du champ magnétique  $H_x, H_y, H_z$  s'écrivent comme :

$$\begin{cases} H_x = -j \frac{\omega}{c} \frac{y}{r} \left( \frac{I_o}{4 \Pi r} \right) l e^{j\omega(t-\frac{r}{c})} - \left( \frac{I_o l}{4 \Pi r^2} \right) \frac{y}{r} I_o l e^{j\omega(t-\frac{r}{c})} \\ H_y = j \frac{\omega}{c} \frac{x}{r} \left( \frac{I_o}{4 \Pi r} \right) l e^{j\omega(t-\frac{r}{c})} + \left( \frac{I_o l}{4 \Pi r^2} \right) \frac{x}{r} I_o l e^{j\omega(t-\frac{r}{c})} \\ H_z = 0 \end{cases} \quad (3-1)$$

$\frac{y}{r}$  et  $\frac{x}{r}$  traduisant les projections sur les axes

L'un des termes varie en  $\frac{1}{r}$  alors que l'autre en  $\frac{1}{r^2}$ .

On peut donc distinguer 3 régions schématisées figure 41 :

- Au voisinage de l'antenne émettrice nous obtenons le champ proche appelé zone de Rayleigh où le champ varie en  $\frac{1}{r^2}$
- Au loin, c'est la région du champ lointain où zone de Fraunhofer où le champ varie en  $\frac{1}{r}$  (propagation d'une onde plane)
- Entre les deux une région complexe appelée zone de Fresnel

$\frac{2D^2}{\lambda}$  détermine la distance de l'antenne émettrice, pour laquelle nous nous trouvons en champ lointain ;  $D$  étant la plus grande dimension de l'antenne émettrice ou de la cible. Dans notre cas  $D$  exprime le diamètre de la cible.

Il est nécessaire que la distance source-cible soit bien supérieure à la dimension de la cible. Pour le dispositif choisi, la condition de champ lointain n'est pas vérifiée. En effet, en choisissant une cible circulaire de 20 cm de diamètre (dimension minimale de l'échantillon nécessaire dans le cadre des applications) et pour une caractérisation fréquentielle supérieure à 8 GHz, la distance source-cible est de 2.1 m au lieu de 1.1 m.

Il en résulte un régime d'ondes stationnaires dont on tiendra compte dans la solution de caractérisation exploitée.

### 3.2.2.2 Acquisition du coefficient de réflexion

Pour cette caractérisation, nous avons opté pour une mesure du coefficient de réflexion du matériau par rapport à un court-circuit. Comme pour la méthode de caractérisation utilisant une cellule coaxiale, avant d'effectuer la mesure du coefficient de réflexion sur l'absorbant, il convient d'étalonner le système, en mesurant la réflexion sur un plan métallique servant de référence.

#### a) Etalonnage du dispositif

Il s'effectue en trois étapes :

- *détermination de l'incidence normale* : Ceci est effectué en recherchant la position des antennes et de la cible de référence donnant un coefficient de réflexion maximal. Cette étape permet de s'affranchir d'un dispositif plus performant mais aussi plus coûteux : le détecteur laser [36]
- *Recherche des fréquences de mesure* : Elle permet de s'affranchir du fait de ne pas être en champ lointain. Elle consiste à déterminer les fréquences pour lesquelles les ondes incidentes et réfléchies sont en phase et entraînent une détection maximale.
- *Mémorisation du coefficient de réflexion de la cible métallique*. Cette étape est réalisée aux fréquences déterminées précédemment.

#### b) Mesure sur l'absorbant

Pour chacune des fréquences choisies, on mesure la réflexion sur l'absorbant déposé sur une plaque métallique de dimension identique à celle de la cible de référence.

L'absorption du matériau est déduite de la relation :

$$(R)_{dB} = (R_{\text{mesure}})_{dB} - (R_{\text{Refcc}})_{dB} \quad (3-2)$$

### 3.2.3 Limitations de la méthode

Elles dépendent essentiellement des différents éléments du dispositif.

- Avant tout, il est nécessaire de placer les cornets (solidaires d'un même support) dans une

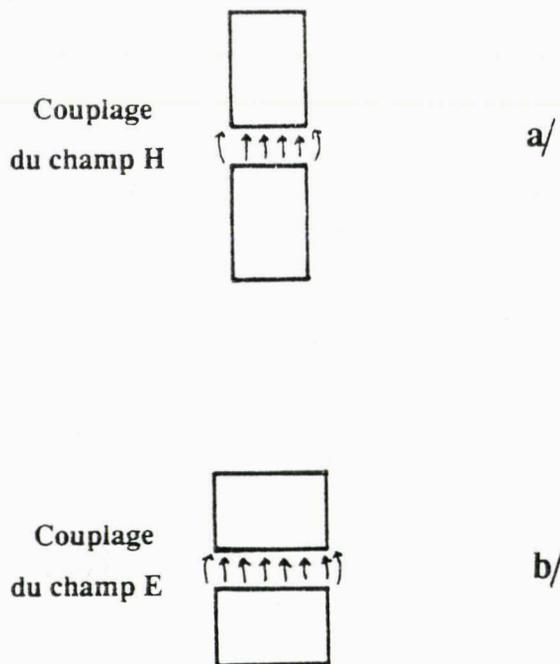


Figure 42: Positions possibles des cornets émetteur et récepteur.

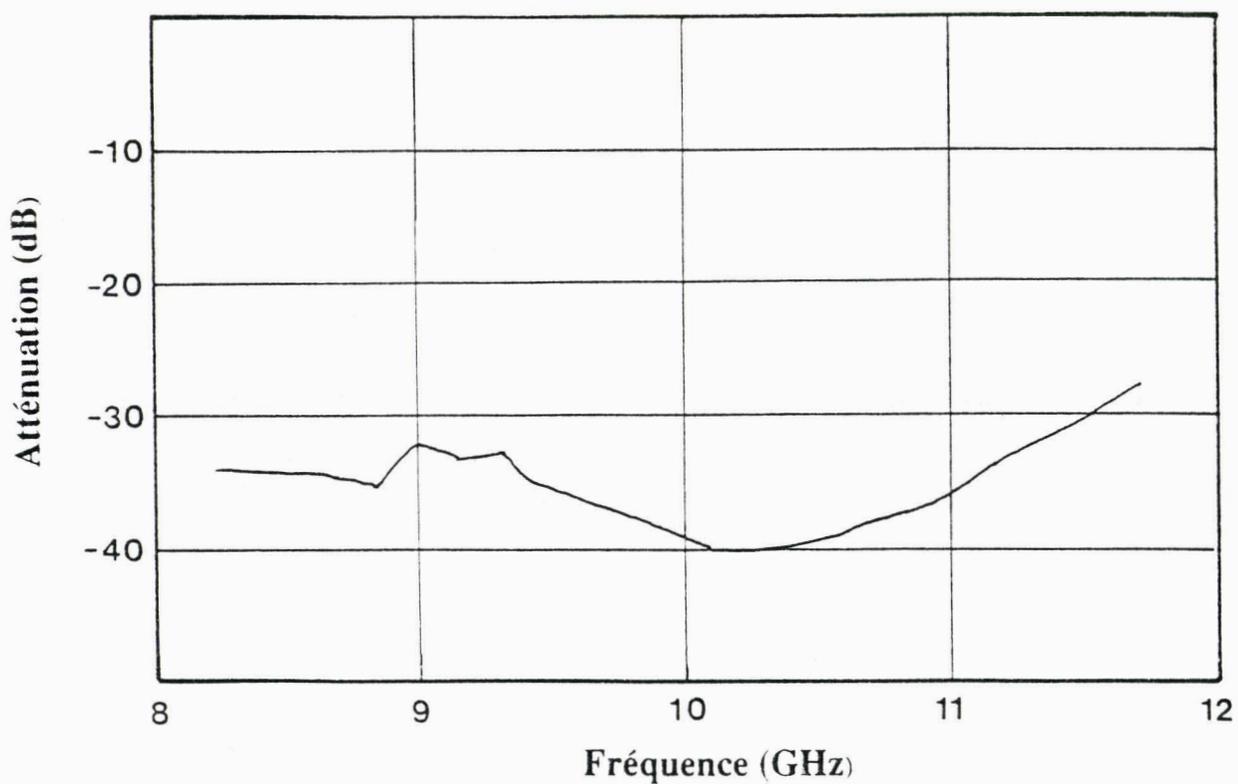


Figure 43: Mesure du coefficient d'atténuation en fonction de la fréquence de la chambre anéchoïque vide.

configuration correspondant à un couplage mutuel minimal. Ainsi, la configuration représentée figure 42a réalise cette condition, pour des cornets qui ne sont pas en contact. L'autre cas possible (figure 42b) présente l'inconvénient d'un couplage important dépendant fortement de l'écart entre les cornets. Ainsi pour un écart de l'ordre de 4 cm, il ne serait pas possible de mesurer des absorbants meilleurs que - 6 dB.

- L'atténuation maximale mesurable dans la chambre est limitée par les caractéristiques des absorbants recouvrant les murs de celle-ci [35].

Dans ces conditions, la mesure de la chambre vide figure 43 montre qu'il est possible d'effectuer des mesures de coefficients de réflexion supérieurs à - 30 dB.

### **3.3 Caractérisation fréquentielle d'un absorbant à partir d'une analyse temporelle**

Nous venons de décrire une méthode en propagation libre utilisant une chambre anéchoïde. Dans ce paragraphe, nous développons une méthode originale de caractérisation en espace libre qui évite l'utilisation d'une chambre anéchoïque.

#### **3.3.1 Description du dispositif**

Le schéma du dispositif de mesure est présenté figure 44. La mesure consiste en une mesure fréquentielle bistatique réalisée par l'analyseur de réseau HP 8510b. Une des antennes assure l'émission de l'onde électromagnétique, l'autre la réception. La mesure est automatisée par un ordinateur qui assure le traitement des données et visualise les évolutions de l'absorption relevée. Une mesure avec un angle d'incidence différent de la normale ( $\theta = 0$ ) nécessite de placer les cornets d'émission et réception de manière identique assurant une polarisation de type  $E //$  ou de type  $E \perp$ . (Figure 45)

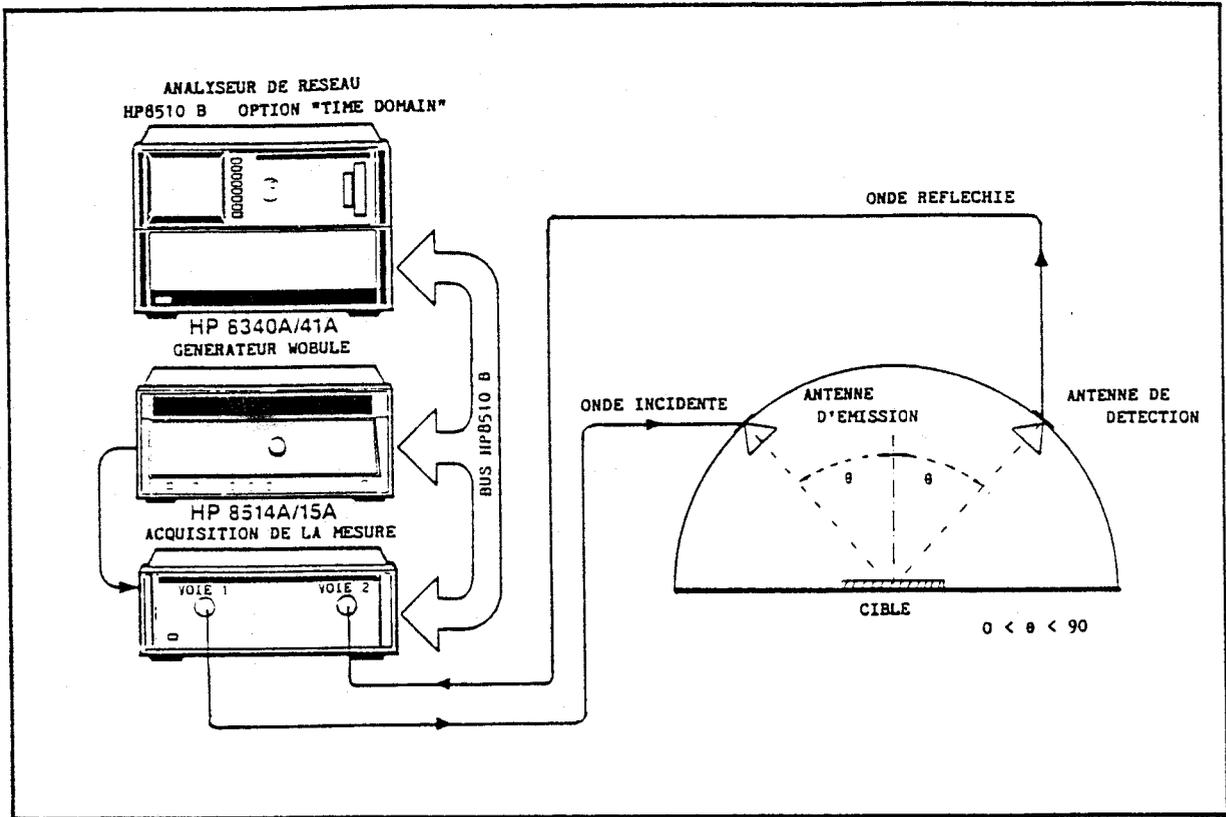


Figure 44: Schéma de mesure.

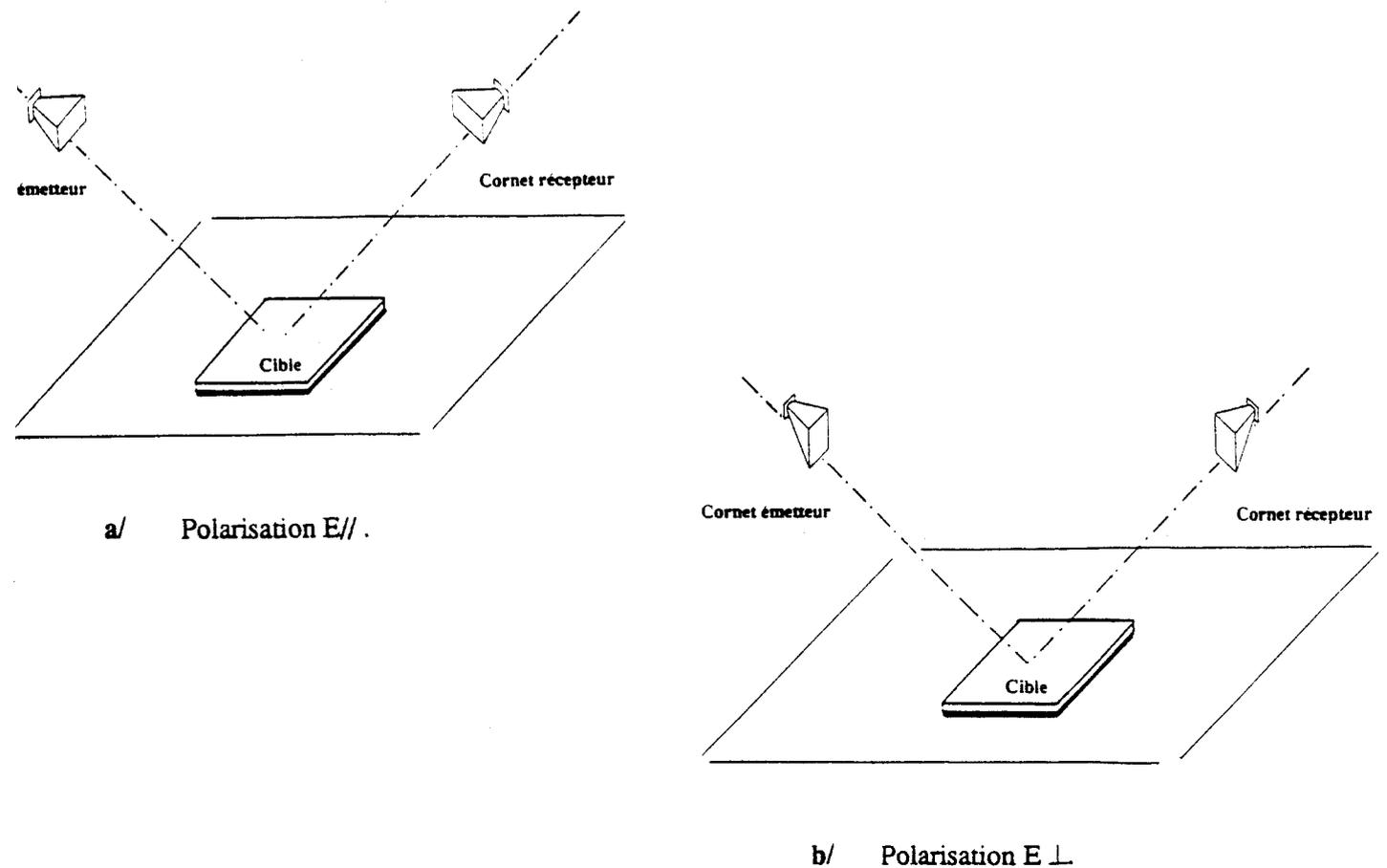
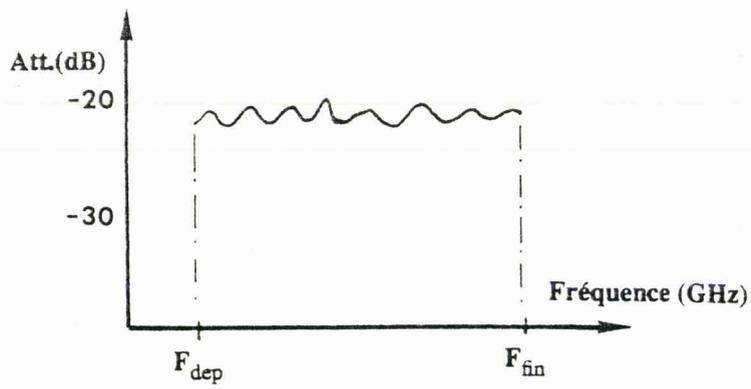
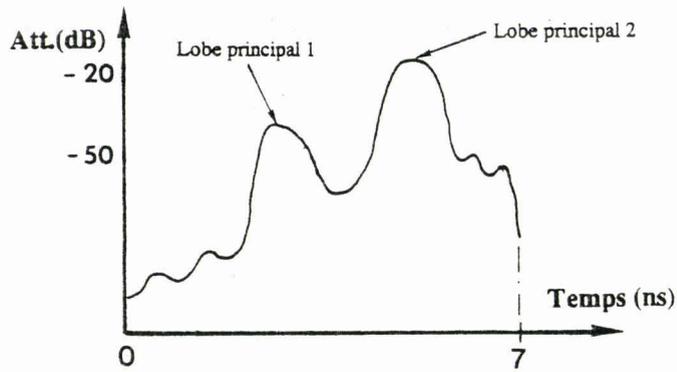


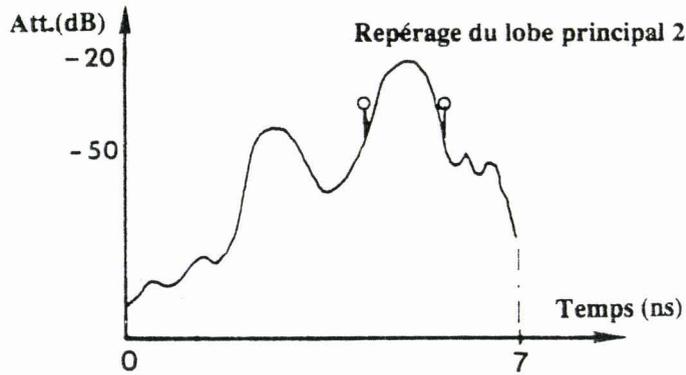
Figure 45: Représentation des configurations de polarisation  $E//$  et  $E\perp$ .



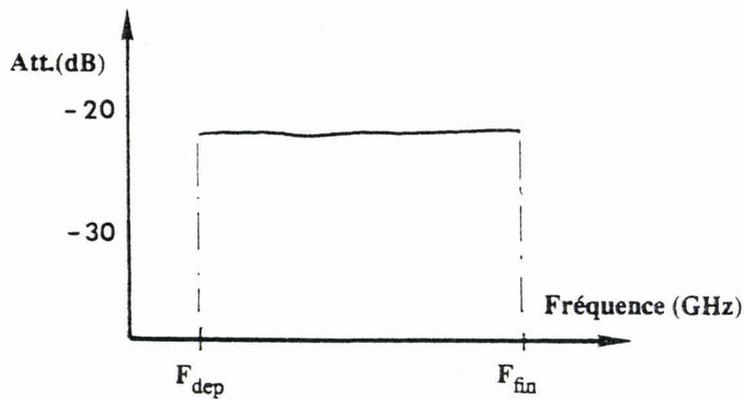
a/



b/



c/



d/

Figure 46: Etapes de la méthode de caractérisation utilisant l'analyse temporelle

### 3.3.2 Description de la méthode

Dans le cas du dispositif présenté figure 44, la réponse fréquentielle de la mesure pour un angle quelconque comprend la réflexion sur la cible et les réflexions parasites liées à l'environnement de la mesure.

Le passage dans le domaine temporel, principe de la méthode proposée, permet de distinguer, en fonction du temps, la réflexion sur la cible de celles des réflexions parasites.

L'acquisition de la mesure s'effectue dans le domaine fréquentiel. La conversion fréquence-temps est réalisée par un traitement mathématique propre à l'analyseur de réseau HP 8510b avec "option time-domain". Cette fonction mathématique est une transformation en Z : la "Chirp Z Transform" version échantillonnée de la transformée de Fourier rapide [37] [38].

Nous présentons tout d'abord, figure 46a, en fonction de la fréquence, le coefficient de réflexion sans correction de la cible métallique de référence utilisée pour étalonnage. Nous observons des ondulations correspondant à la contribution des multiples réflexions apportées par les éléments parasites liés à l'environnement de la mesure.

La conversion temporelle permet une décomposition spatiale des phénomènes. Cette conversion nécessite l'utilisation d'une fonction "fenêtre" qui sera précisée au § 3.3.3.1. Après conversion de la mesure présentée figure 46a, nous remarquons deux lobes principaux sur la figure 46b. L'un repéré par l'indice 2 correspond à la réflexion sur la cible de référence, l'autre repéré par l'indice 1 est caractéristique de l'onde qui va directement de l'émetteur au récepteur (cf figure 44). Les temps correspondant à ces deux maximums sont liés directement aux distances des trajets suivis par les ondes selon la relation :

$$x = v_{\phi} t \quad (3-3)$$

où  $v_{\phi}$  désigne la vitesse de phase de l'onde.

La fonction "porte", fonction mathématique disponible à l'analyseur de réseaux, permet en repassant dans le domaine fréquentiel, de déterminer le coefficient de réflexion propre de la cible

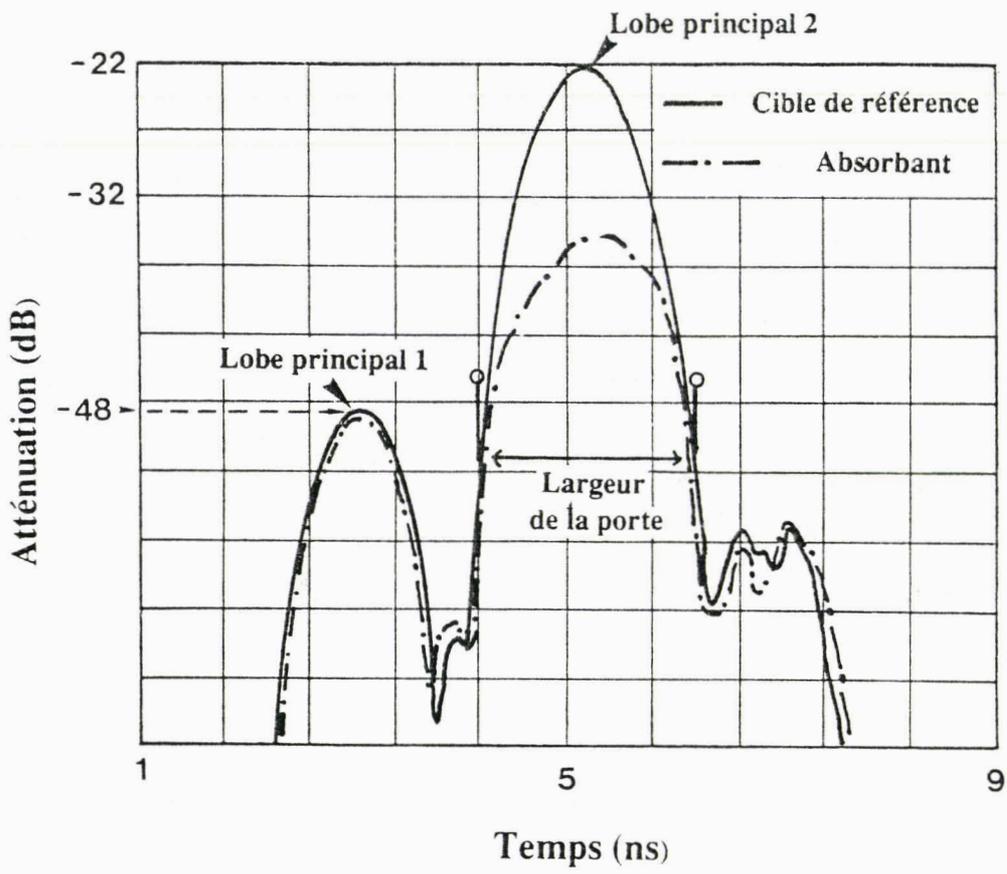


Figure 47: Réponse temporelle de la mesure sur la cible de référence et sur l'absorbant.

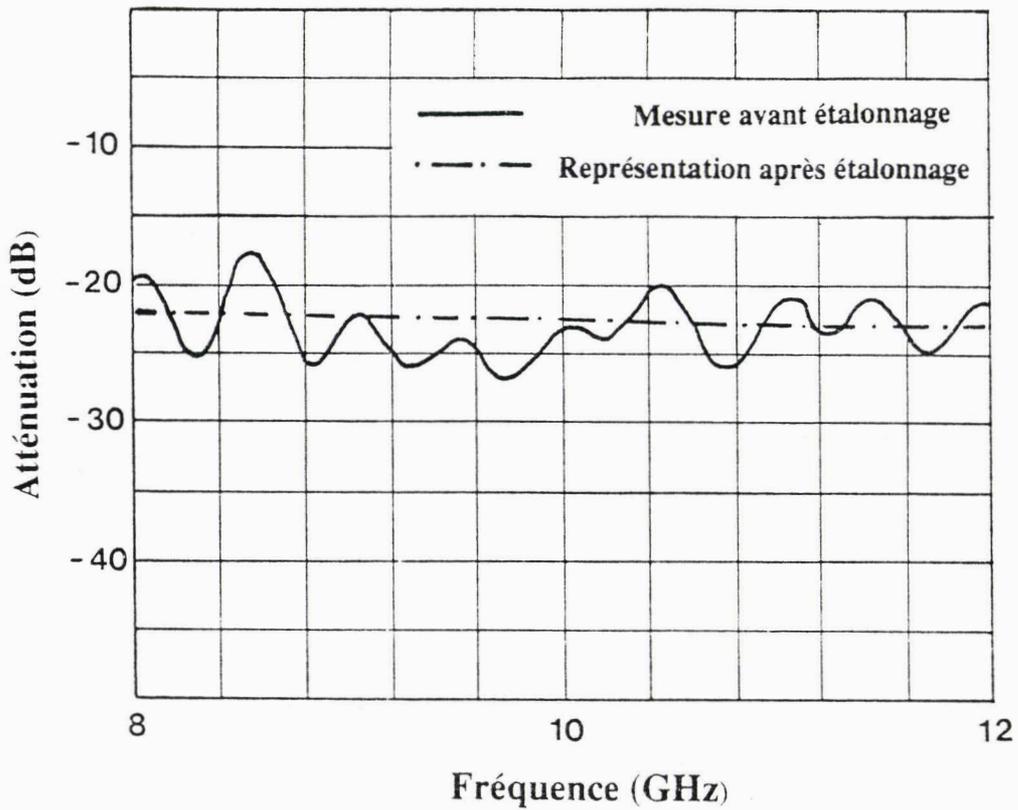


Figure 48: Réponse fréquentielle de la mesure sur la cible de référence avant et après étalonnage.

(figure 46d) en éliminant les lobes parasites. Sa largeur est déterminée visuellement à partir de la réponse temporelle, comme l'indique la figure 46c.

Cette mesure d'étalonnage sur la cible métallique est mémorisée puis est suivie de la mesure du matériau absorbant effectuée dans les mêmes conditions et suivant le même principe. Le coefficient d'absorption est alors obtenu par comparaison avec la mesure d'étalonnage.

Le calculateur, qui pilote la mesure, donne également des indications sur les largeurs de porte à utiliser par traitement numérique des points de mesure à l'aide de fonctions mathématiques.

Dans le cadre de l'automatisation de la méthode originale présentée dans ce travail, la manipulation se résume au choix de la porte à partir de la représentation temporelle figure 47 pour obtenir figure 48 la représentation du coefficient de réflexion de la mesure. Les courbes présentées ont été obtenues dans les conditions suivantes :

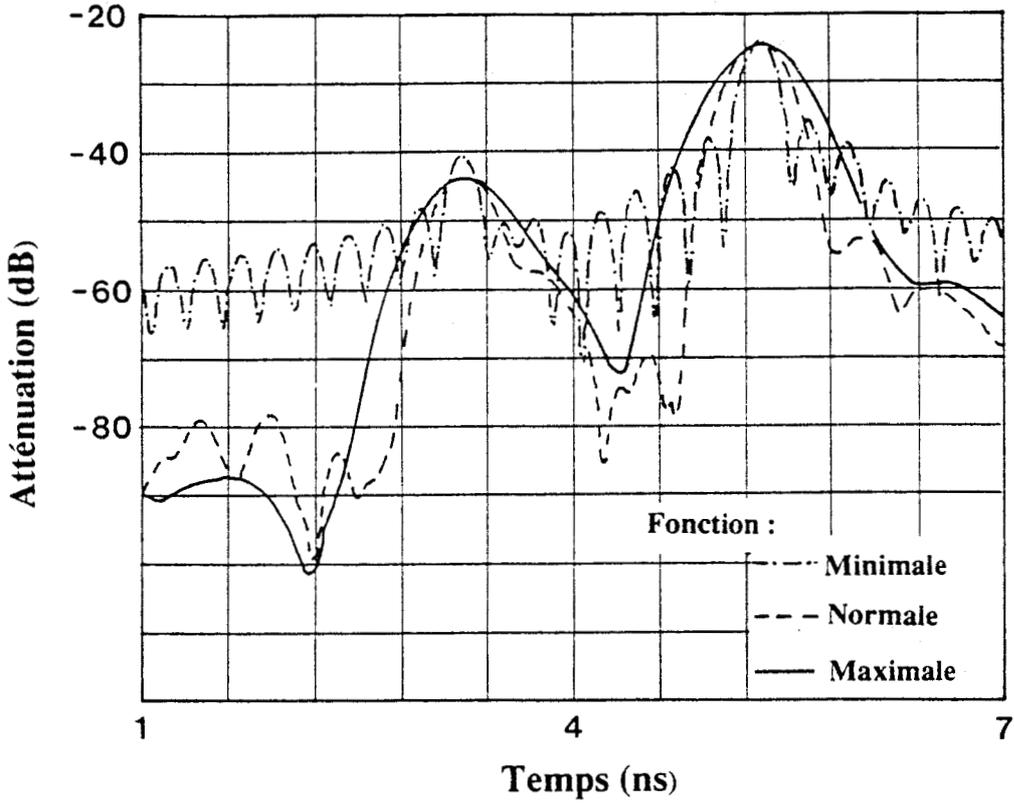
Bande de fréquence 8-12 GHz  
 Polarisation :  $\perp$   
 Angle d'incidence et de réflexion :  $\theta = 45^\circ$   
 Matériau : Echantillon Emerson et Cuming, SF 10 [39]

### 3.3.3 Limitation et précisions de la méthode

Elles sont déduites de l'analyse des différents paramètres qui interviennent à chaque étape de la mesure : Les caractéristiques techniques de l'analyseur de réseaux et les paramètres liés à la méthode développée. [40]

#### 3.3.3.1 Influence de la fonction "fenêtre" lors du passage dans le domaine temporel

Le choix d'une bande de fréquence finie, appelée fenêtre d'observation, entraîne lors de la conversion fréquence-temps par la transformation de Fourier une réponse à caractère fortement oscillant de la forme  $\frac{\sin kt}{kt}$  dont la période des oscillations dépend de l'intervalle de fréquence par la relation  $k = \frac{\Pi}{F_{dep} - F_{Fin}}$ . Ceci entraîne la difficulté de séparer les réponses correspondant aux divers phénomènes. L'analyseur de réseau permet en choisissant une fonction fenêtre de limiter les effets d'oscillations par filtrage et permet de restituer correctement les phénomènes.



**Figure 49:** Influence de la "Fonction fenêtre" sur la réponse temporelle de la mesure sur la cible de référence.

Trois types de fonctions sont disponibles. Ils sont définis par le niveau du premier lobe secondaire de la fonction et la largeur de l'impulsion  $W$ .

La dynamique de caractérisation est liée au niveau du premier lobe secondaire de la fonction choisie à l'analyseur de réseaux. Les valeurs sont regroupées dans le tableau 4 pour les trois fonctions disponibles sur l'analyseur de réseau.

Fonction	Niveau du 1 <sup>er</sup> lobe secondaire
Minimale	- 13 dB
Normale	- 44 dB
Maximale	< - 60 dB

**Tableau 3**

L'examen du tableau 4 permet d'éliminer le choix de la fonction fenêtre minimale ; ceci limite la dynamique de caractérisation à - 13 db.

Afin d'illustrer l'influence de la fonction choisie nous présentons figure 49 la réponse temporelle de la cible de référence (plaque métallique) dans les trois cas possibles, Elles confirment que l'utilisation de la fonction "minimale" masque les lobes secondaires et ne permet pas de décrire correctement le lobe principal. Pour les deux autres types de fonctions nous remarquons une bonne séparation des phénomènes voire idéale pour la fonction maximale.

Nous présentons dans le tableau 4, la largeur de l'impulsion (définie à - 6 db maximum) pour chacune des fonctions "fenêtres".

Fonction	Expression de la largeur W	Valeurs typiques de W	
		Fenêtre 8-12 GHz	Fenêtre 12-18 GHz
minimale	$W = \frac{1.2}{F_{max} - F_{min}} \times \begin{cases} 1 \\ 1.6 \\ 2.4 \end{cases}$	.3 ns	.2 ns
normale		.48 ns	.32 ns
maximale		.72 ns	.48 ns

Tableau 4

Le tableau est donné à titre indicatif. Comme le montre la figure 49, l'utilisation de la fonction minimale ne nous permettra pas de caractériser des absorbants microondes.

### 3.3.3.2 Notion de portée

L'analyse temporelle sur un système échantillonné nécessite de tenir compte de l'intervalle maximum  $\Delta t$  défini par le théorème de Shannon. Celui-ci évite le recouvrement de spectre et permet la reconstitution correcte de la réponse.

$$\Delta t = \frac{N}{\Delta F}$$

avec  $N$  : Nombre de points de fréquences  
 $\Delta F$  : Bande de fréquence

Cette notion de portée présentée dans le tableau 5 fournit la distance maximale "cible - antennes" évitant un recouvrement de spectre.

Pour les deux bandes de fréquences utilisées nous obtenons pour 100 pts de fréquence :

Bandes de fréquences	$\Delta t$	Portée
8 - 12 GHz	25 ns	3.75 m
12 - 18 GHz	16.6 ns	2.5 m

Tableau 5

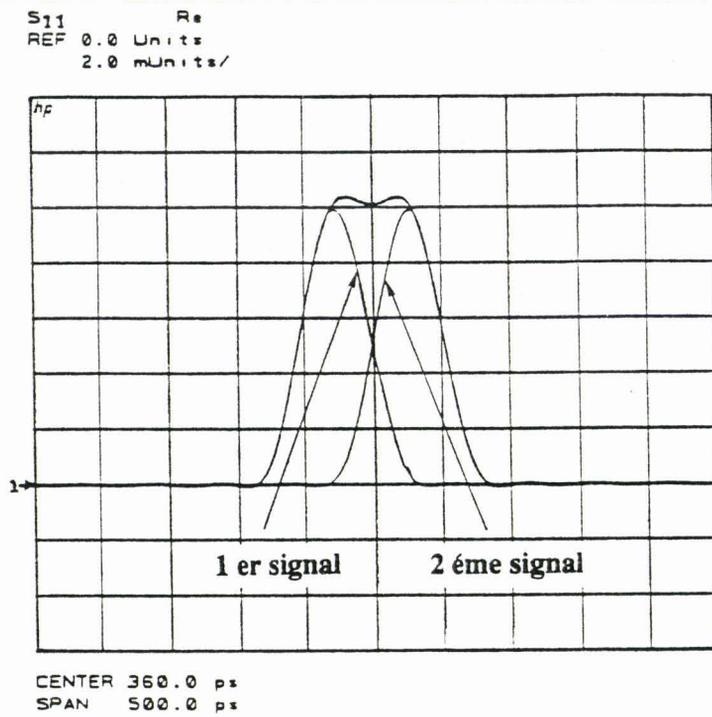


Figure 50: Courbe de réponse pour deux signaux ne respectant pas la condition de résolution minimale.

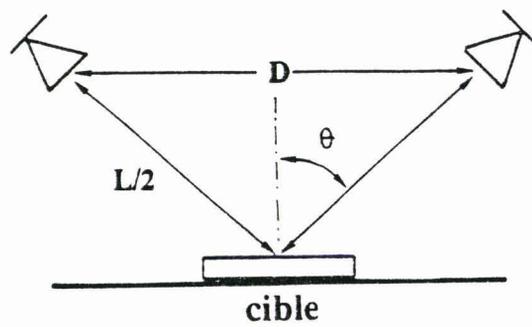


Figure 51

Nous avons adopté sur le dispositif réalisé une distance de 1.7 m assurant la condition présentée dans le tableau 5.

### 3.3.3.3 Résolution

La résolution exprime la distance minimale permettant de séparer deux réponses. Cette particularité est présentée figure 50 où nous remarquons la composition des réponses. Dans le cas où cette distance n'est pas respectée, cette résolution est égale à la largeur de l'impulsion à - 6 dB définie selon les fonctions 3 fonctions "Fenêtres" :

Fonction	Résolution	
	Bande 8-12 GHz	Bande 12-18 GHz
Minimale	9 cm	6 cm
Normale	14.4 cm	9.6 cm
Maximale	21.6 cm	14.4 cm

**Tableau 6**

La résolution est indépendante du nombre de points et montre la limitation en basses fréquences puisque la séparation des phénomènes nécessite un écart plus important.

On remarque que la portée peut être augmentée en accroissant le nombre de points. Cette solution est préférable à une diminution de la bande de fréquences qui réduit la résolution. La résolution limite l'angle d'incidence maximal utilisable. En effet pour des angles d'incidence importants, le lobe principal 1 se rapproche du lobe principal 2 (cf figure 47). Les distances  $L$  et  $D$  représentés figure 51 deviennent voisines et il devient donc impossible de séparer le premier lobe principal du second. La résolution définie par  $L - D$  permet de calculer l'angle maximal de mesure par la relation :

$$\sin \theta = \frac{L - \text{Résolution}}{L}$$

Pour le banc de mesure que nous avons adopté, cet angle varie entre 60° et 75 ° selon la résolution et

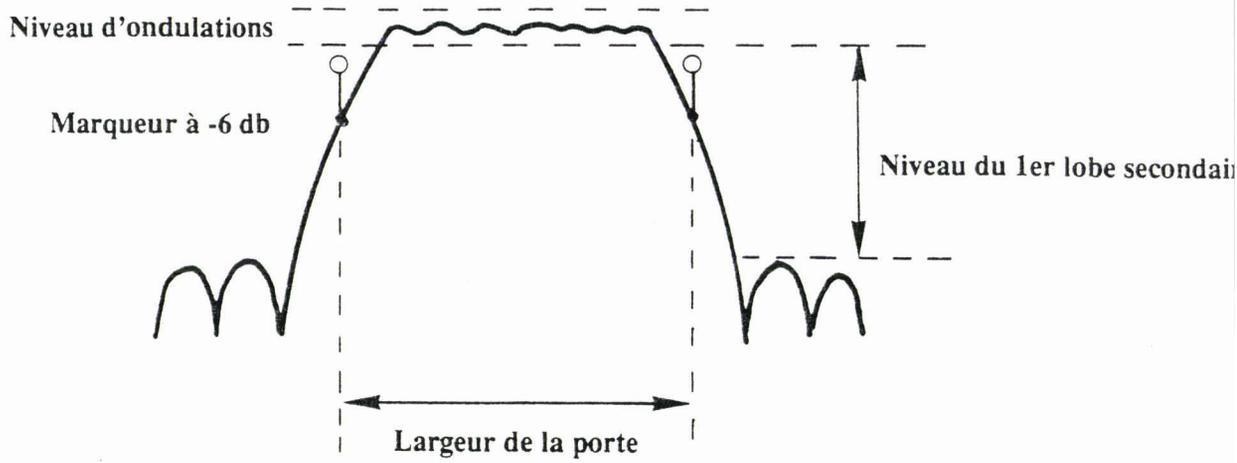


Figure 52: Forme générale de la fonction porte.

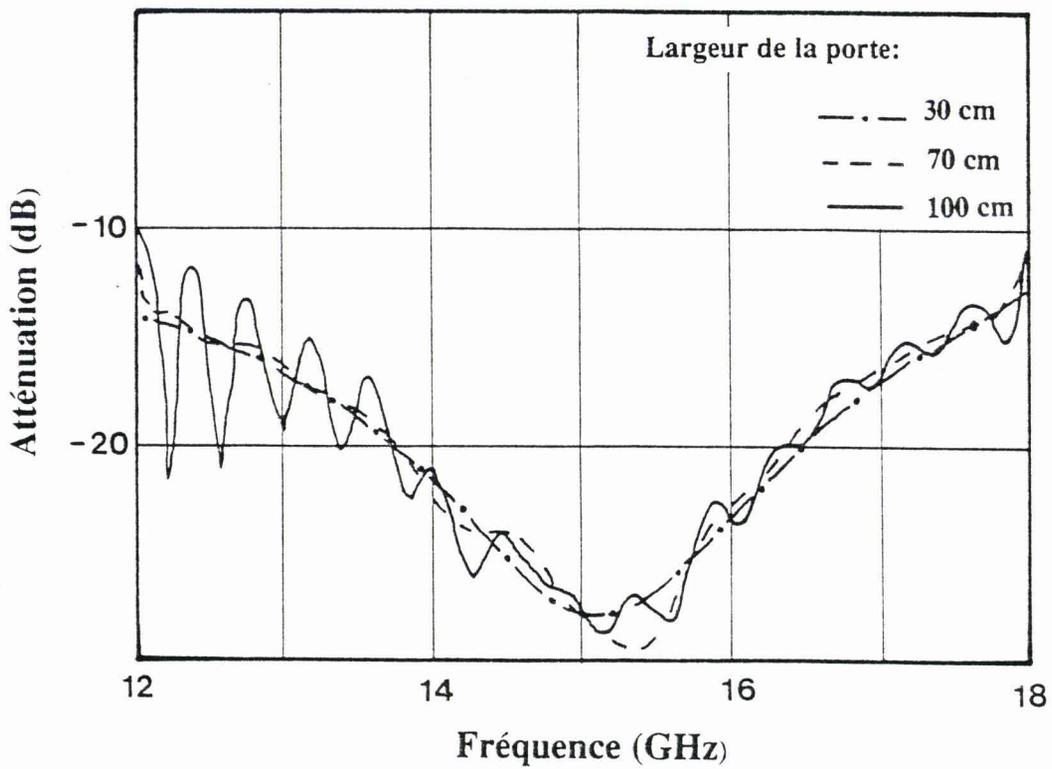


Figure 53: Influence de la largeur de la porte sur la mesure d'un absorbant.

la bande de Fréquence. L'utilisation d'un dispositif de plus grande dimension permettrait une caractérisation à angle d'incidence plus important.

### 3.3.3.4 Influence de la porte

L'étape de la méthode qui consiste à la séparation du lobe principal des lobes secondaires nécessite la définition d'une porte. Celle ci permet de localiser toute perturbation, de la supprimer ou même de l'isoler et d'afficher uniquement sa contribution en repassant dans le domaine fréquentiel.

La forme générale des quatre types de portes disponibles est présentée figure 52. Elle est définie par son intervalle temporel, son taux d'ondulation et son niveau des premiers lobes secondaires exprimé à - 6 dB.

Les caractéristiques sont présentées dans le tableau 7 :

Forme de la porte	Niveau d'ondulation	Niveau du 1 <sup>er</sup> lobe	Largeur de porte minimale $t_{min}$ avec 30 cm/ns	
			8-12 GHz	12-18 GHz
Minimum	± .4 dB	- 24 dB	.3 ns (9 cm)	.2 ns (6 cm)
Normale	± .04 dB	- 45 dB	.7 ns (21 cm)	46 ns (13.8 cm)
Large	± .02 dB	- 52 dB	2 ns (60 cm)	1.33 ns (40 cm)
Maximum	± .01 dB	- 82 dB	5 ns (1.5 m)	3.73 ns (1.12 m)

**Tableau 7**

Le repérage du lobe primaire, et la définition des temps de départ et fin de la porte repérés par les indicateurs 1 et 2 s'avèrent les éléments essentiels de l'utilisation de la porte. En effet, on peut estimer que la distance définie par la porte permet de décrire la dimension de la cible qui supporte l'absorbant. Nous montrons figure 53 l'importance de la largeur de la porte choisie sur la mesure d'un absorbant. Comme pour la représentation fréquentielle de la cible de référence avant et après traitement temporel, figure 47, des ondulations entachent la valeur vraie de la mesure. En effet, ceci s'explique puisque pour des largeurs de portes fortement supérieures à la dimension de l'échantillon,

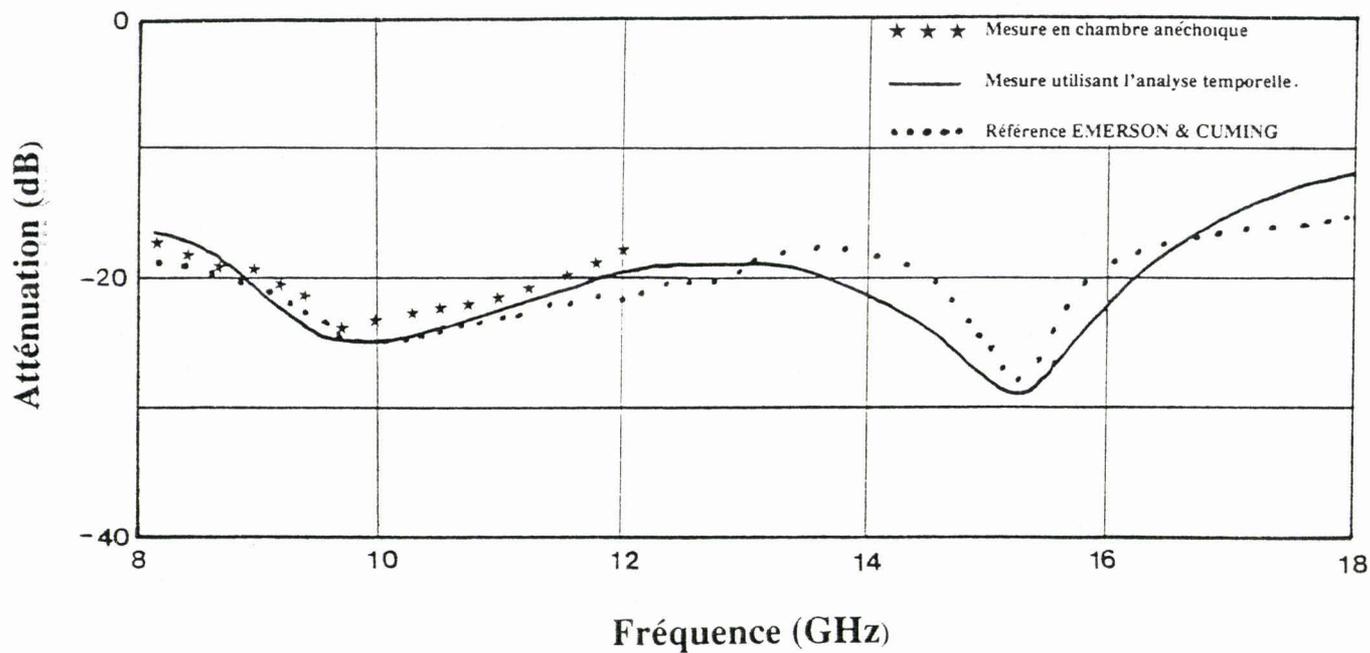


Figure 54: Mesure de l'absorbant large bande Emerson & Cuming AN73 .

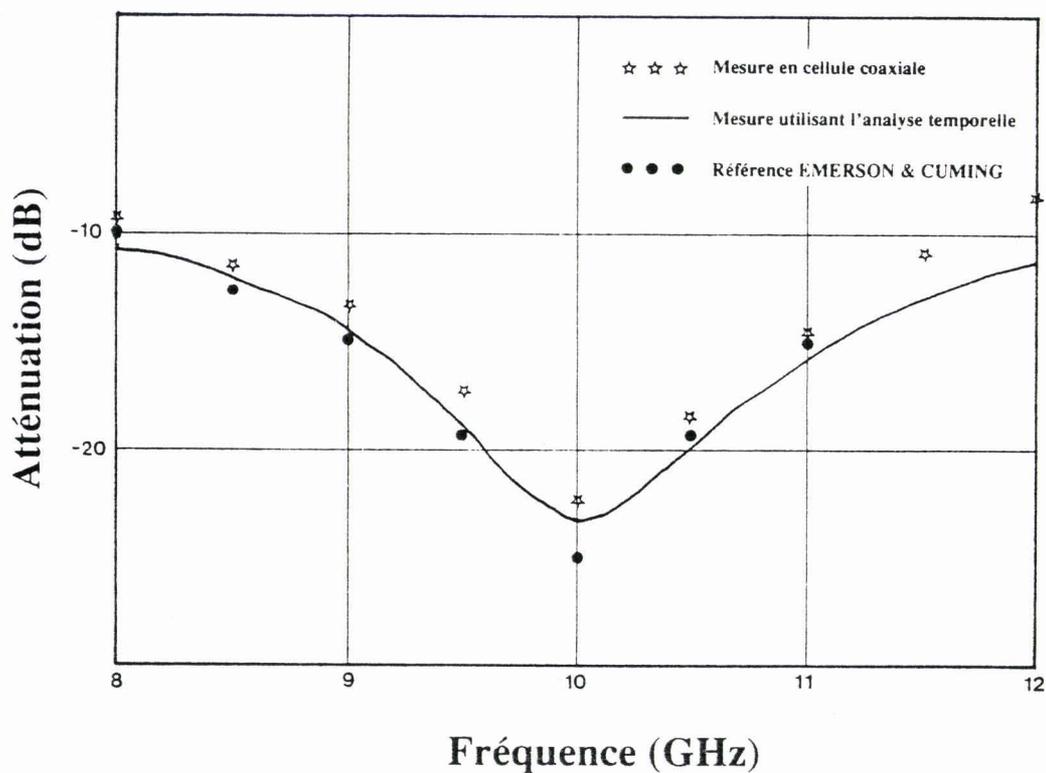


Figure 55: Mesure de l'absorbant résonnant à 10 GHz Emerson & Cuming SF10.

la réponse représente les effets des multiples réflexions présentées sous la mesure. Il est donc nécessaire de définir une largeur de porte maximale permettant de décrire la dimension de la cible.

De plus, afin que la transformation temps-fréquence soit correcte, il est important que la largeur de la porte soit choisie supérieure à la valeur  $t_{\min}$  définie dans le tableau 7 pour le type de porte considérée, d'où les conditions à respecter, définies par l'inégalité :

$$t_{\min} < t < t_{\max}$$

défini par le tableau 7                      avec  $t_{\max} \approx \frac{\text{dimension de la cible}}{v_{\varphi}}$

### 3.4 Validation des méthodes de caractérisation d'absorbants

Nous avons validé les méthodes par comparaison avec les caractéristiques d'absorbants commerciaux Emerson et Cuming [39] et la mesure réalisée à l'aide de notre cellule utilisée dans sa configuration de type dipôle court-circuitée.

La première comparaison représentée figure 54 a été réalisée sur l'absorbant large bande AN 74. Les mesures utilisant l'analyse temporelle, réalisées entre 8 et 18 GHz montrent une bonne coïncidence avec les résultats obtenus par la méthode en chambre anéchoïque entre 8 - 12 GHz et les évolutions données par le constructeur.

La figure 55 confirme la validation des méthodes. Les résultats sur l'absorbant SF 10, résonnant à 10 GHz sont en bon accord avec ceux fournis par Emerson et Cuming et la mesure en cellule coaxiale.

### 3.5 Conclusion

La méthode en chambre anéchoïque a fait ses preuves depuis de nombreuses années [32] [33]. Pour des dimensions de chambre suffisamment importantes, elle permet une caractérisation large bande, mais son utilisation nécessite des précautions afin d'éviter les réflexions parasites au sein de l'espace anéchoïque du fait de la présence inévitable des mécanismes de positionnement.

La méthode proposée en propagation libre qui s'appuie sur l'analyse temporelle présente dans un premier temps une solution de remplacement qui peut même s'avérer complémentaire. L'outil de calcul et de mesure que représente l'analyseur de réseau HP8510b permet alors de caractériser correctement un absorbant. En effet, en respectant les conditions et limitations présentées au § 3.3.3, la méthode de caractérisation d'absorbant utilisant l'analyse temporelle montre le réel potentiel de cette méthode pour la mesure d'absorbant et ce en un temps très rapide.

Nous résumons dans le tableau 8 les principales caractéristiques des méthodes présentées dans ce mémoire pour obtenir uniquement le coefficient d'absorption de matériaux.

Méthode de Caractérisation d'absorbants microondes	Mise en oeuvre	Domaine de Fréquences	Rapidité	Conditionnement du matériau	Remarque Principale
Cellule Coaxiale Court-circuitée	facile	large	bonne	difficile	Uniquement Incidence normale Caractérisation de poudre
Mesure en chambre anéchoïque	difficile	étroit	lent	difficile	Appareillage conséquent, champ lointain
Méthode utilisant l'analyse temporelle	moyenne	étroit	bonne	facile	Pas d'inconvénients majeurs

**Tableau 8**

## **2ème partie**

**Application à l'étude de matériaux aux propriétés  
électromagnétiques spécifiques**

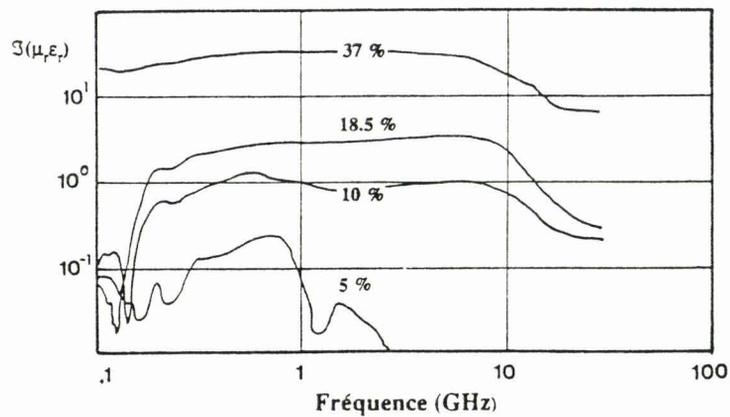
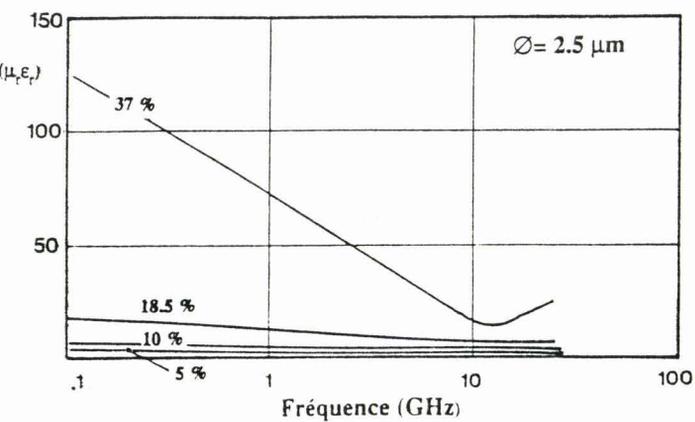
# Chapitre 4

## Structures hétérogènes

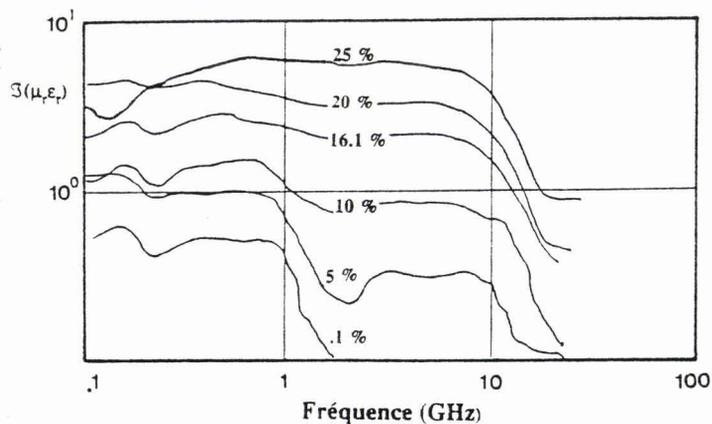
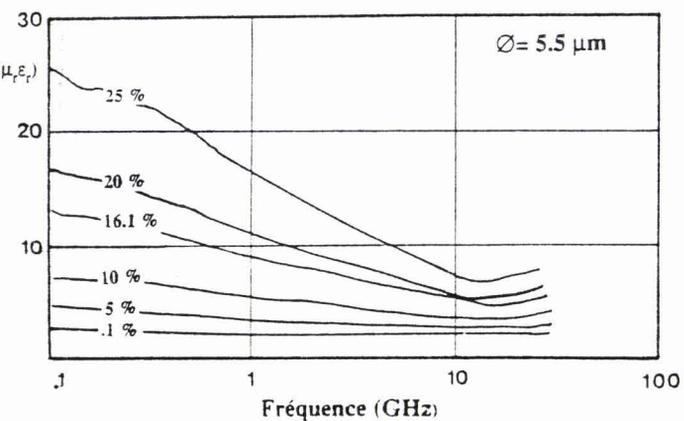
### 4.1 Introduction

Les matériaux hétérogènes formés de particules noyées dans une matrice ont vu leurs applications se développer ces dernières années. Ils permettent la réalisation d'applications très intéressantes dans le domaine des circuits passifs tels cavités, filtres interférentiels, absorbants. En effet, lorsque l'on désire réaliser des matériaux présentant des caractéristiques électriques et magnétiques bien définies, l'emploi de structures hétérogènes permet d'obtenir une plus large variété de matériaux que dans le cas de matériaux homogènes. Les propriétés du mélange dépendent des propriétés de chacun des constituants. L'étude du mélange consiste à prévoir son comportement électromagnétique à partir de la connaissance des caractéristiques diélectriques et magnétiques de chacun des constituants [41] [42]. L'étude des matériaux hétérogènes s'appuie généralement sur des approches théoriques décrivant leur comportement [43]. Les modèles théoriques les plus répandus [44] consistent à assimiler le milieu obtenu à un milieu homogène effectif. On rencontre alors de nombreux modèles plus ou moins empiriques dont il est nécessaire de définir correctement les limitations suivant différents paramètres : la concentration, la distribution des charges, la granulométrie, la forme des grains.... Les lois utilisées sont le plus souvent développées en régime statique ( $\text{freq.} \rightarrow 0$ ) dont certaines d'entre elles sont étendues au régime dynamique [45].

L'étude que nous avons réalisée, en collaboration avec la CGE (Laboratoire de Marcoussis) s'insère dans une étude sur la réalisation d'absorbants microondes à l'aide de matériaux hétérogènes constitués d'inclusions sphériques métalliques distribuées dans une matrice isolante [46]. Elle s'appuie sur les principaux résultats de mesure des caractéristiques électromagnétiques de ces matériaux. Après avoir décrit dans un premier temps les résultats expérimentaux, nous établissons une comparaison avec des lois de mélange afin d'analyser l'influence des divers éléments entrant dans la composition de ces matériaux hétérogènes [41].



**Figure 56:** Représentation fréquentielle du terme  $\mu_r \epsilon_r$  des mélanges réalisés à l'aide d' inclusions de 2.5  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.



**Figure 57:** Représentation fréquentielle du terme  $\mu_r \epsilon_r$  des mélanges réalisés à l'aide d' inclusions de 5.5  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

## 4.2 Etude expérimentale

Les mesures ont été effectuées en cellule coaxiale sur des échantillons solides de faible longueur dans une gamme de fréquences 100 MHz - 20 GHz. Nous étudions dans un premier temps les évolutions fréquentielles des termes  $\Re(\mu_r, \epsilon_r)$  et  $\Im(\mu_r, \epsilon_r)$ . Ce formalisme est adopté car compatible aux notations des lois de mélange [47], mais aussi proportionnel au facteur de propagation qui s'exprime par la relation.

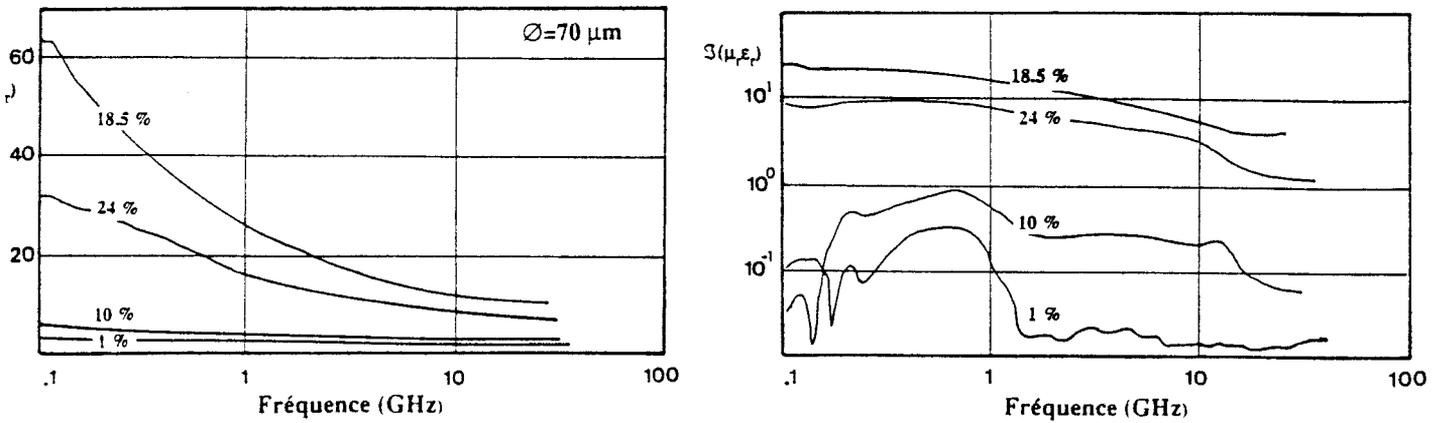
$$\gamma = j \frac{\omega}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \quad (4-1)$$

Nous séparons ensuite ce terme afin de préciser l'influence sur  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$  de la concentration voluminique et de la granulométrie des inclusions.

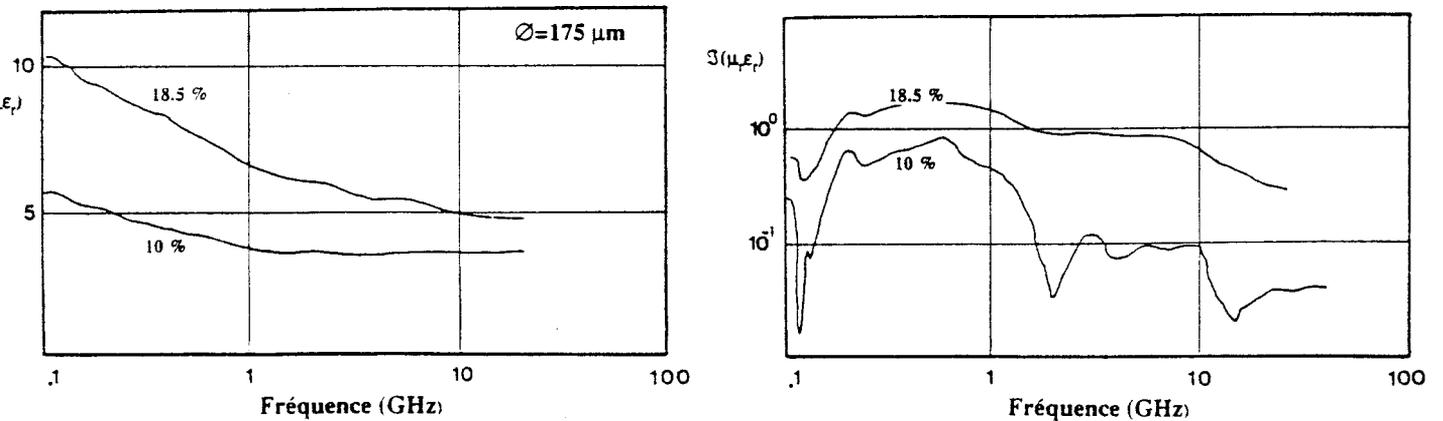
### 4.2.1 Etude du terme $\mu_r \epsilon_r$

Les courbes présentées figure 56 et 57 montrent l'influence de la concentration sur les caractéristiques  $\mu_r, \epsilon_r$  de mélanges réalisés avec des inclusions de faible granulométrie (2.5  $\mu m$  et 5.5  $\mu m$ ). Nous notons une décroissance fréquentielle de la partie réelle de  $\mu_r, \epsilon_r$  qui tend vers une valeur limite pour les fréquences les plus élevées. Nous remarquons également que pour les concentrations les plus faibles nous retrouvons une valeur constante. Celle-ci correspond à la valeur du terme  $\mu_r, \epsilon_r$  de la matrice servant de base au mélange, caractérisée par ailleurs. La partie imaginaire de  $\mu_r, \epsilon_r$  montre pour des concentrations supérieures à 5 % un phénomène de relaxation dont l'amplitude du mécanisme croit avec la concentration.

Les figures 58 et 59 soulignent un comportement différent du mélange pour des inclusions de plus forte dimension (70  $\mu m$  et 175  $\mu m$ ) : Pour la concentration de 18.5 %, le mélange de granulométrie 70  $\mu m$  prend des valeurs du terme  $\mu_r, \epsilon_r$  supérieures à celles relevées pour la concentration de 24 %. Cet effet semble correspondre à un couple granulométrie-concentration bien particulier. Nous remarquons également une augmentation des caractéristiques électromagnétiques comparativement à celles trouvées pour les concentrations inférieures.



**Figure 58:** Représentation fréquentielle du terme  $\mu_r \epsilon_r$  des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de  $70 \mu\text{m}$  pour différentes concentrations.



**Figure 59:** Représentation fréquentielle du terme  $\mu_r \epsilon_r$  des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de  $175 \mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

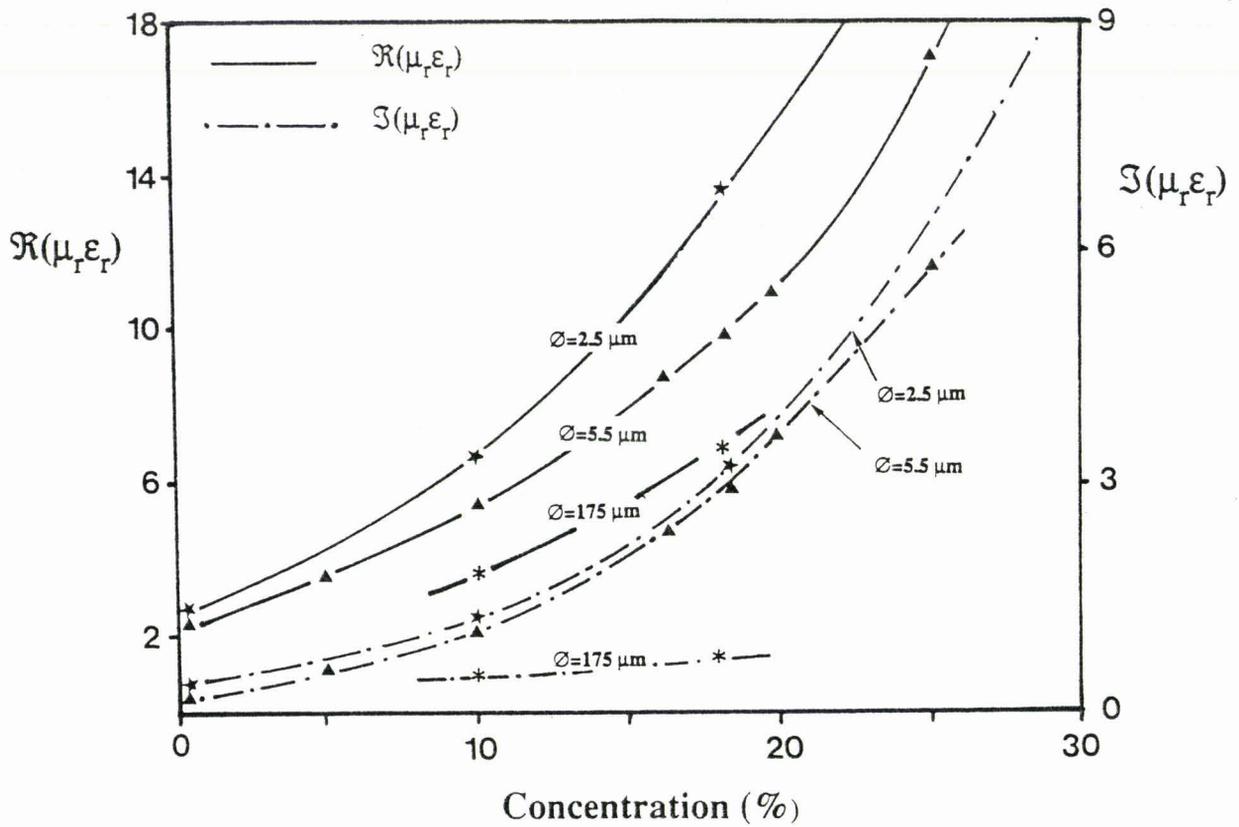


Figure 60: Représentation du terme  $\mu_r \epsilon_r$  relevé à 1 GHz en fonction de la concentration pour trois granulométries.

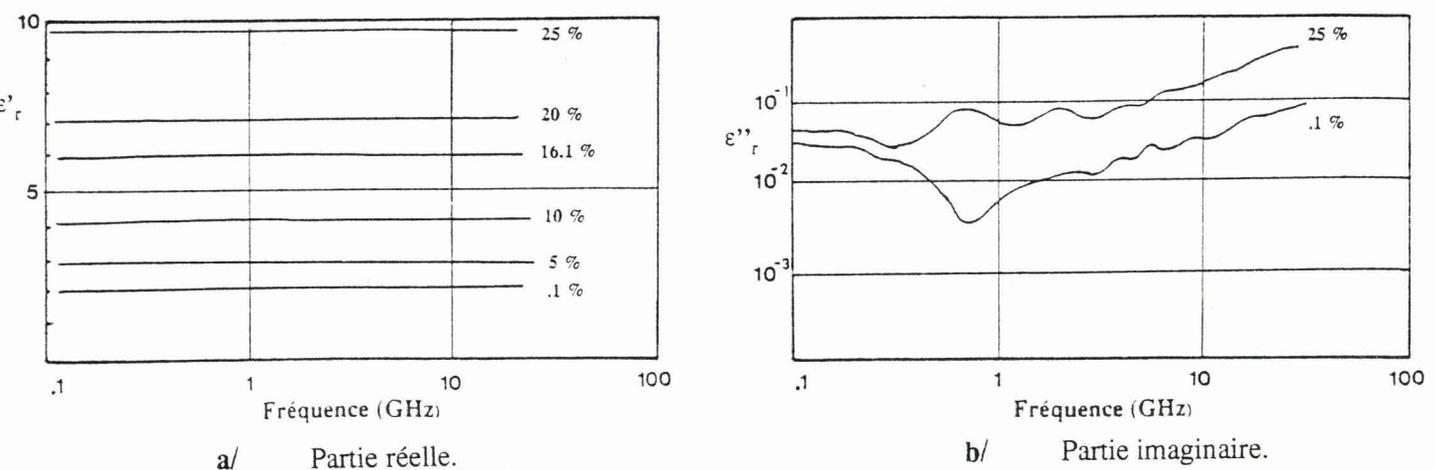


Figure 61: Représentation fréquentielle de la permittivité de mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de  $5.5 \mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

Pour la granulométrie la plus élevée de  $175 \mu m$ , les tracés présentés figure 59 montrent une sensible diminution du produit  $\mu_r \epsilon_r$ . Pour cette granulométrie la concentration ne permet pas d'obtenir de fortes variations de la permittivité et de la perméabilité.

Cette étude est résumée figure 60 à une fréquence donnée : à la fréquence de 1 GHz nous traçons la valeur des parties réelles et imaginaires du terme  $\mu_r \epsilon_r$  en fonction de la concentration pour les 3 granulométries donnant au mélange un comportement électromagnétique voisin. Pour les deux plus faibles granulométries nous relevons des variations similaires de forme exponentielle. Nous observons également une augmentation des caractéristiques  $\mu_r \epsilon_r$  pour la granulométrie la plus faible. A volume constant (concentration constante), ceci semble être dû à une modification de la nature des inclusions ou la conséquence d'un arrangement particulier de la structure du matériau. Cette remarque est confirmée pour la granulométrie de  $175 \mu m$  et les concentrations de 10 % et 18.5 %.

Nous pouvons conclure dans cette étude expérimentale que seule la granulométrie de  $70 \mu m$  donne au mélange un comportement bien spécifique. (cf figure 58)

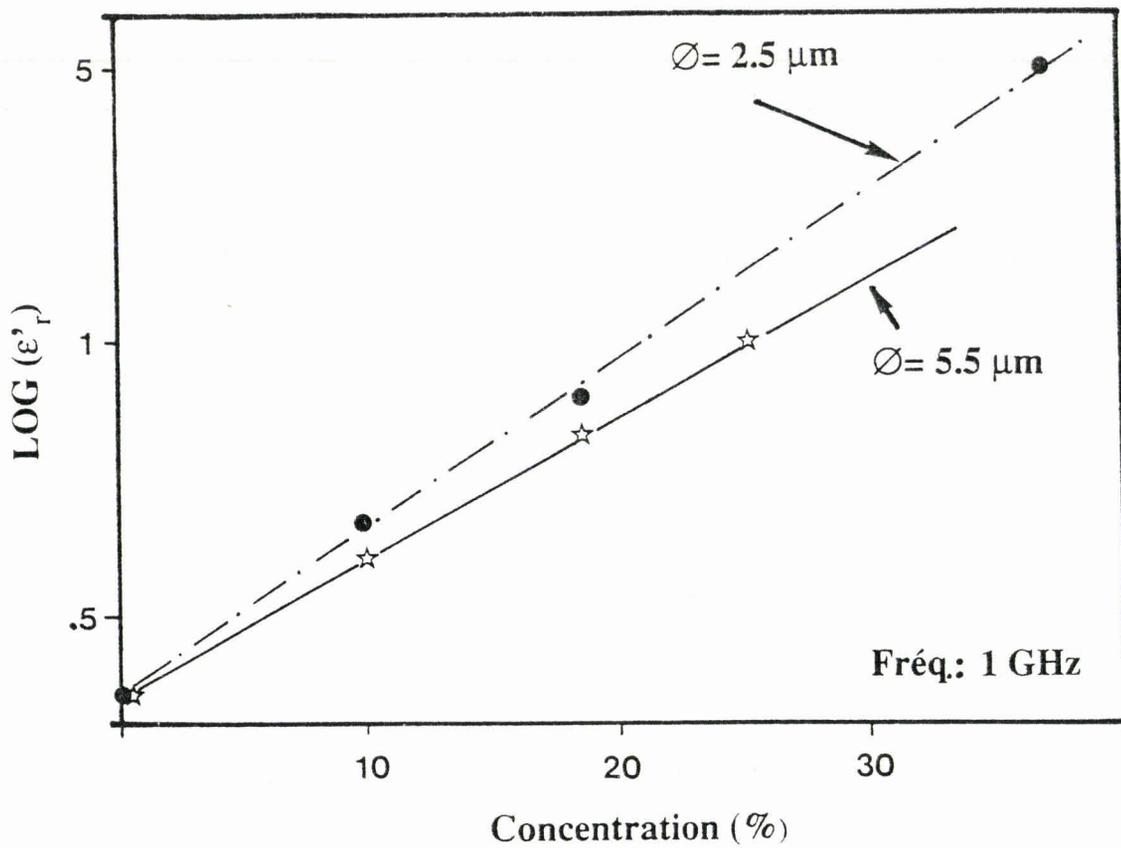
#### 4.2.2 Propriétés électriques des mélanges

Cette étude est réalisée en comparant pour chaque granulométrie les variations fréquentielles de la permittivité pour les différentes concentrations volumiques.

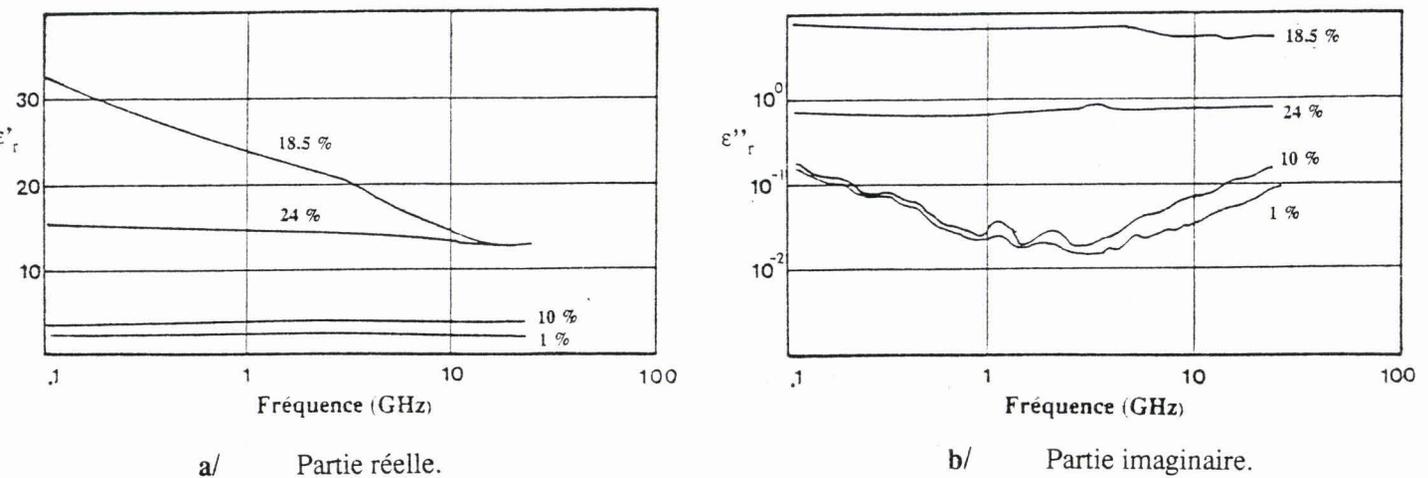
Nous présentons figure 61 les variations de la permittivité mesurée des différents mélanges aux inclusions de diamètre  $5.5 \mu m$ . Pour chacune des concentrations nous ne relevons pas de variations fréquentielles de la partie réelle de  $\epsilon_r$  (figure 61a). La partie imaginaire de  $\epsilon_r$ , représentée figure 61b pour les deux valeurs limites des concentrations étudiées montre la faible valeur des pertes diélectriques. ( $\epsilon''_r < 0.1$ ).

Nous ne relevons pas d'augmentation sensible avec la concentration. Il est à remarquer que les singularités fréquentielles observées figure 61b sont identiques à celle du paramètre  $\epsilon''_r$  de la matrice pure.

Les variations de la permittivité avec la concentration  $p$  sont données figure 62. Nous avons



**Figure 62:** Variations du terme  $\text{Log}(\epsilon'_r)$  en fonction de la concentration pour des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 2.5  $\mu\text{m}$  et 5.5  $\mu\text{m}$ .



a/ Partie réelle.

b/ Partie imaginaire.

**Figure 63:** Représentation fréquentielle de la permittivité de mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 70  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

porté sur cette courbe, les valeurs constantes de la permittivité dans le cas d'inclusions de  $5.5 \mu m$  et de  $2.5 \mu m$ . Le choix de l'échelle semi-logarithmique peut se justifier si l'on considère les formes des tracés de la figure 60 et les études sur les matériaux hétérogènes faites par Lichtenecker [48].

Les droites relevées figure 62 passent par le point défini par  $Log \epsilon'_{re}$  pour une concentration nulle ( $p = 0$ ) ;  $\epsilon'_{re}$  étant la permittivité de la matrice. Nous remarquons également une augmentation de la permittivité pour des inclusions de plus faible dimension.

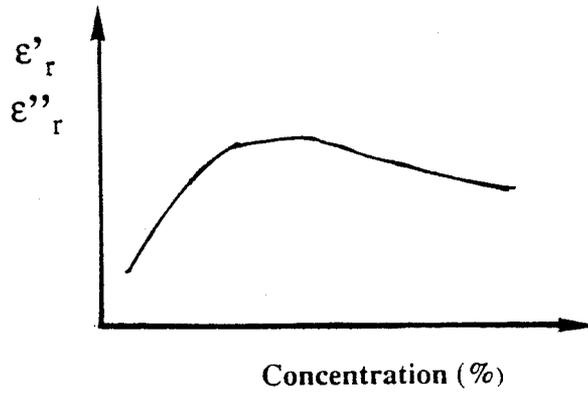
Pour la granulométrie de  $70 \mu m$ , comme pour l'étude sur le terme  $\mu_r \epsilon_r$ , nous relevons un comportement particulier de la permittivité. Ceci est illustré figure 63. En effet, pour la concentration de 18.5 % nous relevons des variations de la permittivité différentes de celles observées jusqu'alors. La permittivité imaginaire ( $\epsilon''_r$ ) présentée figure 63b prend également des valeurs importantes pour cette concentration. Pour la concentration supérieure (24 %), nous relevons que la permittivité conserve des valeurs élevées pour  $\epsilon'_r$  et  $\epsilon''_r$ . Pour ces deux cas, il a souligné que la permittivité ne présente plus les singularités observées sur les évolutions fréquentielles de la permittivité de la matrice isolante.

L'évolution de la permittivité en fonction de la concentration peut donc être schématisée comme sur la figure 64. Cette courbe traduit le fait qu'à partir d'une certaine concentration, le mélange tend à devenir plutôt conducteur, alors qu'il est plutôt isolant ( $\epsilon''_r \rightarrow 0$ ) avant ce seuil. A ce stade de notre étude on peut donc supposer que seul un modèle théorique tenant compte de la granulométrie et de la concentration permettra une bonne confrontation avec les résultats expérimentaux.

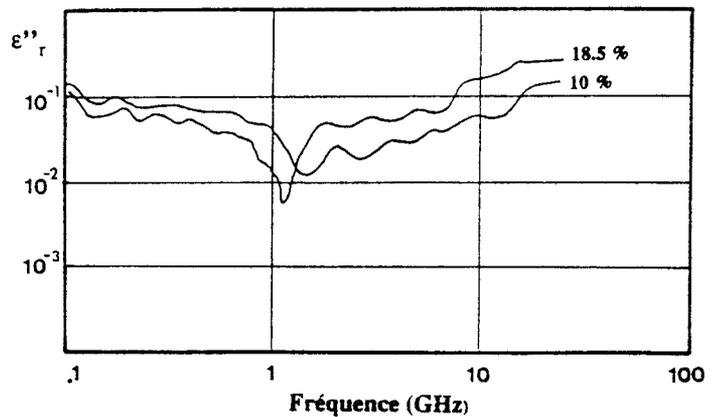
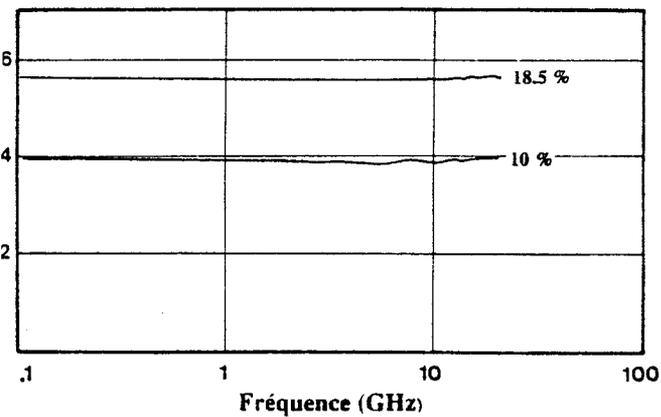
Pour la granulométrie de  $175 \mu m$  la permittivité présente des valeurs plus faibles que dans le cas des granulométries inférieures. Ceci est présenté figure 65 pour des concentrations de 18.5 et 10 %.

### 4.2.3 Propriétés magnétiques des mélanges

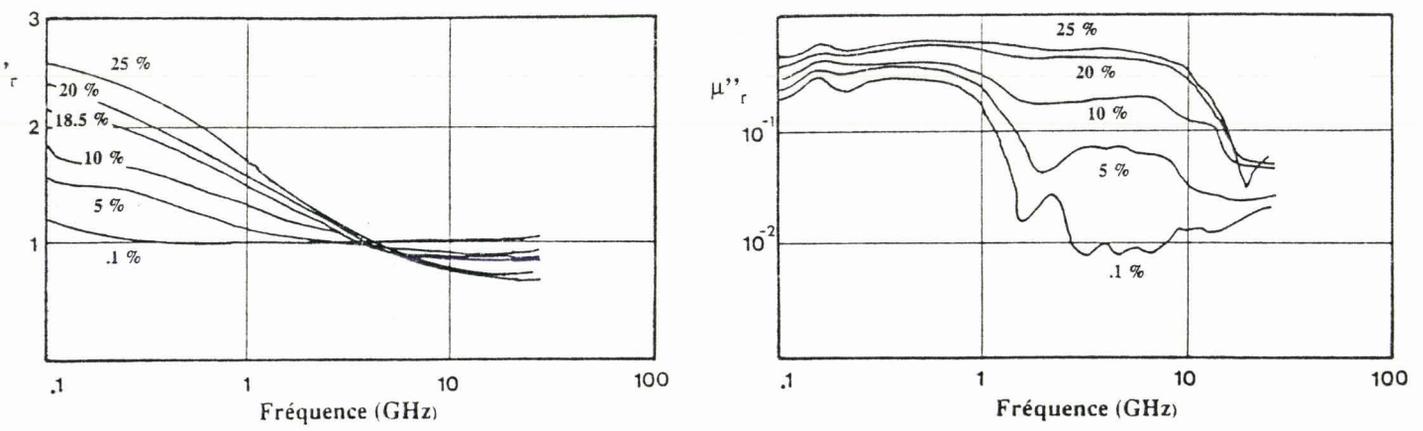
Nous étudions les évolutions fréquentielles de la perméabilité pour des mélanges dont la granulométrie des inclusions est de  $5.5 \mu m$  et pour des concentrations inférieures à 25 %. Ces mesures sont présentées figure 66. Les valeurs de  $\mu'_r$  présentent un maximum pour des fréquences inférieures



**Figure 64:** Représentation schématique des variations de la permittivité en fonction de la concentration pour des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 70  $\mu\text{m}$ .

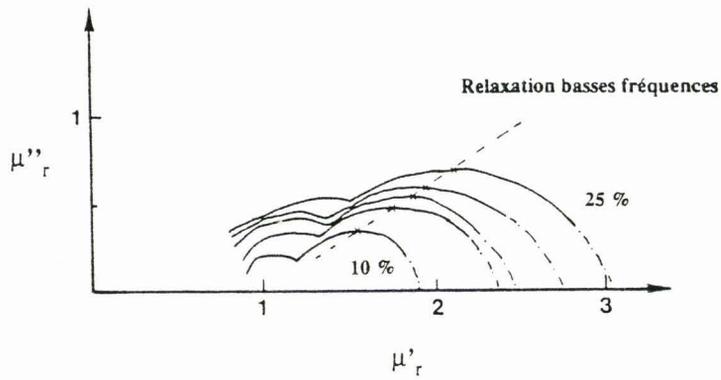


**Figure 65:** Représentation fréquentielle de la permittivité de mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 175  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.



a/ Partie réelle.

b/ Partie imaginaire.



c/ Diagramme de Cole & Cole.

Figure 66: Représentation fréquentielle de la perméabilité de mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 5.5  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

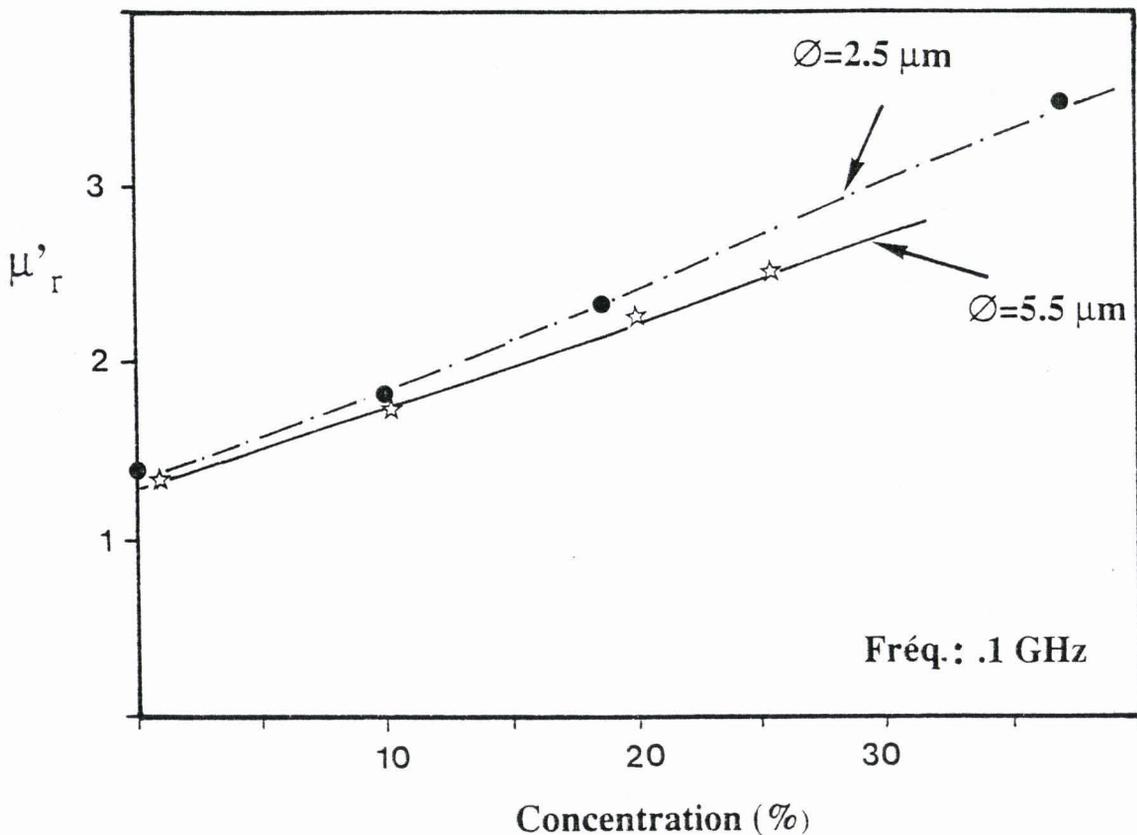


Figure 67: Variations de la perméabilité en fonction de la concentration pour deux types de granulométrie.

à 100 MHz et tendent vers une valeur constante pour les fréquences les plus élevées. Nous remarquons également que la perméabilité peut prendre des valeurs inférieures à 1. Ceci s'explique par la présence d'un signe négatif dans la valeur du moment magnétique contrairement au signe du moment électrique [49]. Cependant il est à noter que dans ce cas, le terme  $|(\mu_r \varepsilon_r)|^{1/2}$  reste supérieur ou égal à 1.

Le tracé figure 67 donne des indications plus précises sur  $\mu'_r$  pour les mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de granulométrie de 2.5  $\mu m$  et 5.5  $\mu m$ . Nous représentons les variations de la perméabilité réelle en fonction de la concentration, à la fréquence de 100 MHz. Nous remarquons la linéarité des variations avec la même particularité relevée pour les caractéristiques diélectriques, c'est à dire des valeurs plus importantes pour une granulométrie inférieure ( $\emptyset = 2.5 \mu m$ ). Il est cependant nécessaire de préciser que la perméabilité est ici exprimée en linéaire alors que la permittivité dans le cas de la figure 63 est donnée en représentation logarithmique.

L'examen des pertes magnétiques figure 66b montre l'existence de mécanismes de relaxations dont les amplitudes augmentent avec la concentration. Pour ce type de variations la représentation de Cole & Cole permet une bonne description des phénomènes rencontrés (figure 66c).

Les deux relaxations présentent des maximums situés sur des droites. Nous représentons en fonction de la concentration figure 68 l'amplitude maximale des deux relaxations ( $\mu''_r$ , maximum des deux relaxations). Les points sont situés sur des droites et permettent de conclure sur la correspondance directe entre l'amplitude des phénomènes de relaxation et la concentration. Il est cependant à préciser que pour des concentrations inférieures à 10 %, nous ne relevons pratiquement plus de phénomènes de relaxations.

Afin de compléter notre étude nous traçons en fonction de la concentration figure 69 les fréquences critiques des deux mécanismes de relaxation. La fréquence de relaxation basses fréquences garde une valeur constante de 550 MHz tandis que la fréquence de relaxation hautes fréquences décroît légèrement. On peut donc penser que le premier mécanisme de relaxation (basses fréquences) dépend de la nature des inclusions tandis que le second dépend de la concentration.

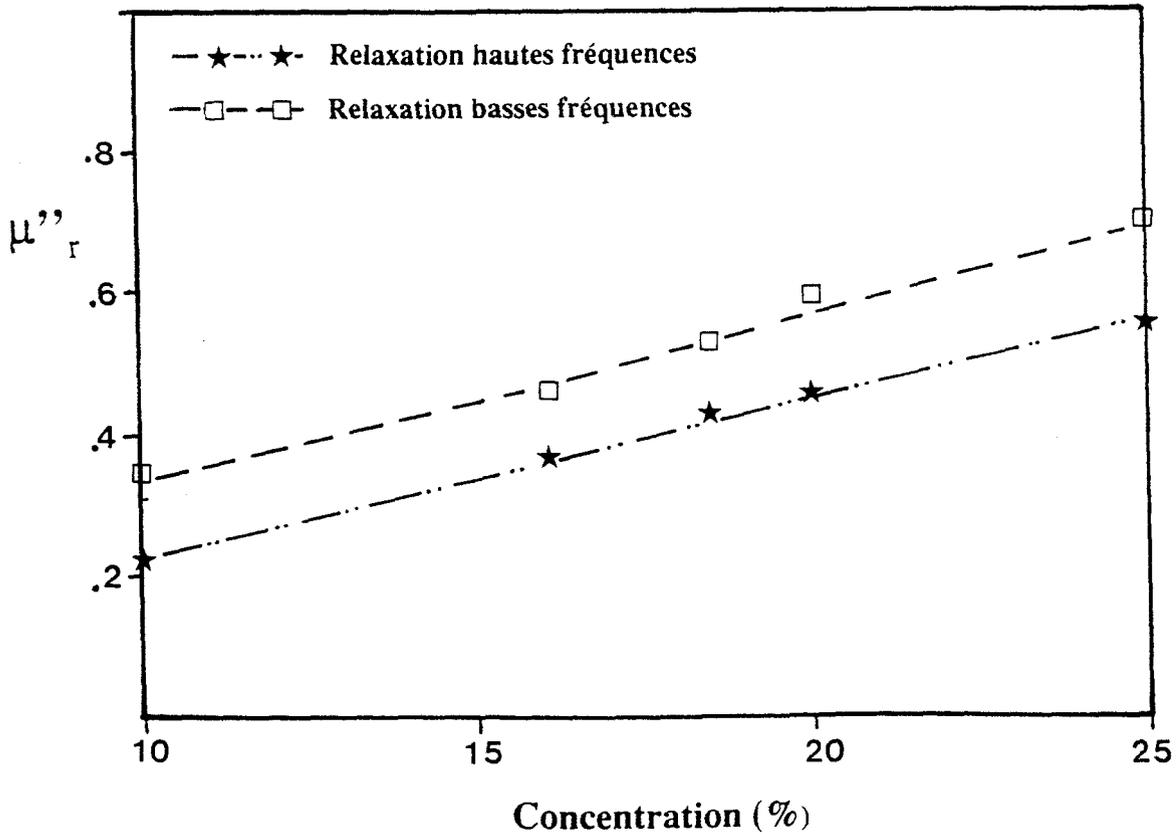


Figure 68: Variations des amplitudes des mécanismes de relaxation en fonction de la concentration des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 5.5  $\mu\text{m}$ .

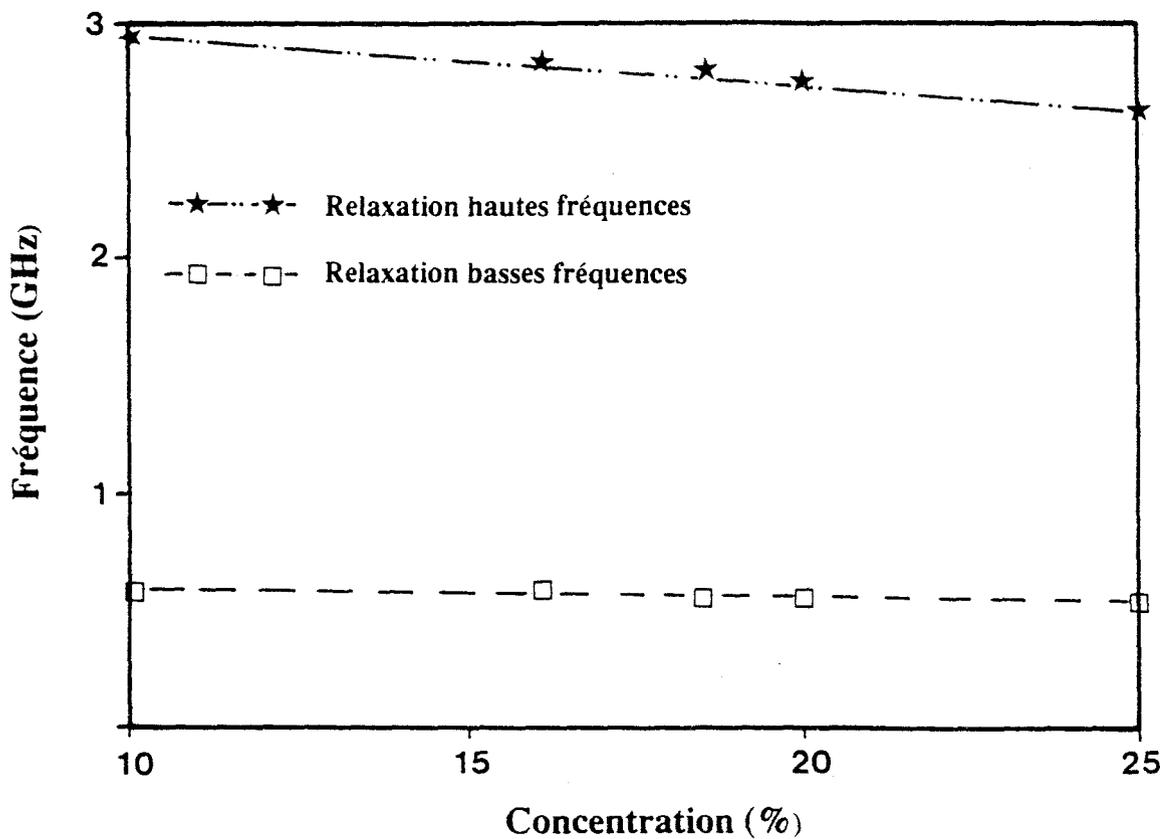
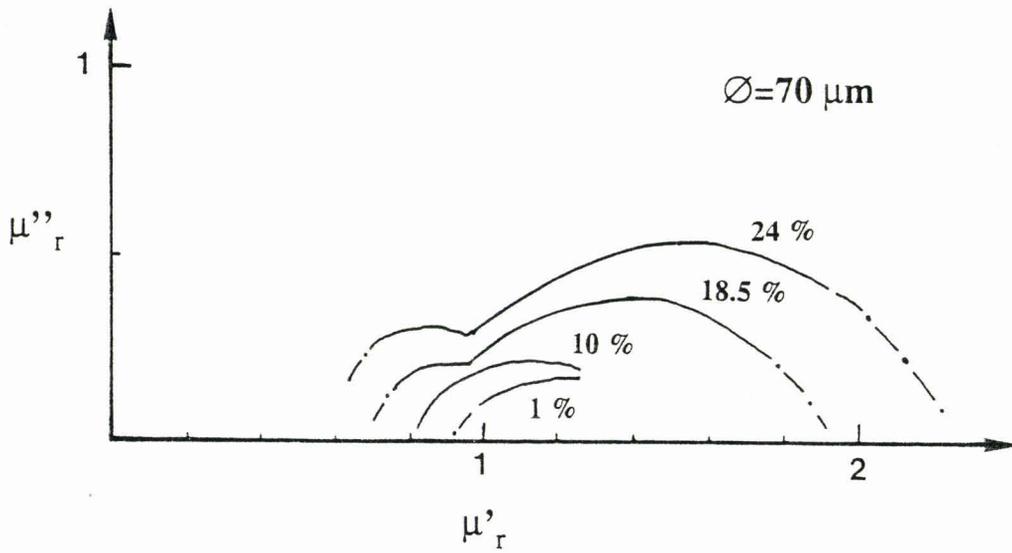


Figure 69: Variation de la fréquence critique des mécanismes de relaxation en fonction de la concentration des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 5.5  $\mu\text{m}$ .



**Figure 70:** Diagramme de Cole & Cole de la perméabilité des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de  $70 \mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

L'étude de la perméabilité des mélanges à base d'inclusions de plus forte granulométrie précise l'étude faite pour les inclusions de faible dimension. En effet pour des inclusions de 70 et 175  $\mu m$  nous remarquons à nouveau une diminution de la perméabilité.

Le tableau 9 présente pour les 4 granulométries et 3 concentrations une comparaison de valeurs typiques mesurées :  $\mu'_r$ , à 100 MHz et la valeur maximale de  $\mu''_r$ , valeur de l'amplitude maximale du mécanisme de relation (sauf pour la concentration de 175  $\mu m$ ).

Concentration $\emptyset$		2.5 $\mu m$	5.5 $\mu m$	70 $\mu m$		175 $\mu m$
10 %	$\mu'_r$ (100 MHz)	1.98	1.93	1.48	$\mu'_r$ (100 MHz)	1.4
	$\mu''_r$ max	.38	.33	.2	$\mu''_r$ (100 MHz)	.16
18.5 %	$\mu'_r$ (100 MHz)	2.47	2.26	2.06	$\mu'_r$ (100 MHz)	1.8
	$\mu''_r$ max	.57	.53	.53	$\mu''_r$ (100 MHz)	.18
24 %	$\mu'_r$ (100 MHz)	2.8	2.75	2.2	X	X
	$\mu''_r$ max	.72	.7	.6		

Tableau 9

Nous remarquons qu'à concentration égale, la perméabilité est d'autant plus élevée que les inclusions sont de faible granulométrie. Ceci se confirme sur la figure 70 : pour les mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 70  $\mu m$ , les mécanismes des relaxations sont de moins en moins marqués. Pour des inclusions de 175  $\mu m$ , nous n'avons d'ailleurs pas relevé de mécanismes de relaxation. Nous pouvons donc penser que l'origine des phénomènes magnétiques rencontrés dépend bien plus de la dimension des inclusions que de la concentration volumique, vraisemblablement pour des interactions plus importantes pour les faibles granulométries.

## 4.3 Interprétation des résultats expérimentaux

Avant d'interpréter nos résultats de mesure, nous présentons deux des lois de mélange le plus souvent utilisées : la loi logarithmique de Lichtenecker et la loi de Bruggeman applicable à de nombreuses structures hétérogènes.

### 4.3.1 Rappel de quelques modèles théoriques

Les théories que nous citons sont celles le plus souvent rencontrées dans la littérature. Elles permettent selon certaines approximations de déterminer la permittivité diélectrique du milieu  $\epsilon_m$  à partir des permittivités diélectriques, des proportions volumiques et des formes des divers constituants.

Un mélange hétérogène est constitué par une ou plusieurs substances de constantes diélectriques et magnétiques  $\epsilon_i$  et  $\mu_i$  dispersées dans un milieu continu isotrope de constantes diélectrique et magnétique  $\epsilon_e$  et  $\mu_e$ .

La relation de base des principales lois de mélange pour des matériaux non magnétiques est donnée dans le cas de particules de permittivité  $\epsilon_i$  réparties dans un milieu purement diélectrique  $\epsilon_e$  par la formule suivante [50].

$$\epsilon_m = \epsilon_e + (\epsilon_i - \epsilon_e) p_i f_i \quad (4-2)$$

$$\text{avec } p_i = \frac{V_i}{V} = \frac{V_i}{V_e + V_i}$$

$(V_i)$  volume des inclusions

$(V_e)$  volume du milieu constituant la matrice de base

$f_i$  est appelé rapport des champs et caractérise les formes des inclusions, les interactions et se calcule par le quotient du champ moyen dans le milieu  $\epsilon_i$  sur le champ moyen dans le mélange. Son expression dans le cas général (particules ellipsoïdales) est donnée par la formule

$$f_i = \sum_{j=1}^3 \frac{\cos^2 \alpha_j}{1 + A_j \left( \frac{\epsilon_i}{\epsilon_m} - 1 \right)} \quad (4-3)$$

Les  $\alpha_j$  sont les angles des axes de l'ellipsoïde avec le champ appliqué.

Les  $A_j$  représentent les facteurs de dépolariation du grain.

Les différences des lois de mélange proviennent donc de la détermination de  $f_i$ .

#### Loi de Lichtenecker :

Pour le calcul de  $f_i$  nous considérons des inclusions de forme quelconque. Le rapport des axes  $A_j$  est alors compris entre 0 et 1. Les particules étant orientées au hasard,  $f_i$  est calculé en moyennant par rapport aux  $A_j$  selon :

$$f_i = 3 \times \frac{1}{3} \int_0^1 \frac{dA_j}{1 + A_j \left( \frac{\epsilon_i}{\epsilon_m} - 1 \right)} \quad (4-4)$$

Nous obtenons alors

$$f_i = \frac{\epsilon_m}{\epsilon_i - \epsilon_m} \text{Log} \frac{\epsilon_i}{\epsilon_m} \quad (4-5)$$

Ceci permet de calculer la loi logarithmique que Lichtenecker justifia théoriquement et expérimentalement et reprise par de nombreux auteurs [50].

$$\text{Log} \epsilon_m = p_i \text{Log} \epsilon_i + (1 - p_i) \text{Log} \epsilon_e \quad (4-6)$$

Cette loi ne fait pas intervenir les facteurs géométriques et se révèle difficile à exploiter par de très fortes concentrations  $p_i$ . Cependant, elle traduit bien le fait que l'accroissement relatif d'une des propriétés du mélange est proportionnel à l'accroissement de la proportion d'un des constituants.

Cette loi purement mathématique est uniquement applicable en statique pour des concentrations inférieures à 0.35.

### Loi de Bruggeman

Le calcul de  $f_i$  est fait en considérant les  $A_i = \frac{1}{3}$  et les  $\cos^2 \alpha_i = \frac{1}{3}$ . Nous obtenons alors une forme simplifiée de la Loi de Bruggeman.

$$0 = (1 - p_i) \frac{\epsilon_e - \epsilon_m}{\epsilon_e + 2\epsilon_m} + p_i \frac{\epsilon_i - \epsilon_m}{\epsilon_i + 2\epsilon_m} \quad (4-7)$$

Cette loi est applicable pour des concentrations inférieures à 40 %. De plus, de nombreux auteurs [47][48] ont montré la nécessité de développer cette formule afin d'y adjoindre des termes permettant une meilleure interprétation des résultats mesurés. Nous obtenons alors la formule de Bruggeman étendue au 5ème moment (ces termes sont appelés du 5ème ordre ou 5ème moment selon les auteurs) qui tient compte des interactions en faisant intervenir la granulométrie et la fréquence. Nous présentons la forme étendue au 5ème ordre de la loi de Bruggeman dans le cas général [42].

$$\sum_j p_j \left[ \frac{\epsilon_j - \epsilon_m}{\epsilon_j + 2\epsilon_m} + k_j (\epsilon_j - \epsilon_m) \right] = 0 \quad (4-8)$$

avec

$$\text{et } \omega = 2\pi f$$

$r_j$  : rayon des inclusions  $j$

$$k_j = \frac{\omega^2 r_j^2}{30c^2}$$

Dans notre cas d'inclusions conductrices de rayon  $r$ , de permittivité  $\epsilon_{ri}$  noyées dans un milieu homogène de permittivité  $\epsilon_{re}$ , la relation s'écrit :

$$(1 - p_i) \frac{\epsilon_{re} - \epsilon_{rm}}{\epsilon_{re} + 2\epsilon_{rm}} + p_i \left[ \frac{\epsilon_{ri} - \epsilon_{rm}}{\epsilon_{ri} + 2\epsilon_{rm}} + k (\epsilon_{ri} - \epsilon_{rm}) \right] = 0$$

Des auteurs ont montré que ces deux lois pouvaient être étendues en remplaçant les termes caractéristiques de la permittivité ( $\epsilon_r$ ) par le terme  $\mu_r \epsilon_r$  [47]. Nous utiliserons donc dans un premier temps ce formalisme afin de décrire les caractéristiques électromagnétiques des mélanges étudiés .

### **4.3.2 Comparaison mesure-lois de mélange**

Nous avons utilisé le modèle de Bruggeman afin de tenter de décrire les caractéristiques  $\mu_r \epsilon_r$  mesurées des mélanges. Les caractéristiques  $\epsilon_{re}$  et  $\mu_{re}$  de la résine sont déterminées par

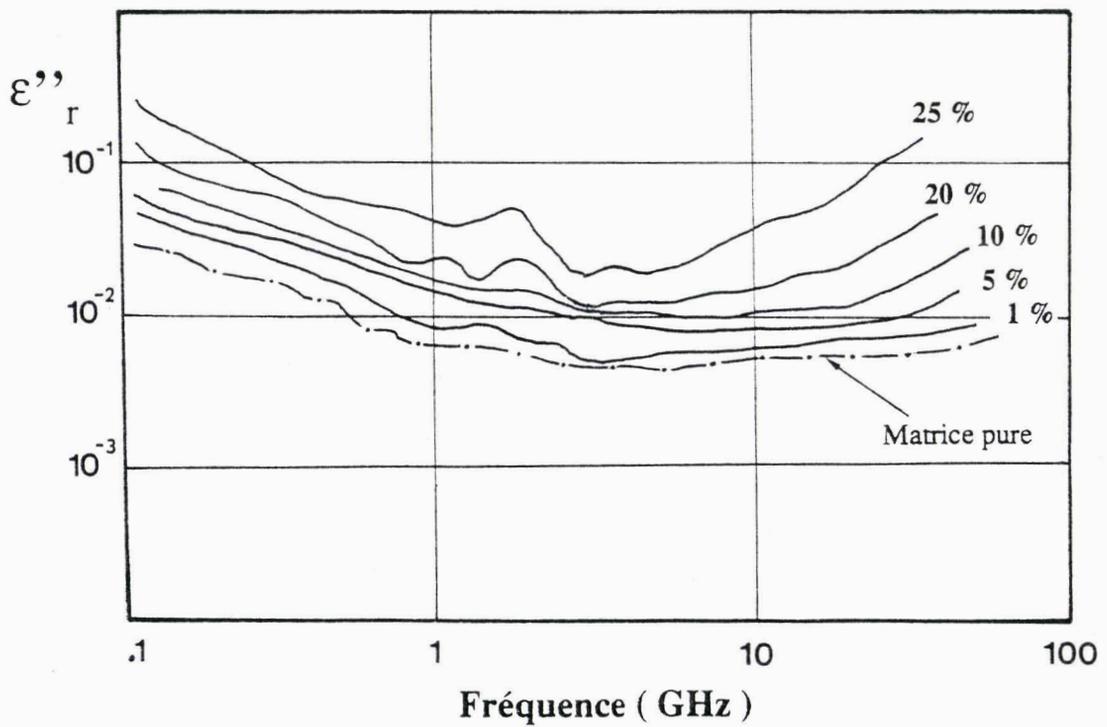
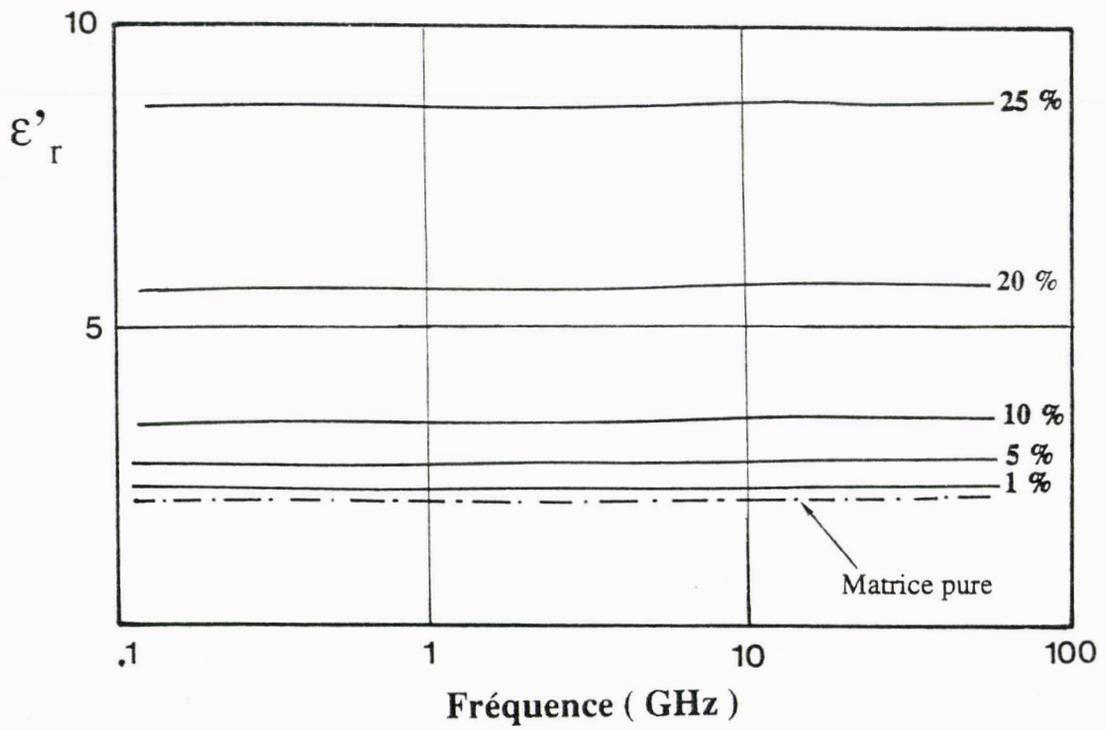


Figure 71: Représentation fréquentielle des caractéristiques électriques de mélanges simulés à l'aide de la loi de Bruggeman dans le cas d'inclusions de  $5.5 \mu\text{m}$ .

caractérisation, tandis que les caractéristiques  $\epsilon_{ri}$  et  $\mu_{ri}$  des inclusions sont choisies afin d'être le plus proche des valeurs supposées des inclusions conductrices. Les valeurs sont les suivantes :

$$\epsilon_{ri} = -j \frac{\sigma}{\omega \epsilon_0} \quad \text{avec } \sigma \text{ élevé}$$

$$\mu_{ri} = 1 - j 10^{-4}$$

La simulation du terme  $\mu_r \epsilon_r$  du mélange obtenu ne nous permet pas de retrouver les résultats de mesure. En effet, nous obtenons des valeurs de la partie réelle de  $\mu_r \epsilon_r$  constantes avec la fréquence alors que ce même terme, issu des mesures présente une décroissance avec la fréquence. Par variation du terme traduisant la perméabilité des inclusions nous n'avons pas pu obtenir une comparaison convenable. En effet si nous considérons les valeurs respectives des constituants du mélange nous remarquons :

$$\epsilon_{ri} \mu_{ri} \approx \epsilon_{ri} \quad \text{tant que } |\mu_{ri}| \ll |\epsilon_{ri}| \text{ (inclusions fortement conductrices)}$$

et

$$\epsilon_{re} \mu_{re} \approx \epsilon_{re} \quad \text{puisque la matrice est purement diélectrique}$$

La simulation réalisée décrit alors uniquement le comportement diélectrique du mélange tant que  $|\mu_{ri}| < |\epsilon_{ri}|$ , ce qui est notre cas. Nous choisissons alors de séparer notre interprétation en 2 parties : la permittivité et la perméabilité.

Les modèles nous permettant la comparaison sont les lois de Lichtenecker et de Bruggeman. La simulation des lois est établie en tenant compte de la matrice mesurée pure et en considérant des inclusions  $\epsilon_{ri}$  fortement conductrices ( $\sigma_i = \omega \epsilon_0 \epsilon''_{ri} \rightarrow \infty$ ).

Nous choisissons le modèle simplifié de bruggeman ( $k = 0$ ) afin de confronter les résultats de mesures. Le modèle est valable pour des concentrations inférieures à 40 %, limite de la loi simplifiée à partir de laquelle des auteurs utilisent l'extension du 5ème moment où d'autres modèles [42]. Nous présentons figure 71 les variations fréquentielles de la permittivité complexes calculées à l'aide du modèle de Bruggeman. Les variations observées concordent avec celles relevées sur les tracés de mesure de la figure 61. L'étude comparative en fonction de la concentration est présentée 72 pour la

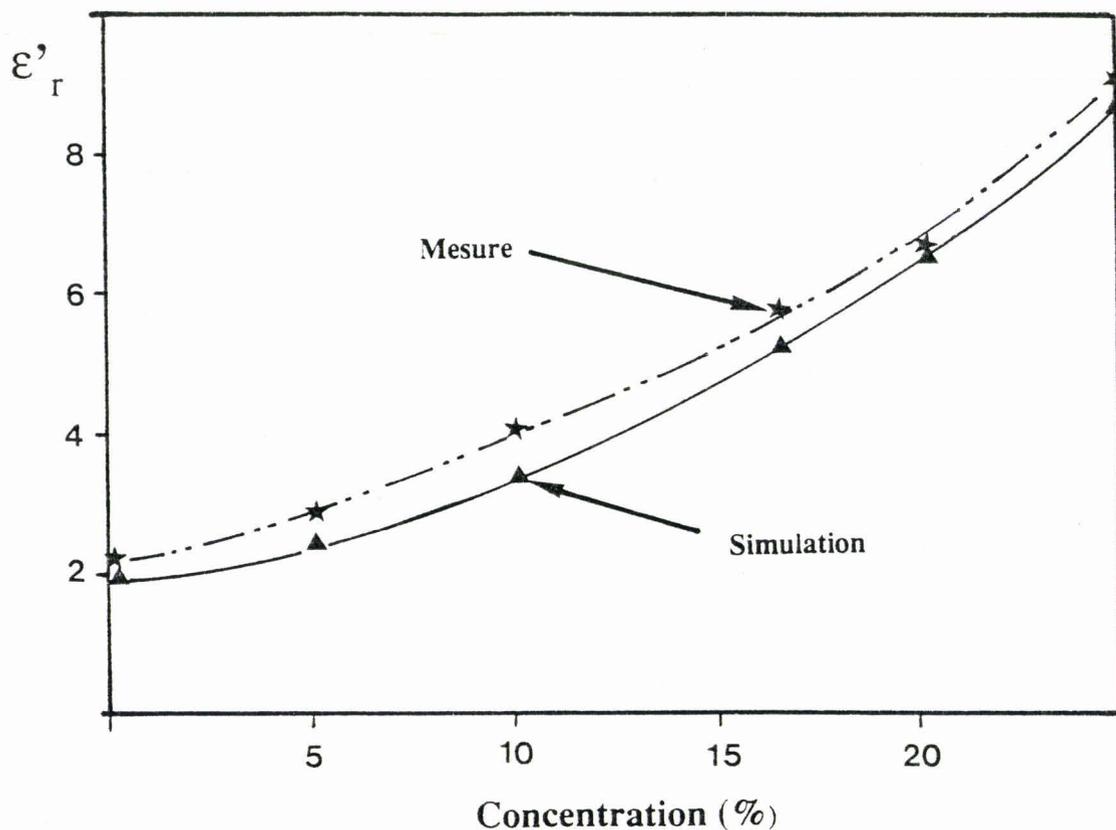


Figure 72: Comparaison mesure-simulation des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 5.5  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

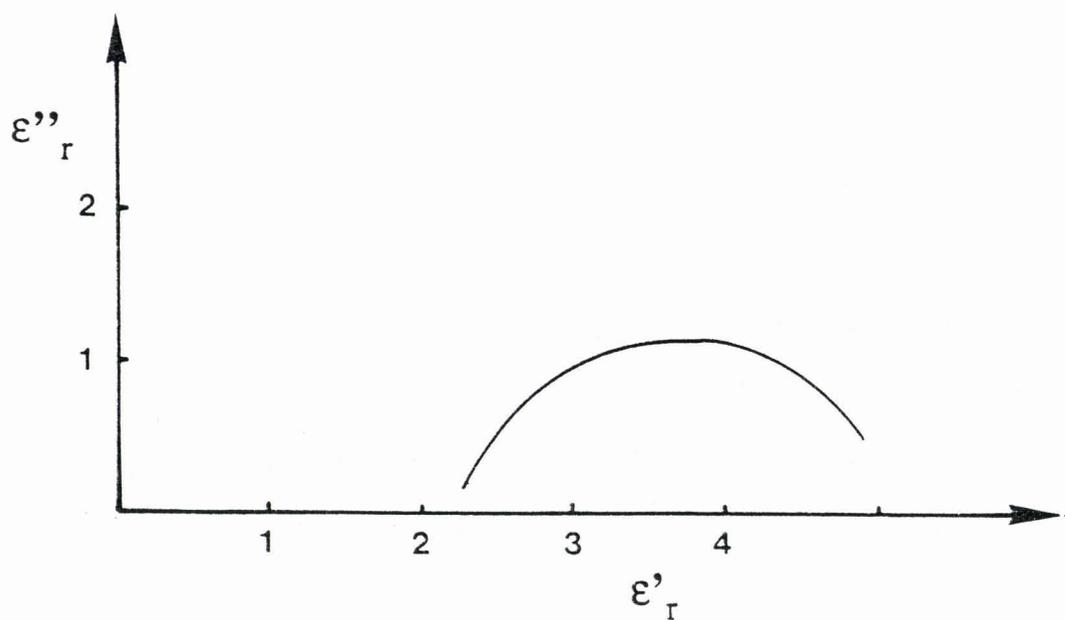


Figure 73: Diagramme de Cole & Cole de la permittivité calculée par simulation de la loi de Bruggeman pour un mélange purement diélectrique.

concentration de  $5.5 \mu m$ . Nous remarquons que les deux courbes sont proches et permettent de valider le modèle simplifié de Bruggeman par des inclusions de faible granulométrie.

A forte granulométrie, la simulation de la loi de Bruggeman étendue au 5ème moment ne nous a pas permis de décrire les évolutions des mélanges d'inclusions de  $70 \mu m$  et  $175 \mu m$ . Pour notre type de mélange, le phénomène observé s'apparente à une percolation [51]. Pour un certain couple granulométrie concentration associé à une matrice particulière, à partir d'un certain seuil de concentration, le mélange résine-inclusion conductrice tend à devenir plutôt conducteur. En effet, lorsque la concentration croît, le nombre de particules augmente dans le milieu; il se forme des agrégats de particules de plus en plus importants donnant au mélange ce comportement conducteur.

L'étude des caractéristiques magnétiques des mélanges a montré que l'inclusion de sphères conductrices donnait au mélange un comportement magnétique, élément que l'on ne pouvait pas prévoir. Il apparaît des mécanismes de relaxation magnétique à partir d'une certaine concentration. De plus à concentration égale, l'amplitude des phénomènes est d'autant plus importante que les inclusions sont de faible dimension.

Afin de retrouver les résultats de mesure, notre interprétation s'appuie sur une comparaison avec des études de mélanges purement diélectriques :

Nous étudions à l'aide de la loi de Bruggeman le comportement des caractéristiques électriques du mélange suivant :

Une matrice :  $\epsilon_{re} = 4 - j 10^{-3}$

Des inclusions conductrices  $\epsilon_{ri} = -j \frac{\sigma}{\omega \epsilon_0}$  avec  $\sigma$  faible

$p$  concentration des inclusions : 20 %

Nous observons sur le tracé figure 73 du diagramme de Cole & Cole de la permittivité un mécanisme de relaxation dans notre bande de fréquences (100 MHz - 20 GHz).

Nous avons développé cette remarque afin de l'appliquer aux caractéristiques magnétiques des mélanges étudiés. A l'aide de la loi de Bruggeman, nous simulons le mélange suivant :

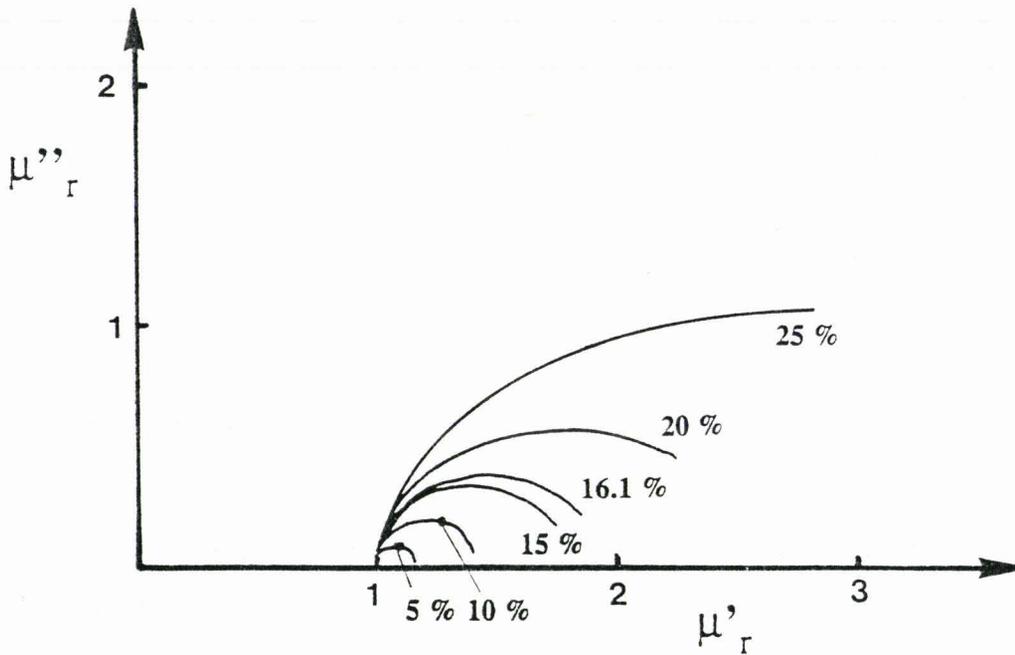


Figure 74: Diagramme de Cole & Cole de la perméabilité calculée par simulation de la loi de Bruggeman pour le mélange magnétique et différentes concentrations.

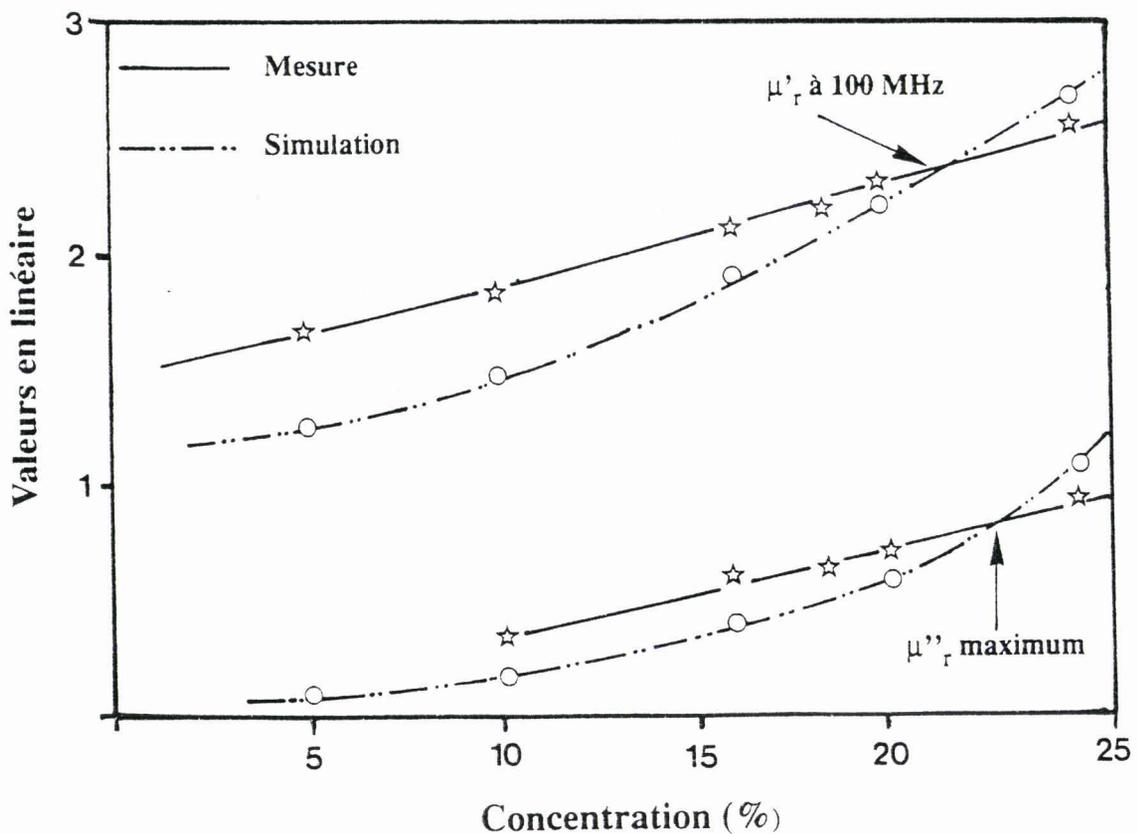


Figure 75: Comparaison mesure-simulation de la perméabilité des mélanges réalisés à l'aide d'inclusions de 5.5  $\mu\text{m}$  pour différentes concentrations.

Une matrice de perméabilité  $\mu_{re} = 1 - j 10^{-4}$

Des inclusions de perméabilité  $\mu_{ri} = 1 - j \frac{\sigma_{\mu}}{\omega}$

Le terme traduisant les pertes magnétiques des inclusions est choisi afin de régir une loi en  $\frac{1}{\omega}$  similaire à celle des pertes électriques des inclusions. La valeur de  $\sigma_{\mu}$  est obtenue, lors de la simulation de manière à retrouver des valeurs voisines à celles effectivement mesurées. Nous présentons figure 74 le tracé de Cole & Cole de la perméabilité pour des inclusions variant de 5 à 25 %. Ces tracés montrent des similitudes avec ceux issus de la mesure. Nous relevons également pour les concentrations de 10 à 25 % une fréquence de relaxation voisine de 600 MHz. Cette fréquence correspond à celle relevée sur les tracés de la figure 66c.

Nous confrontons figure 75 les résultats de mesures à ceux issus de la la simulation : la perméabilité réelle relevée à 100 MHz et la perméabilité imaginaire maximale. Ces tracés montrent de légers écarts nous permettant cependant de valider notre approche théorique pour des concentrations inférieures à 25 %.

Ceci s'est confirmé pour les granulométries de 2.5  $\mu m$  et 70  $\mu m$  : par variation de  $\sigma_{\mu}$  il est possible de comparer les résultats de mesure.

Nous pouvons donc penser que l'apparition de ces phénomènes de relaxation proviennent d'un mécanisme de conduction. On peut attribuer cette particularité à des courants surfaciques sur les parois des inclusions. Ceci s'expliquerait, lors de la synthèse du matériau, par la formation de nitrure de nickel sur la surface des inclusions. En effet cette impureté a été relevée lors de l'étude de la composition du mélange.

## 4.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté une étude principalement expérimentale de matériaux hétérogènes qui nous a permis d'établir une comparaison avec des lois de mélanges connus. Les résultats montrent le rôle important du couple concentration granulométrie associé à une matrice isolante donnant au mélange un comportement plutôt conducteur ou isolant et plus ou moins magnétique.

Nous avons décrit le comportement diélectrique en statique, comme en dynamique de ces mélanges à l'aide du modèle de Bruggeman dans le cas d'inclusions de faible granulométrie. Pour les inclusions de plus forte dimension ( $70 \mu m$  et  $175 \mu m$ ) le modèle de Bruggeman étendu au 5<sup>ème</sup> moment ne nous a pas permis de comparer nos résultats de mesure. Afin d'interpréter les caractéristiques magnétiques nous nous sommes attachés à établir une analogie avec les modèles utilisés généralement pour décrire le comportement diélectrique : ceci se justifiant par le peu de références sur ce type de mélanges. Nous montrons qu'en maîtrisant la formation de nitrure de nickel les variations mesurées de la perméabilité peuvent être décrites pour de faibles concentrations (< 25 %) par le modèle de Bruggeman. Nous pensons par ailleurs qu'une étude comme celle que nous avons présentée nécessite parallèlement une étude systématique des matériaux constitutifs.

# Chapitre 5

## Matériaux magnétiques : les ferrites

### 5.1 Introduction

Les ferrites forment une catégorie bien particulière de matériaux. En effet, bien que possédant des propriétés diélectriques spécifiques, les ferrites présentent un intérêt pour leurs propriétés magnétiques caractéristiques.

Leur utilisation a augmenté fortement ces dernières années dans des domaines aussi variés que les télécommunications ou bien sûr en hyperfréquences.

Ils s'intègrent dans la réalisation d'absorbants, de mémoires, de filtres dispersifs, de déphaseurs mais sont aussi utilisés en dépôt sur substrats ou comme modulateur de faisceau laser à 10 GHz. Nous trouvons même leur application dans le domaine médical comme excellent support de contraste pour le diagnostic à Rayons X.

Nous présentons dans ce chapitre l'étude de résultats de mesures sur des matériaux fournis par la SNPE centre de recherche du Bouchet. Nous vérifions le comportement fréquentiel des caractéristiques électromagnétiques de ferrites préparés à partir d'effluents industriels [52]. Ces matériaux se présentent sous forme de poudre ou en inclusion dans une matrice. Dans ce cas nous comparons les résultats de mesure aux simulations de lois de mélange.

Nous précisons que l'objectif principal dans ce chapitre de ce mémoire n'est pas de faire une étude physique fondamentale mais d'apporter une contribution sur l'étude des caractéristiques électromagnétiques fréquentielles de ferrites.

### 5.2 Généralités [53] [54] [55]

Lorsqu'une substance est soumise à un champ magnétique, elle prend une certaine aimantation qui est proportionnelle au champ magnétique suivant la relation vectorielle :

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (5-1)$$

où  $\chi$  représente la susceptibilité magnétique.

La susceptibilité magnétique possède les mêmes dimensions que la perméabilité magnétique et se déduit de la relation

$$\text{avec } \mu = \mu_o \mu_r = \mu_o (1 + 4 \pi \chi) \quad (5-2)$$

où  $\mu$  et  $\mu_o$  représentent respectivement la perméabilité magnétique du corps considéré et celle du vide [55].

Les différents corps magnétiques sont classés selon la valeur de leur rapport  $\chi/\mu_o$ . Pour  $\chi/\mu_o = 0$  nous obtenons les matériaux diélectriques ( $\mu/\mu_o = 1$ ). Un terme  $\chi/\mu_o$  positif et élevé correspond aux différents types de corps ferromagnétiques.

### 5.3 Présentation et description des ferrites spinelles

Les ferrites sont des oxydes magnétiques contenant des ions métalliques associés de manière à produire spontanément une magnétisation, tout en conservant des propriétés diélectriques particulières.

Actuellement, hormis les ferrites hexagonaux, tous les ferrites sont dérivés des deux mêmes familles de métal oxyde, que sont les spinelles et les grenats [54]. Les ferrites spinelles sont du point de vue chimique des produits de substitution de la magnétite ou ferrite ferreux de formule  $FeO - Fe_2O_3$  où les ions  $Fe_{++}$  sont remplacés par des ions métalliques de valence 2.

Les ferrites de type  $M_eO - Fe_2O_3$  (avec  $M_e$  comprenant un ou plusieurs métaux) cristallisent dans le système cubique des ferrites de type spinelles, structure identique à la spinelle minérale  $Mg Al_2 O_4$ . En effet, les ions oxygène, de grosse dimension forment un empilement cubique compact laissant aux ions métalliques la possibilité de se loger dans les interstices laissés entre eux. Les possibilités d'arrangements entre les structures dépendent alors de la forme des cavités. La plus petite maille du réseau spinelle contient huit molécules de  $M_e Fe_2 O_4$ .



Il existe deux types de cavités :

Les cavités tétraédriques (figure 76) ou sites A, où un ion métallique est entouré de quatre ions voisins oxygène. Ces sites sont placés au centre et à quatre des huit sommets du cube de la maille élémentaire. Ces sites sont généralement occupés par des ions bivalents.

Le deuxième type sont les cavités octaédriques (figure 77 ) ou sites B, où l'ion métallique est entouré de six ions voisins oxygène. Ils sont positionnés sur des diagonales spatiales de l'octant considéré. Les ions trivalents, de rayon élémentaire le plus faible occupent généralement les sites B.

L'arrangement de la structure spinelle élémentaire est présenté figure 78. Il montre que les deux sites A et B diffèrent par la coordination des ions oxygènes.

Le positionnement des moments magnétiques des deux sites peut être schématisé par la figure 79. La position antiparallèle des aimantations crée alors une magnétisation spontanée non nulle qui est définie par le moment ferrimagnétique.

$$M_S = M_B - M_A \quad (5-3)$$

Cette magnétisation dépend de la température, des éléments métalliques constituant le ferrite et de la mise en forme ; le recuit, lavage et les températures de frittage pouvant avoir une importance considérable sur les propriétés magnétiques du ferrite. Il est donc nécessaire de bien maîtriser chaque étape technologique de fabrication.

Quelques variations typiques de l'aimantation par gramme  $\sigma = \frac{M_s}{d}$  en fonction de la température sont données figure 80. La valeur de la masse volumique  $d$  est une propriété intrinsèque du matériau.

Ces courbes montrent que le choix des sites A et B permet d'obtenir une large variété de moments magnétiques. Une substitution de Zinc (Zn) sur le site A permet d'augmenter l'aimantation à saturation (cf figure 80a) tandis que l'exemple figure 80b précise qu'une substitution réalisée sur le site B ( Al ) permet de diminuer la magnétisation. La température  $T_c$ , appelée température de Curie définit la température à partir de laquelle nous observons la disparition de la magnétisation.

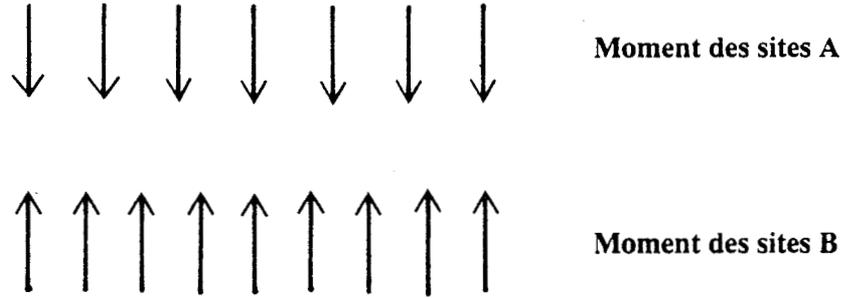


Figure 79: Orientation antiparallèle des moments magnétiques des sites A et B

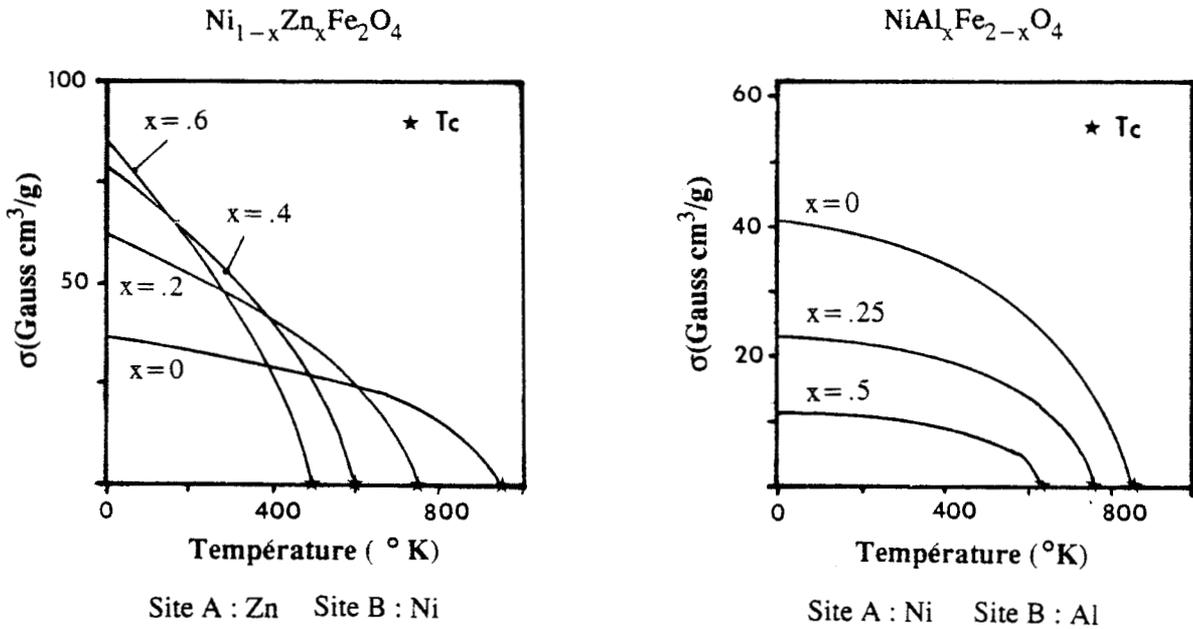


Figure 80: Aimantation à saturation de ferrites portée en fonction de la température

## 5.4 Description des principaux phénomènes observés

Dans ce paragraphe nous décrivons les phénomènes rencontrés lors de la caractérisation fréquentielle des paramètres électromagnétiques de ferrites et apportons une explication sur leur origine.

### 5.4.1 Propriétés magnétiques

La théorie des domaines développée par Weiss permet de décrire les phénomènes magnétiques. Elle s'appuie sur l'idée de base que le matériau magnétique est formé d'un ensemble de petits volumes élémentaires, les domaines. Ces domaines se positionnent dans une direction de facile aimantation. C'est-à-dire que les vecteurs aimantation s'orientent parallèlement à des directions privilégiées telles que l'énergie totale soit minimale : l'énergie totale comprenant les énergies magnétostatiques, cristalline et d'anisotropie. Comme les domaines, les parois de Bloch séparant les domaines subissent des modifications lors de l'application d'un champ magnétique.

Deux phénomènes de dispersion vont apparaître dans le spectre magnétique de ces matériaux :

- La résonance ferromagnétique est le premier phénomène de dispersion que l'on rencontre dans le spectre fréquentiel des caractéristiques magnétiques d'un ferrite. Elle résulte de la rotation de la magnétisation dans les domaines où l'aimantation est favorisée par le champ d'anisotropie  $H_A$ . Cette fréquence de résonance est donnée par la relation [54]

$$\omega_r = 2 \pi f_r = \gamma H_A \quad (5-4)$$

$\gamma$  est appelé rapport gyromagnétique est égal à 2.8 MHz/Oersted. Il est alors possible de relier la fréquence de résonance  $f_r$  à la perméabilité initiale  $\mu_{is}$  à l'aide de l'expression.

$$f_r (\mu_{is} - 1) = \frac{2}{3} \gamma (4 \pi M_s) \quad (5-5)$$

avec  $M_s$  aimantation à saturation en Gauss ( $M_s = \sigma d$ )

$\mu_{is}$  perméabilité relative initiale statique

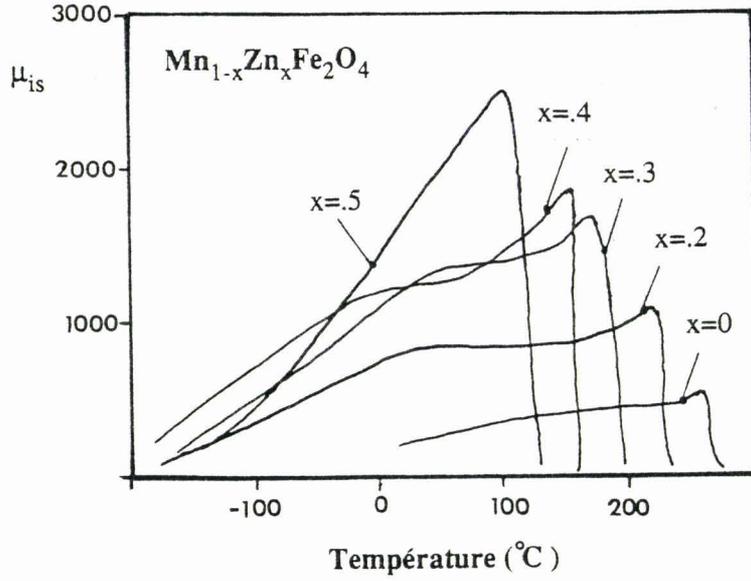


Figure 81: Perméabilité initiale  $\mu_{is}$  de ferrites mixtes  $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  portée en fonction de la température

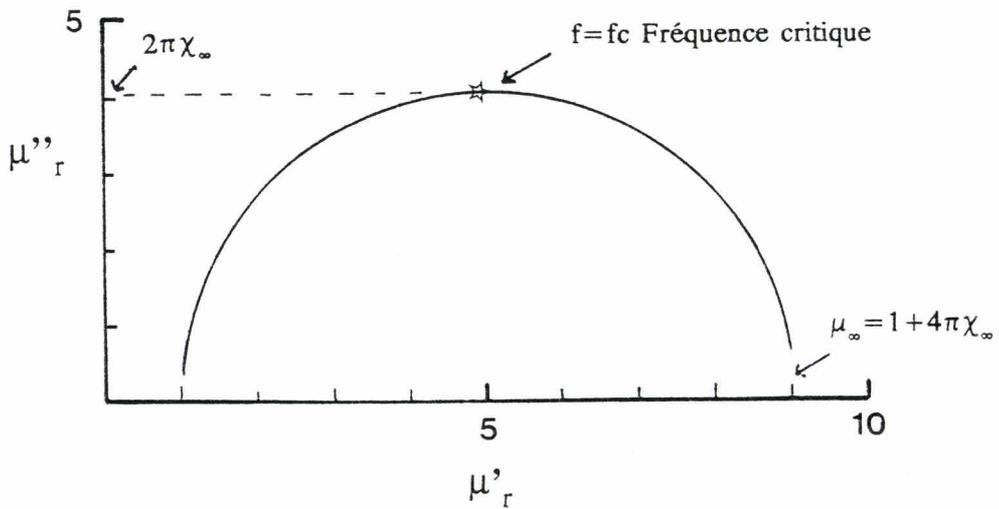


Figure 82: Représentation de Cole et Cole de la perméabilité de ferrites dans le cas d'une dispersion

Cette expression caractérise l'absorption par vibration des parois et est limitée aux ferrites spinelles pour lesquels la perméabilité rotatoire est isotrope [54]. A titre d'exemple une valeur typique de  $f_r (\mu_{is}-1)$  est de 8 GHz pour un ferrite Nickel Zinc pour lequel l'aimantation  $\sigma$  est égale à 64 gauss  $cm^3 / g$  ( $4 \pi Ms = 4000$  gauss). La magnétisation spontanée présentant généralement de faibles variations selon un ferrite de même composition ( $Ni_x Zn_{1-x} Fe_2 O_4$ ), la perméabilité initiale  $\mu_{is}$  joue donc un rôle prépondérant sur la valeur de la fréquence de résonance. Elle dépend pour les ferrites spinelles, de la température de l'étude, mais aussi de la température de frittage ainsi que du diamètre des cristaux élémentaires. Nous présentons figure 81 un exemple typique d'une variation de  $\mu_{is}$  en fonction de la température.

- L'absorption par ondes de spin est le second phénomène rencontré. Les ondes de spin sont une image de la rotation interne des moments magnétiques et sont comparables de ce point de vue aux phénomènes de polarisation d'orientation des molécules polaires dans les diélectriques, décrites par les équations de Debye. Cela se traduit par un retard de l'aimantation lorsque l'on applique un champ magnétique. Ceci conduit à une valeur de l'aimantation donnée par la relation

$$M = \chi_{\infty} (1 - e^{-t/\tau}) H$$

$$\text{où } \chi_{\infty} \text{ est définie par la relation } M_{\infty} = \chi_{\infty} H \quad (5-6)$$

On en déduit la valeur de la perméabilité donnée par les formules

$$\begin{aligned} \mu'_r &= 1 + \frac{4 \pi \chi_{\infty}}{1 + \omega^2 \tau^2} \\ \mu''_r &= \frac{4 \pi \chi_{\infty} \omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \end{aligned} \quad (5-7)$$

Une représentation de type Cole & Cole permet alors d'obtenir les valeurs de  $\chi_{\infty}$  et  $\tau$ . Nous présentons figure 82 un exemple de cette représentation.

## 5.4.2 Propriétés électriques

Ces propriétés sont liées à une hétérogénéité du matériau (milieu pulvérulent et polycristallin) qui présente des interfaces entre milieux de conductivités différentes (effet de type Maxwell Wagner).

Afin de décrire les évolutions fréquentielles des caractéristiques électriques de ferrites, nous utilisons les équations développées par Debye qui permettent une bonne description des caractéristiques, comme l'a montré expérimentalement Brockmann [57]. La relation de la permittivité pour des ferrites s'exprime selon la relation :

$$\epsilon = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + j\omega\tau} \quad (5-8)$$

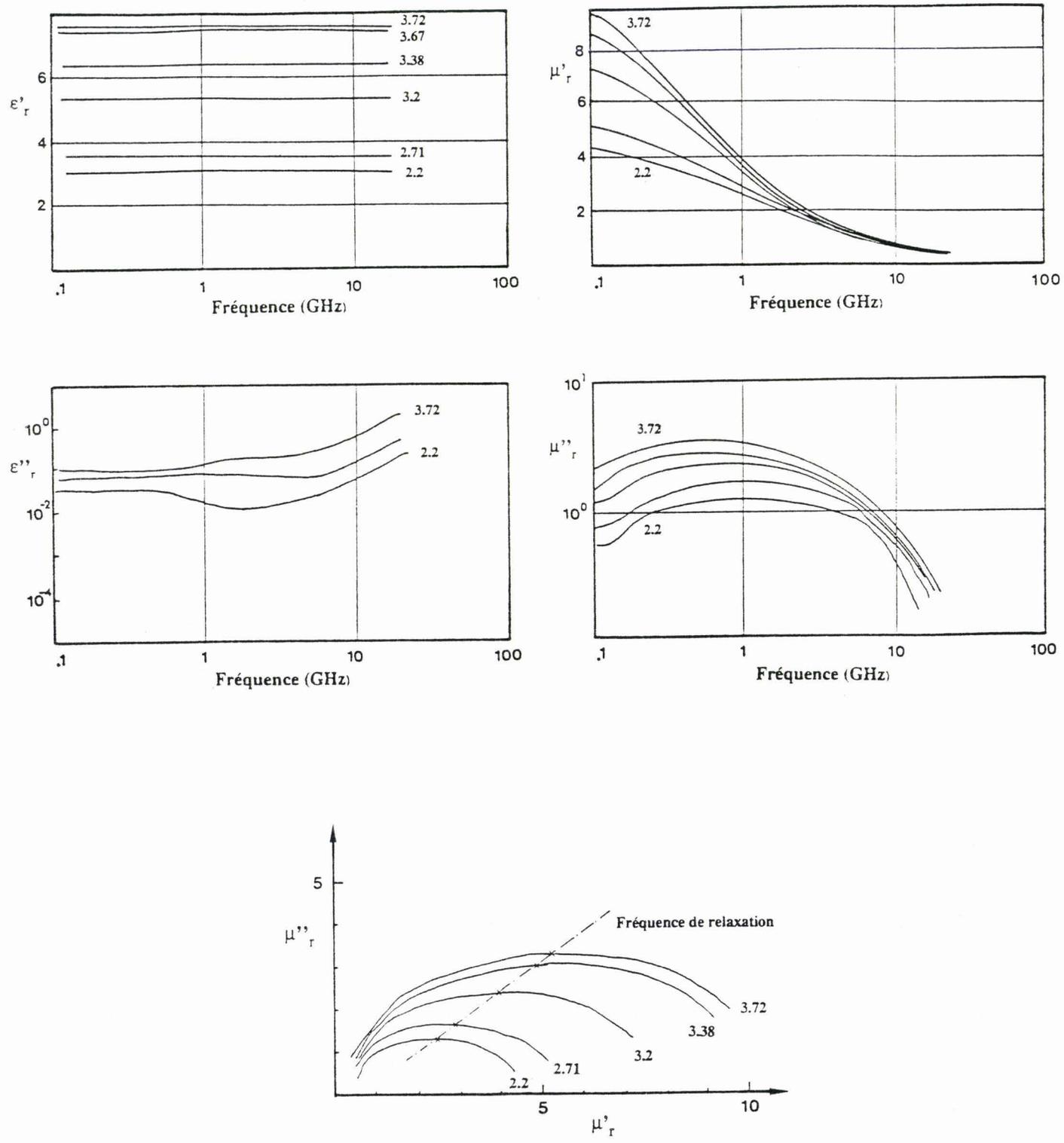
avec	$\tau$	temps de relaxation = $\frac{1}{2\pi f_c}$
	$f_c$	fréquence critique
	$\epsilon_s$	constante diélectrique statique $\epsilon_s = \epsilon'_s - j\epsilon''_s$
	$\epsilon_{\infty} = \epsilon'_{\infty} - j\epsilon''_{\infty}$	

Il est à remarquer que  $\epsilon'_{\infty}$  et  $f_c$  peuvent prendre des valeurs très différentes selon le type de ferrites : de 1500 à  $10^5$  pour  $\epsilon'_s$  et de 1 à 2000 Hz pour  $f_c$ . Pour les ferrites la dispersion électrique se rencontre donc en très basses fréquences.

## 5.5 Etude expérimentale de ferrites Nickel Zinc

Le but de cette étude est de comparer des ferrites de type Nickel Zinc, à partir d'échantillons de même composition mais dont les modes de préparations diffèrent (Lavage, température de frittage, recuit...). Ces échantillons se présentant sous forme pulvérulente dans le cas des ferrites purs il est nécessaire d'utiliser la configuration porte-échantillon de la cellule que nous avons décrite au paragraphe 2.2. La caractérisation du ferrite peut être alors réalisée selon la méthode originale développée au paragraphe 2.3.

Dans un premier temps nous vérifions la reproductibilité du tassement afin de valider notre



**Figure 83:** Caractéristiques électromagnétiques du ferrite  $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.5}\text{Co}_{0.1}\text{Fe}_2\text{O}_4$  en fonction de la fréquence pour divers tassements, caractérisés par le masse de matériau par unité de volume :  $\text{mg/mm}^3$

mode de conditionnement quel que soit le ferrite. Nous étudions ensuite des ferrites mixtes de Nickel Zinc et comparons leur mode de synthèse.

### 5.5.1 Etude préliminaire - Effet du tassement

Dans le cas de la poudre, le tassement est un paramètre essentiel. Il est alors important d'étudier l'influence du tassement sur les caractéristiques électromagnétiques. Nous avons donc réalisé une série de mesures du même échantillon, un ferrite de formule chimique  $Ni_{0.4}Zn_{0.5}Co_{0.1}Fe_2O_4$  que l'on tasse à différentes pressions dans un porte échantillon avant détérioration de celui-ci. Nous présentons figure 83 les caractéristiques électriques et magnétiques du ferrite ainsi que la représentation de Cole & Cole de la perméabilité complexe.

Nous remarquons que le tassement n'influe pas l'allure des variations fréquentielles des différents paramètres. Les valeurs de  $\epsilon'$ , restent constantes tandis que les pertes diélectriques présentent des valeurs faibles. Pour les caractéristiques électriques comme magnétiques, seules sont affectées les amplitudes des paramètres relevés. Nous notons que la perméabilité présente un phénomène de dispersion dont sa fréquence de relaxation (fréquence pour laquelle  $\mu''$ , est maximum) relevée sur le diagramme de Cole & Cole figure 83 est proche de 600 MHz pour les tassements les plus élevés. La figure 84 précise qu'au delà d'un tassement critique les propriétés électromagnétiques mesurées  $\epsilon'$ , et  $\mu'$ , tendent vers une valeur limite.

Ceci montre la nécessité de réaliser un tassement suffisant afin d'établir une comparaison satisfaisante des résultats. Les évolutions présentées figure 84 valident les mesures sur les échantillons fournis sous forme de poudre pour des tassements de l'ordre de  $3.6 \text{ mg/mm}^3$ . Cette étude valide notre mode de préparation quel que soit le ferrite employé. En effet, ceux-ci ont tous une densité proche de 5.

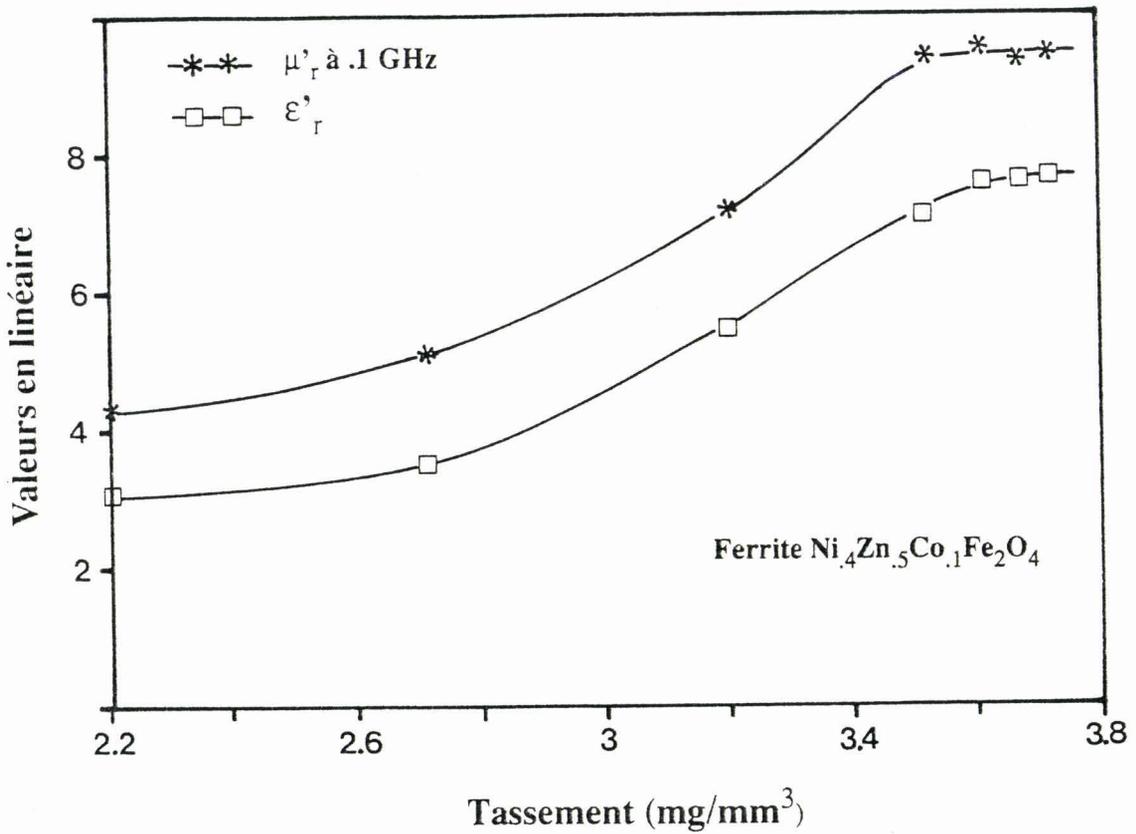


Figure 84: Influence du tassement sur les valeurs de  $\epsilon'_r$  et  $\mu'_r$  à la fréquence de 100 MHz.

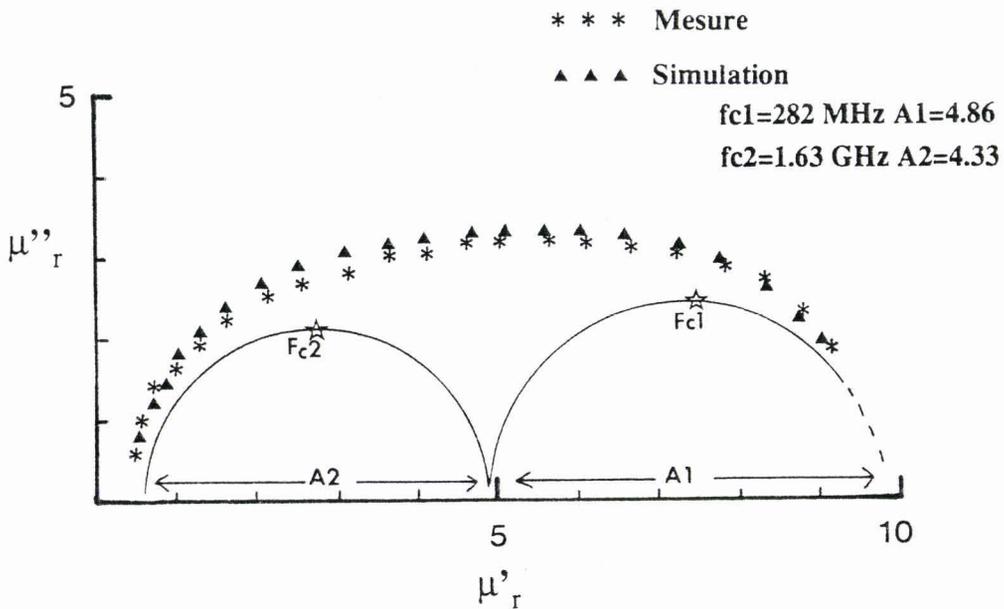


Figure 85: Représentation de Cole & Cole de la perméabilité du ferrite  $Ni_{.4}Zn_{.5}Co_{.1}Fe_2O_4$ .

### 5.5.2 Etude du ferrite $Ni_{.4}Zn_{.5}Co_{.1}Fe_2O_4$

Pour ce matériau la mesure de l'aimantation à saturation [58] donne une valeur de 79 Gauss  $cm^3/g$ , à température ambiante. La densité du matériau est voisine de  $5 g/cm^3$  ce qui nous donne la relation  $(\mu_{is}-1)fr = 9270 MHz$ . Afin d'estimer la fréquence de résonance ferromagnétique nous nous appuyons sur des résultats publiés dans la littérature. Pour ce ferrite, il s'avère que cette fréquence est bien inférieure aux fréquences de mesure. Pour ce type de ferrite à forte perméabilité initiale, nous pouvons donc supposer que le phénomène rencontré sur les évolutions magnétiques figure 83 caractérise la diffusion électronique. Nous pouvons interpréter l'allure allongée du diagramme de Cole & Cole présenté figure 85 par la superposition de deux mécanismes de relaxations, forme liée à 2 types de relaxation que l'on rencontre souvent lors de mesures de diélectriques [59].

Nous illustrons cette explication figure 85 où nous présentons l'analyse des résultats après application d'une méthode de décomposition des spectres utilisée pour les diélectriques [60]. Les deux mécanismes présents possèdent des amplitudes voisines mais des fréquences de relaxation bien distinctes ce qui entraîne bien une forme allongée du diagramme de Cole & Cole.

Pour les caractéristiques diélectriques, nous relevons figure 83 une valeur constante de la permittivité réelle en fonction de la fréquence et un faible coefficient de pertes de l'ordre de  $5.10^{-2}$ . Pour ce ferrite, la fréquence critique de relaxation diélectrique est bien inférieure à la fréquence basse de mesure de 100 MHz. Les valeurs diélectriques mesurées correspondent donc aux valeurs limites  $\epsilon'_{\infty}$  et  $\epsilon''_{\infty}$  des caractéristiques diélectriques de ce ferrite.

### 5.5.3 Influence de la synthèse des ferrites

Afin de contrôler la synthèse de fabrication, nous avons été amenés à comparer 4 échantillons  $Ni_{.5}Zn_{.5}Fe_2O_4$  issus de 4 procédés de fabrication légèrement différents. Nous présentons les résultats de cette étude figure 86.

Nous obtenons des résultats comparables sur les ferrites  $NiZn1-2-3$  mais bien inférieurs pour l'échantillon  $NiZn4$ .

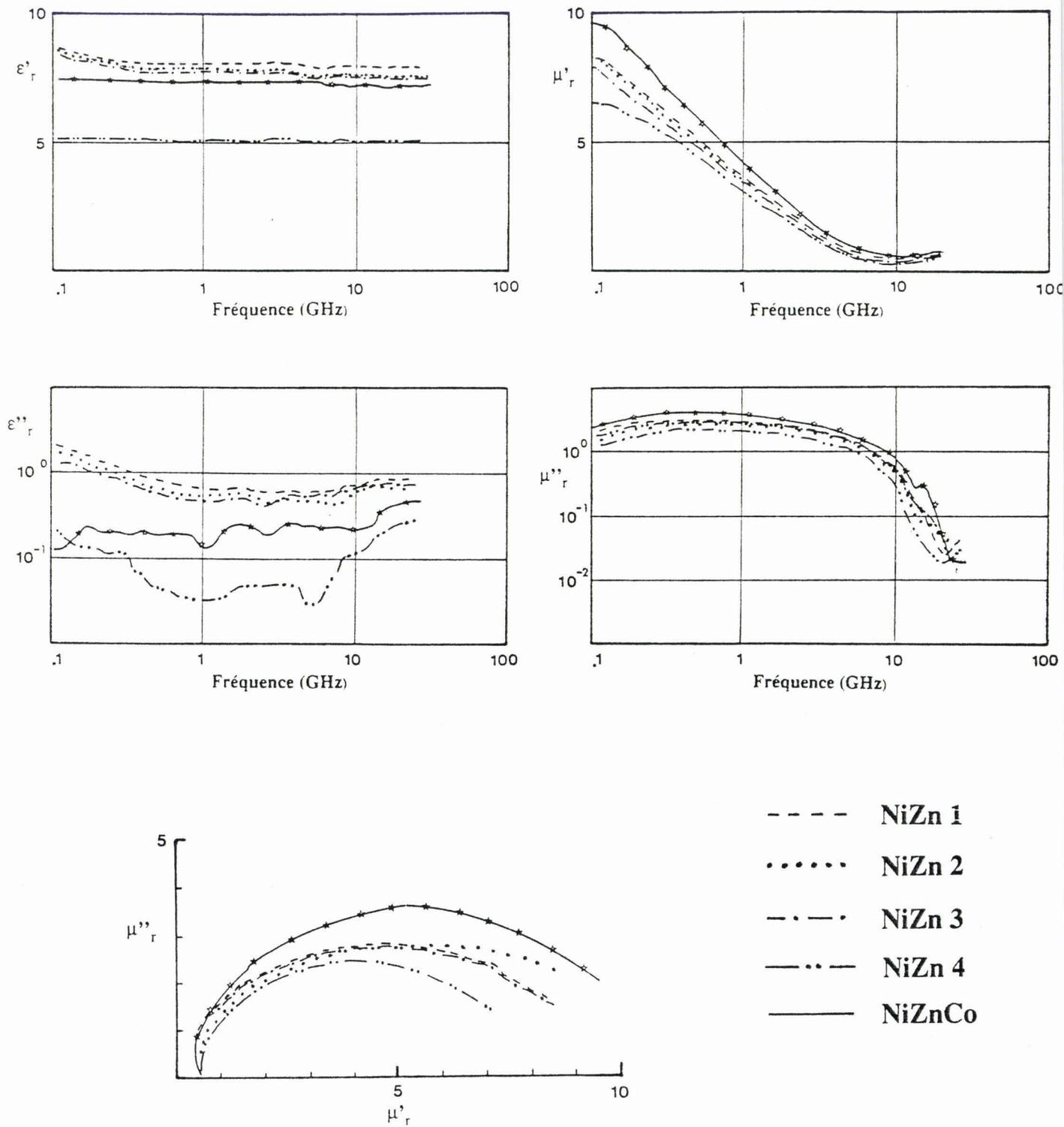


Figure 86: Caractéristiques électromagnétiques de ferrites Nickel Zinc pour différents modes de synthèse.

Pour cet échantillon, cette différence provient du niveau de pureté du matériau. En effet, les ferrites présentent dans leur composition des phases non décrites dans leur formulation de base (ici  $Ni_{1.5}Zn_{1.5}Fe_2O_4$ ). Leurs proportions sont d'autant plus faibles que le taux de pureté est élevé. Dans notre cas, ce taux de pureté est de 90 % pour les échantillons  $NiZn_{1-2-3}$  tandis que la présence plus importante de  $Fe_2O_3$  dans l'échantillon  $NiZn_4$  fait chuter les valeurs des caractéristiques électromagnétiques du ferrite [52]. On peut donc conclure sur la bonne maîtrise du mode de préparation des 3 premiers ferrites Nickel Zinc.

Une comparaison avec le ferrite  $NiZnCo$  représenté figure 86 montre une augmentation de la perméabilité. Elle traduit une aimantation à saturation supérieure du cobalt qui entre dans la composition du ferrite  $NiZnCo$ . Ce ferrite se caractérise aussi par une légère diminution de la permittivité réelle et des pertes diélectriques  $\epsilon''_r$ .

## 5.6 Etude expérimentale de ferrites Manganèse Zinc

Nous étudions dans ce paragraphe les caractéristiques électromagnétiques de ferrite Manganèse Zinc de formulation  $Mn_{0.3}Zn_{0.7}Fe_2O_4$  dont l'aimantation à saturation est égale à 84 gauss  $cm^3/g$  à température ambiante. De plus une valeur de 1200 pour la perméabilité initiale  $\mu_{is}$  semble une valeur correcte d'après Smith et Wijn [54]. Nous remarquons que cette valeur est bien supérieure à celle rencontrée pour un ferrite  $NiZn$ .

En utilisant la relation (5-5) nous obtenons une valeur de 8 MHz pour fréquence de résonance ferromagnétique. Comme c'est le cas pour la majorité des ferrites cette fréquence ne peut être observée dans notre bande de fréquences de mesure.

Nous présentons figure 87 les évolutions de ce ferrite de Manganèse Zinc, que l'on appelle  $MnZn_{250}$  et dont la granulométrie est inférieure à 250  $\mu m$  ( $\Phi \leq 250 \mu m$ ). Nous remarquons que les résultats diffèrent selon la longueur de l'échantillon. Cette particularité s'observe pour les fréquences les plus basses. Cependant, en plus haute fréquence nous observons le recouvrement des spectres.

D'une manière générale, les caractéristiques électromagnétiques prennent des valeurs plus

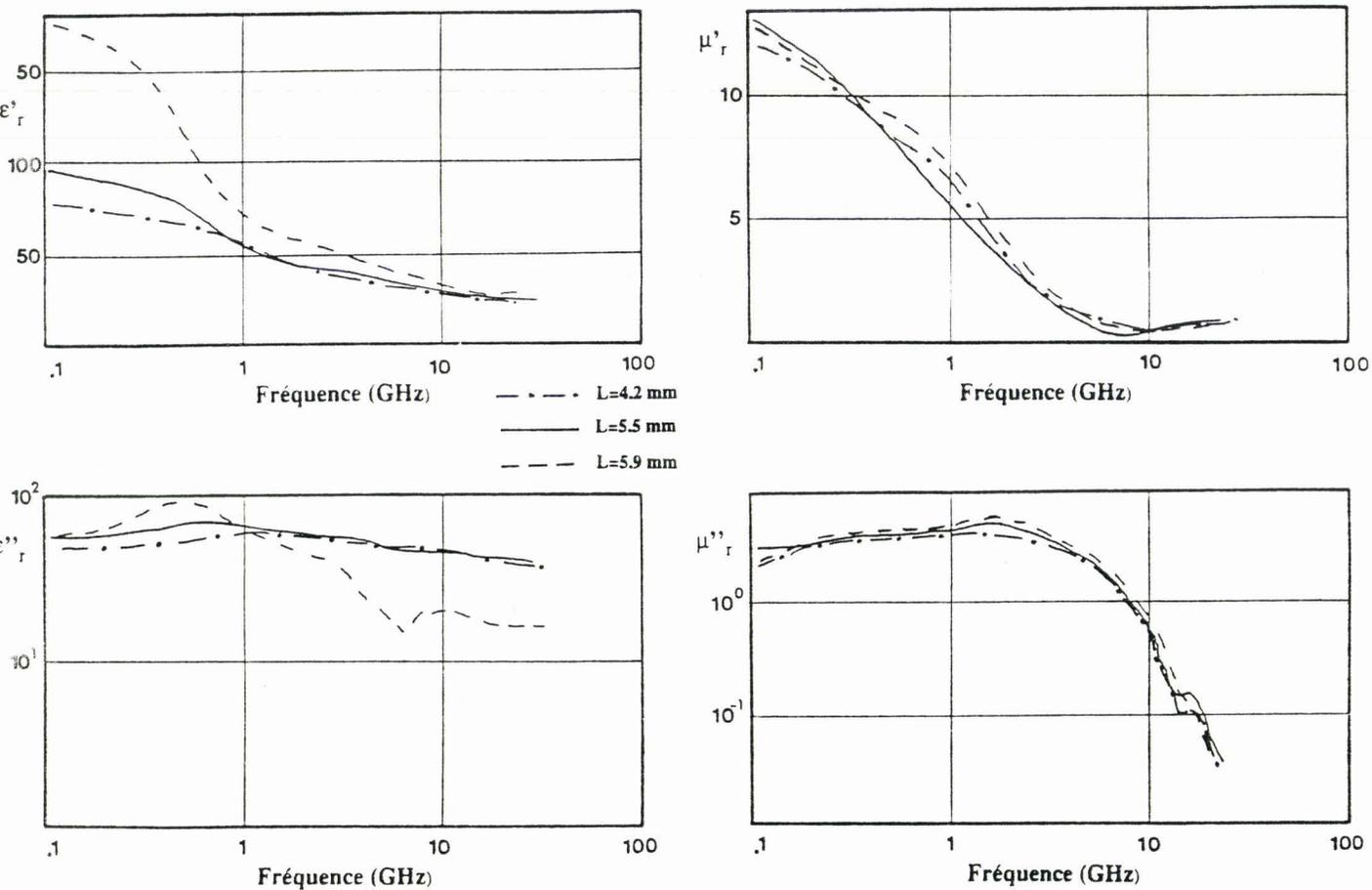


Figure 87: Caractéristiques électromagnétiques d'un ferrite MnZn ( $\phi < 50 \mu\text{m}$ ) pour différentes longueurs d'échantillon.

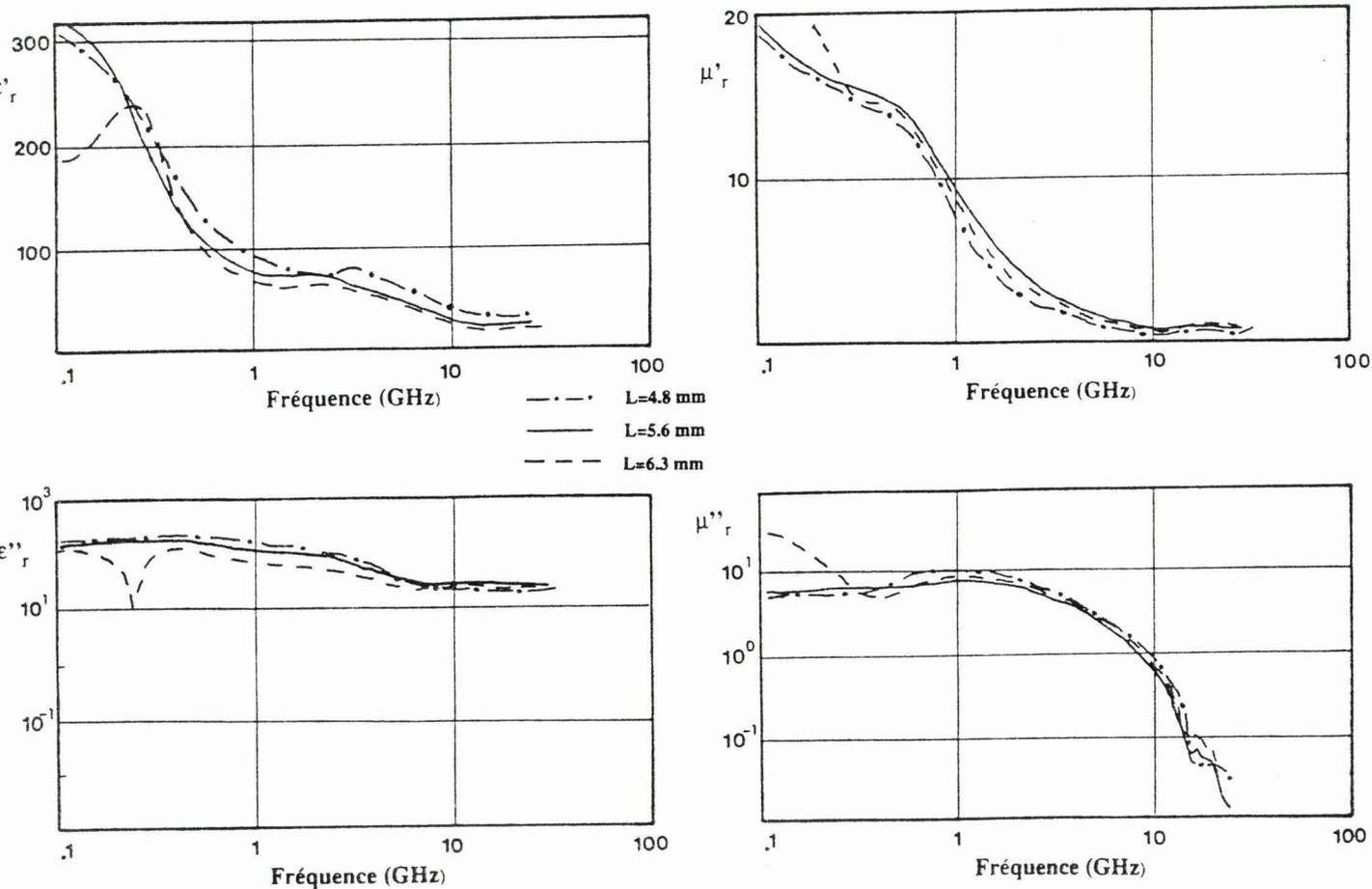


Figure 88: Caractéristiques électromagnétiques d'un ferrite MnZn ( $\phi < 250 \mu\text{m}$ ) pour différentes longueurs d'échantillon.

élevées que celles mesurées pour les ferrites de Nickel Zinc. Une première remarque concerne la granulométrie élémentaire beaucoup plus importante pour le ferrite  $MnZn$  250 que pour le ferrite  $NiZn$  qui a une granulométrie voisine de  $10 \mu m$ . Ceci entraînant des pertes plus élevées. La figure 88 illustre à nouveau cette remarque. Nous y traçons les caractéristiques du ferrite de Manganèse Zinc cité ci-dessus, mais dont la granulométrie est inférieure à  $50 \mu m$  ( $\Phi \leq 50 \mu m$ ). Nous remarquons à nouveau l'influence de l'épaisseur se traduisant comme pour le ferrite  $MnZn$  250 par un phénomène de résonance basses fréquences.

Afin d'étudier l'influence de la granulométrie élémentaire, nous présentons sur le tableau 10 une comparaison rapide des mesures réalisées sur les ferrites de Manganèse Zinc à la fréquence de 100 MHz.

Granulométrie	$\Phi < 50 \mu m$	$\Phi < 250 \mu m$
$\epsilon'_r$	80	325
$\epsilon''_r$	50	228
$\mu'_r$	13	18.5
$\mu''_r$	2.5	6

**Tableau 10**

Nous pouvons constater un écart important pour les deux granulométries présentées, apportant un intérêt particulier sur la variation des caractéristiques électromagnétiques par modification de la granulométrie élémentaire. Pour obtenir une perméabilité élevée, la première condition mise en évidence dans cette étude consiste donc à réaliser une granulométrie des cristaux élémentaires suffisamment importante. La porosité joue aussi un rôle important. Il est nécessaire qu'elle soit aussi faible que possible afin d'augmenter la perméabilité. Le choix approprié du mode de préparation du

ferrite permet de remplir ces 2 conditions. L'explication de cette augmentation de la perméabilité est donnée par G. Guillaud et H. Creveaux [60] : Pour les granulométries élémentaires supérieures, la perméabilité n'est pas due seulement aux rotations de l'aimantation, mais aussi à des déplacements des parois de Bloch.

Si nous revenons aux particularités que révèlent les figures 87 et 88, on peut penser que pour des longueurs d'échantillons trop importantes, la longueur d'onde dans le matériau exprimée par la relation :

$$\lambda_c = \lambda_{\text{réel}} (\sqrt{\epsilon\mu}) \quad (5-9)$$

prend des valeurs particulières par rapport à la dimension de l'échantillon [53]. L'utilisation d'échantillons de plus faible longueur permet de remédier à ce problème.

## 5.7 Etude de mélanges résine-ferrites

Afin de réaliser des matériaux à caractéristiques électromagnétiques particulières, l'utilisation de mélanges apporte une solution intéressante. Dans ce paragraphe, nous étudions le comportement de ferrites lorsqu'ils sont noyés dans une matrice isolante. Nous présentons les résultats expérimentaux et établissons une comparaison avec des lois de mélange. Dans ce paragraphe nous adoptons la représentation fréquentielle des caractéristiques électromagnétiques  $\mu_r \epsilon_r$ . Cette représentation, compatible aux notations des lois de mélange est présentée dans le chapitre 4.

### 5.7.1 Mélange à base de ferrite Nickel Zinc

Le  $NiZn1$  est le premier ferrite que nous avons étudié en inclusion dans une résine à raison de 64 % en volume. Ce ferrite, caractérisé sous forme de poudre donne une valeur quasi constante de la permittivité complexe et présente un mécanisme de relaxation pour la perméabilité (cf figure 86). Nous pouvons donc utiliser ces caractéristiques afin de vérifier la validité de lois de mélange pour de tels milieux composites. La résine isolante servant de liant peut être décrite en première approximation par  $\epsilon_{re} = 3.5 - j .05$  et  $\mu_{re} = 1 - j0$  dans la gamme de fréquences considérée.

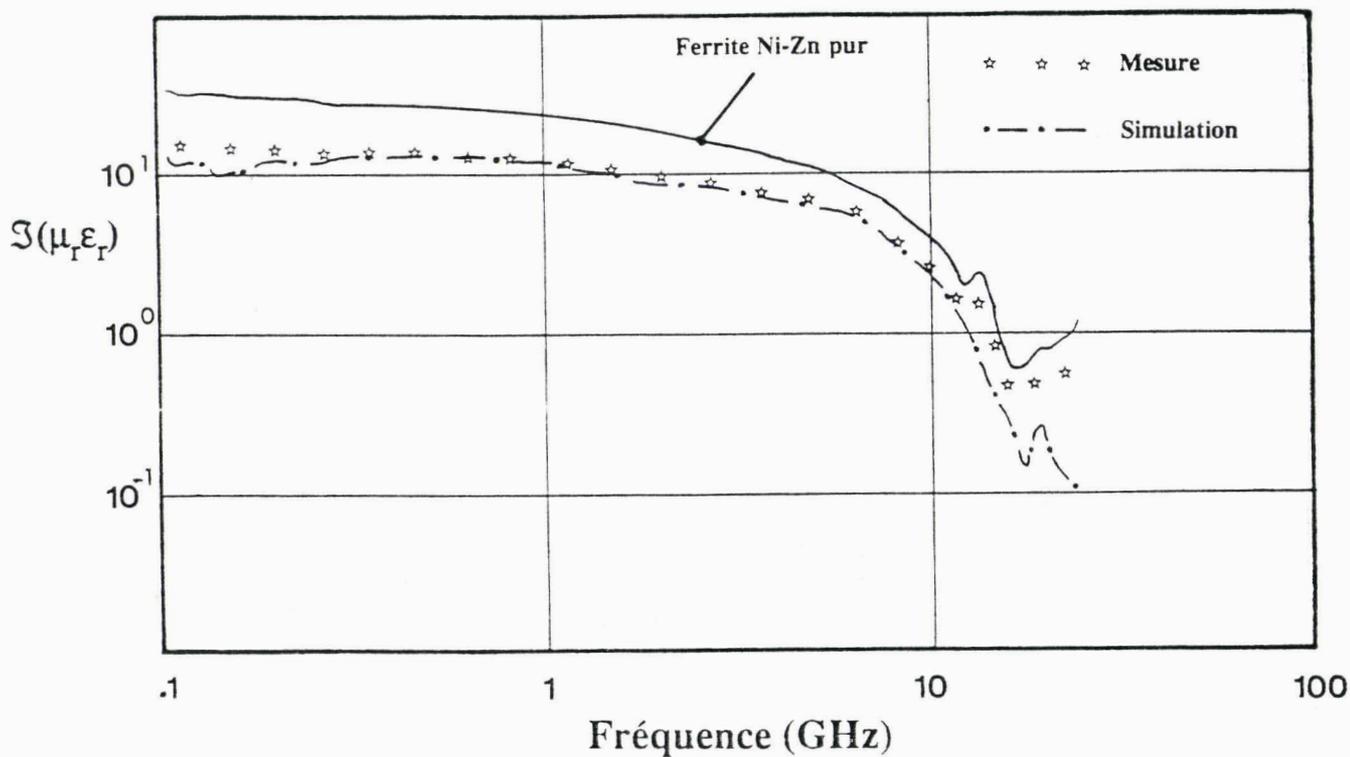
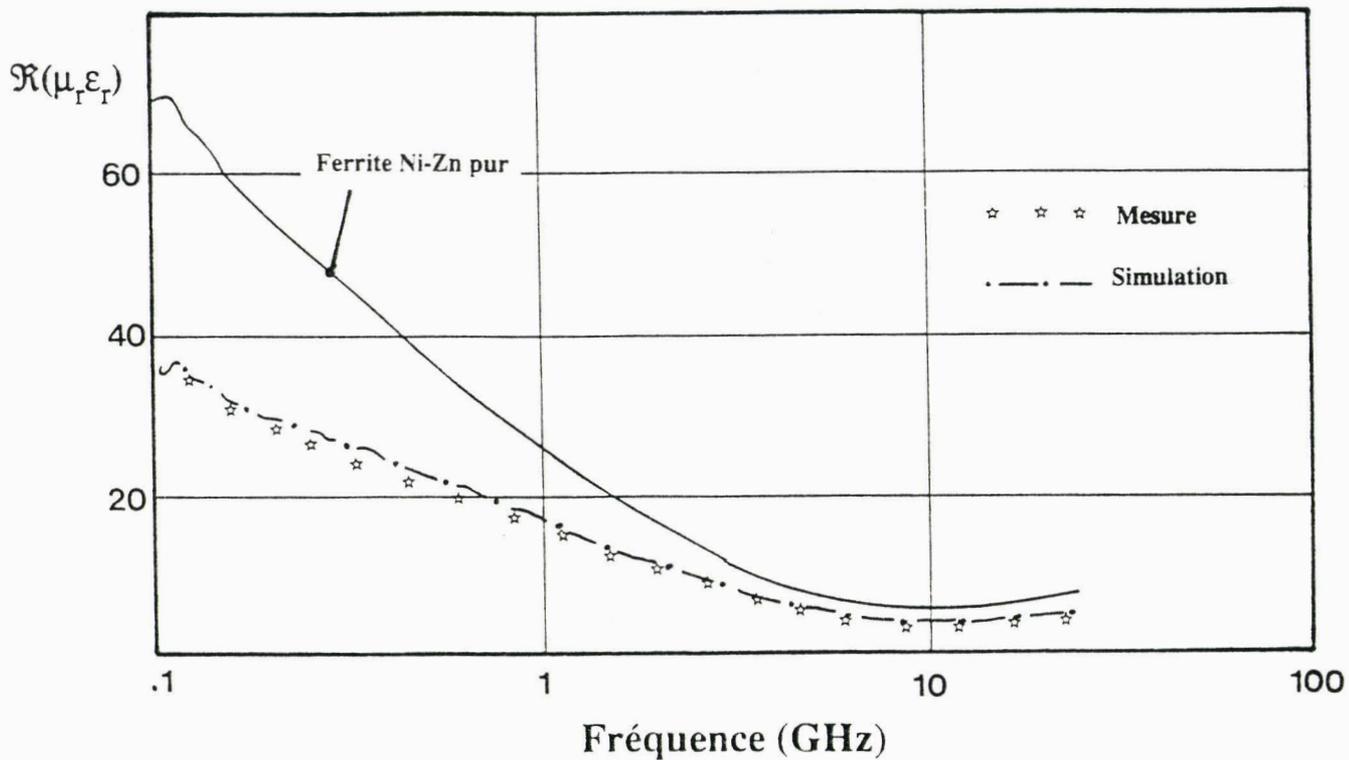


Figure 89: Caractéristiques électromagnétiques d'un mélange Résine-Ferrite NiZn .

La loi de mélange que nous utilisons est le modèle de Bruggeman sous sa forme simple. Nous rappelons son expression plus largement présentée dans le chapitre 4 :

$$0 = (1 - p) \frac{\epsilon_{re}\mu_{re} - \epsilon_{rm}\mu_{rm}}{\epsilon_{re}\mu_{re} + 2\epsilon_{re}\mu_{re}\epsilon_{rm}\mu_{rm}} + p \frac{\epsilon_{ri}\mu_{ri} - \epsilon_{rm}\mu_{rm}}{\epsilon_{ri}\mu_{ri} + 2\epsilon_{ri}\mu_{ri}\epsilon_{rm}\mu_{rm}} \quad (5-10)$$

$p$  concentration volumique de l'inclusion = .64

$\epsilon_{re}, \mu_{re}$  Caractéristiques de la résine

$\epsilon_{ri}, \mu_{ri}$  Caractéristiques des inclusions de ferrites

$\epsilon_{rm}, \mu_{rm}$  Caractéristiques mesurées du mélange

Nous représentons figure 89 les parties réelles et imaginaires du terme  $\mu, \epsilon_r$  du ferrite *Ni Zn* seul en poudre, ainsi que la mesure du mélange résine - *Ni Zn* que nous comparons à la simulation. Ces deux dernières courbes montrent que la loi de Bruggeman sous sa forme simplifiée permet de prévoir correctement l'évolution des caractéristiques de mélanges résine-Nickel Zinc. A titre purement indicatif nous montrons également figure 89 que le modèle de Bootcher traduit parfaitement les évolutions mesurées du mélange. D'autres modèles tels Looyenga, Crim [48] ont été testés et présentent également un bon accord.

### 5.7.2 Mélange à base de ferrite Manganèse Zinc

Comme pour l'étude précédente nous établissons la comparaison avec le modèle de Bruggeman. Cependant on peut déjà émettre une réserve sur sa validité. En effet, le ferrite possède une granulométrie non négligeable (ici  $50 \mu m$ ), et des caractéristiques électromagnétiques très élevées, ce qui limite l'utilisation de certains modèles pour des concentrations importantes. Pour des inclusions de granulométrie inférieure à  $50 \mu m$ , nous présentons figure 90 la comparaison de la mesure avec le modèle de Bruggeman. Celui ci dans ce cas permet une bonne coïncidence mesure-simulation. La même étude est également effectuée sur le mélange à granulométrie de inférieure à  $250 \mu m$ .

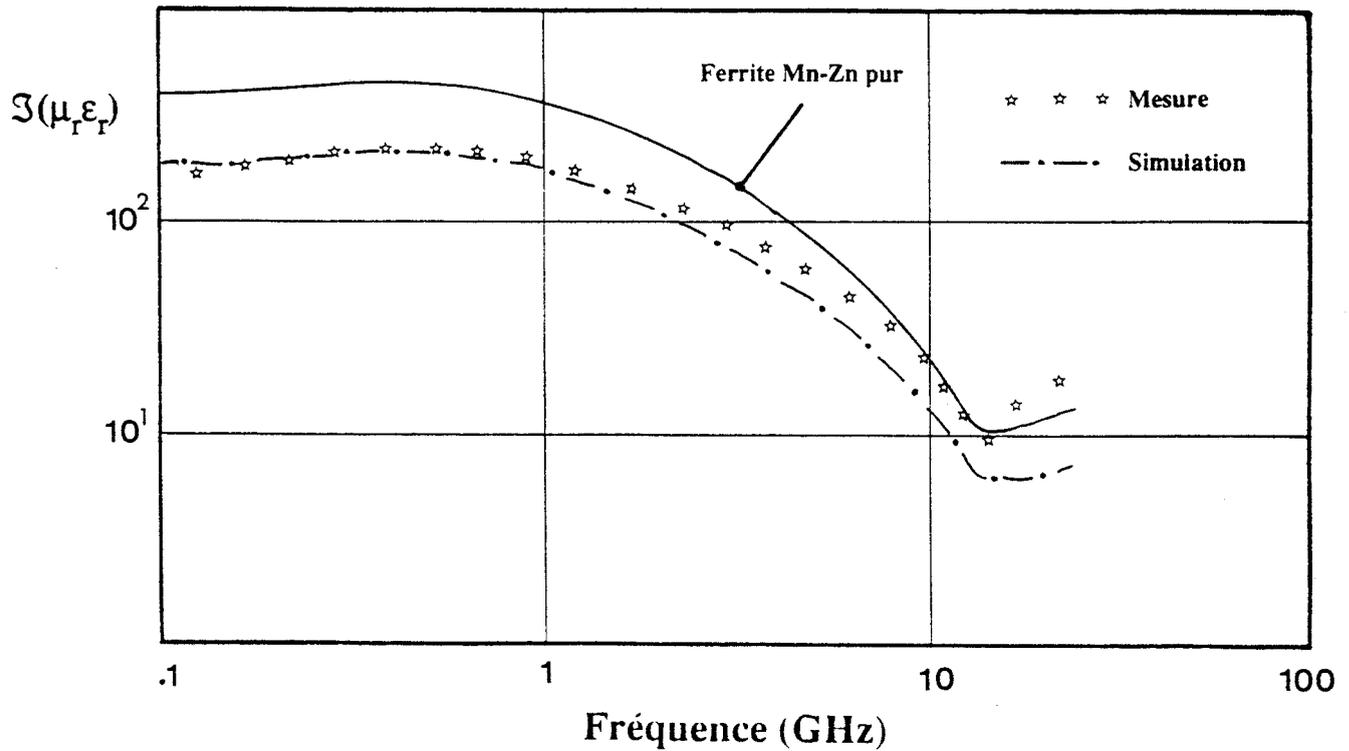
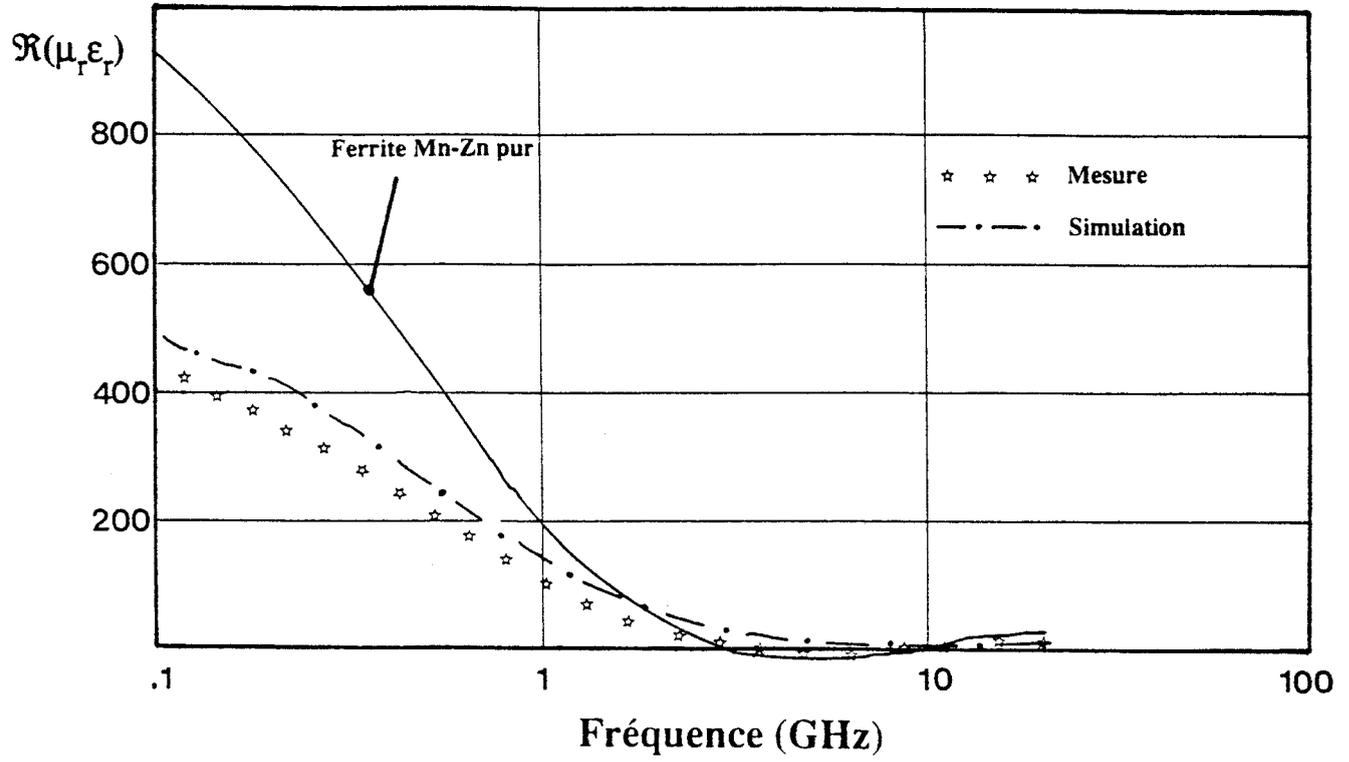


Figure 90: Caractéristiques électromagnétiques d'un mélange Résine-Ferrite MnZn ( $\varnothing < 50 \mu\text{m}$ ).

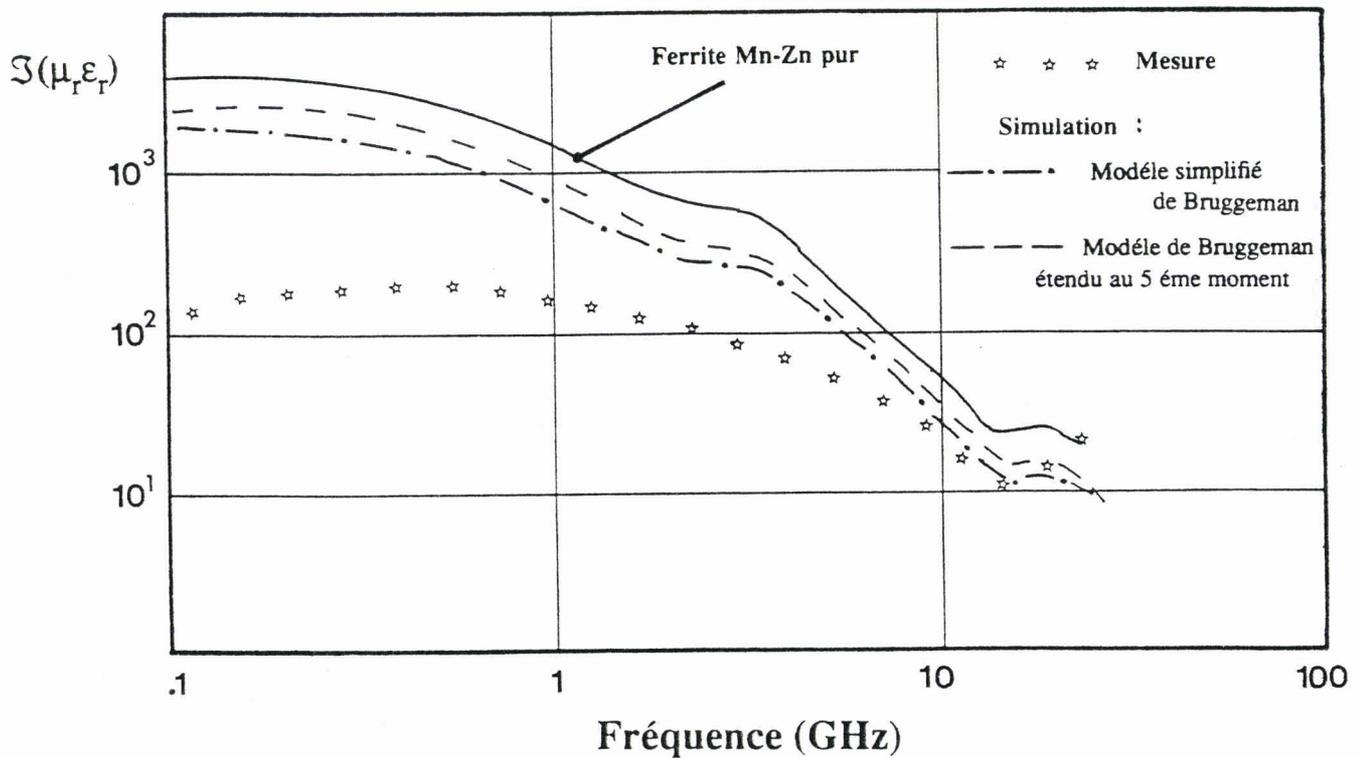
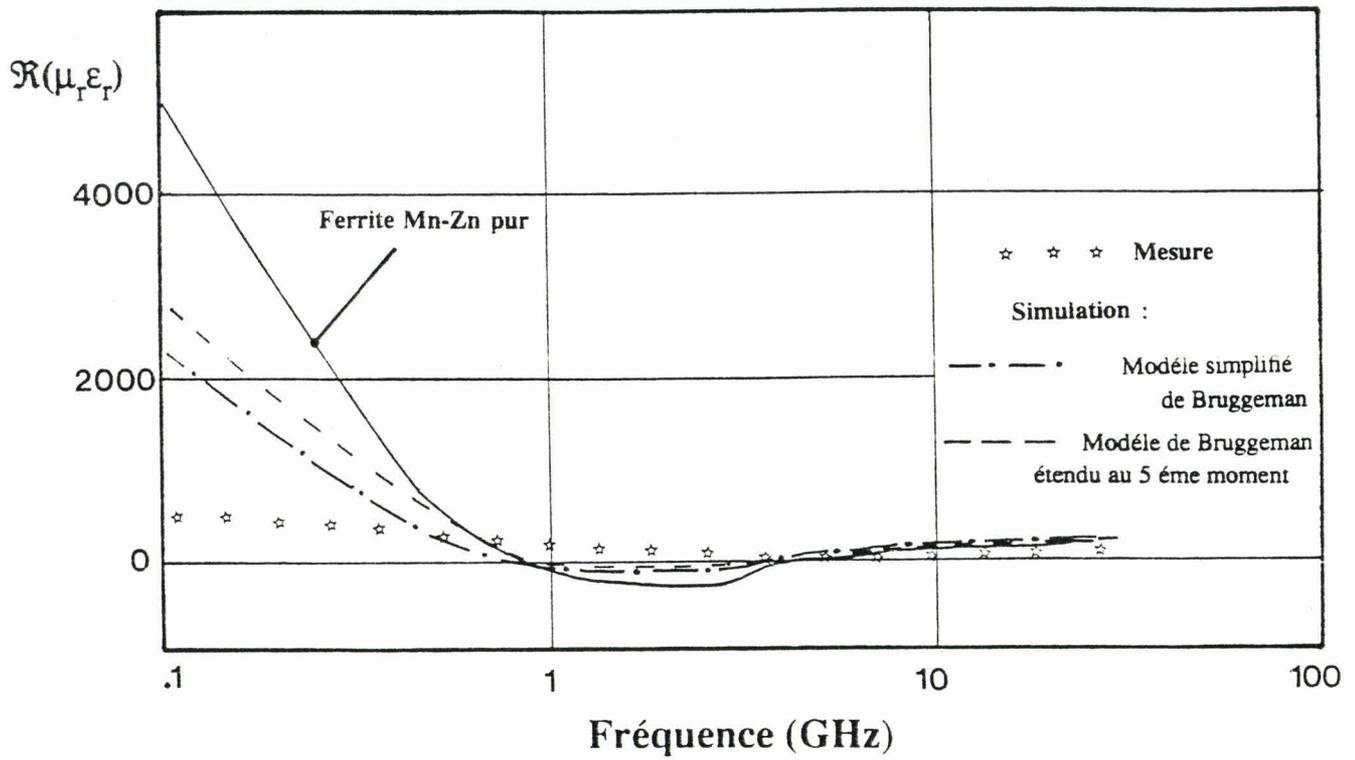


Figure 91: Caractéristiques électromagnétiques d'un mélange Résine-Ferrite MnZn ( $\varnothing < 250 \mu\text{m}$ )

Nous observons figure 91 un désaccord avec le modèle de Bruggeman. Cette limitation est aussi révélée sur des simulations d'autres lois de mélange.

Nous avons testé la loi de Bruggeman sous sa forme étendue au 5ème moment [47][48]. Ceci permet de tenir compte de la dimension des inclusions. Cependant dès que l'on fait intervenir ce terme supplémentaire, nous obtenons des valeurs simulées des caractéristiques du mélange supérieures à celles obtenues pour la loi simple. Dans notre cas, nous nous éloignons des valeurs mesurées, comme le soulignent les évolutions figure 91. Cet écart peut s'expliquer par une erreur de mesure du ferrite *MnZn* 250 pur, l'effet de la longueur de cet échantillon pouvant être encore apparent.

## 5.8 Conclusion

Notre étude effectuée à l'aide de produits fournis par la SNPE a permis de caractériser des ferrites se présentant sous forme de poudres ou noyées dans une résine. Cette étude est rendue possible par l'utilisation de notre cellule appropriée à ce type de matériaux et par la méthode originale de caractérisation électromagnétique développée dans ce mémoire. L'étude théorique des divers mécanismes conduisant aux caractéristiques diélectriques et magnétiques montre l'importance d'un grand nombre de paramètres intrinsèques mais aussi ceux de la mise en oeuvre. Il est alors possible de réaliser autour de la même formule chimique une grande diversité de ferrites à permittivités et perméabilités voisines. Ceci montre la nécessité de la maîtrise des diverses étapes de la synthèse des produits. Cependant la caractérisation complète de ferrites entraîne la mise en oeuvre de moyens beaucoup plus développés permettant de mesurer les diverses propriétés ferromagnétiques [54] : L'étude en température permettrait de calculer l'énergie d'activation tandis que l'application d'un champ magnétique permettrait de ne plus être gêné par des effets fonctions des dimensions de l'échantillon, en abaissant les valeurs de la perméabilité. De telles mesures peuvent être envisagées dans le cadre d'un prolongement de ce travail au Centre Hyperfréquences et Semi-conducteurs.

Enfin, l'étude de mélanges diélectrique - ferrite a montré que différentes lois de mélange permettaient la prévision des caractéristiques électromagnétiques du matériau composite.

# Chapitre 6

## Etude d'absorbants microondes

### 6.1 Introduction

Les matériaux absorbants sont utilisés dans de nombreuses applications telles les antennes, les charges non réfléchives, les chambres anéchoïques ou la furtivité de cibles (avions [61], missiles, véhicules, navires...). Dans le cadre de ce mémoire, nous nous sommes intéressés à ce dernier type d'applications. Si l'on considère une onde incidente sur une cible quelconque, une partie de l'onde sera absorbée, et transformée en chaleur, et l'autre partie sera réfléchie ou diffusée dans différentes directions. La SER, Surface Équivalente Radar de cette cible permet alors de décrire une aire caractérisant la quantité de puissance réfléchie [62].

Son calcul est fonction de la géométrie des objets et de leur constitution. Il nécessite alors le développement de modèles très lourds faisant appel à l'utilisation d'ordinateurs très puissants (type CRAY). Le calcul analytique est seulement possible dans des cas simples tels que sphères, cylindres, disques,...

Pour réduire la SER deux techniques d'optimisation complémentaires sont utilisées : optimiser la forme de l'objet, et optimiser les matériaux qui constituent cet objet. C'est à ce dernier aspect que nous nous intéressons ici.

On distingue principalement deux catégories de matériaux absorbants :

- Les absorbants résonants aux caractéristiques d'atténuation performantes dans une bande très étroite de fréquences. [63]
- Les absorbants à larges de bande de fréquence mais dont l'atténuation est moins significative que dans le cas d'absorbants résonants. [64]

Nous décrivons, dans une première partie, les modèles qui permettent le calcul des

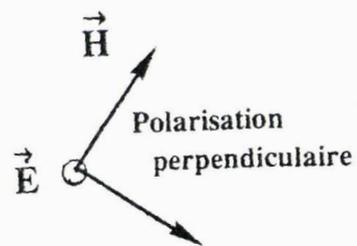
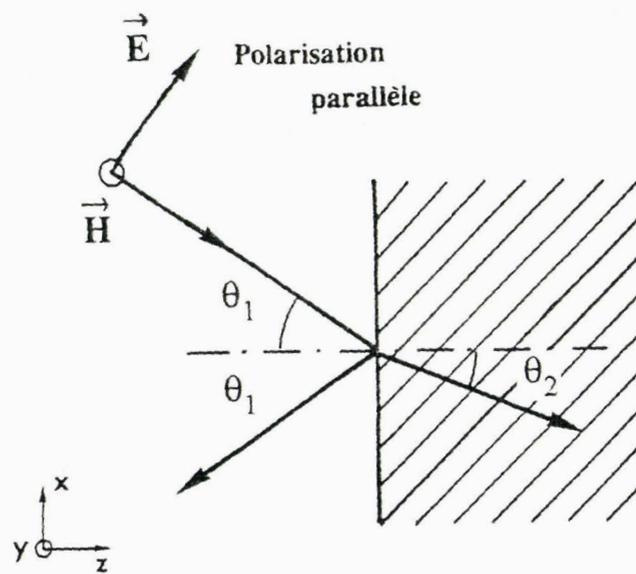


Figure 92: Réflexion d'une onde sur un milieu semi infini.

performances d'absorbants simples et multicouches selon l'angle d'incidence et la polarisation et qui sont à la base d'un logiciel de simulation que nous avons développé.

Dans une seconde partie, nous présentons plusieurs applications du logiciel développé : nous établissons des comparaisons théorie-expérience après avoir caractérisé chaque matériau constituant l'absorbant. Nous présentons ensuite des résultats d'optimisation où nous montrons l'intérêt que peuvent apporter les matériaux à perméabilité non unitaire à une ou plusieurs couches. Nous illustrons pour finir cette étude par la mise au point d'absorbants dont les matériaux constitutifs sont les mélanges hétérogènes étudiés dans le chapitre 4.

## 6.2 Modèles théoriques - Développement d'un logiciel de simulation

### 6.2.1 Etude de la réflexion sur une structure plane semi-infinie

Avant de présenter une méthode permettant le calcul de l'atténuation de structures d'absorbants complexes, il est intéressant d'étudier tout d'abord la réflexion d'une onde sur un milieu quelconque semi-infini (figure 92 ). Pour une onde incidente sur un plan de discontinuité de deux milieux, l'application des conditions aux limites montre que l'angle de réflexion est égal à l'angle d'incidence  $\theta_1$ , ce qui impose la condition de Snell :

$$k_1 \sin \theta_1 = k_2 \sin \theta_2$$

avec

$$k_i = \omega \sqrt{\mu_i \epsilon_i} \quad (6-1)$$

avec  $\epsilon_i$ ,  $\mu_i$  permittivité et perméabilité relative du milieu  $i$

En appliquant les conditions de continuité, on peut alors définir pour les polarisations perpendiculaire ( $\perp$ ) et parallèle ( $//$ ) les coefficients de réflexions (R) et transmissions (T) par les relations suivantes

$$R_{\perp} = \frac{E_y^r}{E_y^i} \quad R_{//} = \frac{E_x^r}{E_x^i}$$

$$T_{\perp} = \frac{E_y^t}{E_y^i} \quad T_{//} = \frac{E_x^t}{E_x^i} \quad (6-2)$$

$x, y, z$  : repère défini sur la figure 92 :  
 indices r : onde réfléctive  
 indices t : onde transmise  
 indices i : onde incidente

Remarque pour  $R_{//}$ , le champ électrique est contenu dans le plan d'incidence

pour  $R_{\perp}$ , le champ électrique est polarisé normalement au plan d'incidence

Ces expressions peuvent être reliées aux impédances complexes des 2 milieux par :

$$R_{\perp, //} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2} \quad \text{et} \quad T_{\perp, //} = \frac{2Z_2}{Z_1 + Z_2}$$

avec

$$Z_{i\perp} = \sqrt{\frac{\mu_i}{\epsilon_i}} \frac{1}{\cos \theta_i} \quad \text{avec } i = 1, 2 \quad (6-3)$$

$$Z_{i//} = \sqrt{\frac{\mu_i}{\epsilon_i}} \cos \theta_i \quad \text{avec } i = 1, 2$$

L'angle défini par le terme  $\cos \theta_i$  se déduit de la relation :

$$\cos \theta_i = \left[ 1 - \left( \frac{k_1}{k_i} \right)^2 \sin^2 \theta_1 \right]^{1/2} \quad (6-4)$$

Nous obtenons alors les deux relations qui expriment les coefficients de réflexion  $R_{\perp}$  et  $R_{//}$

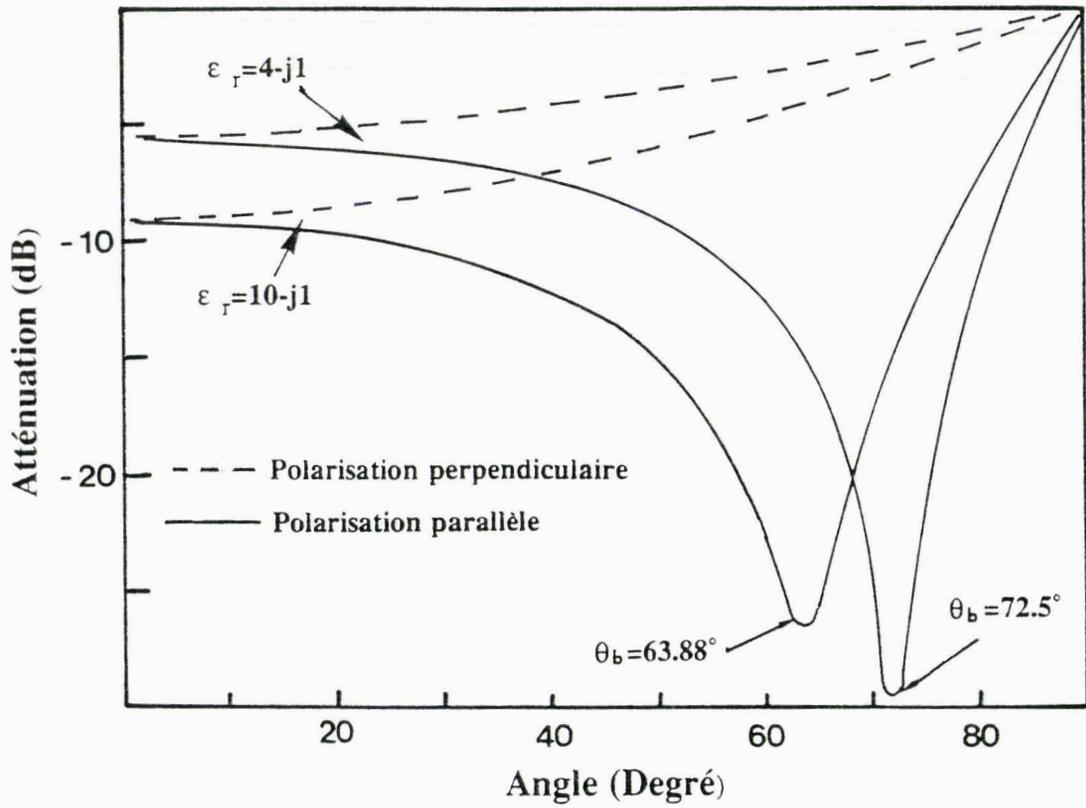


Figure 93: Influence de l'angle d'incidence sur le coefficient de réflexion pour 2 matériaux et les polarisations parallèle et perpendiculaire.

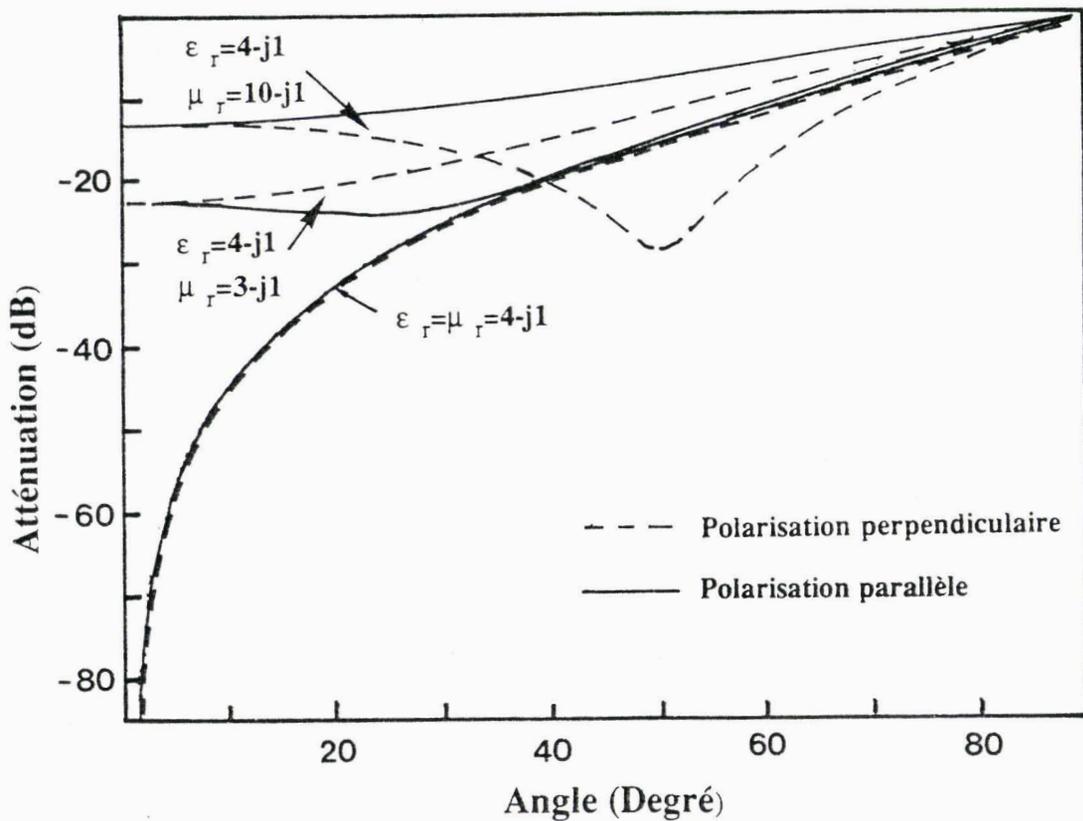


Figure 94: Influence de l'angle d'incidence sur le coefficient de réflexion pour plusieurs matériaux magnétiques et les polarisations parallèle et perpendiculaire.

$$R_{\perp} = \frac{\sqrt{\frac{\mu_2 \varepsilon_1}{\varepsilon_2 \mu_1}} \cos \theta_1 - \left[ 1 - \left( \frac{\varepsilon_1 \mu_1}{\varepsilon_2 \mu_2} \right) \sin^2 \theta_1 \right]^{1/2}}{\sqrt{\frac{\mu_2 \varepsilon_1}{\varepsilon_2 \mu_1}} \cos \theta_1 + \left[ 1 - \left( \frac{\varepsilon_1 \mu_1}{\varepsilon_2 \mu_2} \right) \sin^2 \theta_1 \right]^{1/2}} \quad (6-5)$$

et

$$R_{//} = - \frac{\sqrt{\frac{\mu_1 \varepsilon_2}{\varepsilon_1 \mu_2}} \cos \theta_1 - \left[ 1 - \left( \frac{\varepsilon_1 \mu_1}{\varepsilon_2 \mu_2} \right) \sin^2 \theta_1 \right]^{1/2}}{\sqrt{\frac{\mu_1 \varepsilon_2}{\varepsilon_1 \mu_2}} \cos \theta_1 + \left[ 1 - \left( \frac{\varepsilon_1 \mu_1}{\varepsilon_2 \mu_2} \right) \sin^2 \theta_1 \right]^{1/2}} \quad (6-6)$$

Etudions maintenant l'influence des caractéristiques  $\varepsilon_2$  et  $\mu_2$  du milieu 2 sur les coefficients de réflexion  $R_{//}$  et  $R_{\perp}$  ; le milieu 1 étant de l'air ( $\varepsilon_1 = \mu_1 = 1$ )

### A. Milieu 2 non magnétique

#### Polarisation parallèle

Les courbes présentées figure 93 montrent que pour un certain angle  $\theta = \theta_b$ , le module du coefficient  $R_{//}$  est minimum. Cet angle se déduit de la relation 6-6 et s'exprime par :

$$\tan \theta_b = \Re \left( \frac{\mu_1 \varepsilon_2}{\mu_2 \varepsilon_1} \right)^{1/2} \quad (6-7)$$

$\theta_b$  est appelé angle de Brewster.

#### Polarisation perpendiculaire

Dans le cas d'une polarisation perpendiculaire présentée également figure 93, plus l'angle d'incidence est élevé, plus l'atténuation est faible.

### B. Milieu 2 magnétique

3 cas sont à considérer :

$$- |\varepsilon_2| > |\mu_2|$$

Nous retrouvons des variations représentée figure 94 similaires à celles rencontrées dans le cas du milieu 2 non magnétique. Il est cependant à remarquer que les coefficients  $R_{//}$  et  $R_{\perp}$  prennent des valeurs plus faible que dans le cas précédent.

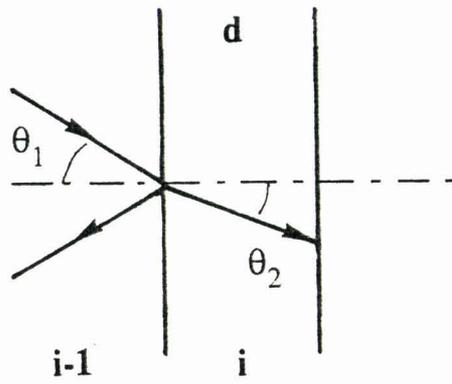


Figure 95: Réflexion d'une onde sur un milieu de dimension fini.

$$- |\mu_2| = |\epsilon_2|$$

Ce cas particulier est illustré figure 94. Pour  $|\mu_2| = |\epsilon_2|$  l'étude des formules (6-5) et (6-6) montrent l'égalité des modules de  $R_{//}$  et  $R_{\perp}$ . Nous réalisons alors l'adaptation d'impédance, ce qui minimise la réflexion sur la structure. Pour ce type de matériau nous relevons également un coefficient de réflexion négligeable pour des angles d'incidence inférieurs à  $45^\circ$ . Ceci est la caractéristique la plus intéressante de cette structure.

$$- |\mu_2^*| > |\epsilon_2^*|$$

Pour de telles conditions, nous trouvons des évolutions similaires à celles obtenues dans le cas  $|\epsilon_2^*| > |\mu_2^*|$  mais en inversant les polarisations et le signe des expressions des coefficients de réflexion.

## 6.2.2 Etude de la réflexion sur une structure plane multicouches

Nous avons utilisé un formalisme matriciel basé sur la caractérisation d'un tronçon de ligne par sa matrice chaîne [62] [65]. Utilisant cette particularité, on peut assimiler un milieu de dimension fini (figure 95) par un quadripôle dont les composantes tangentielles au milieu s'expriment par la relation suivante :

$$\begin{bmatrix} E_{i-1} \\ H_{i-1} \end{bmatrix} = [A_i] \begin{bmatrix} E_i \\ H_i \end{bmatrix}$$

avec

$$[A_i] = \begin{bmatrix} \cos \alpha_i & jZ_i \sin \alpha_i \\ \frac{j}{Z_i} \sin \alpha_i & \cos \alpha_i \end{bmatrix} \quad (6-8)$$

$$\text{et } \alpha_i = k_i d \cos \theta_i$$

$$Z_{i\perp} = \sqrt{\frac{\mu_i}{\epsilon_i}} \frac{1}{\cos \theta_i}$$

$$Z_{i//} = \sqrt{\frac{\mu_i}{\epsilon_i}} \cos \theta_i$$

$$k_i = \omega \sqrt{\mu_i \epsilon_i}$$

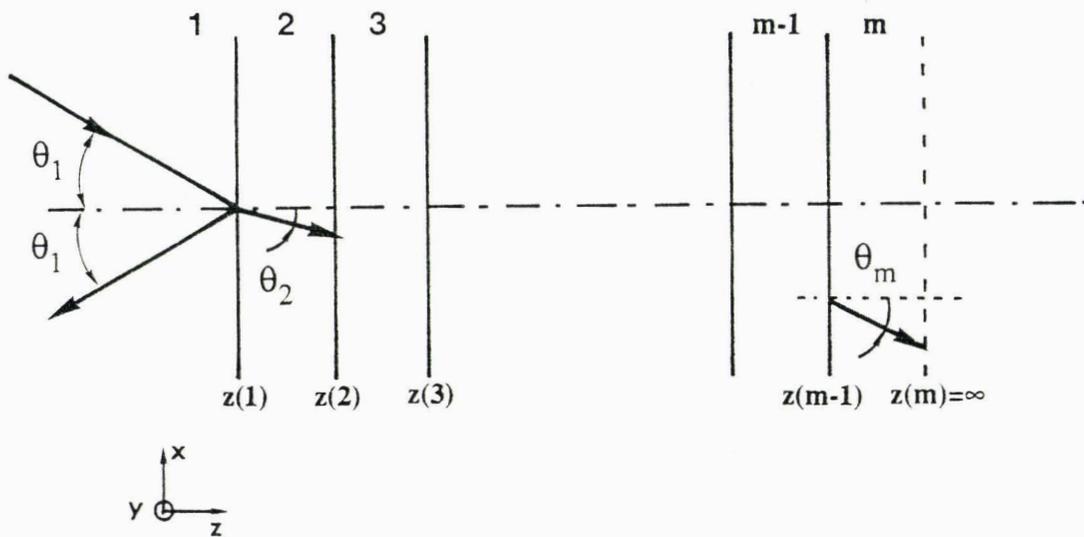


Figure 96: Structure d'un absorbant multicouches.

$$\sqrt{\mu_i \epsilon_i} \sin \theta_i = \sqrt{\mu_{i-1} \epsilon_{i-1}} \sin \theta_{i-1}$$

Pour la polarisation perpendiculaire, les  $E_i$  représentent les composantes en y du champ électrique ; les  $H_i$  représentant les composantes en x du champ magnétique.

Pour la polarisation parallèle, les  $E_i$  représentent les composantes en x du champ électrique, les  $H_i$  représentant les composantes en y du champ électrique.

Si l'on considère maintenant la structure complète présentée figure 96 , il suffit de généraliser la relation 6-8 afin de calculer les coefficients de réflexion et de transmission. Nous obtenons alors :

$$\begin{bmatrix} E_1 \\ H_1 \end{bmatrix} = (A_2 A_3 \dots A_m) \begin{bmatrix} E_m \\ H_m \end{bmatrix} = [A] \begin{bmatrix} E_m \\ H_m \end{bmatrix}$$

avec  $[A] = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} \\ a_{21} & a_{22} \end{bmatrix}$  (6-9)

L'impédance effective de la structure est donnée par la relation :

$$Z_{e\perp, //} = \frac{E_o}{H_o} = \frac{a_{11}Z_m + a_{12}}{a_{21}Z_m + a_{22}} \quad (6-10)$$

Le coefficient de réflexion de la structure est donné par :

$$R_{\perp, //} = \frac{Z_{e\perp, //} - Z_{1\perp, //}}{Z_{e\perp, //} + Z_{1\perp, //}} \quad (6-11)$$

et le coefficient de transmission :

$$T_{\perp, //} = \frac{2\sqrt{Z_{e\perp, //} - Z_{1\perp, //}}}{Z_{e\perp, //} + Z_{1\perp, //}}$$

avec

$$Z_{1\perp} = \sqrt{\frac{\mu_o}{\epsilon_o}} \frac{1}{\cos \theta_i}$$

et

$$Z_{1//} = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \cos \theta_i \quad (6-12)$$

Comme pour l'étude précédente, on remarque qu'il est nécessaire pour un angle d'incidence différent de 0 de tenir compte de la polarisation.

Si l'on considère la même structure mais déposée sur un plan métallique, ce qui correspond à la plupart des applications, l'étude se ramène au calcul du coefficient de réflexion en utilisant la relation (6-10) et (6-11) pour  $Z_m = 0$

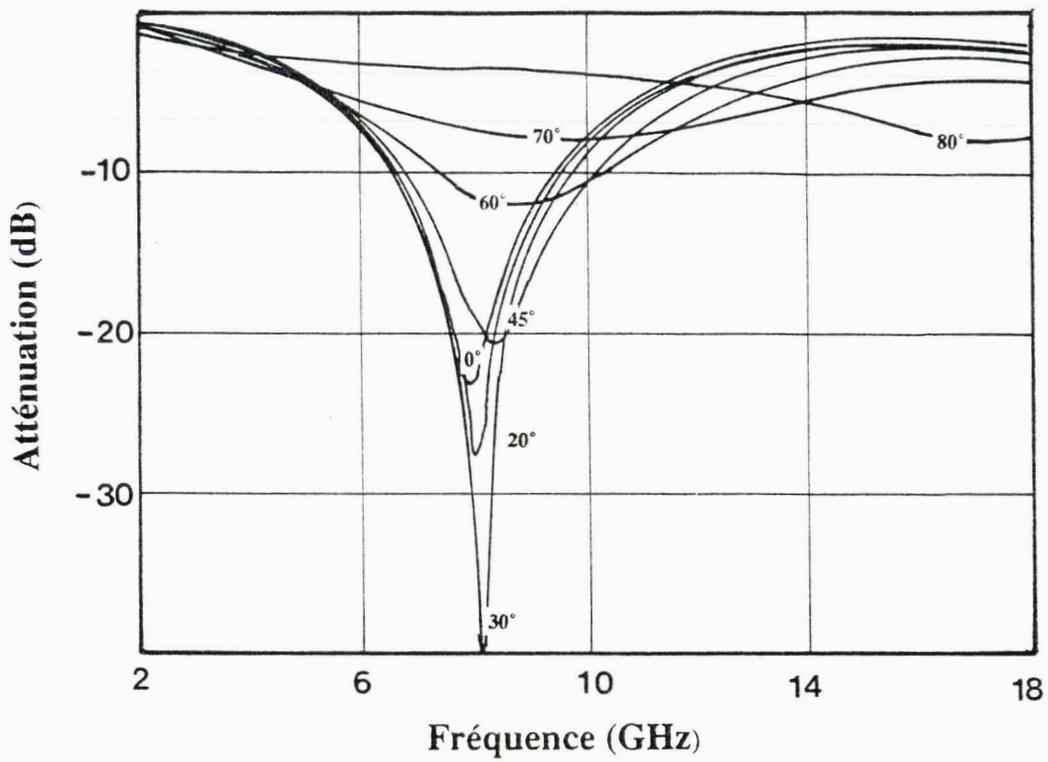
Nous obtenons alors uniquement les coefficients de réflexion  $R_{\perp, //}$  :

$$R_{\perp, //} = \frac{\begin{pmatrix} a_{12} \\ a_{22} \end{pmatrix}_{\perp, //} - Z_{1\perp, //}}{\begin{pmatrix} a_{12} \\ a_{22} \end{pmatrix}_{\perp, //} + Z_{1\perp, //}} \quad (6-13)$$

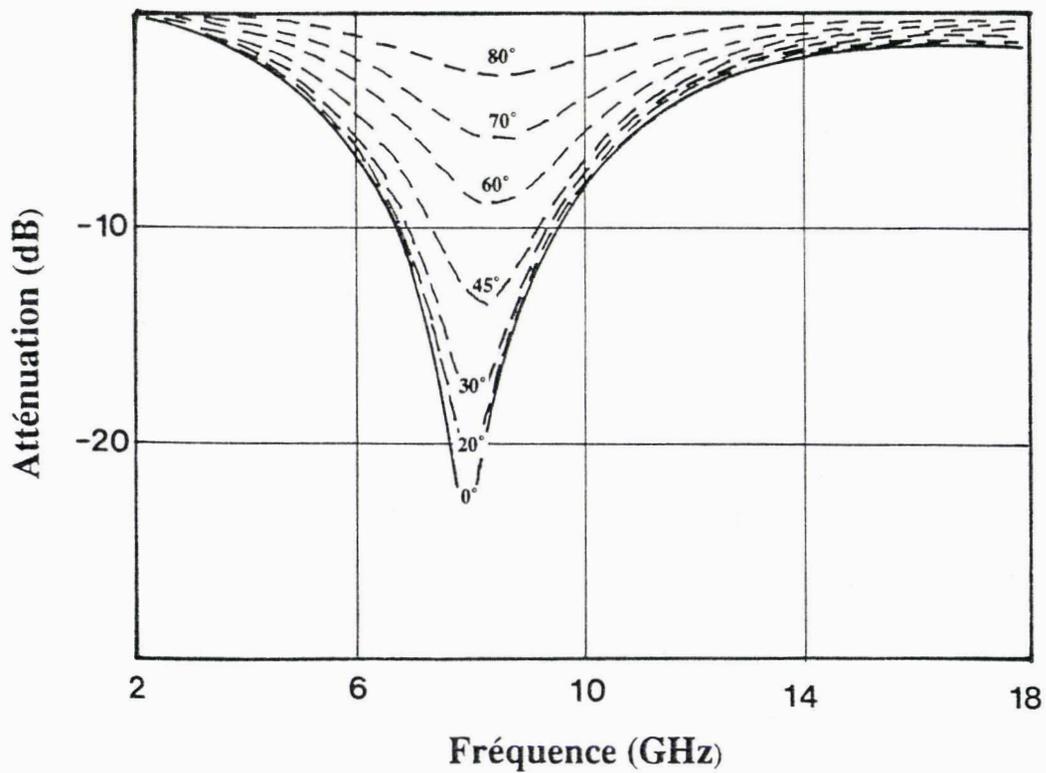
### 6.2.3 Développement d'un logiciel de simulation

Les modèles présentés ont été intégrés dans un logiciel de simulation. Il nous a permis, dans un premier temps, de retrouver les résultats de calculs obtenus à l'aide des expressions des champs [66], méthode lourde, et ne tenant pas compte de l'angle d'incidence. Il offre également l'avantage d'être interactif : il est alors possible d'analyser instantanément l'influence sur l'absorption de la variation d'un des paramètres caractéristiques de la structure. ( $\mu_r$ ,  $\epsilon_r$ , épaisseur, nombre de couches...)

Les caractéristiques électromagnétiques ( $\epsilon_r$ ,  $\mu_r$ ) de chaque couche peuvent provenir d'une banque de données obtenue par la caractérisation de matériaux (§ 2), ou être modélisées par des lois théoriques. La structure même du modèle utilisant un formalisme matriciel permet l'utilisation de



a/ Polarisation parallèle



b/ Polarisation perpendiculaire

Figure 97: Représentation fréquentielle du coefficient de réflexion d'un écran de Salisbury

fonctions mathématiques simplificatrices et une grande rapidité des calculs sur le plan informatique. Le fait de pouvoir travailler directement avec des variables complexes, accélère encore le calcul.

#### 6.2.4 Influence de l'angle d'incidence et de la polarisation

Les performances d'un absorbant doivent être étudiées aussi bien en incidence normale qu'en incidence oblique car pour certaines études l'optimisation doit être faite sous un angle donné (chambre, avions,...). Cette étude permet de mettre en valeur l'importance de l'angle d'incidence ainsi que la polarisation. Elle est réalisée sur une structure choisie résonnante à 8 GHz. Deux structures répondent à ces conditions :

- Une structure monocouche (Ecran de Dallenbach) d'épaisseur  $L$  [67] dont la fréquence de résonance est donnée par la relation :

$$f_{res} = \frac{1}{4L \Re(\epsilon\mu)^{1/2}} \quad (6-14)$$

Cette technique est appelée méthode quart d'onde.

- Une structure bicouches diélectriques (Ecran de Salisbury) dont la fréquence de résonance satisfait la relation [67] en respectant certaines conditions sur la couche 1.

$$\epsilon_{r2}\mu_{r2} = 1 + \left(\frac{c}{2\pi f_{res}}\right)^2 \left(\frac{\pi}{2L}\right)^2 \quad (6-15)$$

$L$  longueur de la couche 2 déposée sur le plan métallique

$\epsilon_{r2}\mu_{r2}$  Caractéristique de la couche 2 déposée sur le plan métallique.

Les performances d'absorption de ces deux structures sont voisines. Nous présentons figure 97 les résultats obtenus avec la structure Ecran de Salisbury. Nous relevons des évolutions bien distinctes selon la polarisation et l'angle d'incidence. Pour la polarisation perpendiculaire, l'atténuation exprimée en dB décroît avec l'angle d'incidence. Nous remarquons pour la polarisation parallèle que pour des angles particuliers, l'atténuation devient supérieure à celle obtenue à incidence normale. A angle d'incidence élevé nous retrouvons une augmentation de l'atténuation pour un angle voisin de

celui de Brewster défini par la relation 6.7. Ces angles traduisent une composition vectorielle des ondes à l'interface air-diélectrique.

Quelle que soit la structure multicouche, nous pouvons assimiler le milieu réalisé à un milieu effectif, défini par sa matrice chaîne selon :

$$[A_e] = \begin{bmatrix} \cos \alpha_e & jZ_e \sin \alpha_e \\ \frac{j}{Z_e} \sin \alpha_e & \cos \alpha_e \end{bmatrix} \quad (6-16)$$

avec

$$\alpha_e = k_e d \cos \theta_e$$

$$Z_e = Z_{e\perp} = \sqrt{\frac{\mu_e}{\epsilon_e}} \frac{1}{\cos \theta_e} \quad \text{pour } R_{\perp}$$

$$Z_e = Z_{e\parallel} = \sqrt{\frac{\mu_e}{\epsilon_e}} \cos \theta_e \quad \text{pour } R_{\parallel}$$

$$\sqrt{\frac{\mu_e}{\epsilon_e}} = \eta_e$$

L'approximation  $\alpha_e \ll$  est valable, ce qui permet en développant la relation 6-13 d'obtenir les coefficients  $R_{\perp}$  et  $R_{\parallel}$ .

$$R_{\perp} = \frac{jk_e d \eta_e \cos \theta_0 - 1}{jk_e d \eta_e \cos \theta_0 + 1} \quad (6-17)$$

$$R_{\parallel} = \frac{jk_e d \eta_e \frac{\cos^2 \theta_0}{\cos \theta_0} - 1}{jk_e d \eta_e \frac{\cos^2 \theta_0}{\cos \theta_0} + 1}$$

Ces dernières relations montrent bien une influence plus importante de l'angle d'incidence pour le coefficient d'atténuation  $R_{\parallel}$

## 6.3 Application du logiciel développé

### 6.3.1 Validation expérimentale à partir de matériaux connus

Afin de valider notre logiciel, nous avons utilisé des matériaux connus que nous assemblons afin de réaliser des structures monocouches ou multicouches particulières.

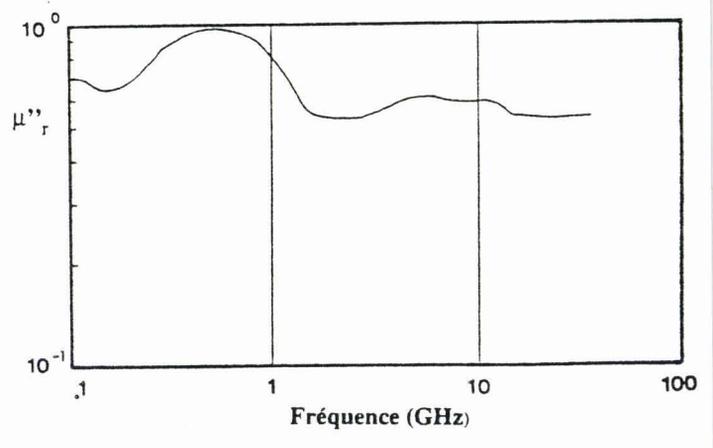
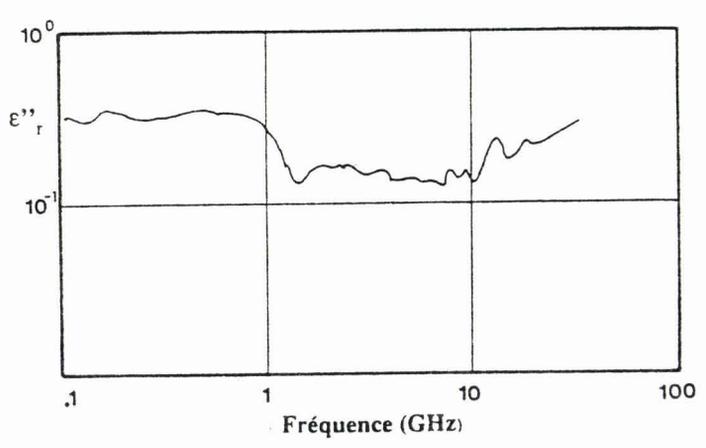
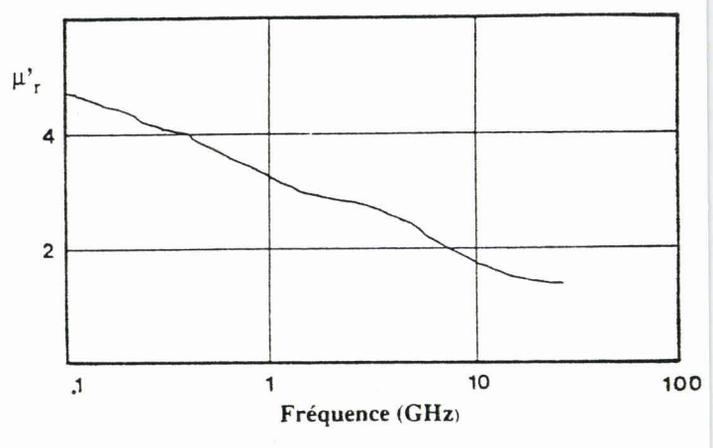
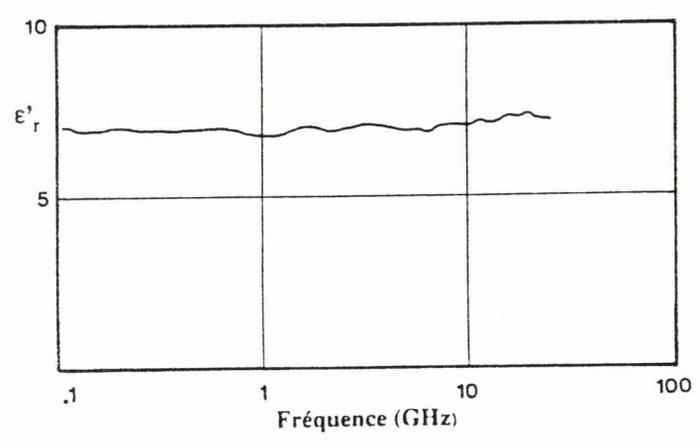
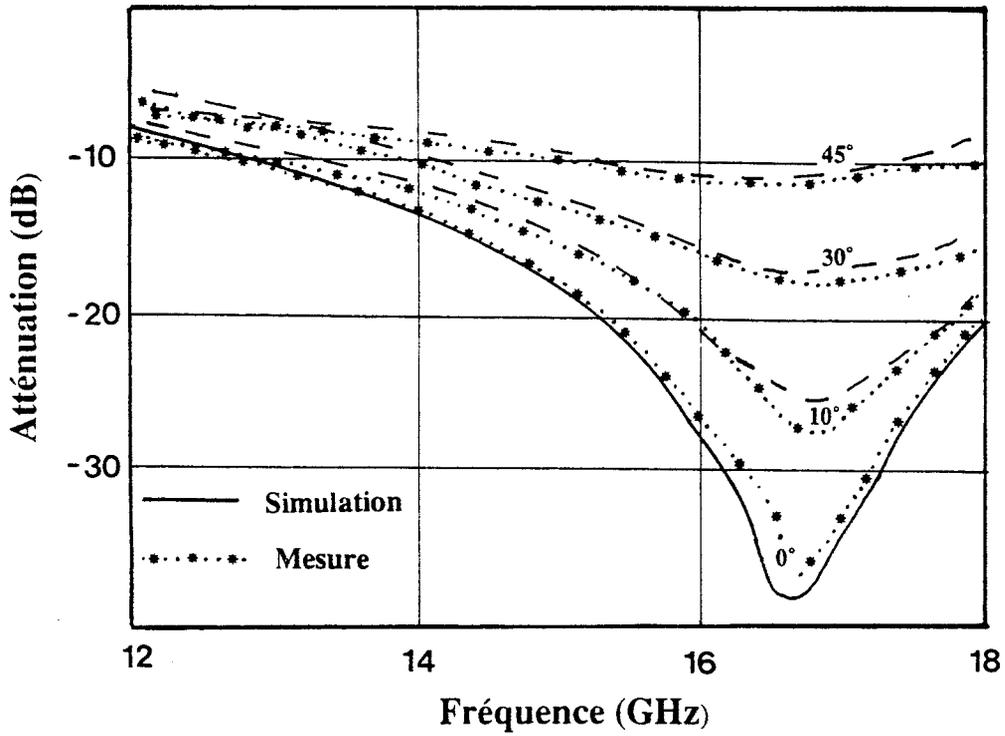
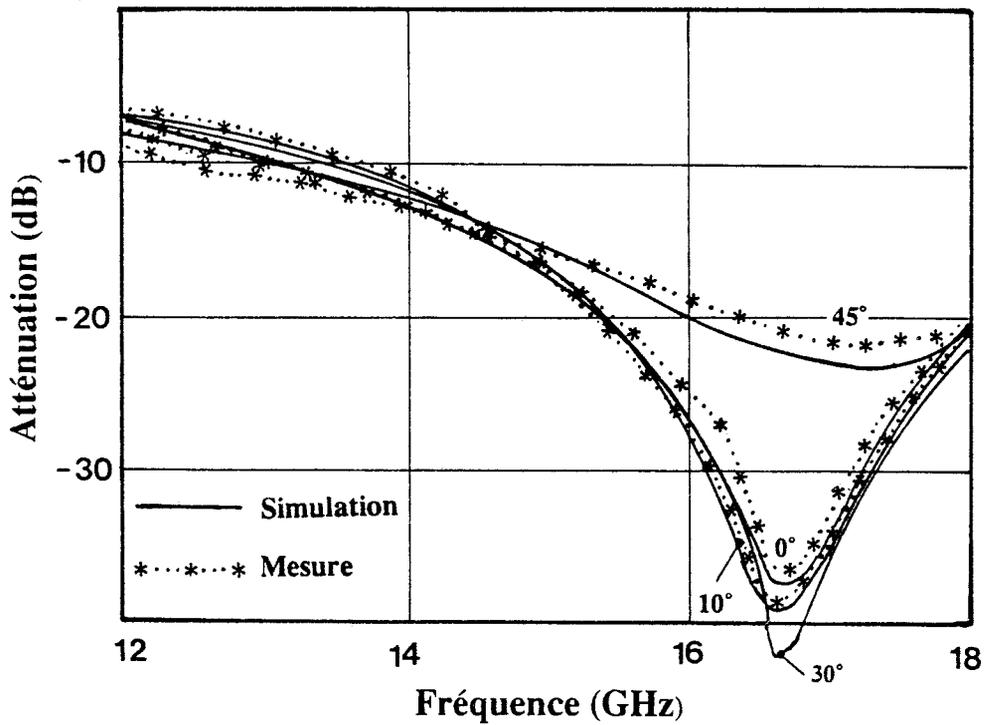


Figure 98: Caractéristiques électromagnétiques du matériau SF 16.



a/ Polarisation perpendiculaire



b/ Polarisation parallèle

Figure 99: Comparaison mesure-simulation du coefficient de réflexion de l'absorbant SF 16.

Les résultats des mesures sur ces structures effectuées à l'aide des techniques décrites dans la 1ère partie sont confrontés aux résultats de la simulation.

### 6.3.1.1 Structure monocouche

Le matériau étudié est un absorbant appelé SF16 et commercialisé par Emerson et Cuming [68]. Les caractéristiques électromagnétiques mesurées sont présentées figure 98. Ce matériau présente une perméabilité réelle différente de l'unité et une valeur de  $\epsilon'$  constante dans la bande de fréquences étudiée. De plus les pertes diélectriques et magnétiques ne sont pas négligeables. Les caractéristiques électromagnétiques sont utilisées dans le calcul du coefficient d'atténuation de ce matériau déposé sur une plaque métallique. Les résultats de simulation pour divers angles d'incidence et les deux polarisations sont présentées figure 99 en comparaison avec les points expérimentaux obtenus à l'aide de la méthode présentée § 3.2. Nous observons un bon accord théorie expérience. Nous remarquons pour la polarisation parallèle une augmentation de l'atténuation, particularité que nous avons déjà souligné.

### 6.3.1.2 Structure multicouches.

La confrontation est établie sur une structure bicouche. Les deux matériaux sont le Lucoflex et l'absorbant SF16. La disposition des deux couches est choisie afin d'obtenir des coefficients d'atténuations significatifs. La structure adoptée est présentée figure 100.

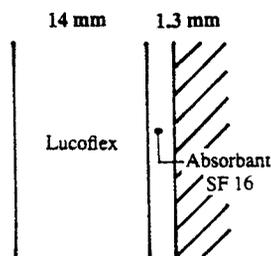


Figure 100

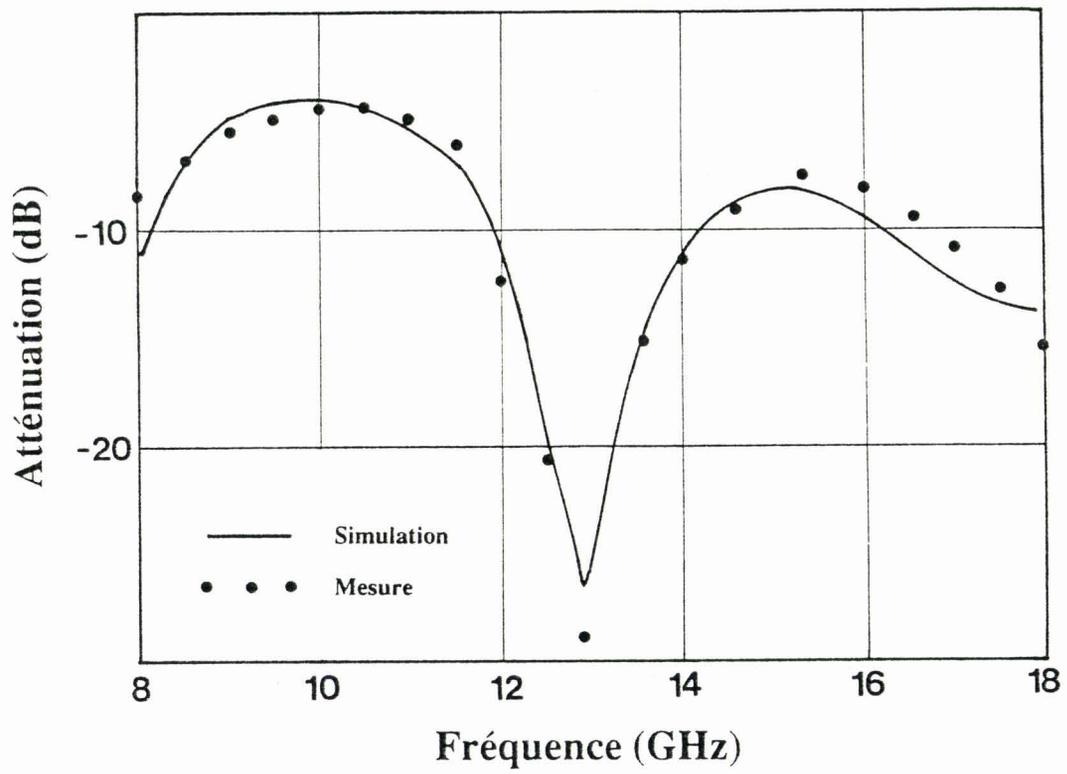


Figure 101: Comparaison mesure-simulation sur un absorbant bicouches.

La comparaison théorie-mesure est illustrée figure 101. Elle montre un bon accord. Les légers écarts relevés dont on ne peut s'affranchir en simulation sont de plusieurs origines :

- les plaques ne sont pas collées sur la cible de référence
- les matériaux peuvent présenter un état de surface non uniforme
- la dynamique de la mesure est certainement  $< 30$  dB.

### **6.3.2 Recherche d'une structure optimale**

Comme pour l'étude réalisée sur la réflexion d'une onde sur une interface (cf § 6.1), la nature des matériaux et leur épaisseur influent beaucoup les performances de l'absorbant. Beaucoup d'auteurs se sont attachés à montrer la potentialité de tel ou tel matériau [69] et telle ou telle structure [70][71]]. Nous nous sommes appuyés sur ces résultats afin de rechercher des solutions permettant d'obtenir des absorbants répondant à des critères particuliers.

Dans cette partie, nous présentons des résultats obtenus par notre logiciel qui précisent ses caractéristiques d'interactivité : ceci permettant d'améliorer considérablement les performances :

- l'atténuation maximale en dB.
- la bande de fréquence où l'atténuation est inférieure à une valeur fixée.

Nous avons scindé notre étude en trois parties : dans un premier temps nous présentons l'intérêt d'utiliser des matériaux magnétiques. Pour une structure multicouches nous établissons ensuite une optimisation à partir d'une structure à trois couches. Enfin, dans la troisième partie nous étudions les performances d'absorbants réalisés à l'aide de matériaux composites.

#### **6.3.2.1 Utilisation de matériaux magnétiques**

Les matériaux magnétiques apportent un élargissement important de la bande de fréquences et notamment vers les hautes fréquences. Ceci est illustré par l'étude suivante.

Afin de réaliser un absorbant large bande, une 1ère technique consiste à réaliser la condition

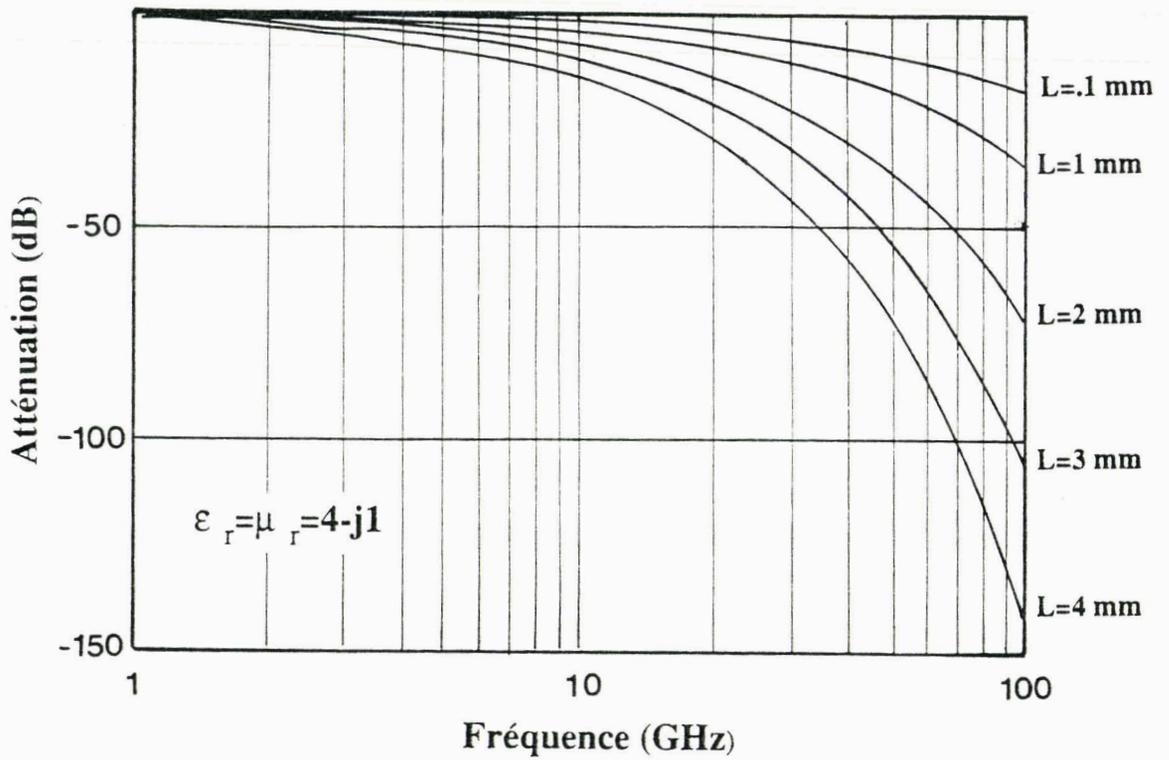


Figure 102: Représentation fréquentielle du coefficient de réflexion d'un absorbant large bande ( $\mu=\epsilon$ ) en fonction de l'épaisseur pour  $\theta=0^\circ$ .

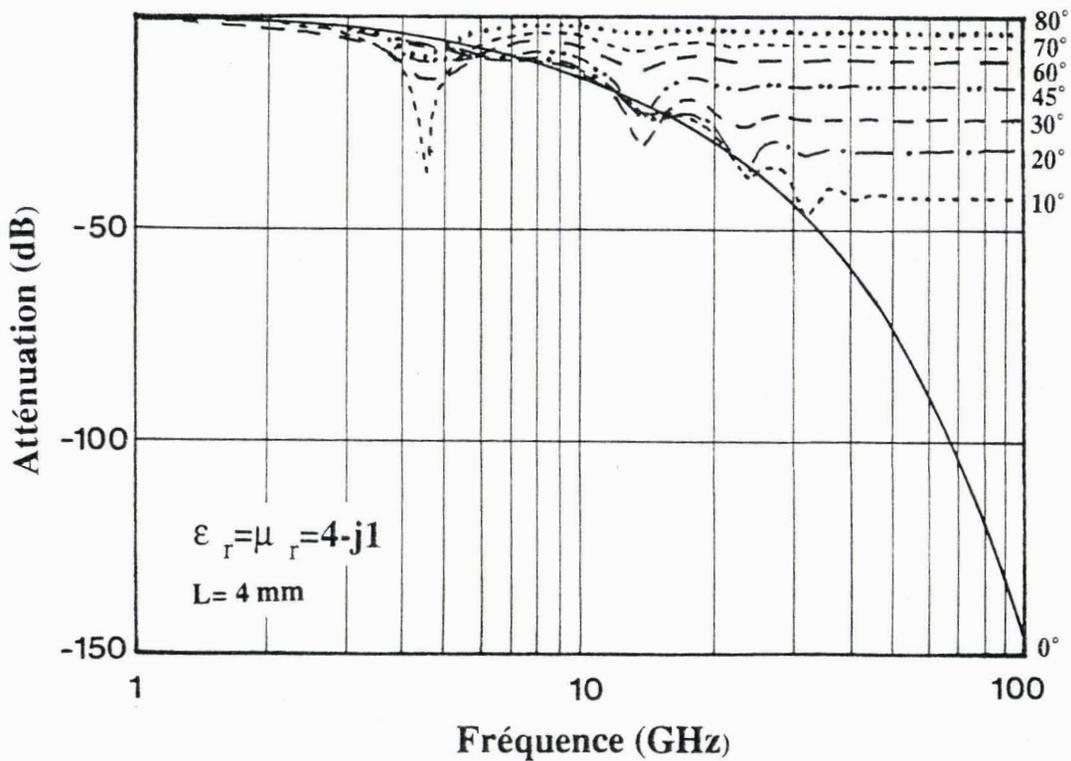


Figure 103: Représentation fréquentielle du coefficient de réflexion d'un absorbant large bande ( $\mu=\epsilon$ ) en fonction de l'angle d'incidence  $\theta$ .

$\mu_r = \epsilon_r$ , condition qui peut être obtenue approximativement avec certains ferrites [71][72]. Dans ce cas l'étude des relations 6.12 et 6.13 montre l'égalité des modules de  $R_{\perp}$  et  $R_{//}$ .

Nous illustrons sur les figures 102 et 103 les performances d'absorption de telles structures. La première (figure 102) précise, à incidence normale l'influence de l'épaisseur (notée  $L$ ) sur les caractéristiques d'une structure monocouche de permittivité et perméabilité égale à  $4 - j 1$  que nous supposons indépendantes de la fréquence pour simplifier. Il est cependant nécessaire que les pertes diélectriques et magnétiques soient supérieures ou égales à 1 afin d'obtenir une atténuation convenable. La seconde courbe (figure 103) précise les caractéristiques d'absorption de cette structure pour différents angles d'incidence. On relève des coefficients atténuations importants pour des angles d'incidence inférieurs à  $45^\circ$ .

Une seconde étude illustrée figure 104 confirme l'intérêt d'utiliser des matériaux magnétiques. Nous comparons les évolutions fréquentielles de deux structures absorbantes choisies résonnantes à 10 GHz : une structure purement diélectrique (courbe A), et une structure présentant une perméabilité relative non unitaire (courbe B).

Ces courbes confirment l'élargissement de la bande d'atténuation importantes pour l'emploi de matériaux magnétiques notamment vers les hautes fréquences.

### 6.3.2.2 Optimisation à partir d'une structure donnée

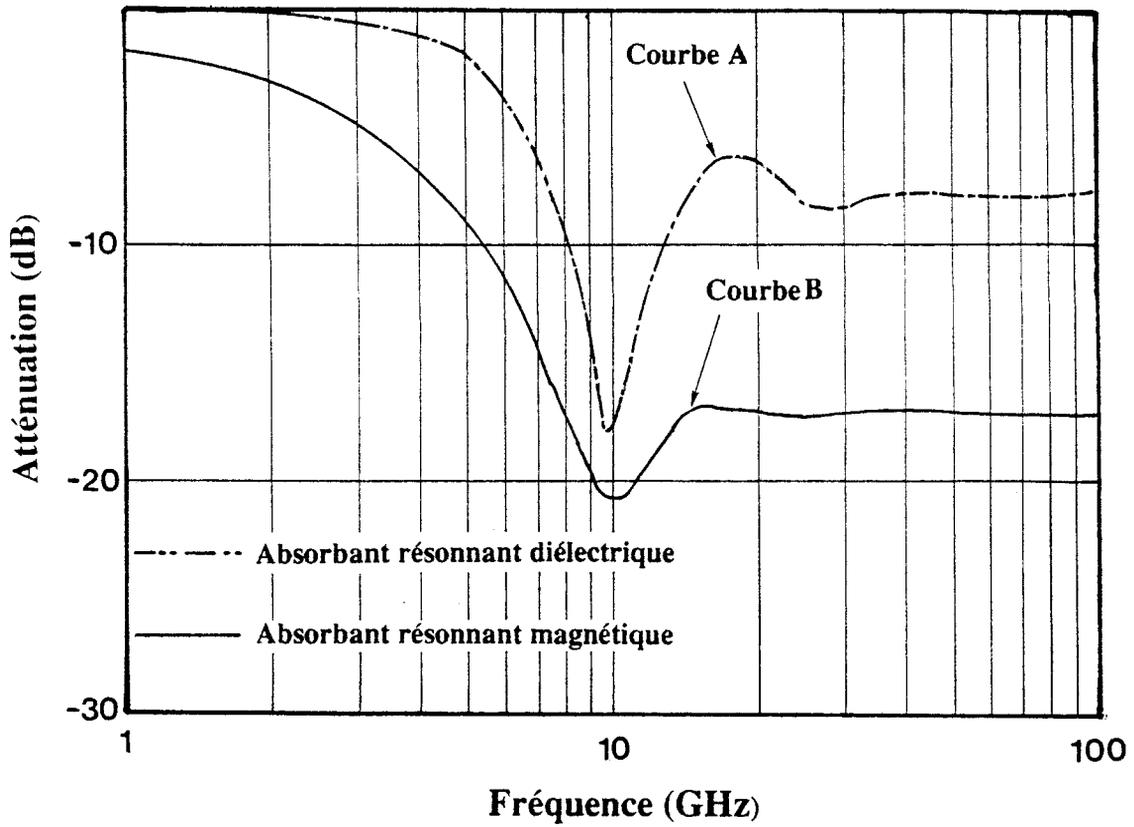
Les structures multicouches permettent d'obtenir des coefficients d'absorption importants sur une large bande de fréquences : ceci est obtenu par exemple en association des couches respectant la technique quart d'onde selon la relation normalisée suivante [62][71] :

$$\sum_{i=1}^n L_i \Re(\mu_{ri} \epsilon_{ri})^{1/2} = \frac{\lambda}{4} \quad (6-18)$$

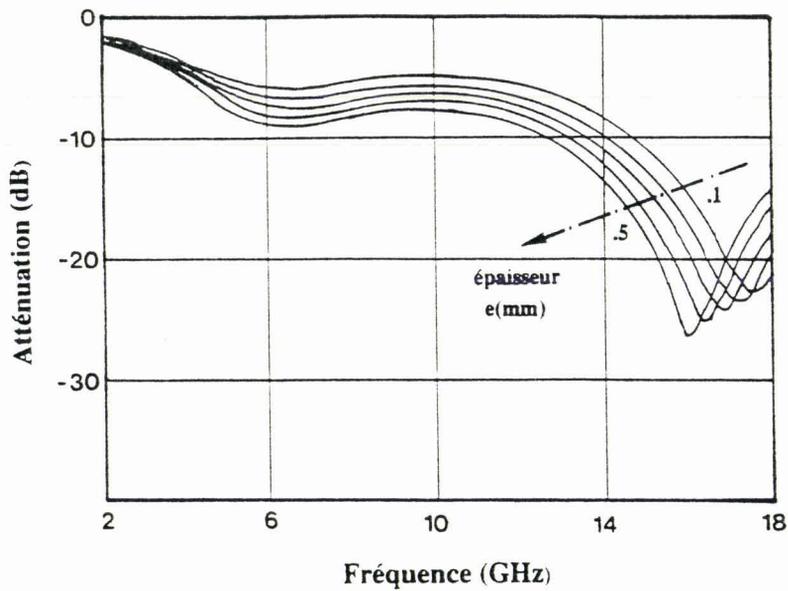
$L_i$  : longueurs des couches

$\epsilon_{ri}, \mu_{ri}$  : caractéristiques électromagnétiques des couches.

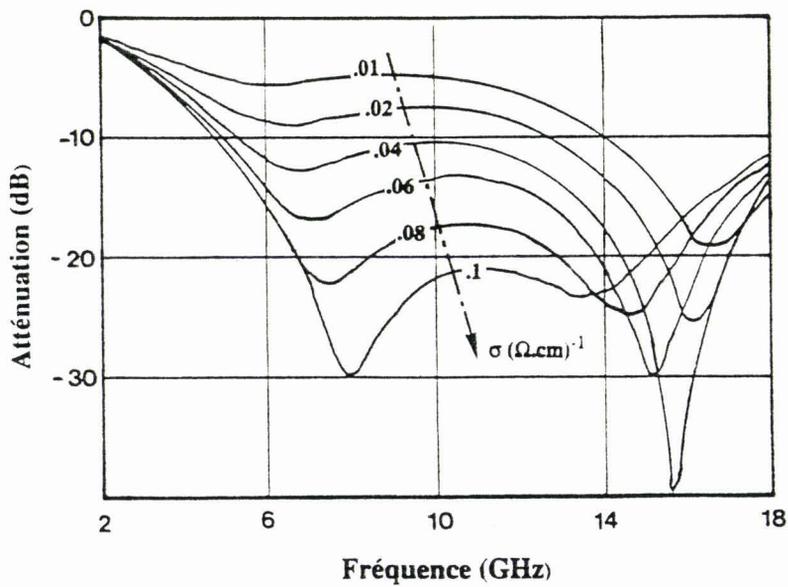
Nous remarquons que dans une bande de fréquence inférieure à 20 GHz, cette technique



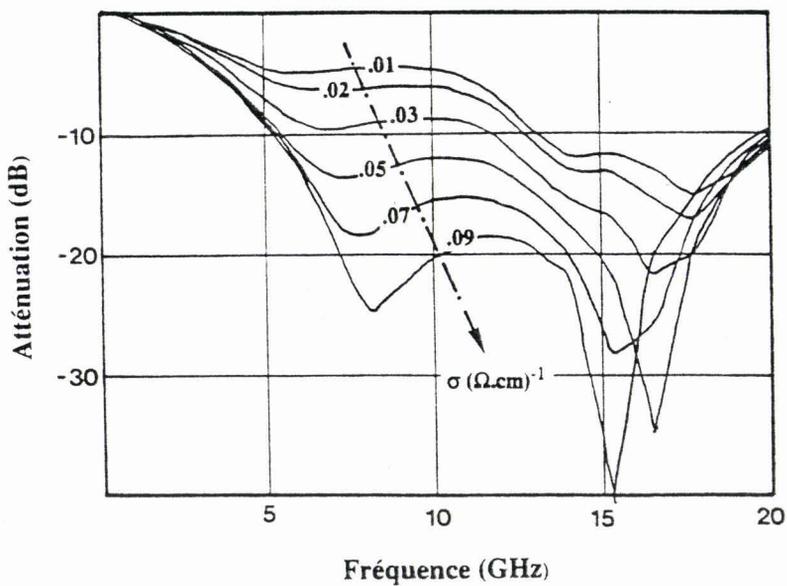
**Figure 104:** Comparaison du coefficient de réflexion d'un absorbant résonnant diélectrique et d'un absorbant résonnant magnétique.



**Figure 106:** Influence sur le coefficient de réflexion de l'épaisseur de la couche centrale de l'absorbant trois couches théorique.



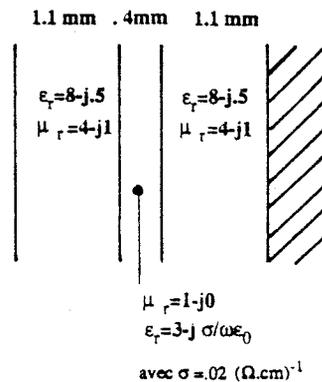
**Figure 107:** Influence sur le coefficient de réflexion de la conductivité de la couche centrale de l'absorbant trois couches théorique.



**Figure 108:** Influence sur le coefficient de réflexion de la conductivité de la couche centrale de l'absorbant trois couches réalisés expérimentalement.

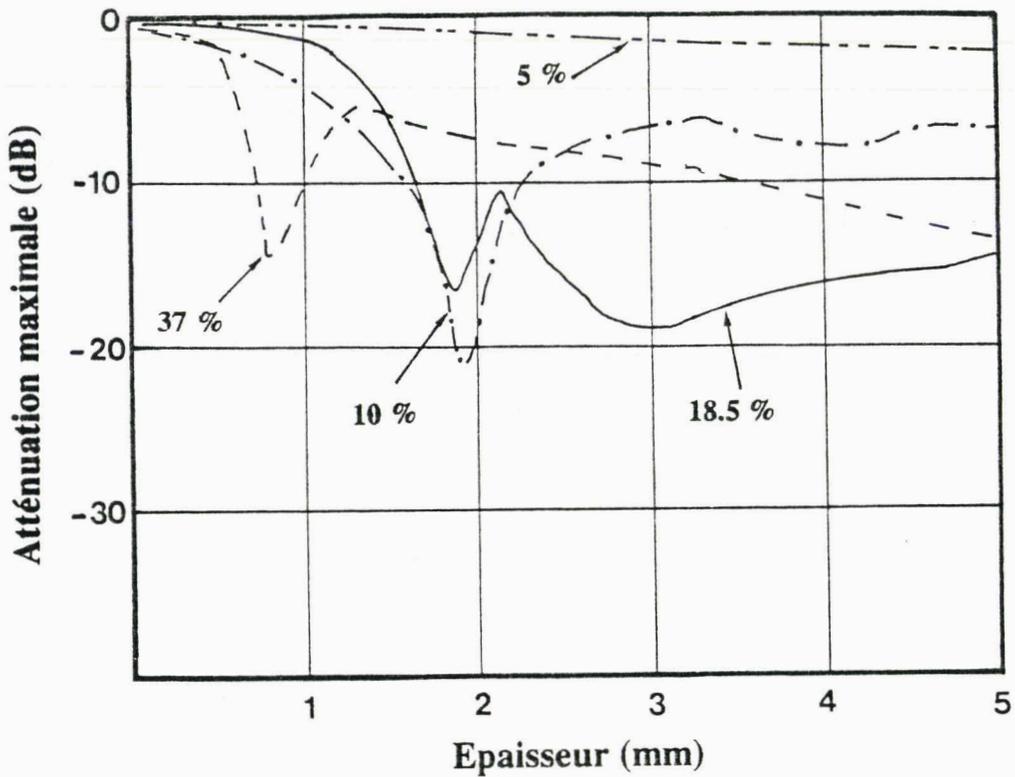
nécessite des épaisseurs de matériaux importantes. L'étude que nous avons effectuée a pour but de montrer qu'en partant d'une structure donnée, il est possible, en faisant varier les caractéristiques constitutives des couches de réaliser des absorbants performants : atténuation importante et largeur de bande de fréquences. Une fois la structure simulée, il suffit de choisir dans un catalogue de matériaux caractérisés, les matériaux aux caractéristiques électromagnétiques les plus proches de celles obtenues par simulation.

La structure de départ est présentée figure 105.

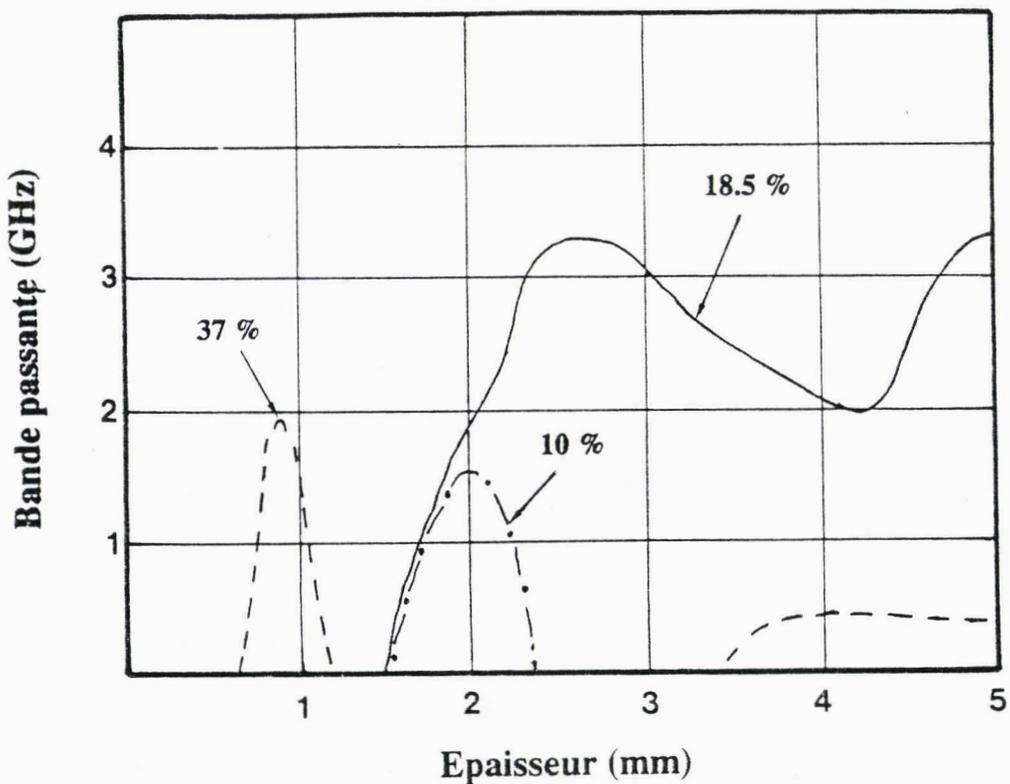


**Figure 105**

Elle consiste en une couche diélectrique conductrice de faible épaisseur prise en "sandwich" par deux couches magnétiques. Nous présentons dans un premier temps figure 106 l'influence de l'épaisseur de la couche conductrice, Comme nous pouvons le remarquer son influence est faible sur les performances de l'absorbant. Nous ne citerons qu'un léger décalage de la fréquence pour laquelle l'atténuation est maximale. La figure 107 souligne l'importance de la valeur de la conductivité de la couche intermédiaire. Nous faisons varier les valeurs de cette conductivité de .01 à .1  $(\Omega.cm)^{-1}$ . Pour les valeurs les plus élevées, l'atténuation devient très importante. Cependant la plus large bande de fréquences où l'atténuation est importante est relevée pour une valeur optimale de la conductivité de l'ordre de .08  $(\Omega.cm)^{-1}$ .



**Figure 109:** Influence de l'épaisseur sur l'atténuation maximale d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de 2.5  $\mu\text{m}$ .



**Figure 110:** Influence de l'épaisseur sur la bande de fréquences d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de 2.5  $\mu\text{m}$ .

L'étape suivante consiste à utiliser des matériaux issus de caractérisations. Nous substituons le matériau magnétique par un ferrite spinelle décrit dans le chapitre 5. Les résultats de simulation présentés figure 108 correspondent aux prévisions relevées figure 107. Nous remarquons également une valeur optimale de  $.08 (\Omega.cm)^{-1}$  pour la conductivité de la couche centrale. Ces conditions peuvent être réalisées à l'aide de polymères conducteurs. [73]

### 6.3.2.3 Utilisation de matériaux hétérogènes

La réalisation d'absorbants multicouches nécessite une bonne maîtrise de dépôt de matériau sur de faibles épaisseurs, mais aussi la mesure des caractéristiques électromagnétiques de chaque couche afin de réaliser une structure aux bonnes performances d'absorption. Une solution intéressante est l'utilisation de matériaux composites. Pour ces matériaux par variation de la concentration et de la granulométrie des inclusions, nous avons montré dans le chapitre 4 qu'il était donc possible d'obtenir des matériaux à caractéristiques électromagnétiques spécifiques.

Notre étude a été réalisée sur ces matériaux hétérogènes. Afin de montrer l'influence des diverses caractéristiques intrinsèques du matériau, les tracés présentent :

- L'atténuation maximale relevée en fonction de l'épaisseur de l'absorbant dans la bande de fréquence 100 MHz - 20 GHz
- La largeur de la bande de fréquences où l'atténuation est inférieure à - 10 dB en fonction de l'épaisseur. Plus cette bande est élevée plus l'absorbant sera considéré comme large bande.

Pour la granulométrie de  $2.5 \mu m$  les courbes présentées figures 109 et 110 ne montrent pas de performances particulières. Nous notons uniquement, que pour une concentration supérieure à 5 % il existe une épaisseur optimale pour laquelle nous obtenons un coefficient d'atténuation important. Pour ces matériaux il est possible d'optimiser les performances par variation de l'épaisseur.

Les résultats obtenus sur les matériaux dont la granulométrie des inclusions est de  $5.5 \mu m$  sont présentés figure 111 et 112. Nous relevons principalement qu'au delà d'une certaine épaisseur ( 2 mm) et concentration ( 18.5 %) nous obtenons de bons coefficients d'atténuation tout en offrant une large bande passante à - 10 dB. Nous pouvons formuler les mêmes remarques sur les tracés proposés figures

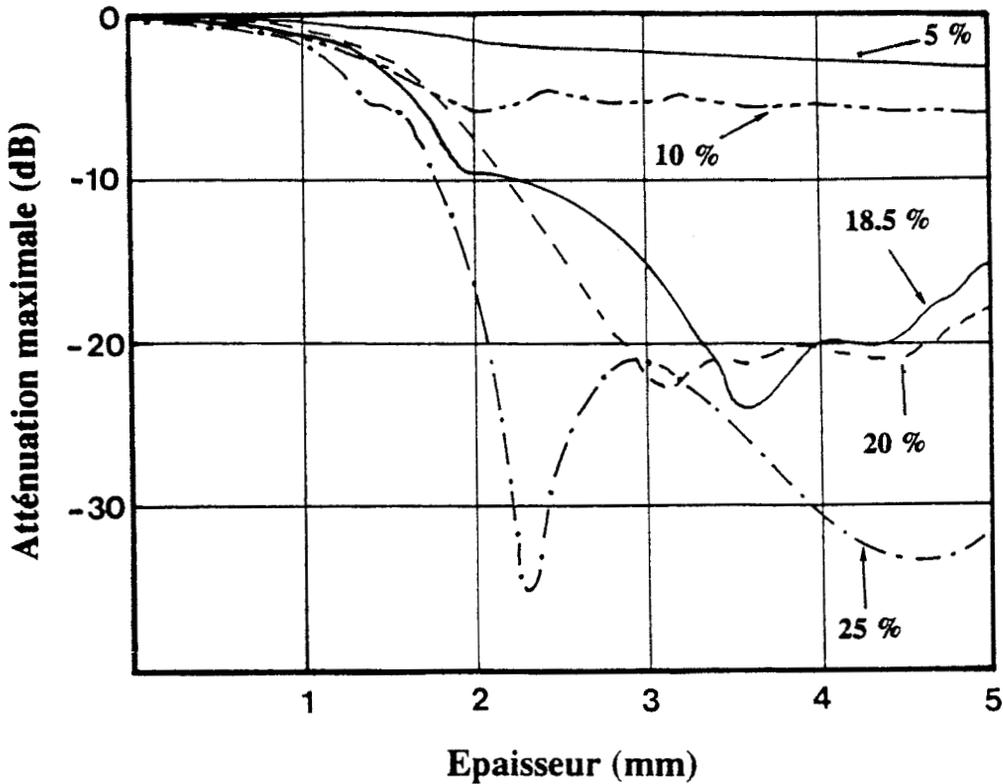


Figure 111: Influence de l'épaisseur sur l'atténuation maximale d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de  $5.5 \mu\text{m}$ .

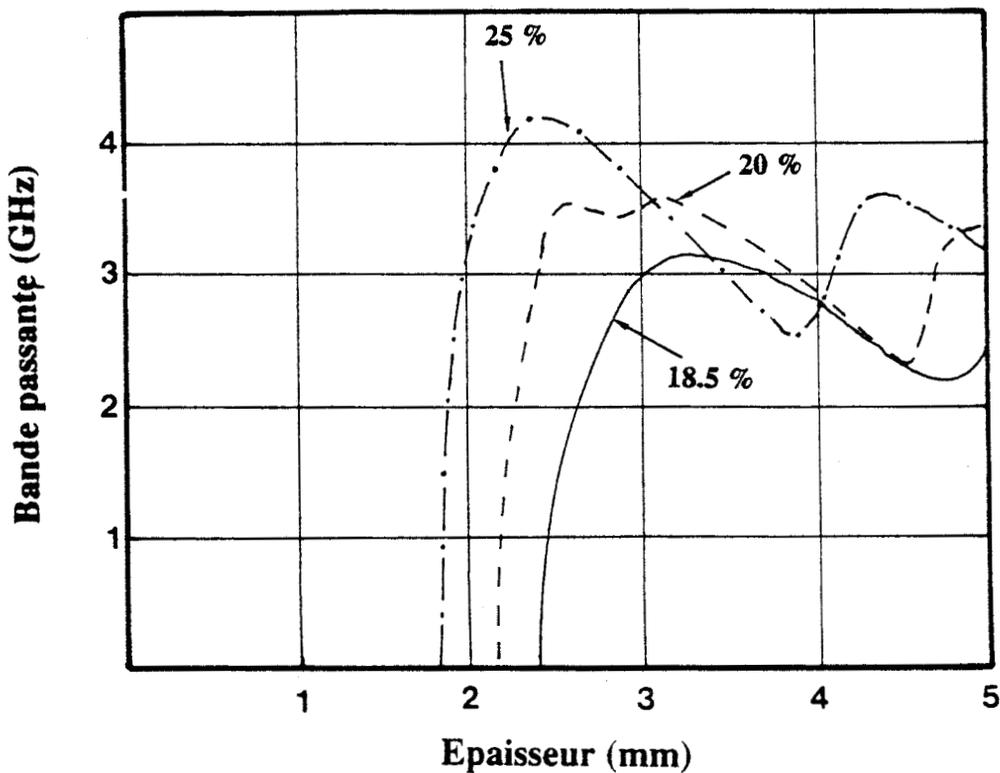


Figure 112: Influence de l'épaisseur sur la bande de fréquences d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de  $5.5 \mu\text{m}$ .

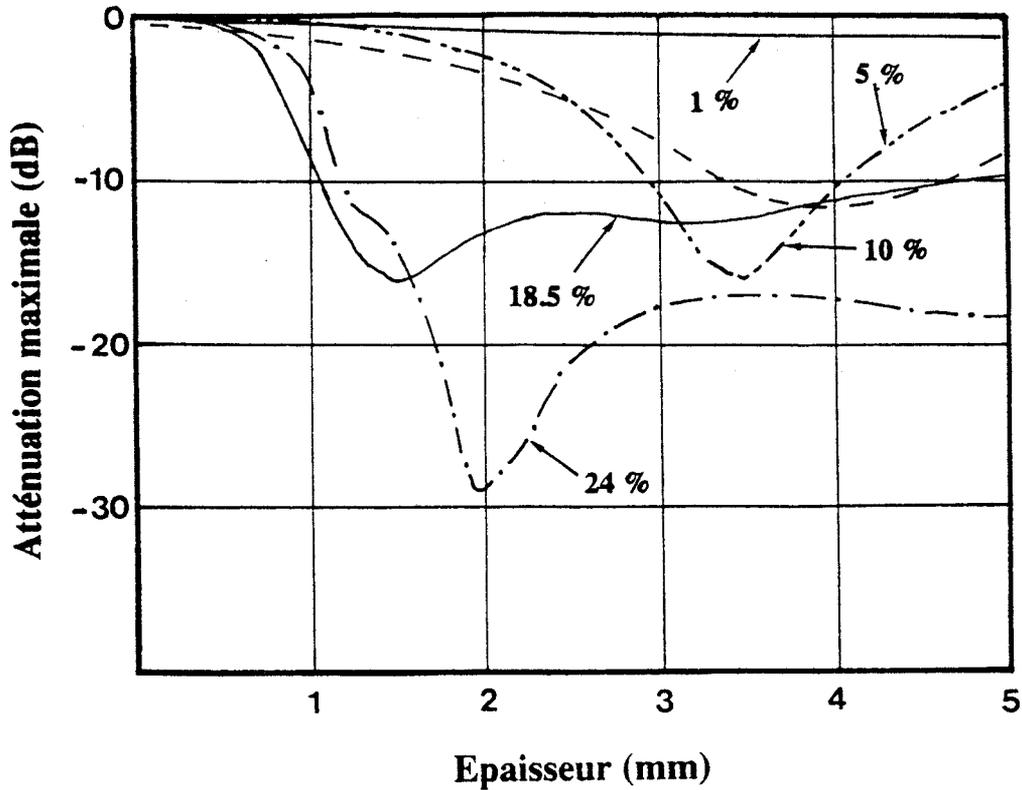


Figure 113: Influence de l'épaisseur sur l'atténuation maximale d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de  $70 \mu\text{m}$ .

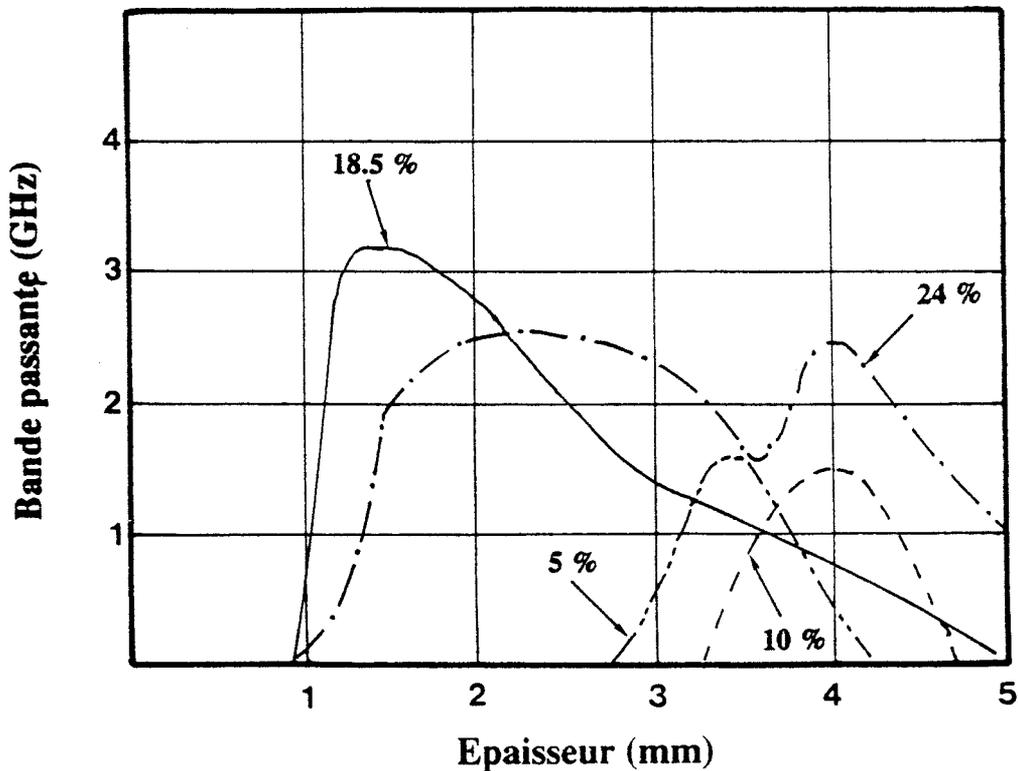
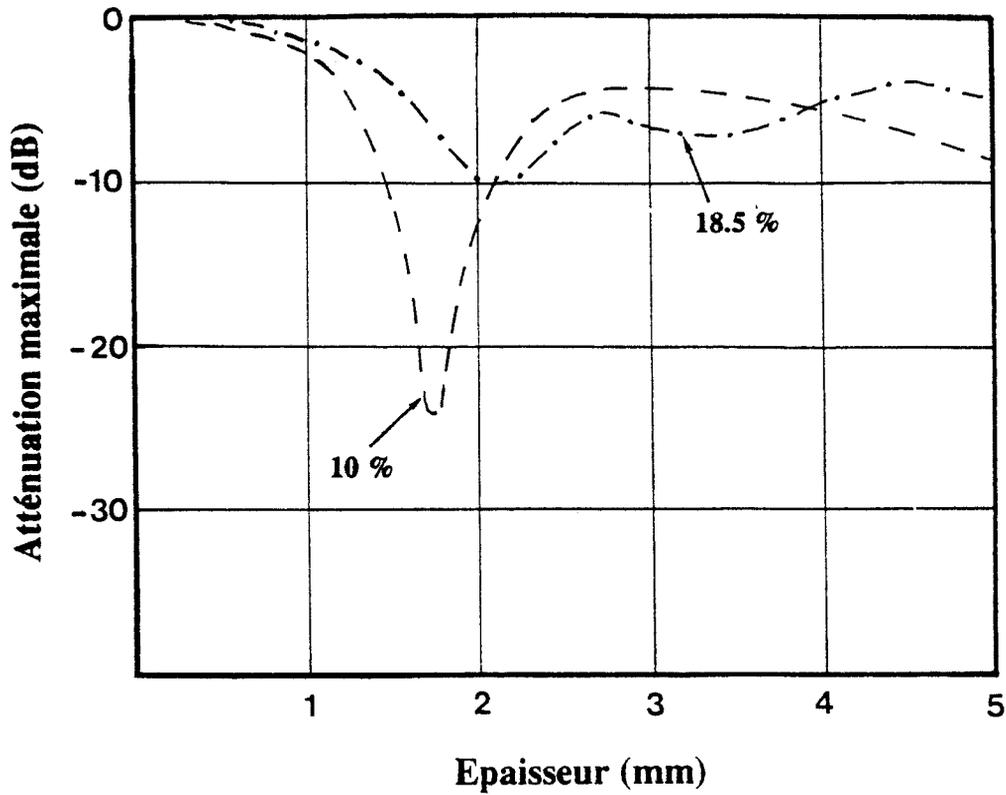
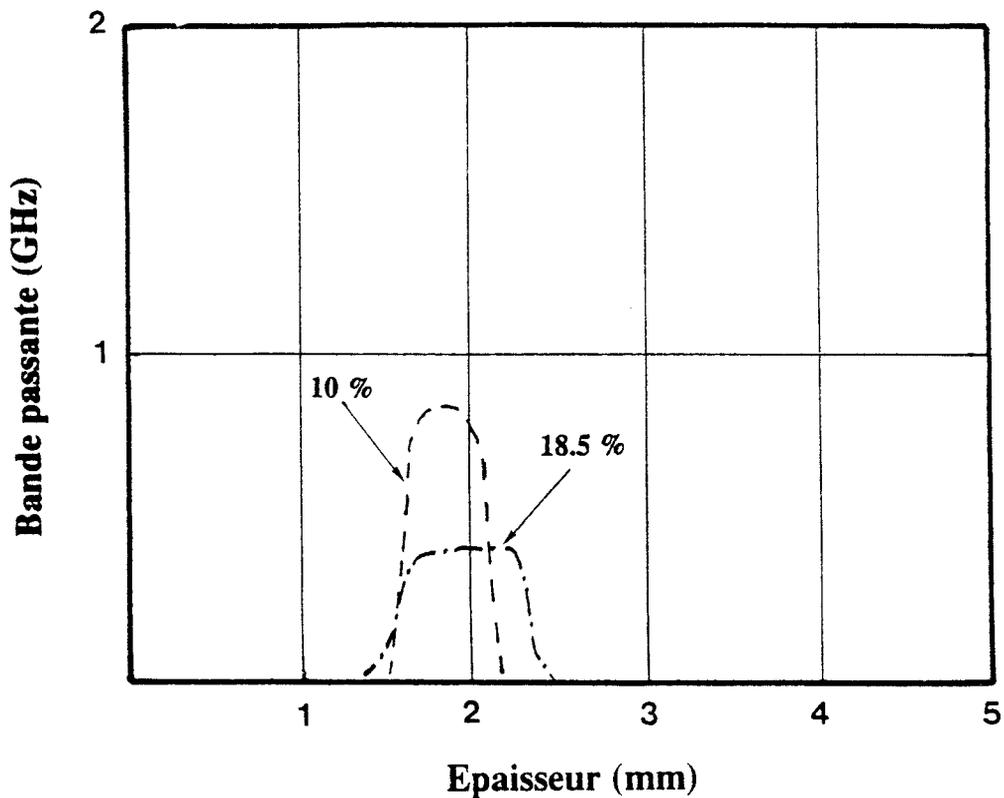


Figure 114: Influence de l'épaisseur sur la bande de fréquences d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de  $70 \mu\text{m}$ .



**Figure 115:** Influence de l'épaisseur sur l'atténuation maximale d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de 175  $\mu\text{m}$ .



**Figure 116:** Influence de l'épaisseur sur la bande de fréquences d'un absorbant réalisé à l'aide de mélanges hétérogènes de concentrations d'inclusions différentes. La granulométrie est de 175  $\mu\text{m}$ .



113 et 114, pour des inclusions de diamètre  $70 \mu m$ . Les coefficients d'atténuation sont toutefois moins importants que dans le cas d'inclusions de  $5.5 \mu m$ .

Les deux dernières courbes présentées figures 115 et 116 montrent que l'utilisation de matériaux à inclusions de  $175 \mu m$  permettent uniquement de réaliser un bon absorbant résonnant pour une épaisseur proche de  $1.7 \text{ mm}$  et une concentration volumique de  $10 \%$ .

Cette étude montre le potentiel de ces matériaux pour la réalisations d'absorbants aux caractéristiques d'absorption spécifiques. Ceci est obtenu en jouant sur la concentration et la granulométrie mais réclame une bonne maîtrise technologique dans la réalisation des matériaux.

## 6.4 Conclusion

Cette étude a été effectuée dans un soucis de tenir compte d'un maximum de paramètres mais aussi de pouvoir utiliser des résultats de caractérisations de matériaux. Nous l'illustrons par de nombreuses courbes présentant des résultats typiques de simulations mais aussi validant expérimentalement les courbes théoriques. Serge Villers a montré la potentialité des polymères conducteurs afin de réaliser des absorbants performants [66][74]. Dans ce mémoire nous apportons d'autres données permettant une étude complète en considérant :

- l'influence de la polarisation.
- l'optimisation à partir d'une structure donnée .
- l'importante de la nature du matériau.
- la possibilité d'agir de façon interactive sur le calcul.

## **CONCLUSION**

## CONCLUSION

L'objectif essentiel de ce travail consistait à développer des méthodes de caractérisation de matériaux et à appliquer ces nouvelles techniques à la détermination des paramètres électromagnétiques de matériaux nouveaux. Sur le plan des techniques de mesures deux solutions ont été proposées : En propagation guidée puis en propagation libre.

En propagation guidée, la détermination des caractéristiques  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$  est obtenue par une méthode originale au sein de l'équipe de nouveaux matériaux. Cette méthode offre l'avantage d'une caractérisation électromagnétique complète sur une large bande de fréquences. L'utilisation d'une cellule développée dans le cadre de ce travail permet de caractériser divers types d'échantillons. Les limitations de cette méthode sont étudiées. La première concerne la possibilité de caractériser des matériaux à faibles pertes. En effet si la précision est bonne lors de la détermination de matériaux à pertes, diélectriques ou magnétiques il est nécessaire d'optimiser la longueur de l'échantillon pour pouvoir mesurer avec précision les paramètres des matériaux à faibles pertes. Nous estimons à  $5 \cdot 10^{-2}$  la valeur limite mesurable pour  $\epsilon''_r$  et  $\mu''_r$ . La seconde limitation présentée dans ce mémoire est liée à la présence de défauts d'usinage entre l'échantillon et les conducteurs dans le cas de matériaux à pertes. Nous montrons que s'il n'est pas possible de métalliser les parois de l'échantillon, un calcul mathématique permet une bonne correction des caractéristiques électromagnétiques du matériau.

En propagation libre, nous déduisons l'absorption à partir de la mesure du coefficient de la réflexion d'un matériau placé sur un plan métallique. Après avoir développé la mesure en chambre anéchoïque, entièrement automatisée, nous proposons une méthode originale exploitant l'analyse temporelle. Cette méthode prend en compte tout l'environnement extérieur à la mesure et permet ainsi par un calcul judicieux d'isoler les résultats propres à la mesure. Elle offre l'avantage de s'affranchir de toutes les considérations indispensables lors de l'utilisation d'une chambre anéchoïque. Elle permet en outre, d'effectuer des mesures sous différents angles d'incidence. Cette méthode développée autour

d'un analyseur de réseau de la dernière génération, est automatisée par un micro-calculateur a permis d'obtenir d'aussi bons résultats que ceux obtenus en chambre anéchoïque.

Nous avons complété ces méthodes expérimentales de caractérisation en développant deux logiciels de simulation :

Le premier est une simulation numérique de la mesure des paramètres de la matrice de répartition dans les différentes configurations de cellule. Elle permet de prévoir et d'évaluer les performances des mesures en tenant compte des défauts d'usinage, de l'incertitude sur les paramètres  $S_{ij}$ , de la variation de la longueur de l'échantillon.

Le second logiciel calcule le coefficient de réflexion de structures absorbantes. Il permet en tenant compte d'un grand nombre de paramètres de comparer les résultats des mesures d'absorbants à la simulation de cette structure. Construit de façon à permettre l'interactivité de l'utilisateur durant le calcul, il augmente la rapidité d'optimisation de structures absorbantes. Il offre également la possibilité d'utiliser les caractéristiques de matériaux stockées dans une banque de données. Les résultats présentés montrent le potentiel de matériaux aussi divers que certains diélectriques, ferrites, ou matériaux composites à condition toutefois de respecter des critères d'épaisseur.

Ces différentes techniques ont trouvé leurs applications dans une contribution à l'étude de matériaux à caractéristiques spécifiques :

L'étude de matériaux composites réalisés à l'aide d'inclusions sphériques montre les modifications des caractéristiques électromagnétiques  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$  en fonction de la concentration et du rayon des inclusions. Parmi les nombreux modèles, le modèle de Bruggeman nous donne une bonne comparaison des résultats de mesure dans le cas où nous séparons les caractéristiques  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ . Nous montrons plus précisément que le comportement magnétique particulier de ces matériaux peut être correctement décrit pour des concentrations d'inclusions inférieures à 25 %. Le modèle de Bruggeman étendu au 5ème moment a été utilisé afin de comparer les caractéristiques électriques des matériaux réalisés à l'aide d'inclusions de dimension importante.

Nous présentons une étude principalement expérimentale de ferrites spinelles. Nous vérifions ainsi le comportement électromagnétique de tels matériaux dans la gamme de fréquence 100 MHz - 20 GHz. Ces matériaux se présentant sous forme de poudre, une étude préliminaire valide notre mode de préparation avant de comparer les résultats de nos mesures à ceux déjà publiés. Ceci permet la vérification de la synthèse de fabrication de ces ferrites. Nous montrons également que les caractéristiques électromagnétiques des mélanges réalisés à l'aide de ces ferrites peuvent être interprétés par des lois de mélange simples. Il est alors possible, par variation de la concentration des inclusions de ferrites de maîtriser les caractéristiques électriques comme magnétiques

Les perspectives de prolongements de ce travail résident dans les directions suivantes :

- L'extension vers des fréquences plus élevées des techniques de caractérisation présentées
- L'obtention des paramètres  $\epsilon_r$  et  $\mu_r$ , en utilisant la méthode de caractérisation en propagation libre.
- L'optimisation théorique des paramètres des structures absorbantes
- L'application des théories fractales dans le cadre d'étude de matériaux hétérogènes afin d'interpréter les particularités rencontrées lors de leur caractérisation.

## **Bibliographie**

## **1ère partie : Techniques expérimentales de caractérisation de matériaux**

- [1] Hewlett Packard  
Notice d'utilisation, Impédance Analyzer HP4191.
- [2] Hewlett Packard  
HP8510 Network Analyzer - Operating and Programming, pp. 165-180.
- [3] Hewlett Packard  
Note d'application "Advances in Microwave error correction Techniques"  
RF & Microwave Measurement Symposium and Exhibition Santa Rosa.
- [4] "Spécifications des performances du système analyseur de réseau HP8510 B"  
Notice technique Hewlett Packard.
- [5] A.R. VON HIPPEL  
"Les diélectriques et leurs applications"  
DUNOD, 1961.
- [6] HN. AFSAR, JR. BIRCH and RN. CLARKE  
"The measurement of the properties of materials"  
Proceedings of the IEEE, vol. 74, n° 1, pp. 183-199, Janv. 86.
- [7] P. BRUNIER, C. NOGUERA, A. PRIOU, P. COMBES  
"Nouvelles procédures micro-ondes de caractérisation de la permittivité et de la perméabilité complexes de matériaux composites"  
pp. 167-170.
- [8] F.I. SHIMABUKURO, S. LAZAR, M. R. CHERNICK, H.B. DYSON  
"A quasi-optical method for measuring the complex permittivity of materials"  
IEEE Trans. on MTT, vol. MTT 32, n° 7, pp. 659-665, July 84.
- [9] C.P. ARON, J. WATKINS  
"Measurement of dielectric properties of low-loss ceramics at microwave frequencies"  
Proc. IEE, vol. 112, n° 6, pp. 1252-1256, June 65.

- [10] B.W. HAKKI, P.D. COLEMAN.  
"A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range"  
IEEE Trans. on MTT, vol. MTT8, pp. 402-410, July 60.
- [11] J.P. PARNEIX, C. LEGRAND, and S. TOUTAIN  
"Automatic permittivity measurements in a wide frequency range : Application to anisotropic fluids"  
IEEE Trans. on MTT, vol. MTT 30, n° 11, pp. 2015-2017, Nov. 82.
- [12] S. BRETON, P. GELIN, S. TOUTAIN  
"Etude d'une cellule coaxiale-cylindrique pour la caractérisation diélectrique large bande de matériaux à pertes".  
Journées Nationales Microondes, Nice, 1987.
- [13] R.M. PANNELL and B. W. JERVIS  
"Two simple methods for the measurement of the dielectric permittivity of low-loss microstrip substrates"  
IEEE Trans. on MTT, vol. MTT-29, n° 4, pp. 383-386, April 81.
- [14] C. LEGRAND  
Thèse de doctorat 3ème cycle, Lille, 1984.
- [15] F. GARDIOL  
"Hyperfréquences"  
DUNOD
- [16] J.J. BONTE  
Rapport de DEA, Lille, 1987.
- [17] N. COUTENCEAU-MONTEIL  
Thèse de Doctorat, Paris VII, 1989
- [18] M. EL KADIRI  
Thèse d'état, Lille, 1987.
- [19] M. MARCUVITZ  
"Waveguide Handbook"  
New York, graw Hill

- [20] W. B. WEIR  
"Automatic Measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies"  
Proceedings of the IEEE, vol. 62, n° 1, pp. 33-36, Jan. 78.
- [21] A.M. NICOLSON, G.F. ROSS  
"Measurement of the intrinsic properties of materials by time-domain techniques"  
IEEE Trans. on TIM. vol. IM-19, n° 4, pp. 377-382, Nov. 70.
- [22] J.J. BONTE, L. FAUCON, J.P. PARNEIX  
"Caractérisation électromagnétique systématique de nouveaux matériaux dans la bande de fréquences 45 MHz - 25 GHz"  
Journées nationales Microondes, Nice, 1987.
- [23] A. CHAPOTON, A. OUAGAR, J.J. BONTE, C. LEGRAND, J.P. PARNEIX  
"Caractérisation diélectrique d'échantillons solides et liquides"  
Rapport de contrat Institut Français du Pétrole, Mars 1988.
- [24] J.P. PELLETIER  
"Méthodes numériques appliquées au calcul scientifique"  
MASSON, 1971
- [25] Helwett Packard  
"Calibration Kit"  
Operating and service manual
- [26] Helwett Packard  
"Measuring the dielectric constant of solids with the HP8510 network analyzer"  
Product note 8510-3
- [27] Les échantillons de polymère chargé ont été fournis par la Société Nationale des Poudres et Explosifs et l'Institut Français du Pétrole
- [28] L.C. SHEN  
"Laboratory technique for measuring dielectric properties of core sample at ultrahigh frequencies"  
Society of petroleum engineers journal, pp. 502-514, Août 1985.

- [29] F.S.C. HUANG, L.C. SHEN  
"Analysis of error due to presence of gaps in the measurement of rock samples in a coaxial line"  
Geophysis vol. 48, n° 2, pp. 206-212, Fev. 1983.
- [30] JC. HENAUX, M. PHAM TU, L. WARTSKI  
Précision de la mesure de constantes diélectriques et magnétiques de matériaux absorbants, par la méthode de l'analyseur de Réseaux.  
Journées Nationales Microondes, 1989, Montpellier
- [31] E. KNOTT, J.F. SHAEFFER, M. TULEY  
"Radar Cross Section"  
chapitre 10, pp. 273-313, ed Artech House, inc.
- [32] W.H. EMERSON  
"Electromagnetic wave absorbers and anechoic chambers through the years"  
IEEE Trans. on antennas and propagation, vol. ap-21, n° 4, pp. 484-486, Juil. 1973.
- [33] E.F. BUCKLEY  
"Design, evaluation and performance of modern microwave anechoic chambers for antenna measurements"  
Electronic components, pp. 1119-1126, Dec. 1965.
- [34] N. KHAYATA  
Rapport de DEA, Limoges, 1979.
- [35] R. BADOUAL  
"Les micro-ondes"  
MASSON, 1984
- [36] HLY TANG, P. SURROCA  
Méthodologie de mesure en champ libre de la permittivité et de la perméabilité complexes  
Rapport de stage, Centre de Recherches du Bouchet, Nov. Déc. 1987
- [37] L.R. RABINER, R.W. SCHAFER, C.M. RADER  
"The chirp z transform and its application"  
Bell syst tech journal, vol. 48, pp. 1249-1292, Mai-Juin 1969.

- [38] **B. ULRIKSSON**  
"Conversion of frequency domain data to the time domain"  
Proceedings of the IEEE, vol. 42, n° 1, pp. 74-77, Janv. 1986.
- [39] **Catalogue ECCOSORB Emerson et Cuming, Aubervilliers.**
- [40] **Notice d'utilisation Analyseur de réseau HP8510b**  
chapitre "time domain measurements", pp. 245-277.

**2ème partie : Application à la caractérisation de matériaux aux propriétés électromagnétiques spécifiques**

- [41] : W.R. TINGA, W.A.G. VOSS, D. F. BLOSSEY  
"Generalized approach to multiphase dielectric mixture theory"  
J. Appl. Phys. Vol 44, N° 9, September 1973
- [42] : W.J. ELLISON, A.M. BOTTREAU  
"Dielectric constants of composite media"  
PIERS, Boston (Juillet 1989)
- [43] : P. BORDEWIJK, CSF BÖTTCHER  
"Theory of Electric polarisation"  
ELSEVIER
- [44] : P. CHYLEK and V. SRIVASTAVA  
"Dielectric constant of a composite inhomogeneous medium"  
Physical review B, volume 27, number 8, april 1983
- [45] : M.D. BENADA  
Thèse de docteur Ingénieur, 1983 (Lille)
- [46] : A. LE MEHAUTE, D. COTTEVIELLE, JJ BONTE, JP PARNEIX, F. HELIODORE  
Brevet n° 16874
- [47] : A.M. BOTTREAU, W. ELLISON, J.P. PARNEIX, R. SARDOS, A. LE MEHAUTE  
"Progagation of electromagnetic waves in Composite Media"  
PIERS, Boston (Juillet 1989)
- [48] : G. VICQ, A.M. BOTTREAU  
"Etude de la relaxation diélectrique de l'hexachlorodiphenyl en inclusion dans une matrice de céramique poreuse"  
Journal of Molecular liquids, 32, (1986) 131-148
- [49] : J. BROWN  
"Artificial Dielectrics"  
Progress in dielectrics, Vol. 2 pp 195-206, Edition Heywood 1960
- [50] : G. VICQ, A.M. BOTTREAU  
"Comportement diélectrique dans le domaine des micro-ondes des polymères chargés en fonction de la nature des inclusions"  
Journal of molecular liquids, 37 (1988), pp. 181-215

- [51] : F. CARMONA, P. DELHAES, F. BARREAU, D. ORDIER, R. CANNET,  
L. LAFEYCHINE  
"Phénomènes de percolation dans des matériaux composites modèles"  
Revue de Chimie minérale, t. 18, 1981, p 148
- [52] : Journée d'études : "Céramiques en Hyperfréquences et nouvelles applications".  
Société des Electriciens et des Electroniciens, Oct. 1989
- [53] : G. F. DIONNE  
"A Review of Ferrites for Microwave Applications"  
Proceedings of the IEEA, vol. 63 n° 5, May 1979
- [54] : H.P.J. WIJN, J. SMIT  
"Les ferrites"  
DUNOD, 1961
- [55] : G.FOURNET  
"Les ferrites - Physique électronique des solides"  
EYROLL
- [56] : J. VERWEEL  
"On the HF permeability of Dense Ferrites in Polarizing Fields"  
IEEE Transactions on magnetics, vol MAG-5, n° 3, september 1969
- [57] : F. G. BROCKMAN  
"Dimensional effects resulting from a high dielectric constant found in a ferromagnetic fer-  
rite"  
Phys. Rev. 77, pp 85-93 (1950)
- [58] : "Les échantillons ont été fournis par la SNPE Centre de Recherche du Bouchet (91)"
- [59] : C. LEGRAND  
Thèse de doctorat 3ème cycle, Lille, 1984
- [60] : G. GUILLAUD et H. CREVEAUX  
"Propriétés ferromagnétiques des ferrites mixtes de Cobalt et de Zinc et de Manganèse et de  
Zinc"  
R.C. Ac. Sci. Paris 230, pp 1458-1460 (1950)
- [61] J.A. ADAM  
"How to design an 'invisible' aircraft"  
Special report military  
IEEE Spectrum, pp 26-31 April 1988

- [62] E.F. KNOTT, J.F. SHAEFFER, MT. TULEY  
Its Prediction, measurement and reduction  
Radar cross section
- [63] E.F. KNOTT  
"The thickness criterion for single layer radar absorbants"  
IEEE Trans on antennas and propagation, vol Ap27, n°5, pp698-701, Sept 1979
- [64] H. HARMUTH  
"On the effect of absorbing materials on electromagnetic waves with large relative band-  
width"  
IEEE Trans on electromagnetic compatibility, vol EMC-25 N°1 pp 32-39, February 1983
- [65] C. VITTORIO  
"Ferromagnetic resonance in layered magnetic materials"  
J. Appl. Phys., Vol 57, n° 1 pp 3712-3714
- [66] S. VILLERS  
Thèse de doctorat, Lille, 1985
- [67] G.T. RUCK, D.E. BARRICK, W.D. STUART, C.K. KRICHBAUM  
"Radar cross section handbook"  
Chap. 8, Radar absorbing Materials
- [68] Catalogue ECCOSORB Emersom et Cuming, Aubervilliers
- [69] V.K. VARADAN, V.V. VARADAN, Y. MA, W.F. HALL  
"Design of ferrite impregnated plastics (PVC) as microwave absorbers"  
IEEE Trans. on MTT, bol MTT-34, n°2, pp 251-257, Fev. 1986
- [70] K. HATAKEYAMA, T. INUI  
"Electromagnetic wave absorber using ferrite absorbing material dispersed with short metal  
fibers"  
IEEE Trans. on magnetics, vol MAG-20, n°3, pp 1261-1263, September 1984
- [71] M. B. AMIN, Professeur J.R. JAMES  
"Techniques for utilization of hexagonal ferrites in radar asorbers - Part 1 Broadband planar  
coatings"  
The Radio and Electronic Engineer, Vol 51 n°5, pp 209-218, Mai 1981

- [72] H.F. HARMUTH  
"Use of ferrites for absorption of electromagnetic waves"  
IEEE Trans. on Electromagnetic compatibility, vol EMC-27, n°2 pp 100-103, May 1985,
- [73] M. EL KADIRI  
Thèse d'état, Lille, 1987
- [74] K.YOSHINO, M, TABATA, K. KANETO AND T. OHSAWA  
"Application and characteristics of conducting polymer as radiation shielding material" Japanese journal of applied physics, vol 24, n° 9, september, 1985, pp 693-695



## RESUME

Les progrès importants accomplis ces dernières années dans des domaines aussi variés que l'électronique industrielle ou grand public, l'informatique, les télécommunications ou même l'aéronautique ont conduit les chercheurs à élaborer des matériaux possédant des propriétés chimiques et physiques très spécifiques.

Notre contribution dans ce domaine réside dans la mise en oeuvre de nouvelles méthodes de mesure afin de déterminer l'ensemble des paramètres électromagnétiques de matériaux conditionnés sous des formes très diverses aussi bien dans l'état solide que liquide.

Deux méthodes originales sont présentées. La première consiste en l'étude de la réflexion et de la transmission d'un échantillon placé dans une cellule coaxiale et est particulièrement utile pour des matériaux de petite taille. La seconde concerne les matériaux qui peuvent être stratifiés sur de grandes surfaces. Elle met en oeuvre la fonction "time domain" d'un analyseur de réseaux très performant.

Ainsi, l'ensemble des mesures correspond à une caractérisation large bande (40 MHz - 20 GHz).

Nos techniques de mesure sont validées par des études de matériaux particuliers dans le cadre de collaborations industrielles. C'est ainsi que nous présentons des résultats obtenus sur des matériaux hétérogènes constitués d'inclusions conductrices dispersées dans une résine isolante, sur des ferrites spinelles se présentant sous formes de poudre ou en inclusion dans une résine.

Un logiciel intégrant la modélisation théorique des méthodes de mesure en vue d'optimiser des absorbants microondes a également été développé.

