



HAL
open science

Caractérisation et application de matériaux composites nanostructurés à la réalisation de dispositifs hyperfréquences non réciproques

Stéphane Mallégol

► **To cite this version:**

Stéphane Mallégol. Caractérisation et application de matériaux composites nanostructurés à la réalisation de dispositifs hyperfréquences non réciproques. Autre. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2003. Français. NNT: . tel-00004319

HAL Id: tel-00004319

<https://theses.hal.science/tel-00004319v1>

Submitted on 26 Jan 2004

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

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

Année 2003

THESE

présentée à

l'Université de Bretagne Occidentale

pour l'obtention du

DOCTORAT EN ELECTRONIQUE

Par

Stéphane MALLEGOL

CARACTERISATION ET APPLICATION DE MATERIAUX
COMPOSITES NANOSTRUCTURES A LA REALISATION DE
DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES NON RECIPROQUES

Soutenue le 08 Décembre 2003 devant la commission d'Examen composée de :

Président

C. BROSSEAU Professeur des Universités - LEST - UBO - BREST

Rapporteurs

T. PARRA Professeur des Universités – LAAS-CNRS – Université de TOULOUSE
N. VUKADINOVIC Ingénieur de Recherche – Dassault Aviation – SAINT CLOUD

Directeur de thèse

M. LE FLOC'H Professeur des Universités - LEST - UBO - BREST

Examineurs

P. QUEFFELEC Maître de Conférences- LEST - UBO - BREST
B. SAUVIAC Maître de Conférences- laboratoire DIOM – Université Jean Monnet –
SAINT ETIENNE

Personnes Invitées

P. GELIN Professeur – LEST- ENST Bretagne - BREST
S. BOLIOLI Ingénieur de Recherche – ONERA-DEMIR - TOULOUSE



Recherches effectuées au LEST - UMR CNRS 6165 UBO – ENSTBr
U.B.O. : 6 avenue Le Gorgeu – C.S 93837 - 29238 Brest Cedex 3
ENSTBr : Z.I. de Kernevent – Plouzané - BP 832 - 29285 Brest Cedex



REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé dans l'enceinte de l'équipe *Ingénierie des Matériaux et des Dispositifs Hyperfréquences* (IMDH) du *Laboratoire d'Electronique et des Systèmes de Télécommunications* (LEST – UMR CNRS 6165), de façon conjointe à l'Université de Bretagne Occidentale (UBO) et à l'Ecole Nationale Supérieure des Télécommunications de Bretagne (ENSTBr).

J'exprime ma gratitude à Monsieur le Professeur Marcel Le Floc'h pour m'avoir accueilli au sein de son équipe et, également, pour avoir assuré la direction de ce travail de Recherche.

Je suis très honoré que Monsieur Christian Brosseau, Professeur à l'UBO, ait accepté de juger ce travail et, aussi, d'être Président du jury. Par ailleurs, je tiens à le remercier amplement pour m'avoir fait part de son expérience quant aux phénomènes physiques inhérents aux milieux finement divisés.

Je souhaite, en outre, présenter de vifs remerciements à Messieurs Thierry Parra, Professeur à l'Université de Toulouse III (laboratoire LAAS), et Nicolas Vukadinovic, Ingénieur de Recherche (Dassault-Aviation), pour avoir jugé de la recevabilité des présents travaux de Recherche, ainsi que pour leur participation au jury de thèse. Durant la procédure de recevabilité du mémoire de thèse et la soutenance de cette dernière, j'ai pu particulièrement apprécier leur disponibilité et leurs remarques judicieuses sur les études menées.

Je suis extrêmement reconnaissant à Monsieur Bruno Sauviac, Maître de Conférences à l'Université Jean Monnet de Saint Etienne (laboratoire DIOM) pour avoir pris part au jury et pour ses diverses observations constructives sur le mémoire de thèse.

J'adresse aussi de francs remerciements à Monsieur Philippe Gelin, Professeur à l'ENSTBr, à la fois pour son implication dans les études liées à la modélisation du tenseur de perméabilité des milieux ferrimagnétiques aimantés et pour sa participation à ce jury de thèse. Ces derniers remerciements sont également destinés à Monsieur Sylvain Bolioli, Ingénieur de Recherche au Département Electromagnétisme et Radar (DEMR) de l'ONERA (Toulouse). Je lui suis gré de ses remarques fructueuses sur le travail réalisé et sur les évolutions possibles de celui-ci.

Je remercie, bien évidemment, Monsieur Patrick Quéffélec, Maître de Conférences à l'UBO, pour m'avoir encadré durant ces trois dernières années. Merci aussi à lui pour m'avoir fait profiter de ses compétences aussi bien en ce qui concerne les propriétés fondamentales des milieux magnétiques, que le domaine de la caractérisation hyperfréquence, ou la conception de dispositifs en ondes centimétriques. Par ailleurs, je me dois de mentionner ici sa grande disponibilité, ainsi que le caractère constructif de ses observations, lors de la rédaction du présent mémoire.

Je ne peux oublier de citer quelques personnes sans qui ce travail n'aurait sans nul doute pas eu la réussite actuelle. Qu'Anne-Marie Konn, « toute jeune Maître de Conférences retraitée de l'UBO », soit très chaleureusement remerciée pour avoir réalisé les plus que nombreux matériaux testés et utilisés lors de cette étude, ainsi que pour les nombreuses discussions que nous avons pu avoir. Je tiens aussi à souligner l'étroite et enrichissante collaboration entretenue durant ce travail avec Jamal Ben Youssef, Ingénieur de Recherche au Laboratoire de Magnétisme de Bretagne, quant à la

caractérisation structurale des matériaux composites microstructurés et nanostructurés. Merci également à Didier Rozuel, Technicien CNRS, pour avoir réalisé les nombreux usinages d'échantillons que je lui ai demandés et, surtout, pour son ingéniosité qui nous a permis de concevoir, de manière bien plus aisée, le circuit d'isolation à base de nanocomposites.

Enfin, je souhaite remercier l'ensemble des membres du LEST, et tout particulièrement les actuels et anciens Doctorants que j'ai pu côtoyer, pour l'esprit d'équipe et la bonne humeur qui ont accompagné l'accomplissement des travaux réalisés.

« On n'aurait jamais pu atteindre le possible si dans le Monde on ne s'était pas toujours et sans cesse attaqué à l'impossible. »

MAX WEBER

SOMMAIRE

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I: APPLICATIONS DES MILIEUX MAGNETIQUES EN HYPERFREQUENCES.....	3
I. PROPRIETES GENERALES DES MILIEUX FERRITES.....	4
1. <i>CARACTERISTIQUES FONDAMENTALES POUR L'APPLICATION HYPERFREQUENCE.....</i>	4
A. <i>Corrélation entre les propriétés intrinsèques des ferrites et les performances des dispositifs hyperfréquences.....</i>	4
B. <i>Comportements statique et dynamique.....</i>	5
a. <i>Comportement statique.....</i>	5
b. <i>Comportement dynamique.....</i>	6
2. <i>LES DIFFERENTES CATEGORIES DE FERRITES.....</i>	8
A. <i>Les spinels ferrimagnétiques.....</i>	8
B. <i>Les grenats ferrimagnétiques.....</i>	9
C. <i>Les hexagonaux ferrimagnétiques.....</i>	10
3. <i>ELABORATION DES FERRITES MASSIFS POLYCRISTALLINS.....</i>	10
II. DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES A FERRITES.....	11
1. <i>DISPOSITIFS NON RECIPROQUES.....</i>	12
A. <i>Le circulateur hyperfréquence.....</i>	12
B. <i>L'isolateur hyperfréquence.....</i>	14
2. <i>AUTRES DISPOSITIFS A FERRITES.....</i>	14
III. VERS L'UTILISATION DE MATERIAUX DE SUBSTITUTION AUX FERRITES.....	15
IV. CONCLUSION DU CHAPITRE I.....	18

CHAPITRE II : CARACTERISATION HYPERFREQUENCE LARGE BANDE DES MATERIAUX ANISOTROPES AIMANTES.....	19
I. <u>DESCRIPTION GENERALE DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL</u>.....	20
II. <u>ÉTAT DE L'ART DE LA MESURE LARGE BANDE DU TENSEUR DE PERMEABILITE</u>.....	21
1. <u>METHODE DU PERMEAMETRE ENTRE 10 ET 600 MHZ</u>	21
A. <u>Principe de la mesure</u>	21
B. <u>Intérêts et inconvénients de la méthode</u>	22
2. <u>METHODE EN GUIDE D'ONDE RECTANGULAIRE EN BANDE X</u>	22
A. <u>Principe de la mesure</u>	22
B. <u>Analyse théorique de la cellule de mesure</u>	23
C. <u>Intérêts et inconvénients de la méthode</u>	23
III. <u>CHOIX D'UNE CELLULE DE MESURE EN LIGNE DE TRANSMISSION</u>.....	24
1. <u>OBTENTION D'EFFETS NON RECIPROOUES EN LIGNE MICRORUBAN</u>	24
2. <u>DESCRIPTION GENERALE DE LA CELLULE DE MESURE ET DU DISPOSITIF DE TEST ASSOCIE</u>	27
A. <u>La cellule de mesure</u>	27
B. <u>Le dispositif de test</u>	29
3. <u>NON RECIPROCITE DE LA CELLULE DE MESURE</u>	30
IV. <u>ANALYSE THEORIQUE ASSOCIEE A LA CELLULE DE MESURE</u>.....	31
1. <u>LE PROBLEME DIRECT</u>	31
A. <u>Choix de l'analyse électromagnétique</u>	31
a. <u>Les méthodes dynamiques</u>	31
b. <u>Les méthodes quasi-statiques</u>	32
B. <u>Expression des paramètres S</u>	35
a. <u>Validation sur un milieu diélectrique</u>	37
b. <u>Comparaison des paramètres S simulés et mesurés de la cellule chargée par un ferrite</u>	38
2. <u>LE PROBLEME INVERSE</u>	40
A. <u>Relations de (μ, κ, ε)</u>	40
B. <u>Validation sur des milieux diélectriques</u>	41
V. <u>APPLICATION DE LA METHODE A LA CARACTERISATION DES MILIEUX FERRITES</u>.....	43
VI. <u>CONCLUSION DU CHAPITRE II</u>.....	46

CHAPITRE III : ETUDE DU DOMAINE DE VALIDITE DE LA METHODE DE CARACTERISATION – CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE.....	47
I. <u>ANALYSE DES ERREURS DE MESURE</u>.....	48
II. <u>OPTIMISATION DE LA SENSIBILITE DE LA CELLULE DE MESURE</u>.....	49
1. <i>CHOIX DES DIMENSIONS DES MILIEUX DIELECTRIQUES INSERES DANS LA CELLULE</i>	49
2. <i>CHOIX DE L'ECHANTILLON DIELECTRIQUE A FORTE PERMITTIVITE RELATIVE (ϵ_2)</i>	50
3. <i>INFLUENCE DES DIMENSIONS DE L'ECHANTILLON MAGNETIQUE</i>	53
III. <u>DOMAINE DE VALIDITE DE L'APPROXIMATION QUASI-TEM</u>.....	56
1. <i>STRUCTURE DE PROPAGATION A VIDE</i>	56
2. <i>STRUCTURE DE PROPAGATION EN CHARGE</i>	56
A. <i>Utilisation de l'expression théorique donnée par M. Horno [85]</i>	56
B. <i>Analyse électromagnétique dynamique de la structure de propagation</i>	57
a. <i>Relation de dispersion</i>	58
b. <i>Étude paramétrique théorique du domaine de validité de l'approche quasi-statique</i>	58
IV. <u>ERREURS DE MESURE DE (μ, κ, ϵ)</u>.....	61
1. <i>EXPRESSION DES ERREURS ABSOLUES DE MESURE</i>	61
2. <i>ERREURS DE MESURE EFFECTUEES</i>	62
V. <u>CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE</u>.....	65
1. <i>ETAT DESAIMANTE : COMPARAISON MESURE – SIMULATION A PARTIR DU MODELE DE SCHLOEMANN</i>	65
2. <i>ETAT SATURE : COMPARAISON MESURE – SIMULATION A PARTIR DU MODELE DE POLDER</i>	66
3. <i>ETAT QUELCONQUE D'AIMANTATION : COMPARAISON MESURE – SIMULATION A PARTIR DES MODELES DU LEST</i>	67
A. <i>Modèle de Gelin-Berthou</i>	67
B. <i>Modèle de Bariou et al.</i>	69
4. <i>DISCUSSION</i>	70
A. <i>Aimantation entrée dans les modèles du tenseur de perméabilité</i>	70
B. <i>Facteur d'amortissement entrée dans les modèles du tenseur de perméabilité</i>	72
C. <i>Vers une amélioration du caractère prédictif des modèles</i>	74
VI. <u>CONCLUSION DU CHAPITRE III</u>.....	76

CHAPITRE IV : ANISOTROPIE MAGNETIQUE INDUITE DE MATERIAUX COMPOSITES GRANULAIRES AIMANTES.....77

I. ELABORATION DES MATERIAUX COMPOSITES MAGNETIQUES.....79

II. MESURES DES PROPRIETES ELECTROMAGNETIQUES DES COMPOSITES MAGNETIQUES...79

1. ECHANTILLON FORME DE GRAINS MAGNETIQUES DE TAILLE MICROMETRIQUE.....79
 - A. Perméabilité tensorielle effective selon le champ magnétique (H_0) appliqué...80
 - B. Comparaison des propriétés électromagnétiques d'échantillons de matériaux composites et denses ferrimagnétiques.....81
2. ECHANTILLON FORME DE GRAINS MAGNETIQUES DE TAILLE SUBMICRONIQUE.....82
 - A. Le matériau nanocomposite magnétique.....83
 - B. Éléments influençant l'anisotropie magnétique induite des nanocomposites aimantés.....85
 - a. Le champ magnétique (H_0) appliqué.....85
 - b. La concentration en espèce magnétique.....87
 - c. Le type de magnétisme des grains.....88

III. CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE.....92

1. COMPARAISON DES SPECTRES DE (μ , κ) MESURES ET CALCULES.....92
 - A. Echantillon constitué de grains microniques.....92
 - B. Echantillon constitué de grains submicroniques.....93
2. DISCUSSION.....95

IV. CONCLUSION DU CHAPITRE IV98

CHAPITRE V : ETUDE DE LA FAISABILITE D'UN ISOLATEUR HYPERFREQUENCE A RESONANCE, A BASE DE NANOCOMPOSITES.....100

I. ISOLATEURS HYPERFREQUENCES EN LIGNE MICRORUBAN : ETAT DE L'ART.....101

1. ISOLATEUR DE HINES (1971).....101
2. ISOLATEUR DE ARAKI ET AL. (1975, 1976).....102
3. ISOLATEUR DE NOGUCHI (1977).....103
4. ISOLATEUR DE KANE ET WONG (1990).....103
5. ISOLATEURS DE ALY ET EL-SHARAWY (2001, 2002).....104

II. APPLICATION DES MILIEUX NANOCOMPOSITES A UNE FONCTION D'ISOLATION	106
1. <i>LA STRUCTURE DE PROPAGATION</i>	107
2. <i>PARAMETRES DE REPARTITION</i>	107
3. <i>ELEMENTS INFLUENÇANT L'EFFET D'ISOLATION</i>	108
a. <i>Le champ magnétique (H_0) appliqué</i>	108
b. <i>La concentration en espèce magnétique</i>	109
c. <i>Le type de magnétisme des grains</i>	110
4. <i>COMPARAISON AVEC UN FERRITE « CONVENTIONNEL »</i>	111
III. OPTIMISATION DE LA STRUCTURE D'ISOLATION	112
IV. CONCLUSION DU CHAPITRE V	115
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES DE TRAVAIL	116
BIBLIOGRAPHIE	119
VALORISATION DU TRAVAIL DE RECHERCHE	131
ANNEXE 1: DIMENSIONS GEOMETRIQUES DE LA CELLULE DE CARACTERISATION HYPERFREQUENCE	133
ANNEXE 2: CONSTANTES DE PROPAGATION γ^+ et γ^- DANS L'APPROXIMATION QUASI-TEM	134
ANNEXE 3: DETERMINATION DES ELEMENTS (μ, κ, ϵ) DE L'ECHANTILLON DE MATERIAU SOUS TEST	137
ANNEXE 4: CALCUL DE LA RELATION DE DISPERSION DYNAMIQUE DE LA CELLULE DE MESURE EN LIGNE DE TRANSMISSION	142
ANNEXE 5: CALCUL DES ERREURS DE MESURE	146

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Pour répondre aux besoins actuels de développement des applications « grand public » et scientifiques du domaine des télécommunications, les concepteurs en hyperfréquences (ondes centimétriques et millimétriques) sont amenés à :

- élaborer des dispositifs fonctionnant à des fréquences élevées,
- à faire des efforts de miniaturisation des dispositifs,
- à mettre en œuvre des technologies « faible coût », en vue d'applications commerciales.

Une catégorie importante des dispositifs hyperfréquences existants est celle utilisant la propagation non réciproque des ondes électromagnétiques dans les matériaux ferrimagnétiques (ou ferrites) denses, aimantés partiellement ou à saturation par l'application d'un champ magnétique statique. En effet, de par leur forte isolation électrique aux hautes fréquences (favorisant l'interaction onde-matière) et leur propriété d'anisotropie induite sous l'action d'un champ magnétique (représentée par une perméabilité tensorielle), ces matériaux sont actuellement indispensables à la réalisation de circuits comme les circulateurs, les isolateurs, ou les déphaseurs. Les corps ferrimagnétiques denses possèdent toutefois une aimantation spontanée réduite, qui n'autorise pas une montée en fréquence d'utilisation des dispositifs les incorporant. Ils impliquent également des contraintes technologiques lors de leur fabrication. Ces limitations les rendent difficilement compatibles avec l'évolution nécessaire des applications micro-ondes. Afin d'apporter des solutions originales aux problèmes posés par une telle évolution, des travaux de recherche doivent être menés pour :

- concevoir des matériaux nouveaux ayant une forte aimantation spontanée et possédant, aux fréquences micro-ondes, des propriétés électromagnétiques (permittivité scalaire et perméabilité tensorielle) similaires à celle des ferrites denses,
- développer des modèles mathématiques suffisamment prédictifs pour simuler judicieusement l'évolution en fréquence du tenseur de perméabilité des matériaux aimantés, connaissant leurs propriétés intrinsèques, et, ainsi, prévoir la réponse des circuits non réciproques,
- mettre au point des méthodes de mesure du tenseur de perméabilité, adaptées à la forme et à la morphologie (milieu massif, couche mince ou épaisse) du matériau, et à sa bande de fréquences d'utilisation. Ces méthodes doivent permettre de caractériser le matériau dans ses conditions d'utilisation dans le dispositif et, aussi, de valider les approches théoriques du tenseur de perméabilité.

Depuis plusieurs années, le Laboratoire d'Electronique et des Systèmes de Télécommunications (LEST – UMR CNRS 6165) mène des activités de recherche concernant l'étude théorique, la fabrication et la caractérisation de milieux magnétiques dans un état fragmentaire : les ferricomposites et ferrocomposites. Ces matériaux sont, respectivement, élaborés à partir du mélange de poudres (ou grains) ferrimagnétiques et ferromagnétiques dans une matrice diélectrique (poudres diélectriques et/ou résine). Les propriétés désirées du mélange final sont obtenues par le choix judicieux des concentrations volumiques de ses constituants de base. Un tel mélange présente également l'avantage, dans le cas de poudres ferromagnétiques, d'autoriser la réalisation de composites avec une faible conductivité électrique et une forte aimantation spontanée, toutefois inférieure à celle des milieux ferromagnétiques denses (du fait de la dilution de la matière magnétique). Par ailleurs, ces milieux composites peuvent être élaborés sous forme de couches épaisses par les techniques de sérigraphie, qui sont couramment utilisées pour la réalisation des pistes métalliques (plans de masses, rubans conducteurs) des supports de transmission hyperfréquences. Ainsi, les substrats magnétiques de ces derniers et leurs pistes métalliques peuvent être déposés en une seule phase technologique, ce qui limite les coûts de réalisation des circuits. Récemment, le laboratoire

s'est intéressé aux propriétés électromagnétiques de composites magnétiques formés de grains de taille nanométrique (nanocomposites). Les études réalisées ont concerné la dépendance en fréquence et en composition de la perméabilité scalaire de nanocomposites ferrimagnétiques désaimantés, pour l'élaboration éventuelle de fonctions micro-ondes réciproques. Le travail présenté dans ce mémoire s'inscrit dans ce contexte d'application des milieux composites magnétiques à la réalisation de circuits hyperfréquences. Il s'agit de proposer une formulation originale de nanocomposites magnétiques granulaires, anisotropes sous champ magnétique, et d'optimiser leurs propriétés pour la mise en œuvre de dispositifs non réciproques aux performances comparables à celles des circuits à ferrites.

Dans le premier chapitre du mémoire, les propriétés fondamentales des ferrites aimantés, ainsi que les principaux dispositifs hyperfréquences les utilisant, sont décrits. Nous présentons ensuite les matériaux magnétiques nouvellement développés pour éviter les contraintes physiques et technologiques des milieux ferrimagnétiques denses et permettre de répondre au cahier des charges des futurs dispositifs micro-ondes. La nécessité de concevoir des matériaux substitutifs aux ferrites, pouvant être intégrés dans des circuits non réciproques, est alors mise en évidence.

Le second chapitre a pour objet les techniques de mesure haute fréquence et large bande du tenseur de perméabilité des matériaux aimantés. Une première partie de chapitre est consacrée à un état de l'art des méthodes existantes. Les intérêts et inconvénients de celles-ci y sont présentés. Nous donnons ensuite un descriptif général de la méthode de mesure non itérative que nous avons mise au point, pour faire face aux inconvénients cités et caractériser les matériaux dans un environnement analogue à celui existant dans les circuits en technologie planaire. L'intérêt de la méthode de caractérisation est enfin illustré à travers la présentation de résultats de mesure du tenseur de perméabilité de ferrites polycristallins commerciaux, indépendamment de leur état d'aimantation.

Une troisième partie définit le domaine d'application de la technique de mesure large bande développée, ainsi que l'analyse d'erreur associée. La configuration expérimentale optimale de la cellule de test, assurant une mesure sensible du tenseur de perméabilité et de la permittivité relative du milieu à caractériser, est alors déterminée. Les erreurs de mesure de ces paramètres sont aussi présentées. La technique de caractérisation est finalement mise à profit pour comparer le tenseur de perméabilité mesuré de ferrites denses à celui théorique donné par des modèles mathématiques existants, afin de vérifier leur validité.

Sa bonne sensibilité magnétique étant obtenue, la technique de caractérisation est appliquée, au chapitre IV, à la mesure de la perméabilité tensorielle effective de composites granulaires microstructurés puis nanostructurés aimantés. Les résultats expérimentaux présentés montrent l'existence d'une forte anisotropie induite des nanocomposites aimantés, fonction du champ magnétique appliqué, des constituants et du type de magnétisme (ferrimagnétisme et/ou ferromagnétisme) des grains formant le composite. Ces résultats sont ensuite comparés à ceux issus d'un modèle théorique du tenseur de perméabilité développé au LEST.

Après un état de l'art des fonctions d'isolation hyperfréquence en ligne microbande, sur substrat ferrite aimanté perpendiculairement à son plan, la dernière partie du mémoire concerne l'utilisation des matériaux nanocomposites, auparavant caractérisés, pour réaliser un isolateur à résonance entre 4.5 et 7.5 GHz. Nous mettons particulièrement en évidence la corrélation étroite entre les performances de l'isolateur et la propriété tensorielle de la perméabilité du composite nanostructuré. Puis, les caractéristiques mesurées de l'isolateur à base de nanocomposites sont comparées à celles obtenues lorsqu'il contient un ferrite grenat dense. Ces comparaisons démontrent l'intérêt d'utiliser la matière finement divisée aimantée pour la conception future des circuits micro-ondes non réciproques.

CHAPITRE I :

APPLICATIONS DES MILIEUX MAGNETIQUES EN HYPERFREQUENCES

CHAPITRE I :

APPLICATIONS DES MILIEUX MAGNETIQUES EN HYPERFREQUENCES

L'aimantation spontanée dans les oxydes magnétiques a été principalement observée au cours du 19^{ème} siècle. Ce n'est qu'à partir de 1930 environ que des recherches systématiques sur les ferrites ont été menées. Ces milieux présentent des compositions chimiques diverses, conduisant à des propriétés magnétiques variées, allant de celles des matériaux magnétiques « doux » à celles des aimants permanents. Le caractère faiblement conducteur des substances ferrimagnétiques permet une pénétration d'une onde haute fréquence (onde centimétrique ou millimétrique) dans le matériau et autorise une forte interaction entre l'onde et l'aimantation interne à la matière. La possibilité de contrôler la propagation de l'onde dans un tel milieu par l'application d'un champ magnétique statique ou alternatif, a permis la réalisation de plusieurs dispositifs hyperfréquences indispensables à la réalisation de fonctions de traitement du signal (radars, télécommunications par satellites, compatibilité électromagnétique, etc.). Selon la fonction visée, les dispositifs sont réciproques (filtre, déphaseur pour antennes à balayage, etc.) ou non réciproques (circulateur, isolateur, etc.). Ces derniers constituent la catégorie principale des circuits hyperfréquences à ferrites. Ils exploitent le fait que l'onde électromagnétique se propage différemment selon son sens de propagation dans la matière ferrimagnétique aimantée.

Le premier objectif de ce chapitre est de présenter les ferrites, ainsi que leurs propriétés physiques qui en font des matériaux de choix pour la réalisation de certains dispositifs hyperfréquences. Le lien étroit entre ces propriétés et les performances des dispositifs sera particulièrement mis en évidence. Les principaux dispositifs à ferrites seront ensuite décrits et les limites physiques et technologiques de la matière ferrimagnétique, vis-à-vis des nouvelles applications du domaine des télécommunications, seront définies. Nous présenterons alors les solutions proposées en terme de matériaux de substitution potentiels aux corps ferrimagnétiques, en vue d'une plus forte intégration et d'une réduction des coûts de fabrication des circuits hyperfréquences magnétiques. Cette présentation illustrera la nécessité de développer des moyens théoriques et expérimentaux pour déterminer et améliorer les performances de ces matériaux substitutifs, avant leur intégration dans un dispositif micro-ondes.

II. PROPRIETES GENERALES DES MILIEUX FERRITES

Les ferrites sont des céramiques à base d'oxydes métalliques dérivant de la magnétite (Fe_2O_3 , FeO), substance magnétique la plus anciennement connue. En début de cette partie, leurs caractéristiques physiques spécifiques, qui en font d'excellents candidats pour la réalisation de multiples fonctions hyperfréquences, seront exposées. Les différents types de structures cristallographiques (spinelle et grenat (structures cubiques) puis hexagonale) de ces milieux, ayant permis leur utilisation dans une gamme de fréquences étendue (typiquement entre 30 MHz et 100 GHz), seront ensuite présentés. Enfin, nous décrirons le processus principal d'élaboration des ferrites sous forme massive, qui furent initialement employés dans les dispositifs hyperfréquences et qui le sont encore aujourd'hui. Cette description permettra d'illustrer les difficultés de fabrication de tels matériaux.

I CARACTERISTIQUES FONDAMENTALES POUR L'APPLICATION HYPERFREQUENCE

De la même manière que pour les substances métalliques ferromagnétiques, les corps ferrimagnétiques sont constitués d'atomes, d'ions, de molécules possédant un moment magnétique permanent. Ils présentent les propriétés, exposées sommairement ci-après, qui sont essentielles au fonctionnement de nombreux circuits micro-ondes. De plus amples détails sur ces dernières peuvent être, par exemple, relevés dans les références bibliographiques [1]-[4].

A. Corrélation entre les propriétés intrinsèques des ferrites et les performances des dispositifs hyperfréquences

L'aimantation à saturation (ou spontanée) des ferrites est bien plus faible que celle des milieux ferromagnétiques. En effet, les valeurs d'aimantation à saturation ($4\pi M_s$) pour ces derniers peuvent atteindre 22 kG alors qu'elles sont typiquement d'environ 5 kG pour les ferrites spinels, par exemple. Cette faible aimantation à saturation du milieu ferrimagnétique est à relier à l'orientation globalement anti-parallèles des aimantations dans les sous-réseaux constituant le réseau cristallin. L'aimantation à saturation du ferrite doit être choisie avec attention car elle va fixer la fréquence de travail du dispositif hyperfréquences le contenant. Par exemple, une aimantation ($4\pi M_s$) réduite autorise une augmentation du niveau de puissance supportable par le matériau, sans générer d'effets non linéaires, ainsi qu'une diminution des pertes d'insertion du dispositif, à une fréquence inférieure à celle de résonance gyromagnétique du matériau. Par contre, elle va limiter la bande de fréquences d'utilisation du dispositif et engendrer une perméabilité initiale statique plus faible du matériau, traduisant une interaction moindre entre celui-ci et l'onde hyperfréquence.

L'ordre antiparallèle des moments magnétiques entre les sous-réseaux cristallins est aussi à l'origine des variations particulières des aimantations à saturation de certains ferrites, en fonction de la température. Une température dite de compensation (ou de Néel), à laquelle les aimantations spontanées des sous-réseaux magnétiques sont identiques, peut apparaître, conduisant à une annulation de l'aimantation résultante du matériau. L'existence d'une telle température de compensation, inférieure à celle de Curie, peut être intéressante pour une application soumise à des contraintes de stabilité en température, car elle conduit à une valeur quasi-constante de l'aimantation à saturation sur une gamme importante de températures.

A l'inverse des métaux et alliages métalliques, les ferrites présentent une forte résistivité électrique ($> 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$) en hyperfréquences, liée à de très faibles courants de Foucault, autorisant leur utilisation à l'état dense. Leur facteur de pertes diélectriques est ainsi situé sensiblement entre 10^{-3} et 10^{-4} , pour une constante diélectrique comprise entre 11 et 17. Une forte pénétration du champ électromagnétique dans le matériau est alors permise, le rendant bon candidat pour des applications micro-ondes.

Un certain nombre de paramètres intrinsèques permettent de quantifier l'évolution dynamique des pertes magnétiques du matériau, en fonction de caractéristiques externes à celui-ci (champ magnétique appliqué, puissance injectée, température, etc.) :

- la largeur de raie (ΔH) définit les pertes magnétiques à la résonance gyromagnétique du mode uniforme du matériau ; autrement dit lorsque tous les moments magnétiques précèdent en phase. Tout comme l'aimantation à saturation, elle va fixer la largeur de bande utile du dispositif micro-onde. Par exemple, un matériau possédant une faible largeur (ΔH) présentera, à l'état saturé, une forte localisation de ses pertes magnétiques autour de sa fréquence de résonance gyromagnétique. Ceci aura un intérêt particulier pour un dispositif fonctionnant hors gyrorésonance, qui pourra alors être utilisé jusque la fréquence de gyrorésonance du matériau et immédiatement après. Les ferrites monocristallins possèdent une largeur de raie (ΔH) réduite. Une largeur de raie (ΔH) de 0.1 Oe à 10 GHz a ainsi pu être obtenue pour un ferrite de grenat d'Yttrium-Fer (YIG) [4]. En revanche, pour les ferrites polycristallins utilisés préférentiellement aux monocristaux qui impliquent un important coût de fabrication, les largeurs de raie (ΔH) mesurées sont bien plus importantes, de l'ordre de 10 à 100 Oe. Ces fortes valeurs sont liées à la présence de défauts et impuretés cristallines multiples dans le matériau (pores, joints de grains, inhomogénéité du champ magnétique interne due à l'énergie d'anisotropie magnétocristalline propre à chaque grain, etc.),

- la notion de largeur de raie effective (ΔH_{eff} , [5]) rend compte des pertes magnétiques hors de la zone de gyrorésonance. Les pertes d'insertion du dispositif hyperfréquence considéré seront d'autant réduites que ΔH_{eff} sera faible,

- une dernière largeur de raie (ΔH_k) caractérise l'apparition d'une résonance supplémentaire à celle gyromagnétique, dans le spectre de perméabilité du matériau. Cette résonance subsidiaire, liée à un couplage du mode de précession uniforme à des modes d'ondes de spin [6], va générer des effets non linéaires et augmenter les pertes d'insertion du dispositif.

A travers leur influence sur les propriétés statiques des ferrites, comme l'aimantation rémanente (M_r), le champ magnétique coercitif (H_c), et la perméabilité initiale (μ_i), propriétés gouvernant l'allure du cycle d'hystérésis magnétique (ou cycle d'aimantation), les paramètres intrinsèques, présentés ci-avant, affectent directement les performances de l'application visée. En règle générale, une forte température de compensation, un faible champ coercitif (H_c), une forte aimantation rémanente (M_r), une forte perméabilité (μ_i), ainsi que des faibles énergies d'anisotropie et magnétoélastique (caractéristiques d'un matériau magnétique dit « doux ») sont recherchées afin d'avoir une forte rectangularité du cycle d'hystérésis et réduire les pertes par hystérésis.

B. Comportements statique et dynamique

a - Comportement statique

En l'absence d'un champ magnétique extérieur exciteur, la matière magnétique polycristalline est doublement subdivisée (Fig. I. 1), quand elle est constituée de grains magnétiques de diamètre suffisamment important. En effet, des domaines magnétiques (ou domaines de Weiss)

apparaissent alors à l'intérieur de chaque grain magnétique et s'arrangent spontanément les uns par rapport aux autres pour minimiser son énergie interne, fonction des différentes énergies d'anisotropie magnétique et de l'énergie d'échange d'Heisenberg [3]. A l'intérieur de chaque domaine, plusieurs moments magnétiques élémentaires existent. Pour garantir la minimisation énergétique évoquée ci-dessus, et notamment réduire l'énergie de désaimantation, deux domaines adjacents sont séparés par une zone transitoire (paroi), dans laquelle l'aimantation change progressivement d'orientation pour passer de celle d'un domaine à celle de son voisin. Les parois vont relaxer à une fréquence donnée (quelques dizaines de MHz) dépendant de la taille de grain magnétique et de l'énergie d'anisotropie et, se faisant, engendrer des pertes magnétiques additionnelles [3].

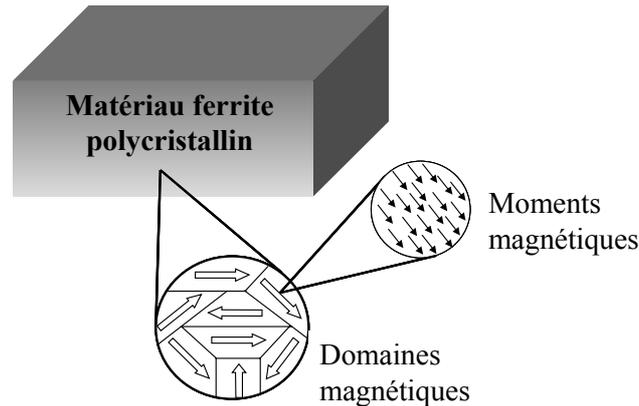


Fig. I. 1 : Subdivision en domaines d'un grain magnétique constituant un ferrite polycristallin.

Comme l'indique la figure ci-dessus, l'aimantation interne à chaque domaine magnétique est, a priori, orientée aléatoirement dans l'espace, pour un milieu ferrimagnétique polycristallin désaimanté (aucun champ magnétique extérieur appliqué). L'aimantation macroscopique du matériau, somme des contributions des différents domaines élémentaires, est alors nulle. Sous l'action d'un champ magnétique extérieur perturbateur, les moments magnétiques vont sortir de leur position initiale d'équilibre. Deux mécanismes élémentaires interviennent dans les processus d'aimantation :

- les parois magnétiques se déplacent tout d'abord pour favoriser le volume des domaines magnétiques dont l'aimantation interne est orientée favorablement par rapport à la direction du champ magnétique appliqué, afin de minimiser leur énergie et, de fait, l'énergie globale du milieu,
- quand aucune paroi magnétique n'est présente ou lorsque les parois existantes sont figées, le milieu s'aimante par rotation des moments magnétiques qui tendent à s'aligner selon la direction d'application du champ magnétique extérieur. C'est le cas lorsque le grain magnétique est monodomaine, autrement dit pour un échantillon de matériau formé de grains de tailles micrométriques, proche de la saturation (aimantation $4\pi M \approx 4\pi M_s$), ou pour un échantillon constitué de grains de tailles submicroniques.

b - Comportement dynamique

Les propriétés dynamiques des milieux ferrimagnétiques aimantés vont influencer directement sur leur perméabilité et, par conséquent, sur les performances des dispositifs hautes fréquences les incorporant. De la même manière que les propriétés statiques évoquées ci-dessus, ces propriétés sont intimement dépendantes de la structuration interne de la matière et, en particulier, de l'arrangement des moments magnétiques (existence ou non de domaines et parois au niveau du grain magnétique).

Il est bien connu que, pour minimiser leur énergie potentielle, les moments magnétiques au niveau des inclusions magnétiques (domaine, grain) d'un ferrite aimanté tendent à s'aligner spontanément selon la direction d'application du champ magnétique excitateur. Cet alignement s'effectue progressivement et s'accompagne d'un mouvement de précession du moment magnétique amorti dans le temps, du fait des propriétés dissipatives du milieu ferrite. Lorsqu'un champ magnétique hyperfréquence transverse à la direction du champ magnétique appliqué agit également sur le moment magnétique et que sa fréquence est identique à celle de précession naturelle, une résonance d'origine gyroscopique, communément appelée résonance gyromagnétique, est produite. Elle s'accompagne d'une absorption du signal hyperfréquence différente suivant que le mouvement de précession du moment magnétique soit de même sens ou de sens opposé à celui de précession naturelle. Dans le premier cas, l'angle de précession entre le vecteur moment magnétique et le vecteur champ magnétique appliqué est élevé alors que, dans le second cas, il est réduit.

Pour tenir compte de cette absorption énergétique, un facteur d'amortissement (α_G), encore appelé facteur phénoménologique de pertes, est introduit dans l'équation d'évolution temporelle du moment magnétique (\vec{M}). Ce facteur est directement lié à la largeur de raie de gyrorésonance (ΔH). En considérant le modèle de Landau-Lifshitz-Gilbert [7],[8], il vient :

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma_g \vec{M} \wedge \vec{H}_i + \frac{\alpha_G}{M_s} \vec{M} \wedge \frac{d\vec{M}}{dt} \quad \text{avec} \quad \alpha_G = \frac{\gamma_g \cdot \Delta H}{2f_i} \quad [8] \quad (\text{Eq. I. 1})$$

Les termes γ_g et H_i intervenant dans ces relations désignent, respectivement, le rapport gyromagnétique (≈ 2.8 MHz/Oe pour un facteur de Landé de 2) et le champ magnétique statique interne H_i , qui est uniforme et est exprimé en Oersted (Oe). Le vecteur de ce dernier est exprimé comme la somme des vecteurs champ magnétique appliqué, champ d'échange, champ d'anisotropie magnétique et champ de désaimantation [1]. f_i est la fréquence de résonance gyromagnétique ($f_i = \gamma_g H_i$).

Tenseur de perméabilité

La résolution de l'équation d'évolution du moment magnétique (Eq. I. 1), dans l'approximation « petit signal », conduit à une relation d'anisotropie entre le vecteur induction magnétique et le champ magnétique, s'exprimant à travers une forme tensorielle de la perméabilité telle que, pour un champ magnétique extérieur appliqué suivant l'axe y du repère cartésien :

$$\vec{\mu} = \mu_0 \begin{pmatrix} \mu & 0 & j\kappa \\ 0 & 1 & 0 \\ -j\kappa & 0 & \mu \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \mu = 1 + \frac{f_m \cdot (f_i + j\alpha_G f)}{(f_i + j\alpha_G f)^2 - f^2} \\ \kappa = \frac{f_m \cdot f}{(f_i + j\alpha_G f)^2 - f^2} \end{cases} \quad (\text{Eq. I. 2})$$

Les expressions de l'élément diagonal (μ) et de l'élément non diagonal (κ) du tenseur de perméabilité précédent ont été établies par Polder en fonction de la fréquence (f) du signal propagé, de la fréquence de résonance gyromagnétique (f_i) et de la fréquence (f_m) qui est proportionnelle à l'aimantation à saturation du milieu ($f_m = \gamma_g \cdot 4\pi M_s$) [9]. Elles ne tiennent pas compte des champs d'échange et de désaimantation et ne sont donc valables que dans le cas d'une précession uniforme de moments magnétiques uniaxiaux et unidirectionnels. Par conséquent, elles sont exploitables à l'échelle du domaine magnétique ou quand le ferrite est dans un état d'aimantation complètement saturé ; le

domaine ou ferrite étant supposé infini. Afin de tenir compte des dimensions finies du milieu réel, des effets de désaimantation selon les trois directions du repère cartésien ont été introduits par Kittel [10], dans les relations de (μ, κ) de Polder (Eq. I. 2).

La présence d'un terme extra-diagonal $(\pm j\kappa)$ dans la matrice de perméabilité de second rang ci-avant est due à une quadrature de phase entre le champ magnétique hyperfréquence selon la direction z de propagation du signal dans le milieu et celui suivant la direction x du repère cartésien. Cette quadrature de phase est liée au temps mis par le moment magnétique (M) pour précesser autour de la direction d'application du champ magnétique. Les éléments $(+j\kappa)$ et $(-j\kappa)$ représentent, respectivement, la non colinéarité entre les perméabilités du matériau selon les axes x et z du repère cartésien puis selon les axes z et x de ce même repère. Ils traduisent l'anisotropie induite du milieu, sous l'action de la commande magnétique extérieure, et sont responsables du comportement non réciproque de la propagation d'une onde électromagnétique dans un matériau ferrite. Ce comportement est notamment à la base du fonctionnement des isolateurs à résonance à ferrites [11].

Effet Polder – Smit

Sous certaines conditions, des interactions dynamiques entre domaines magnétiques voisins peuvent apparaître et modifier les conditions de résonance gyromagnétique. Polder et Smit ont donné une explication qualitative de ce phénomène [1], [12].

Le mouvement de précession du vecteur aimantation induit l'existence de pôles magnétiques au niveau de la paroi magnétique séparant les domaines, qui vont générer des champs de désaimantation dynamiques locaux. Selon la forme des domaines, les champs de désaimantation ainsi créés ont une valeur nulle ou égale à l'aimantation à saturation du milieu, pour un champ magnétique hyperfréquence alternatif respectivement perpendiculaire ou parallèle à la paroi. Un étalement des pertes magnétique apparaît alors, pour des fréquences comprises entre $\gamma_g H_i$ et $\gamma_g (H_i + 4\pi M_s)$; γ_g étant toujours le rapport gyromagnétique et H_i le champ magnétostatique interne correspondant au champ d'anisotropie du matériau dans un état désaimanté.

2 LES DIFFERENTES CATEGORIES DE FERRITES

Pour permettre la réalisation de dispositifs utilisables de manière optimale dans une bande de fréquences micro-ondes donnée, plusieurs types de matériaux ferrimagnétiques ont du être élaborés. Trois catégories principales de matériaux émergent : les ferrites spinels, grenats et hexagonaux. Pour chacune d'entre elles, les multiples substitutions ioniques possibles dans les sous-réseaux cristallins ont permis, et permettent toujours, de sélectionner et d'améliorer les propriétés des matériaux selon l'application visée.

A. Les spinels ferrimagnétiques

Les ferrites à structure cristalline spinelle sont principalement employés entre 3 et 30 GHz. Ils ont pour formule chimique générale $M^{2+}Y_2^{3+}O_4^{2-}$; M étant un cation bivalent (Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Mg^{2+} , Li^{2+} , Zn^{2+}) ménagé entre 4 ions oxygène voisins (site tétraédrique) et Y un cation trivalent (Fe^{3+} , etc.) ménagé entre 6 ions oxygène voisins (site octaédrique). La plus ancienne famille est celle du spinel de Mg, Mn qui est peu utilisée actuellement, bien que nécessitant des coûts de matière réduits, de par sa faible valeur de température de Curie (inférieure à 320°C pour $Mg^{2+}Fe_2^{3+}O_4^{2-}$). Les ferrites de Nickel sont encore employés, du fait de leurs fortes aimantation à saturation et température de Curie, ainsi que leur bonne tenue en puissance. Les ferrites de lithium sont couramment utilisés en raison, également, de leurs fortes aimantation à saturation et température de Curie mais, aussi, de leur

valeur réduite de largeur de raie hors gyrorésonance (ΔH_{eff}). Le tableau I. 1 ci-dessous illustre quelques substitutions cationiques possibles et les propriétés statiques des matériaux correspondantes.

Ions divalents	Ions trivalents substitués	Fondants et dopants	Aimantation à saturation ($4\pi M_s$, G)	Température de Curie (T_c)	Largeur de raie de gyrorésonance (ΔH , Oe)	Largeur de raie hors gyrorésonance (ΔH_{eff} , Oe)
Mg, Mn	Fe		2150	320	540	2.5
Mg, Mn	Fe, Al		750 – 2000	90 – 290	100 – 250	2.1 – 5.2
Ni, Zn	Fe		4000 – 5000	375 – 400	160 – 340	15 – 25
Ni, Co	Fe, Al		500 – 3000	120 – 585	100 – 900	20 – 40
Ni, Mg	Fe, Ti		1800	500	700	> 45
Li, Mn	Fe	Bi	3750	640	650	1.5
Li, Mn	Fe, Ti	Bi, Co	1000 - 2900	300 - 500	300 - 500	1.5 - 9

Tab. I. 1 : Substitutions cationiques possibles pour les structures spinelles et propriétés intrinsèques correspondantes [2].

B. Les grenats ferrimagnétiques

Les ferrites grenats, dont le plus connu est le grenat d'Yttrium- Fer (YIG, $Y_3Fe_5O_{12}$), ont comme formule chimique générale $M_3^{3+}Fe_5^{3+}O_{12}^{2-}$; M étant un élément des terres rares. De par leur caractère fortement isolant, ils sont les plus employés pour des applications hyperfréquences malgré leur faible aimantation à saturation, limitant leur utilisation sensiblement entre 30 MHz et 9 GHz, leur faible température de Curie et le coût des terres rares. Ils présentent également les plus faibles pertes magnétiques (ΔH et ΔH_{eff} réduits). La présence d'un troisième site cristallographique dodécaédrique (un cation entouré de 8 ions oxygène) autorise aussi d'importantes substitutions cationiques conduisant à une multitude de propriétés statiques (Tab. I. 2) et permettant de répondre à de multiples exigences technologiques. Par ailleurs, un dopage avec des ions relaxant rapidement (Co, Ho, Dy) permet aux grenats de supporter des niveaux de puissance élevés. C'est le cas de l'ion Dysprosium (Dy) qui induit très peu de pertes magnétiques additionnelles, à largeur de raie d'ondes de spin (ΔH_k) donnée.

Terres rares et substitution	Fer et substitution	Dopant	Aimantation à saturation ($4\pi M_s$, G)	Température de Curie (T_c)	Largeur de raie de gyrorésonance (ΔH , Oe)	Largeur de raie hors gyrorésonance (ΔH_{eff} , Oe)
Y	Fe, Al, (Mn)	Dy, Co	175 – 1200	85 - 220	25 – 140	2 – 15
Y, Gd	Fe, Al, (Mn)	Dy, Ho	150 – 1400	150 – 280	50 – 100	7 – 16
Y, Ca	Fe, Zr		1950	240	10	2
Y, Ca	Fe, V, In	Dy	870	175	55	10

Tab. I. 2 : Substitutions cationiques possibles pour les ferrites grenats et propriétés intrinsèques correspondantes [2].

C. Les hexagonaux ferrimagnétiques

La caractéristique principale des milieux hexagonaux ferrimagnétiques (ou hexaferrites) est d'être « durs », de par leur très fort champ d'anisotropie magnétique intrinsèque, de 100 à 1000 fois supérieur à celui des spinels et grenats, et pouvant atteindre 35 kOe. Cette forte valeur d'anisotropie interne conduit à une faible perméabilité initiale mais permet avantageusement leur emploi pour la réalisation de dispositifs en ondes millimétriques, de 30 GHz jusqu'à environ 100 GHz. En effet, une valeur réduite de champ magnétique extérieur est alors suffisante pour amener la fréquence de gyrorésonance du matériau dans cette gamme de fréquences. Les dispositifs à base d'hexaferrites fonctionnent d'ailleurs, généralement, à la rémanence du matériau. A titre de comparaison, le champ magnétique appliqué pour amener la gyrorésonance des milieux ferrites spinels ou grenats dans cette bande de fréquences est supérieur à 20 kG. La forte énergie d'anisotropie magnétique de ces matériaux est en partie liée à l'existence de sites à 5 ions d'oxygène entourant les ions fer, en plus des sites tétraédriques et octaédriques. Ces matériaux possèdent également une aimantation à saturation avoisinant 5 kG et ont une largeur de raie de gyrorésonance (ΔH) supérieure à 50 Oe, pour une température de Curie de 450 °C. Le composé hexaferrite de base est le ferrite de Baryum ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) mais de nombreux autres composés hexagonaux ferrimagnétiques à haute anisotropie existent. Ils sont classés en quatre familles structurales : la structure M (type magnétoplombite), la structure W, la structure Y (type ferroplana) et la structure Z, avec de nombreuses substitutions ioniques possibles.

3 ÉLABORATION DES FERRITES MASSIFS POLYCRISTALLINS

Dans cette partie, nous décrivons le processus habituellement utilisé pour réaliser les ferrites massifs polycristallins qui sont, pour les raisons économiques déjà évoquées, ceux principalement utilisés pour des applications « grand public ».

La réalisation d'une pièce d'un tel matériau repose généralement sur une technique céramique classique (métallurgie des poudres) qui implique quatre étapes principales :

- la synthèse d'une poudre magnétique,
- la mise en forme,
- le frittage,
- l'usinage de l'échantillon.

Les oxydes ou carbonates nécessaires, de pureté au moins égale à 99 %, sont tout d'abord pesés pour obtenir la quantité requise de produits de base. Les différents produits sont ensuite mélangés à l'aide de broyeurs à billes en acier, dans de l'eau généralement, pendant une durée donnée, dépendant de l'homogénéité recherchée du mélange. Ce dernier est ensuite séché puis calciné entre 700 et 1200°C suivant le ferrite. La poudre résultante est à nouveau broyée dans les mêmes conditions que le mélange initial. Avant la mise en forme, une phase de granulation de la poudre est effectuée. Pour cela, un liant organique (alcool polyvinylique, par exemple) dissout dans l'eau est incorporé à la poudre. Après évaporation de l'eau, la poudre granulée est tamisée pour assurer une taille de grain maximale.

Puis, le milieu granulaire est compacté, dans un moule en acier, à la forme (tore, plaquette, etc.) et aux dimensions choisies en tenant compte des retraits intervenant lors de la phase de frittage et des dimensions finales attendues de l'échantillon. L'opération de compactage de la poudre peut être assurée à l'aide d'une presse appliquant une pression uniaxiale, à froid, pouvant atteindre plusieurs centaines de MPa (typiquement 150 MPa).

Le produit obtenu est chauffé à hautes températures (fritté) afin de le densifier au maximum, par réduction de la porosité intergranulaire. La température de frittage est habituellement inférieure de quelques dizaines de degrés à celle de fusion du composé. A titre d'exemple, les températures de frittage des grenats au Ca, du ferrite de Nickel et du ferrite de Lithium, sont d'environ 1400, 1250 et 1000 °C, respectivement.

Une fois fritté, l'échantillon de matériau peut être usiné pour aboutir aux dimensions désirées (typiquement quelques mm³).

La mise en œuvre d'un ferrite massif polycristallin est ainsi complexe. Au final, l'échantillon résultant est dur et a un caractère fortement « cassant ». Il s'agit d'un matériau dense, dont la porosité est comprise entre 0.3 et 3 % en concentration volumique. Il est formé de grains magnétiques dont le diamètre moyen varie sensiblement entre 5 et 30 µm. Ses conditions de réalisation (durée du broyage, pression appliquée, cycle de température lors de la phase de frittage, etc.) vont influencer directement sur ses comportements statique et dynamique et donc sur ses performances ultérieures au sein du dispositif. Un pressage isostatique à chaud, remplaçant les phases de pressage uniaxial à froid et de frittage, permet d'améliorer la régularité des tailles de grains et de réduire la porosité entre eux-ci. Une telle technique est cependant onéreuse.

III. DISPOSITIFS HYPERFREQUENCES A FERRITES

Étant donné le nombre plus que conséquent des dispositifs hyperfréquences passifs à ferrites, notre prétention n'est nullement de les décrire tous ici. Une revue plus générale de ceux existants peut être trouvée dans les références [4], [13]-[15], par exemple.

La figure I. 2 présente les principaux dispositifs utilisant les propriétés induites par la propagation d'une onde hyperfréquence dans un matériau ferrite polycristallin. En pratique, l'échantillon de ferrite se présente sous forme massive mais également, comme nous le verrons, de plus en plus fréquemment sous forme de couche mince ou épaisse.

Le fonctionnement de ces dispositifs repose sur l'un, voire plusieurs, des effets suivants :

- la rotation de Faraday : une onde **Transverse Electro-Magnétique (TEM)** entrant dans un ferrite, aimanté suivant la direction de propagation de l'onde, est décomposée en deux ondes respectivement polarisées circulaire gauche et droite. L'une des ondes polarisées circulairement va évoluer dans le sens de la gyrorésonance, entraînant une forte interaction onde-matière. L'autre onde évoluera en sens inverse à celui de la gyrorésonance, conduisant à une faible interaction onde-matière. Cette propriété produit une rotation du plan de polarisation de l'onde TEM initiale,

- le phénomène de résonance gyromagnétique, conduisant à une forte absorption de l'onde électromagnétique se propageant dans le matériau, lorsqu'un champ magnétique hyperfréquence polarisé elliptiquement est perpendiculaire à la direction de l'aimantation, comme mentionné précédemment,

- le déplacement de champs : la distribution des champs hyperfréquences, transverse à la direction de propagation de l'onde électromagnétique dans le ferrite, est déplacée dans la structure de propagation, résultant en une concentration plus ou moins importante des champs dans le matériau,

- les effets non linéaires engendrés pour de forts niveaux de puissance injectés au ferrite,

- l'existence de modes ou ondes de spin non uniformes : pour des ondes de faible longueur d'onde, des modes de propagation non uniformes sont excités et un déphasage spatial dans l'évolution des moments magnétiques existe. Lorsque la longueur d'onde d'une telle onde est de l'ordre de grandeur des dimensions de l'échantillon de ferrite, celle-ci est dite « onde magnétostatique » ; le milieu étant alors aimanté uniformément à l'état statique.

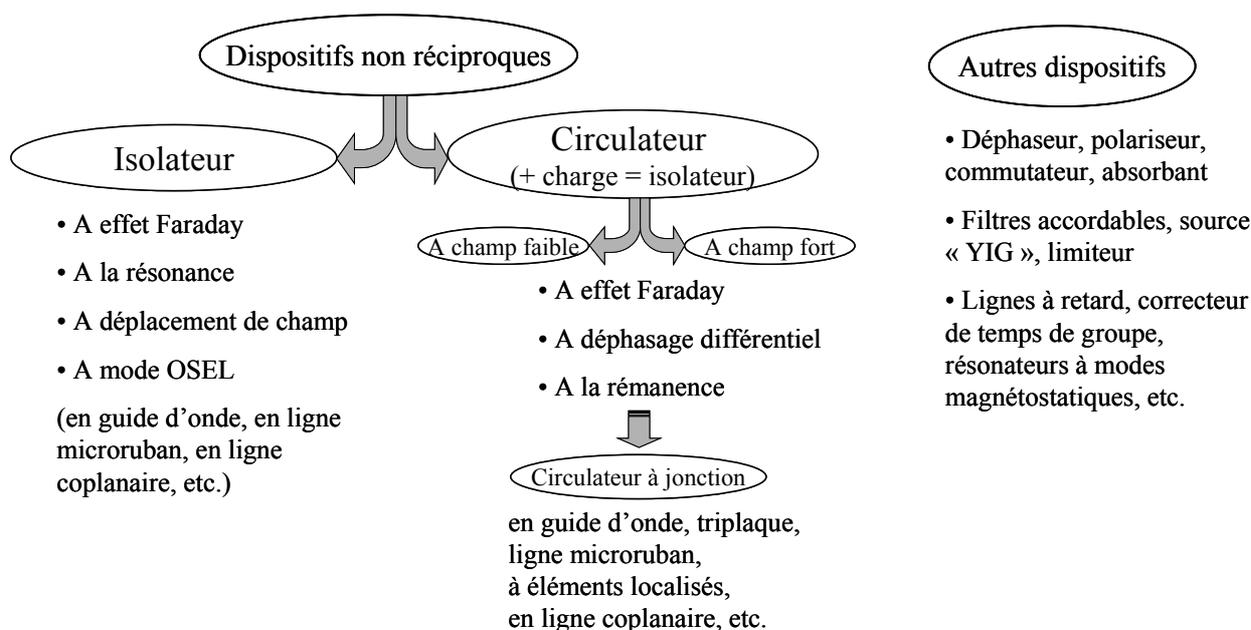


Fig. I. 2 : Principaux dispositifs hyperfréquences à ferrites.

1 DISPOSITIFS NON RECIPROQUES

Les propriétés d'anisotropie induite des ferrites aimantés sont tout d'abord indispensables au bon fonctionnement des dispositifs non réciproques passifs que sont les circulateurs et les isolateurs.

A. Le circulateur hyperfréquence

Le circulateur a pour rôle essentiel de séparer la voie émission des autres parties d'un système de transmission (téléphone mobile, duplexeurs de radar, etc.). Son utilisation permet alors d'émettre et recevoir avec un même dispositif. Il peut aussi être employé pour isoler deux fonctions susceptibles d'interagir entre elles. Les circulateurs sont formés d'au moins trois ports d'accès [16]. Ceux exploitant l'anisotropie induite des matériaux ferrites spinels ou grenat, partiellement aimantés, sont généralement à jonction en Y ou à éléments localisés (Fig. I. 3). Les premiers cités sont principalement réalisés en structure triplaque ou microruban. Le fonctionnement optimal du circulateur est tel que, lorsqu'un champ magnétique statique est appliqué perpendiculairement au plan du ferrite (Fig. I. 3(a)), le signal micro-onde entrant sur un port d'accès donné est quasi-uniquement transmis à l'un des deux autres ports. Le ferrite se présente essentiellement sous forme massive.

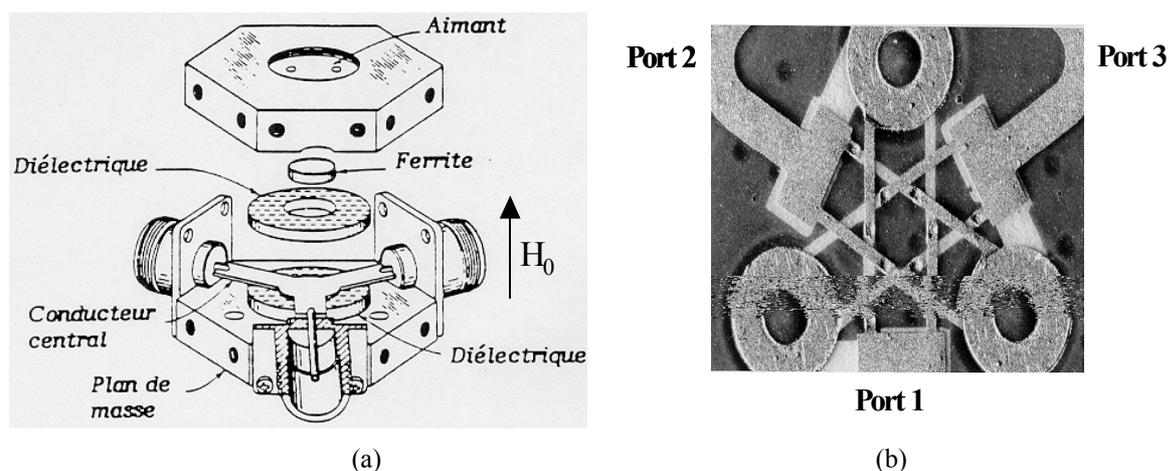


Fig. I. 3 : Circulateurs à base de ferrites massifs. (a) Circulateur à jonction en Y, (b) Circulateur à éléments localisés.

Les applications actuelles du secteur des télécommunications impliquent que les circulateurs opèrent dans une gamme de températures importante, comprise, par exemple, entre -40 et 85 °C pour des applications militaires. La bande de fréquences utilisable doit être large, avec de très faibles pertes d'insertion ($\ll 1$ dB) du port incident vers le port transmis et un fort niveau d'isolation entre le port incident et les ports non transmis (> 20 dB). Les dimensions des composants doivent également être inférieures au centimètre. Pour réduire la taille du circulateur, notamment liée à l'encombrement des aimants, tout en minimisant l'intensité du champ magnétique excitateur et permettre une augmentation de la fréquence de travail, la forte anisotropie magnétocristalline des matériaux hexagonaux ferrimagnétiques est mise à profit. A titre d'exemple, un circulateur à jonction en Y utilisant des disques d'hexaferrites de baryum/strontium auto-aimantés (état rémanent), de champ d'anisotropie égal à 21 kOe, de champ coercitif de 3.7 kOe, d'aimantation rémanente de 3.475 kG et d'aimantation à saturation de 4 kG, a été réalisé en ligne microruban [17]. A la fréquence de fonctionnement du dispositif (37.5 GHz), les pertes d'insertion sont de 1.06 dB pour des niveaux d'isolation et réflexion de 11 et 17 dB, respectivement.

Afin de diminuer davantage la taille ainsi que le poids des circulateurs planaires tels ceux cités ci-dessus et tendre vers la réalisation de **Circuits Intégrés Micro-Ondes Monolithiques (MMIC)**, les ferrites massifs ont été progressivement substitués par des couches minces ou épaisses ferrimagnétiques [18]-[20]. L'intérêt d'un dispositif MMIC est d'intégrer sur un même substrat des circuits passifs à base de ferrites et des éléments actifs utilisant des semi-conducteurs. Plusieurs fonctions de traitement du signal peuvent alors être réalisées avec une unique structure. Les faibles températures requises pour déposer une couche ferrimagnétique sont compatibles avec la réalisation des circuits intégrés sur semi-conducteurs (arséniure de gallium (AsGa) et silicium (Si)). Ce n'est pas le cas pour les hautes températures de frittage nécessaires lors de l'élaboration d'un échantillon de ferrite dense massif. Les techniques de dépôt de telles couches les plus couramment employées sont la pulvérisation par rotation, le dépôt par laser pulsé ou par pulvérisation et l'évaporation au canon à électron [19],[20]. Par exemple, pour la première méthode citée, les dépôts se font à une température comprise entre 100 et 600 °C. Cette technique de dépôt présente toutefois l'inconvénient de produire des couches (notamment des couches épaisses) avec une forte tangente d'angle de pertes diélectriques (typiquement de 0.1 à 1, à 10 GHz), liée au fait que l'ion (Fe^{3+}) puisse devenir un ion divalent (Fe^{2+}), ce qui augmentera les pertes d'insertion du dispositif. D'autres désavantages propres à chaque technique de dépôt existent et font que l'élaboration d'une couche ferrimagnétique n'est guère évidente. A titre d'exemple, les couches d'épaisseur environ 10 à 20 μm , réalisées par dépôt laser, contiennent généralement des fissures ainsi que des contraintes mécaniques pouvant engendrer des pertes magnétiques supplémentaires.

Des circulateurs à jonction en Y utilisant des couches de ferrite YIG monocristallin, de 100 μm d'épaisseur, déposées indirectement sur Silicium (par l'intermédiaire d'un milieu grenat de gallium-gadolinium (GGG)), ont été réalisés en technologie microruban [21],[22]. Les performances de ces dispositifs, obtenues en bande X, sont très encourageantes : quasiment 1 dB de pertes d'insertion et 20 dB d'isolation pour 1 GHz de bande de fréquences exploitable, autour de 9.5 GHz. En outre, un circulateur MMIC exploitant le fort champ d'anisotropie magnétique (8.7 kOe) d'une couche d'hexaferrite monocristallin de baryum substitué au scandium, de 120 μm d'épaisseur, a pu être mis en œuvre, permettant une montée en fréquence de travail (entre 20 et 40 GHz) [23].

Une autre solution pour minimiser la taille du circulateur, son poids et l'énergie consommée par le dispositif d'aimantation, consiste à associer au film de ferrite des lignes conductrices et plans de masses supraconducteurs. Par exemple, un circulateur sur substrat YIG et à lignes conductrices en niobium (Nb), refroidies à 4 K, a été réalisé en bande X [24]. Il présente des niveaux d'isolation de 15 dB et des pertes d'insertion inférieures à 1 dB, pour une fréquence centrale de 9.75 GHz et une largeur de bande de fréquences utile de moins d'1 GHz.

B. L'isolateur hyperfréquence

Les isolateurs constituent l'autre grande classe de circuits hyperfréquences non réciproques passifs à ferrites. Ils ont pour fonction de permettre à une onde électromagnétique d'être propagée principalement dans un sens et très peu, voire pas dans un cas idéal, dans l'autre sens de propagation. On les retrouve dans tout système de télécommunication où un découplage d'étages amplificateurs, un découplage entre un générateur et sa charge, etc., sont nécessaires. Les premiers isolateurs, développés en guide d'onde rectangulaire bande X, exploitaient le phénomène d'absorption d'énergie dans la zone de résonance gyromagnétique d'un matériau ferrite massif aimanté [14], [25]. Des isolateurs à résonance en ligne microruban, utilisant l'anisotropie induite des ferrites aimantés, également sous forme massive, ont ensuite été élaborés [26]. Afin d'élargir la bande de fréquences utilisable et ne plus se limiter à la zone de gyrorésonance, des isolateurs à déplacement de champs, sur substrat ferrite massif aimanté perpendiculairement à son plan, ont été mis au point, principalement en bande X (voir, par exemple, [27]). Une présentation détaillée de ces dernières structures de propagation et de leurs performances respectives sera effectuée au chapitre V de ce mémoire. Pour assurer une fonction d'isolation à de plus hautes fréquences, l'effet Faraday est généralement exploité. Des échantillons d'hexaferrites de champ d'anisotropie magnétocristalline de 17 kOe et d'épaisseur 1.5 mm, utilisés comme aimants permanents ont, par exemple, permis d'obtenir des niveaux d'isolation de 60 dB et des pertes d'insertion de 0.35 dB en moyenne, en bande W (entre 75 et 105 GHz) [28].

Tout comme pour les circulateurs, afin d'assurer une compatibilité avec les circuits MMIC, un isolateur en lignes microruban couplées, à base d'une couche épaisse ferrimagnétique (YIG) de 47 μm d'épaisseur, a été étudié théoriquement en bande X [29]. Une étude a également porté sur les possibilités de miniaturisation d'un isolateur en technologie coplanaire, fonctionnant jusque 20 GHz, dans la zone de gyrorésonance d'une couche mince d'hexaferrite [30].

2 AUTRES DISPOSITIFS A FERRITES

Les ferrites sont également employés en tant qu'absorbants, pour la réalisation de lignes à retard et dans deux catégories principales de dispositifs hyperfréquences passifs réciproques : les filtres accordables en fréquence et les circuits accordables en phase, ou déphaseurs. Ces deux derniers types de dispositifs remplacent souvent les éléments localisés actifs (diodes Varactors, diodes PIN, etc.) qui,

par exemple, ne supportent pas des niveaux de puissance élevés, à l'inverse des déphaseurs de puissance, et ont généralement un cycle de vie limité.

Le principal dispositif réciproque accordable en fréquence est le filtre à YIG. Il se comporte comme un résonateur et réalise une fonction de filtrage de type « passe bande » [31] ou « stop bande » [32]. Cette dernière est obtenue en utilisant l'absorption à la gyrorésonance d'un échantillon de matériau monocristallin, sous forme de sphère, soumis à un champ magnétique extérieur. Elle est donc réalisée sur une faible bande de fréquences dont la fréquence centrale est fixée par la valeur du champ magnétique appliqué, qui doit être importante pour obtenir une agilité en fréquence conséquente. Un tel dispositif a essentiellement pour rôle de coupler deux lignes de transmission sur une bande de fréquences et à une fréquence centrale données. La taille des filtres à YIG est actuellement réduite à environ 1 cm^3 [33]. La diminution de la puissance électromagnétique consommée a aussi été rendue possible en utilisant des aimants permanents.

Les déphaseurs réciproques à ferrites sont essentiellement employés dans les systèmes d'antennes à balayage électronique, les systèmes Radar, etc.. Par exemple, un déphasage différentiel entre les multiples sources d'un réseau d'antennes permet de donner naissance à un balayage électronique, en retardant plus ou moins les ondes électromagnétiques alimentant chaque source du réseau. Reggia et Spencer ont proposé l'un des premiers dispositifs de déphasage à ferrites [34]. Celui-ci repose sur un ferrite placé dans un guide d'onde et aimanté longitudinalement. De nombreux déphaseurs à substrat ferrite aimanté longitudinalement, à onde TEM ou quasi-TEM, ont été développés en structure triplaque [35] ou en ligne microruban [36]-[38]. En particulier, un déphaseur utilisant la propriété de forte anisotropie planaire d'un hexaferrite type Y (aimantation à saturation de 2.33 kG, champ d'anisotropie magnétocristalline de 11.3 kOe) a été récemment présenté [38]. Les résultats obtenus ont montré un déphasage différentiel important entre 2 et 35 GHz, pour un champ magnétique extérieur appliqué relativement faible, compris entre 0.2 et 5 kOe. Ce déphasage est, par exemple, de $90^\circ/\text{kOe}\cdot\text{mm}$ à 20 GHz, pour un champ magnétique de 1.3 kOe. Ce dernier serait d'environ 4 kOe pour réaliser une fonction de déphasage à une telle fréquence à partir d'une structure de propagation sur substrat ferrite grenat ou spinel. De plus, l'utilisation de lignes de transmission supraconductrices pour la réalisation de structures de déphasage a permis de réduire de manière significative les pertes d'insertion inhérentes à ces dispositifs TEM et quasi-TEM [24].

IV. VERS L'UTILISATION DE MATERIAUX DE SUBSTITUTION AUX FERRITES

Pour répondre aux exigences d'évolution des dispositifs micro-ondes tant au niveau de leur fréquence de fonctionnement, de leur coût de fabrication, que de leur encombrement, les laboratoires de recherche ont été amenés à réaliser des matériaux magnétiques nouveaux pouvant se substituer aux ferrites denses. Comme déjà indiqué, ces derniers ont en effet une faible aimantation à saturation ($< 5 \text{ kG}$), limitative en terme de fréquence de travail et requérant des champs magnétiques extérieurs intenses pour obtenir une application avec des performances satisfaisantes. De plus, l'élaboration de tels milieux implique, outre des températures de frittage élevées, des contraintes spécifiques selon le matériau à réaliser. Par exemple, le frittage d'un ferrite de lithium doit être effectué à basse température afin de limiter l'évaporation du lithium.

De par leur forte aimantation à saturation, les matériaux ferromagnétiques (fer, cobalt, nickel et leurs alliages) permettent de palier aux inconvénients cités ci-avant. A l'état dense, ils présentent cependant une forte conductivité électrique aux hautes fréquences, qui va favoriser l'atténuation des ondes s'y propageant. Pour s'affranchir de cet effet, la matière ferromagnétique doit être employée à

l'état fragmentaire et mélangée à de la matière non magnétique ; cette dernière assurant le rôle d'isolant électrique. Le matériau résultant est un composite magnétique hétérogène (ferrocomposite).

Par exemple, une structure microruban sur substrat hybride, constitué d'un film mince ferromagnétique (Fe), d'épaisseur (0.1 μm) inférieure à la longueur d'onde guidée, et d'arséniure de gallium, a montré des performances intéressantes pour la réalisation d'une fonction de filtrage de type « passe bande » [39]. Tout comme pour les filtres à YIG, le décalage de la fréquence de gyrorésonance du matériau ferromagnétique, aimanté selon la direction de propagation de l'onde dans le dispositif, est alors exploité. Ce décalage est plus important que celui obtenu en utilisant un ferrite de YIG, par exemple. En effet, l'application d'un champ magnétostatique de 4.5 kOe sur la couche ferromagnétique fait varier sa fréquence de gyrorésonance de 10.7 à 32.5 GHz. Toutefois, le caractère fortement conducteur de la couche induit des pertes d'insertion élevées dans la bande de fréquences utilisée. Par ailleurs, étant donné le peu de matière magnétique utilisée, l'interaction onde-matière n'est guère favorisée.

Considérant cela, une étude a été récemment menée au LEST sur l'intégration d'un matériau de type ferrocomposite lamellaire, encore appelé matériau **LIFT** (**L**amellaire **I**solant **F**erromagnétique éclairé sur la **T**ranche), en structure microruban [40]. Ce matériau est formé d'une alternance périodique de couches minces ferromagnétiques amorphes rectangulaires (CoNbZr) et de couches diélectriques (Kapton). Étant donnée sa composition chimique et pour une orientation perpendiculaire des couches ferromagnétiques par rapport aux lignes de champ électrique hyperfréquence dans la structure de propagation, le composite LIFT possède une forte perméabilité hyperfréquence, variable sous l'action d'un champ magnétique extérieur. Un filtre « stop bande » utilisant l'absorption à la résonance gyromagnétique du matériau a été réalisé entre 3.1 et 5.4 GHz, pour un champ magnétique statique extérieur variant de 0 à 250 Oe. Cette dernière valeur est donc bien inférieure à celle nécessaire pour engendrer la gyrorésonance d'un ferrite YIG, par exemple, à de telles fréquences. La non linéarité de la partie réelle de la perméabilité du ferrocomposite LIFT, hors de sa zone de gyrorésonance, a aussi permis la mise en œuvre de déphaseurs bande étroite entre 2.8 et 3.3 GHz, puis entre 8 et 10 GHz, ainsi que de filtres « stop bande » et « passe bande ». Dans tous les cas, les performances de ces dispositifs (en terme d'agilité en fréquence) sont comparables à celles des dispositifs à ferrites, pour une commande magnétique moindre.

Une équipe de chercheurs Belges a également mis en évidence la possibilité de réalisation des fonctions de filtrage en technologie planaire, sur substrat polymère diélectrique périodique à base de nanotubes (diamètre entre 50 et 500 nm) remplis de matière ferromagnétique (Fe, Ni, Co, (FeNi), (FeNiCo), etc.) [41]. La propriété spécifique de ces substrats périodiques est de présenter une absorption énergétique entre 8 et 40 GHz (selon la nature du matériau filaire remplissant les nanotubes), à l'état désaimanté. Un filtre « stop bande » à plusieurs zéros de transmission a ainsi été élaboré en structure microbande. La bande de coupure du dispositif correspond à la zone d'absorption gyromagnétique du milieu ferromagnétique ou ferrocomposite remplissant les nanotubes. La position des zéros de transmission dépend du type de matériau magnétique utilisé et, pour un matériau donné, du champ magnétique extérieur. Une forte intensité de ce dernier est cependant requise pour réaliser une fonction de filtrage au delà de 20 GHz. Par exemple, celle-ci est d'environ 6 kOe pour des nanotubes remplis de Ni.

Les études expérimentales évoquées ci-dessus ont uniquement concerné l'exploitation de la non linéarité de la perméabilité de milieux ferrocomposites isotropes pour la réalisation de dispositifs hyperfréquences accordables. À notre connaissance, peu de travaux ont réellement porté sur le développement de fonctions non réciproques à base de ferrocomposites. Les chercheurs Belges cités auparavant ont bien étudié la possibilité de réaliser un circulateur à jonction en Y, en ligne

microruban, sur substrat diélectrique (polytétrafluoroéthylène, PTFE) périodisé de nanotubes chargés de matière ferromagnétique [41]. Les mesures réalisées ont montré des niveaux d'isolation et des pertes d'insertion, respectivement, de 20 et 10 dB entre les ports 1 et 3 du circulateur, à la fréquence de résonance du matériau (27 GHz), en l'absence de champ magnétique extérieur. Ainsi, si les niveaux d'isolation sont intéressants, les pertes d'insertion mesurées sont, en revanche, beaucoup trop élevées. La forte valeur de ces dernières a été attribuée aux réflexions générées à l'interface substrat PTFE-nanotubes, ainsi qu'à la faible épaisseur du ruban métallique conducteur de la structure de propagation [41].

Un travail conséquent d'optimisation des propriétés électromagnétiques des composites reste donc à effectuer quant à la mise en œuvre de milieux ferrocomposites susceptibles de se substituer aux ferrites denses pour le développement d'applications hyperfréquences non réciproques. Sous l'action d'un champ magnétique statique, ces matériaux de substitution devront posséder une perméabilité tensorielle dynamique au moins similaire à celle des corps ferrimagnétiques. Comme nous le développerons au chapitre IV de ce mémoire, la métallurgie des poudres peut être avantageusement utilisée pour élaborer des ferrocomposites avec une anisotropie induite sous champ magnétique. De tels matériaux peuvent en effet être fabriqués à partir de la dispersion de particules ferromagnétiques dans une matrice diélectrique. Ils présenteront alors, a priori, l'avantage d'associer la forte aimantation à saturation de la matière ferromagnétique au caractère isolant des milieux diélectriques, à condition que la taille des particules ferromagnétiques soit inférieure à l'épaisseur de peau aux fréquences considérées.

V. CONCLUSION DU CHAPITRE I

Ce chapitre introductif a permis de mettre en évidence les propriétés statiques et dynamiques des ferrites denses, utilisées pour la réalisation des dispositifs hyperfréquences (circulateurs, isolateurs, déphaseurs, etc.) garantissant le bon fonctionnement d'applications « grand public » et plus spécifiques du secteur des télécommunications (applications militaires). Face à la nécessaire évolution de ce secteur, des dispositifs aux performances toujours plus importantes (pertes minimisées, dispositif miniature et à coût de fabrication réduit, fréquence de fonctionnement du dispositif augmentée) doivent être développés. Cette réalisation implique la conception de matériaux magnétiques nouveaux, permettant de s'affranchir des limitations physiques et technologiques inhérentes aux milieux ferrites. Bien que présentant encore des pertes magnétiques trop élevées, des matériaux composites ferromagnétiques ont été intégrés avec succès dans des structures de propagation réciproques. Par contre, un effort important reste à accomplir concernant la mise en œuvre de matériaux magnétiques n'ayant pas les contraintes de fabrication des ferrites et possédant, aux fréquences micro-ondes, des propriétés d'anisotropie induite sous champ magnétique. Alors seulement l'élaboration de dispositifs non réciproques « faibles coûts », aux performances comparables à celles des dispositifs à base de ferrites aimantés, sera envisageable.

Afin de tester les performances des matériaux conçus et de les optimiser pour l'application hyperfréquence recherchée, la connaissance du comportement fréquentiel des composantes (μ , κ) de leur tenseur de perméabilité est essentielle. Les besoins en matériaux magnétiques nouveaux s'accompagnent ainsi, inévitablement, de la nécessité de développer des modèles mathématiques adaptés aux propriétés spécifiques du matériau (prise en compte de la dilution de la matière magnétique, des mécanismes d'aimantation, etc.) ainsi que des méthodes de mesure expérimentale du tenseur de perméabilité. Ces dernières ont une double importance, qui a précisément motivé nos travaux de recherche dans le domaine de la caractérisation hyperfréquence. En effet, elles doivent certes permettre de contrôler les performances des matériaux en vue de leur intégration dans des circuits non réciproques mais, également, de valider les modèles théoriques du tenseur de perméabilité employés par le concepteur pour prédire la réponse en fréquence du circuit.

CHAPITRE II :

**CARACTERISATION HYPERFREQUENCE
LARGE BANDE DES MATERIAUX ANISOTROPES
AIMANTES**

CHAPITRE II :

CARACTERISATION HYPERFREQUENCE LARGE BANDE DES MATERIAUX ANISOTROPES AIMANTES

Historiquement, les méthodes résonantes ont été les premières mises au point pour caractériser, aux hautes fréquences, les milieux magnétiques rendus anisotropes sous l'action d'une commande magnétique externe [42]-[51]. Elles permettent une détermination précise des composantes du tenseur de perméabilité et de la permittivité relative complexe de tels milieux, mais à fréquence fixe (techniques dites « monofréquences »). Ainsi, l'étude de la dépendance en fréquence des propriétés électromagnétiques du matériau sous test est impossible en utilisant un seul système résonant. En outre, elles sont inexploitable dans la zone de gyrorésonance du matériau ; les fortes pertes magnétiques dans cette zone réduisant le facteur de qualité de la structure résonante et, de fait, la sensibilité de la mesure.

La conception de circuits hyperfréquences magnétiques non réciproques requiert l'utilisation d'outils théoriques (modèles mathématiques) et expérimentaux (méthodes de mesure) permettant de prédire et de mesurer la réponse dynamique des matériaux aimantés et, particulièrement, les spectres fréquentiels des différents éléments de leur tenseur de perméabilité. L'une des spécificités des milieux magnétiques est de présenter des propriétés électromagnétiques dépendantes de la forme de l'échantillon de matériau. Ainsi, si l'on souhaite déterminer sa perméabilité réelle, il est préférable de tester un échantillon sous la forme que l'on retrouvera en pratique dans le circuit hyperfréquence. On parle alors de mesure « in-situ » ou, encore, de mesure directe. Il apparaît alors intéressant de mettre en œuvre des techniques permettant de mesurer le tenseur de perméabilité sur une large bande de fréquences (caractérisation dite « large bande »), à partir de cellules de mesure inspirées des dispositifs non réciproques réels, tels que les isolateurs en guide d'onde ou en ligne de transmission. Comme nous l'indiquions lors du chapitre précédent, les technologies planaires (ligne microruban, coplanaire, à fente, etc.) sont fréquemment employées pour réaliser de tels dispositifs. Étant donnée la géométrie de la structure de propagation, l'échantillon de matériau intégré est généralement rectangulaire, se présentant sous la forme de plaquette ou de couche mince et épaisse. Les techniques expérimentales permettant d'accéder à la perméabilité scalaire des milieux magnétiques isotropes, de forme rectangulaire, sont assez nombreuses [52]-[56]. En revanche, un besoin important existe en ce qui concerne la mesure large bande fonctionnelle de la perméabilité tensorielle de tels milieux rendus anisotropes par l'application d'un champ magnétique extérieur. Quelques techniques expérimentales autorisent toutefois de déterminer les composantes du tenseur de perméabilité des matériaux aimantés, se présentant sous forme de couches minces [57], ou sous forme massive [58],[59]. Les inconvénients inhérents à ces techniques nous ont incités à élaborer une nouvelle approche non itérative, en ligne de transmission, pour mesurer les éléments diagonal (μ) et extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité des matériaux aimantés, en ondes centimétriques. Notre soucis constant a été d'étudier le matériau dans un environnement très voisin de celui fixé par l'application en technologie planaire (configuration électromagnétique, emplacement de l'échantillon de matériau dans le dispositif, etc.).

Après une description générale du dispositif expérimental communément utilisé pour une caractérisation hyperfréquence, les techniques de mesure large bande existantes seront présentées en début de chapitre. Le principe général de la méthode de caractérisation en ligne de transmission développée sera ensuite décrit. Des résultats expérimentaux des valeurs de (μ , κ) obtenues pour des ferrites denses, aux propriétés intrinsèques connues, seront alors exposés. Ils illustreront la faisabilité de l'approche mise en œuvre.

I. DESCRIPTION GENERALE DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

L'ensemble du dispositif expérimental nécessaire pour caractériser en hyperfréquences un échantillon de matériau aimanté est, généralement, proche de celui décrit à la figure II. 1. Il est constitué :

- d'un analyseur de réseaux vectoriel auquel est reliée, via des câbles coaxiaux et des transitions, la cellule de mesure contenant l'échantillon à tester. Il fournit les paramètres de répartition (ou paramètres S) de la cellule, en module et en phase, dans une large bande de fréquences. Ces paramètres sont représentatifs de la répartition d'énergie électromagnétique du quadripôle étudié et relie les ondes directes (entrantes) et inverses (sortantes) de celui-ci. Par exemple, les paramètres S d'un dispositif à deux ports d'accès, tel celui utilisé par les méthodes de caractérisation en réflexion/transmission, sont exprimés par la matrice de répartition [S] d'ordre 2 suivante :

$[S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix}$. Les termes S_{11} , S_{22} de cette matrice représentent, respectivement, le coefficient de réflexion au niveau du premier puis du second port d'accès. S_{12} et S_{21} caractérisent, respectivement, le coefficient de transmission du second vers le premier port d'accès puis du premier vers le second port d'accès,

- d'un ordinateur pilotant l'analyseur, qui permet une automatisation de la mesure et l'enregistrement des paramètres S sur le disque dur de celui-ci ou sur tout autre support informatique amovible (disquette, disque compact, etc.),

- d'un dispositif d'aimantation commandé par une alimentation électrique, pour appliquer, suivant une direction spécifique, un champ magnétique à l'échantillon de matériau. Il peut s'agir d'un électro-aimant (Fig. II. 1), de bobines d'Helmholtz, etc.

- d'un gaussmètre terminé par une sonde à effet Hall, qui permet la détermination de l'induction magnétique régnant dans l'entrefer du dispositif d'aimantation employé et de l'intensité du champ magnétique correspondant.

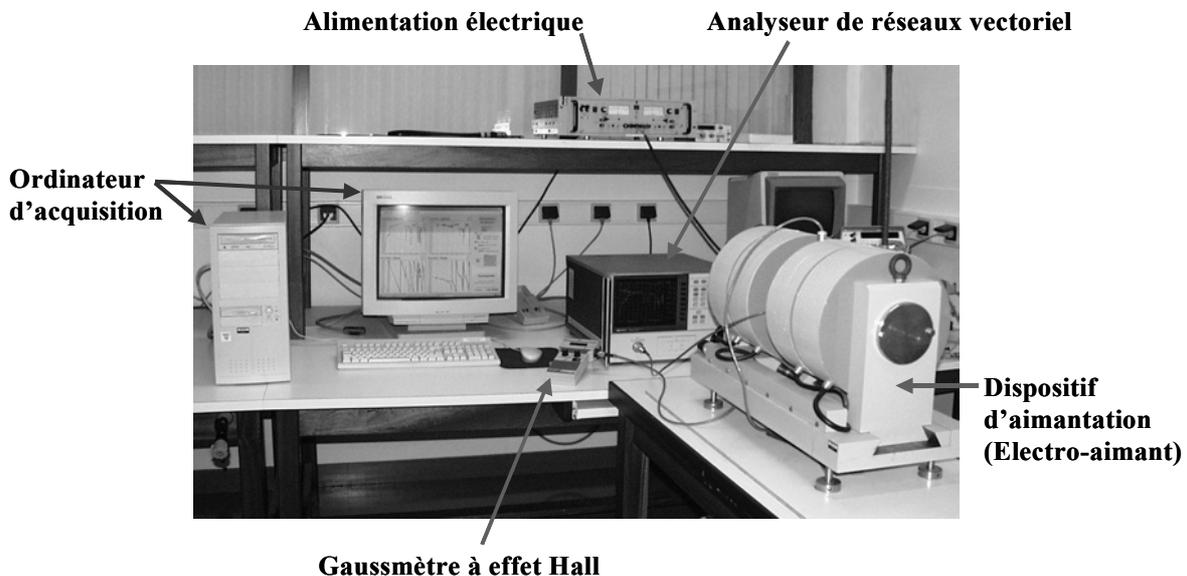


Fig. II. 1 : Dispositif expérimental communément utilisé pour la caractérisation hyperfréquence des matériaux magnétiques.

II. ÉTAT DE L'ART DE LA MESURE LARGE BANDE DU TENSEUR DE PERMEABILITE

La mise en œuvre d'un dispositif micro-onde non réciproque (circulateur, isolateur) impose de connaître auparavant la perméabilité tensorielle de l'échantillon de matériau, dans un état d'aimantation donné, sur une large bande de fréquences (typiquement au delà d'une octave) incluant la fréquence de gyrorésonance du matériau. Par exemple, la largeur de la zone de gyrorésonance, non accessible par une seule méthode résonante, va fixer la gamme de fréquences utilisable pour un dispositif fonctionnant à la résonance ou hors de celle-ci.

I METHODE DU PERMEAMETRE ENTRE 10 ET 600 MHZ

En 1993, Grimes et Prodan ont proposé une première technique expérimentale pour mesurer, sur une bande de fréquences étendue, les éléments extra-diagonaux du tenseur de perméabilité de couches minces magnétiques destinées à une application d'enregistrement magnétique [57]. L'objectif initial recherché était de montrer l'existence d'un couplage non nul entre les perméabilités selon les axes d'aimantation faciles et difficiles de telles couches et de quantifier ce couplage; celui-ci pouvant altérer le processus de lecture/écriture de l'enregistrement magnétique.

A. Principe de la mesure

La cellule de mesure en réflexion/transmission utilisée est composée d'une ligne microruban centrale et de trois plaques conductrices, dont deux sont équidistantes de la ligne centrale (Fig. II. 2).

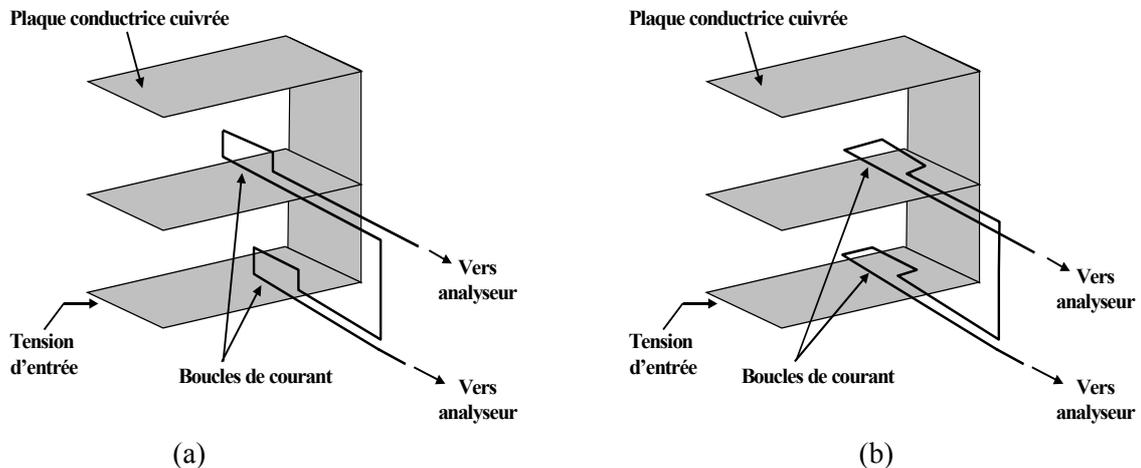


Fig. II. 2 : Représentation schématique équivalente du perméamètre de Grimes et Prodan [57] utilisé pour mesurer les composantes (a) μ_{xy} et (b) μ_{xz} du tenseur de perméabilité d'une couche mince magnétique.

Les différents conducteurs sont initialement placés au même potentiel électrique par l'application d'une tension en entrée du conducteur inférieur. Afin de générer un champ magnétique hyperfréquence maximum à l'intérieur de la structure de propagation et garantir une bonne sensibilité de mesure, deux boucles de courant identiques sont employées. Deux configurations distinctes des boucles de courant sont nécessaires pour déterminer les différents éléments du tenseur de perméabilité de la couche mince magnétique (Fig. II. 2). Celle-ci est placée au niveau de la boucle de courant supérieure. Considérant l'axe z du repère cartésien comme étant normal à la couche et les axes x et y définissant, respectivement, les axes d'aimantation faciles et difficiles de celle-ci, les deux configurations de boucles présentées aux figures II. 2(a) et (b) permettent de mesurer, respectivement,

les composantes (μ_{xy} , μ_{xz}) du tenseur de perméabilité. La mesure de ces composantes repose sur une augmentation de l'inductance mutuelle entre les deux boucles de courant due à l'introduction de l'échantillon, qui va modifier le paramètre S_{21} mesuré. La perméabilité est déterminée à partir de la différence des paramètres S_{21} , pour l'échantillon sous test dans un état aimanté et saturé.

B. Intérêts et inconvénients de la méthode

Il s'agit de la première méthode expérimentale en ligne de transmission mettant en évidence l'existence de perméabilités différentes entre les axes d'aimantation faciles et difficiles de couches minces anisotropes. Par ailleurs, les temps de calculs des perméabilités sont inférieurs à la minute.

Toutefois, la fréquence limite supérieure d'utilisation de cette méthode, fixée par l'apparition de résonances de dimensions, est assez basse et ne correspond pas aux fréquences d'utilisation des dispositifs hyperfréquences actuels. En outre, un échantillon magnétique étalon est requis pour obtenir la perméabilité recherchée. Or, il n'existe pas de milieu magnétique étalon, a priori ; les propriétés magnétiques d'un tel milieu étant directement fonction des conditions d'aimantation, des tailles et formes d'échantillon, à travers des effets de désaimantation, etc..

2 METHODE EN GUIDE D'ONDE RECTANGULAIRE EN BANDE X

Une méthode de mesure en guide d'onde rectangulaire des composantes diagonale (μ) et extra-diagonale (κ) du tenseur de perméabilité des matériaux aimantés a été mise en œuvre au LEST [58],[59]. Celle-ci prend en compte les différents modes (fondamental et supérieurs) propagés dans la cellule de mesure. Une telle structure de propagation a, par ailleurs, fait l'objet d'études au CEA-CESTA [60] (où seule l'analyse électromagnétique associée à la cellule de mesure a été développée) et au laboratoire DIOM [61] pour application à la caractérisation de ferrofluides aimantés (en supposant qu'un seul mode se propage dans la cellule).

A. Principe de la mesure

La technique de caractérisation est fondée sur une cellule de mesure en guide d'onde rectangulaire, en réflexion/transmission, dont la section transverse est partiellement remplie par l'échantillon à tester (Fig. II. 3(a)). Ce dernier est de forme rectangulaire et a une longueur maximum de 25 mm, une largeur fixe de 10.16 mm et une épaisseur comprise entre quelques centaines de micromètres (couche épaisse) et quelques millimètres (plaquette).

Le guide d'onde, de mode fondamental Transverse Electrique TE_{10} , est dimensionné pour avoir une bande monomode comprise entre 7 et 13 GHz, en l'absence de matériau. Pour cela, les dimensions de ses petit et grand côtés sont, respectivement, de 10.16 et 22.86 mm. Une procédure d'étalonnage de type **TRL** (**Thru-Reflect-Line**) [62] permet de corriger les erreurs systématiques dues aux imperfections de la cellule de mesure (pertes cuivre, transitions câble coaxial - guide rectangulaire) et de l'analyseur de réseaux (câbles, composants électroniques).

La cellule de mesure fonctionne selon le même principe que les premiers dispositifs non réciproques en guide tels les déphaseurs et les isolateurs [14],[25] : l'anisotropie induite du matériau aimanté est utilisée pour rendre le dispositif non réciproque. Un tel comportement non réciproque est nécessaire afin de disposer de suffisamment de paramètres S mesurés distincts pour déterminer simultanément les termes (μ , κ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon sous test. En pratique, un champ magnétique statique (H_0) est appliqué selon le petit côté du guide d'onde. Lorsque H_0 est appliqué selon l'axe y du repère cartésien (Fig. II. 3), l'énergie électromagnétique est concentrée

différemment selon que l'onde se propage de manière progressive (vers les z positifs) ou rétrograde (vers les z négatifs) dans le guide d'onde contenant l'échantillon à tester (Fig. II. 3(b)). Un déplacement du champ électrique hyperfréquence transversal apparaît alors selon l'axe x du repère cartésien [63]. Les paramètres de transmission de la cellule de test diffèrent alors ($S_{12} \neq S_{21}$).

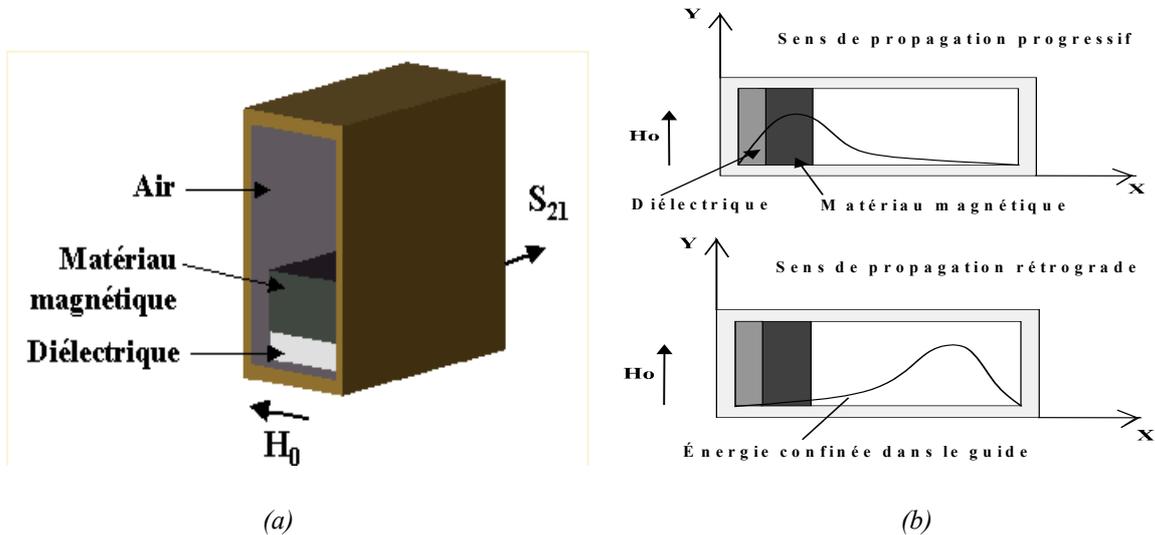


Fig. II. 3 : (a) Représentation schématique du guide d'onde rectangulaire en bande X contenant un matériau magnétique.
(b) Section transverse de la cellule – Déplacements de champs dans la structure de propagation.

B. Analyse théorique de la cellule de mesure

L'analyse théorique associée à la cellule de mesure est scindée en deux étapes :

- une première étape consiste à réaliser l'analyse électromagnétique de la cellule; autrement dit, à relier les paramètres S théoriques aux propriétés électromagnétiques du milieu magnétique, à la permittivité relative du milieu diélectrique (Fig. II. 3) et aux paramètres géométriques de la cellule. Cette étape constitue le problème direct. La prise en compte d'un milieu diélectrique permet de simuler la présence d'une lame d'air, difficile à éviter expérimentalement, entre l'échantillon à tester et le bord inférieur du guide. Dans un premier temps, dix modes de propagation sont calculés pour chaque sens de propagation dans les régions vide (air) et chargée (milieux diélectrique et magnétique) de la cellule. Les paramètres S théoriques de la structure de propagation sont obtenus à partir des caractéristiques de dispersion de ses régions vide et chargée. Pour cela, les conditions de continuité des composantes tangentes des champs électromagnétiques aux interfaces diélectrique-milieu magnétique et milieu magnétique-air sont mises à profit,

- la seconde étape constitue le problème inverse. Elle consiste, pour une fréquence et un état initial donnés, à faire converger numériquement, par un ajustement itératif des inconnues du problème (permittivité relative (ϵ) et composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité), les paramètres S théoriques vers ceux mesurés à l'analyseur de réseaux. Pour cela, une procédure d'optimisation numérique de type quadratique séquentielle est utilisée.

C. Intérêts et inconvénients de la méthode

La technique de caractérisation en guide d'onde rectangulaire présentée ici a prouvé son aptitude à déterminer les éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité de matériaux aimantés sur une large bande de fréquences (7-13 GHz), contenant la zone de résonance gyromagnétique du matériau.

La cellule de mesure mise en œuvre a montré une bonne sensibilité de mesure magnétique. En effet, son caractère non réciproque est apparu même pour des échantillons de faibles dimensions et dilués ; des échantillons avec une concentration volumique en espèce magnétique (YIG) de 60 % ayant été favorablement testés [64],[65]. Par une prise en compte des différents modes de propagation engendrés au niveau des faces avant et arrière du milieu magnétique, l'analyse électromagnétique permet aussi une description rigoureuse du comportement dynamique de la cellule.

La bande de fréquences exploitable est cependant limitée à la bande monomode du guide vide. L'utilisation d'une procédure d'optimisation numérique pour résoudre le problème inverse implique également des temps de calcul importants. A titre d'exemple, ceux-ci sont d'environ 20 minutes pour traiter le premier point de mesure et d'une heure pour les 800 autres points de mesure, à l'aide d'un ordinateur à processeur Intel Pentium II - 350 MHz. En outre, afin de faciliter la résolution du problème inverse, deux mesures distinctes sont nécessaires. Une première mesure est réalisée à l'état désaimanté ($\kappa = 0$), en disposant l'échantillon à tester au centre de la cellule, où l'amplitude des champs électromagnétiques hyperfréquences est conséquente. La permittivité relative (ϵ) de l'échantillon, ainsi que sa perméabilité scalaire (μ) sont alors déterminées de manière sensible. La valeur de (ϵ) étant fixée, une seconde mesure permet d'obtenir les termes (μ , κ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon aimanté, placé près du bord du guide (Fig. II. 3), dans une zone où l'onde électromagnétique est polarisée circulairement (pour favoriser l'effet gyromagnétique). Un dernier inconvénient réside dans le fait que la largeur de l'échantillon magnétique doit être identique à celle du petit côté du guide ; aucune discontinuité selon l'axe y du repère cartésien (Fig. II. 3(b)) n'étant prise en considération dans l'analyse théorique associée à la cellule.

III. CHOIX D'UNE CELLULE DE MESURE EN LIGNE DE TRANSMISSION

Afin de s'affranchir des inconvénients des rares techniques de mesure large bande du tenseur de perméabilité développées jusqu'ici et tendre vers une caractérisation fonctionnelle des milieux aimantés en structure planaire, nous avons élaboré une méthode reposant sur une cellule de mesure en ligne de transmission. Le principe général de cette méthode est analogue à celui de la technique de mesure en guide d'onde rectangulaire [58],[59]. Les grandeurs physiques recherchées de l'échantillon de matériau (termes μ , κ du tenseur de perméabilité, permittivité relative ϵ) sont obtenues à partir de la mesure, à l'analyseur de réseaux, des paramètres S de la cellule le contenant. Lorsque le dispositif de test est réciproque ($S_{12} = S_{21}$), le nombre de paramètres S mesurés distincts est insuffisant pour déterminer les propriétés électromagnétique (ϵ , μ , κ) de l'échantillon en une seule phase expérimentale. Ainsi, la caractérisation hyperfréquence en ligne de transmission des matériaux aimantés impose également à la cellule de mesure retenue d'être non réciproque ($S_{12} \neq S_{21}$). Nous avons opté pour une structure de propagation dont la configuration électromagnétique se rapproche de celle d'une ligne microruban. La cartographie des champs électromagnétiques de cette dernière est, en effet, adaptée à la mesure de la perméabilité d'échantillons magnétiques sous forme de plaquettes [54].

I OBTENTION D'EFFETS NON RECIPROQUES EN LIGNE MICRORUBAN

Pour assurer la non réciprocity d'une structure de propagation en ligne microruban, les phénomènes de déplacements de champs électromagnétiques dans celle-ci sont fréquemment mis à profit [66].

Considérons, tout d'abord, une structure microbande sur substrat diélectrique isotrope, dont le mode fondamental Transverse Électrique (TE) se propage selon l'axe z du repère cartésien (Fig. II. 4).

Cette structure présente une symétrie géométrique selon le plan yz . Ce dernier est également un plan de symétrie électromagnétique pour le mode fondamental. Dans cette configuration, aucune variation du champ électrique hyperfréquence n'apparaît selon l'axe y du repère cartésien (Fig. II. 4(b)).

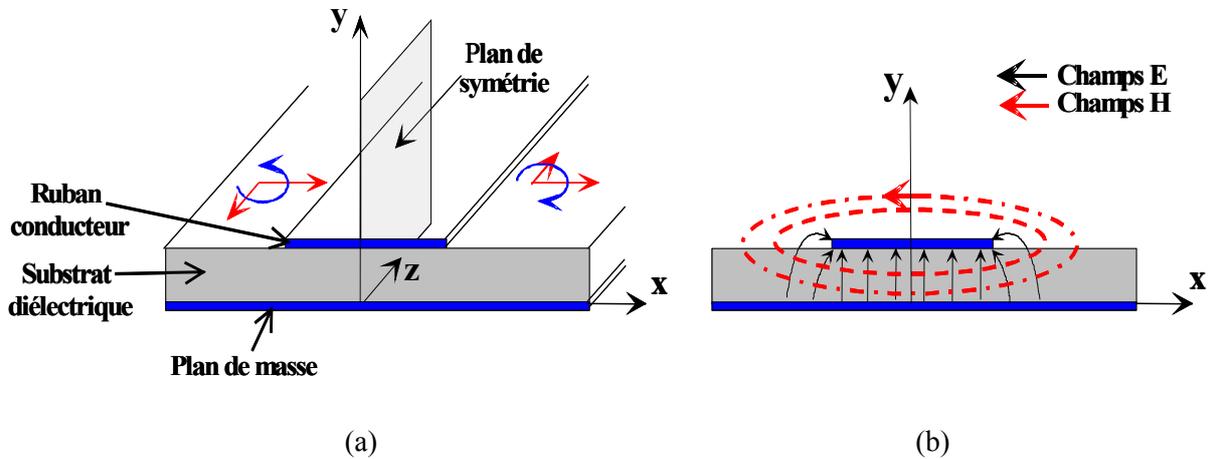


Fig. II. 4 : (a) Ligne microruban sur substrat diélectrique isotrope. (b) Configuration électromagnétique.

Une ligne microruban sur substrat diélectrique (Alumine) contenant un ferrite, aimanté transversalement (Fig. II. 5) par application d'un champ magnétique statique (H_0), a été précédemment étudiée au laboratoire [67]. Dans cette configuration, étant donnée l'asymétrie de la structure de propagation selon le plan xoz , un déplacement de champs doit apparaître suivant ce même plan, rendant le dispositif de test non réciproque. Toutefois, en pratique, les paramètres de transmission de la cellule de mesure ne diffèrent pas suffisamment pour permettre une détermination sensible des propriétés électromagnétiques de l'échantillon de ferrite.

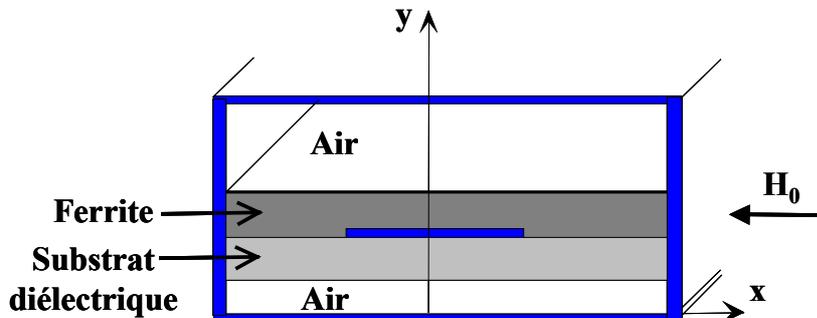


Fig. II. 5 : Ligne microruban sur substrat diélectrique isotrope contenant un matériau ferrite aimanté.

Pour augmenter la non réciprocity d'une telle ligne microruban sur substrat diélectrique isotrope, la configuration de la figure II. 6(a), appliquée à la réalisation d'isolateurs à résonance à ferrites [26], peut être utilisée. Deux échantillons d'un même ferrite, de dimensions identiques, sont placés directement sur le substrat de la ligne, de part et d'autre du ruban conducteur. Un champ magnétique statique (H_0) est appliqué selon la direction x du repère cartésien. Les longueurs des deux échantillons de ferrite sont inférieures à celle du ruban conducteur. La cellule est donc rendue asymétrique selon deux directions de l'espace et non suivant une seule direction comme précédemment. Le déplacement de champs selon le plan xoz est alors plus conséquent. Nous présentons, à la figure II. 6(b), les paramètres S mesurés pour une telle structure (substrat alumine

d'épaisseur 0.635 mm, de permittivité relative 9.6) contenant deux échantillons de $10 \times 10 \times 1.45 \text{ mm}^3$ d'un ferrite d'Yttrium-Aluminium (Y-Al, données fabricant (référence commerciale Y35) [96] : $4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, constante diélectrique (ϵ') de 14.9 et tangente d'angle de pertes diélectriques ($\tan\delta$) inférieure à 2.10^{-4}). La largeur et la longueur du ruban conducteur sont, respectivement, de 0.635 et 22.32 mm. La non réciprocity du dispositif de test est obtenue même pour un état de partielle aimantation du ferrite ($H_0 = 0.5 \text{ kOe}$). Cependant, l'analyse électromagnétique à mettre en œuvre est rendue difficile du fait des discontinuités des sections transverses et longitudinale de la structure de propagation. En outre, une part importante de l'énergie électromagnétique est concentrée dans le substrat diélectrique de la ligne, généralement de forte permittivité relative. La sensibilité de la mesure lors de la caractérisation du milieu ferrite sera, de fait, limitée.

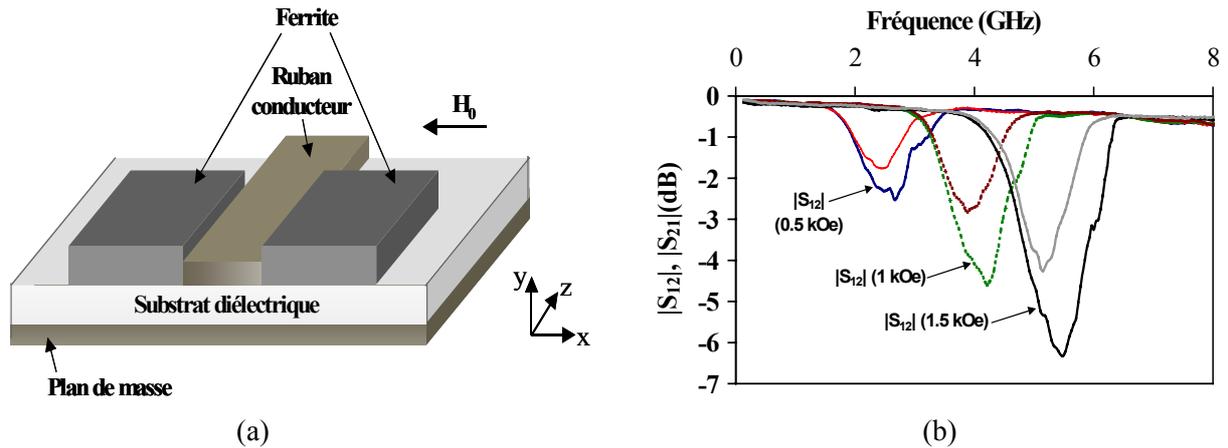


Fig. II. 6 : (a) Ligne microruban sur substrat diélectrique isotrope chargée par deux échantillons identiques d'un même ferrite. (b) Réponse en transmission obtenue pour une ligne sur substrat alumine contenant deux échantillons de ferrite polycristallin Y-Al ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$) dans différents états d'aimantation.

Une autre approche consiste à remplacer le substrat diélectrique par le matériau magnétique à tester et à aimanter ce dernier perpendiculairement au ruban conducteur (Fig. II. 7(a)). Dans ce cas, pour une onde se propageant selon l'axe z du repère cartésien et un champ magnétique statique appliqué suivant l'axe des y, le champ magnétique hyperfréquence dans le plan xoy est polarisé elliptiquement, dans le même sens que le mouvement de précession naturel du vecteur aimantation, au niveau de l'interface matériau magnétique-air située dans la région des x positifs. L'interaction onde-matériau est alors favorisée. Par contre, au niveau de l'interface milieu magnétique-air située dans la région des x négatifs, le champ magnétique hyperfréquence est polarisé elliptiquement de sens opposé au mouvement de précession du vecteur aimantation, résultant en une faible interaction entre l'onde et le matériau. Ainsi, pour une ligne microbande à substrat magnétique anisotrope, le plan yoz n'est pas un plan de symétrie électromagnétique ; l'énergie électromagnétique (ou le champ électrique hyperfréquence) étant déplacée par rapport à ce plan. Comme illustré à la figure II. 7(a), le champ électrique hyperfréquence selon l'axe y (E_y) est principalement localisé au niveau de la face du matériau magnétique située dans la région des x positifs. En inversant le sens de propagation de l'onde ou la direction d'application du champ magnétique statique (H_0), l'énergie est concentrée, de manière similaire, sur l'autre face du milieu magnétique. Les constantes de propagation (γ^+ , γ^-) pour une onde se propageant, respectivement, de manière progressive et rétrograde selon l'axe z, sont alors identiques et la structure est réciproque malgré le caractère anisotrope du matériau magnétique aimanté.

Afin de générer la non réciprocity recherchée, la section transversale de la structure de propagation doit être chargée de manière asymétrique. Un échantillon diélectrique isotrope de faible permittivité relative (ϵ_l) est alors disposé d'un côté de l'échantillon magnétique et, de l'autre côté, un

échantillon diélectrique isotrope de permittivité relative (ϵ_2) élevée est utilisé (Fig. II. 7(b)). Il existe alors, de part et d'autre du ruban conducteur, une région à forte concentration d'énergie (ou est placé l'échantillon diélectrique à permittivité relative élevée) et une région à faible densité d'énergie (du côté de l'échantillon diélectrique à faible constante diélectrique). Le déplacement du champ électrique hyperfréquence dans la structure varie alors selon le sens de propagation de l'onde électromagnétique. Dans ce cas, les constantes de propagation (γ^+ , γ^-) sont différentes et la structure de propagation est non réciproque. Ce type de dispositif est à l'origine de la réalisation d'isolateurs et de déphaseurs non réciproques à déplacements de champs en ligne microruban [27],[68],[69].

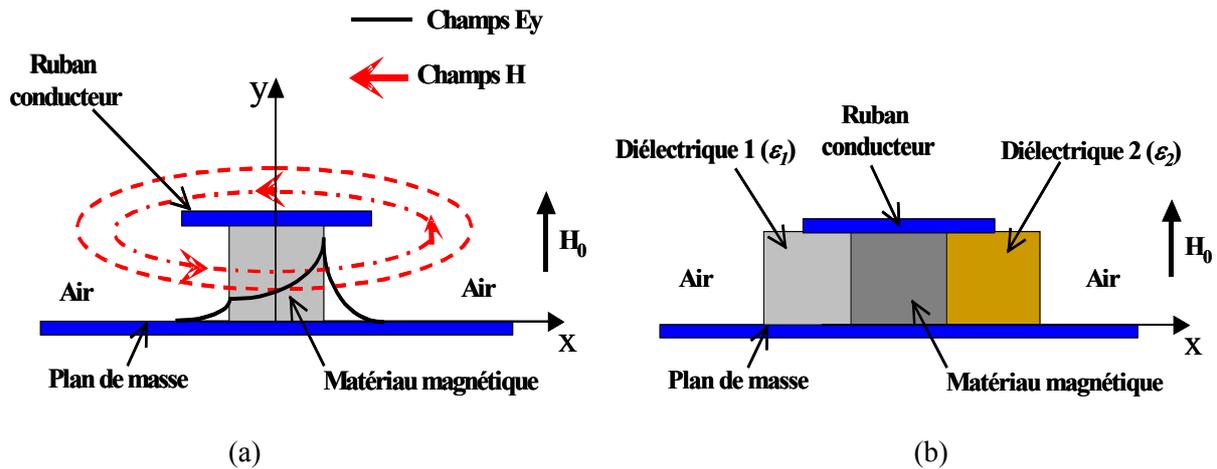


Fig. II. 7 : (a) Ligne biplaque réciproque sur substrat magnétique anisotrope aimanté transversalement.

(b) Ligne biplaque non réciproque sur substrat magnétique anisotrope, aimanté transversalement, utilisant deux milieux diélectriques isotropes distincts.

Pour la structure représentée à la figure II. 7(b), l'énergie électromagnétique est principalement concentrée dans le matériau magnétique. Cela a un intérêt particulier dans l'optique de caractériser de manière sensible ce dernier. Par ailleurs, du fait de la concentration énergétique entre le ruban conducteur et le plan de masse, la section transverse de la structure est asymétrique suivant une seule direction de l'espace (l'axe x). L'élaboration d'une analyse électromagnétique peu complexe est alors, a priori, autorisée. La cellule de mesure que nous avons retenue est directement inspirée de cette structure non réciproque.

2 DESCRIPTION GENERALE DE LA CELLULE DE MESURE ET DU DISPOSITIF DE TEST ASSOCIE

A. La cellule de mesure

La cellule de mesure utilisée est de type triplaque asymétrique. Elle est constituée d'un ruban conducteur suspendu, en laiton, et de plans de masse supérieur et inférieur, également en laiton (Fig. II. 5). La largeur du ruban métallique diminue progressivement à ses extrémités (Fig. II. 8(a)) pour engendrer une discontinuité graduelle et non abrupte entre le ruban et les connecteurs de type SMA permettant de relier, via des câbles coaxiaux, la cellule à l'analyseur de réseaux vectoriel. Le caractère graduel de cette discontinuité permet de ne pas engendrer de capacités parasites, pouvant perturber les mesures. Le ruban conducteur est plus proche du plan de masse inférieur (Fig. II. 8(b)), afin que la cartographie des champs électromagnétiques de la cellule se rapproche de celle d'une ligne microruban. La largeur ($2b$) du ruban conducteur et la distance (h) séparant celui-ci du plan de masse sont choisies pour adapter la cellule à vide à une impédance caractéristique de 50Ω (rapport $2b/h \approx 5$) et, également, pour réduire la fuite des lignes de champs hors de la zone située sous le ruban conducteur. Cette zone correspond alors à celle où la quasi-totalité de l'énergie micro-onde est

concentrée. Pour garantir une bonne sensibilité des mesures, l'échantillon à tester, est positionné dans la région centrale, entre le ruban conducteur et le plan de masse inférieur. Il est usiné sous forme rectangulaire, de telle façon que son épaisseur corresponde à la distance (h) entre le ruban conducteur et le plan de masse inférieur de la structure (Fig. II. 8(b)). Comme précédemment indiqué, des échantillons diélectriques isotropes de faible (ϵ_1) et forte (ϵ_2) permittivités relatives sont placés de part et d'autre de l'échantillon sous test, pour permettre de générer l'effet non réciproque recherché.

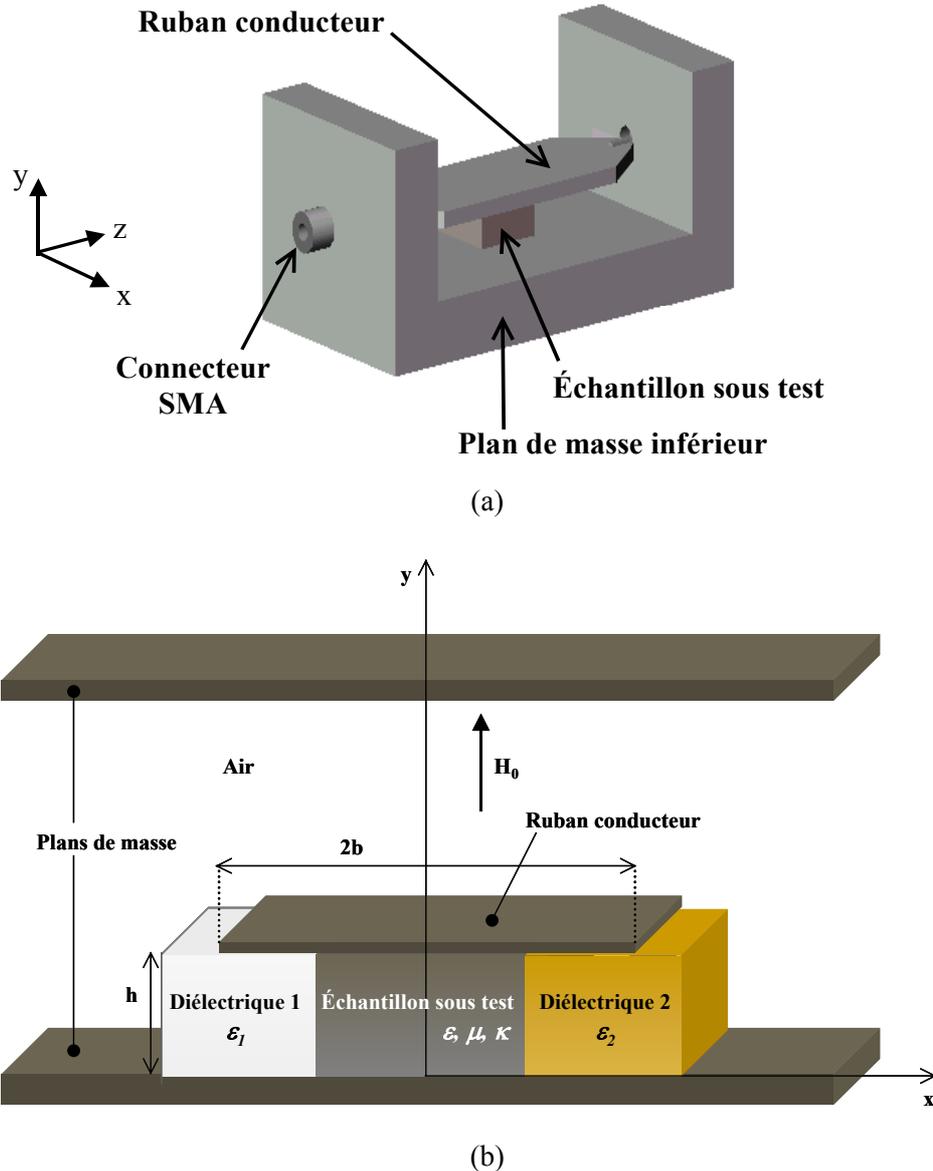


Fig. II. 8 : Représentations schématiques de la cellule de mesure. (a) Cellule de mesure sans plan de masse supérieur, contenant l'échantillon magnétique à tester. (b) Vue transversale de la cellule en charge.

Les lignes des champs électrique et magnétique hyperfréquences de la demi-cellule à vide, simulées à 5 GHz à partir du logiciel commercial Ansoft-HFSS sont représentées à la figure II. 9 ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm). Ces simulations confirment que la configuration des champs électrique et magnétique hyperfréquences d'une ligne microbande est bien reproduite.

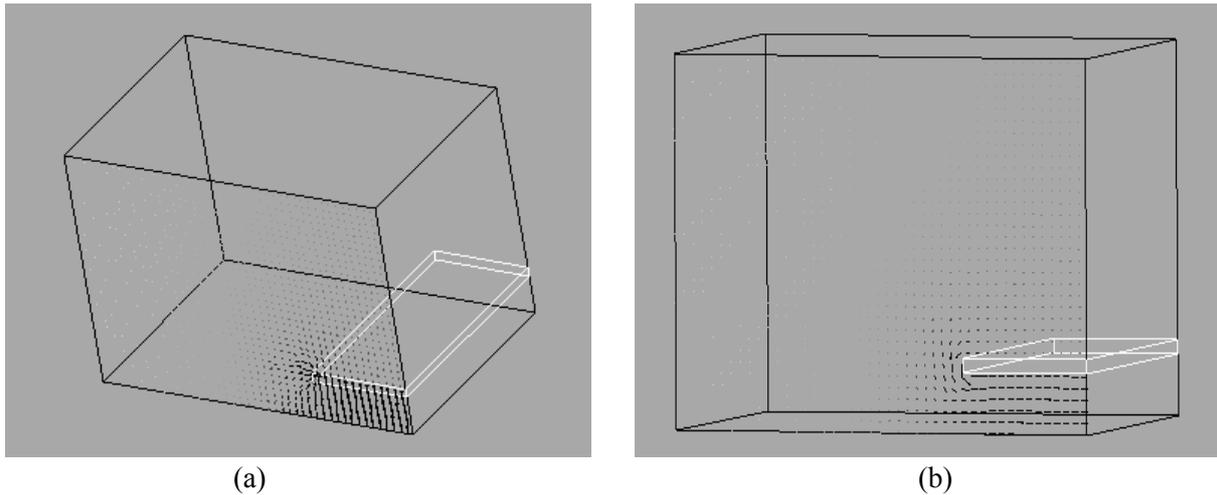


Fig. II. 9 : Représentation des champs (a) électrique et (b) magnétique hyperfréquences de la demi-cellule de test à vide. Simulations réalisées à partir du logiciel commercial Ansoft-HFSS.

B. Le dispositif de test

Afin de compenser les erreurs de mesure systématiques associées aux composants électroniques de l'analyseur de réseaux vectoriel et aux connecteurs et câbles de jonction analyseur-cellule, une procédure d'étalonnage de type **SOLT** (Short-Open-Load-Thru) [70] est effectuée. La cellule à vide est toutefois insérée lors de la phase de correction en transmission (Thru), pour tenir compte de ses pertes métalliques et par rayonnement. Les modules des paramètres S_{11} et S_{22} de la cellule à vide ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm), mesurés après étalonnage, sont de l'ordre de -60 dB sur l'ensemble de la plage de fréquences considérée (Fig. II. 10(a), analyseur de réseaux HP 8720A, 801 points de mesure). Les modules des paramètres S_{12} et S_{21} correspondants (Fig. II. 10(b)) varient, en moyenne, entre -0.02 et 0.02 dB.

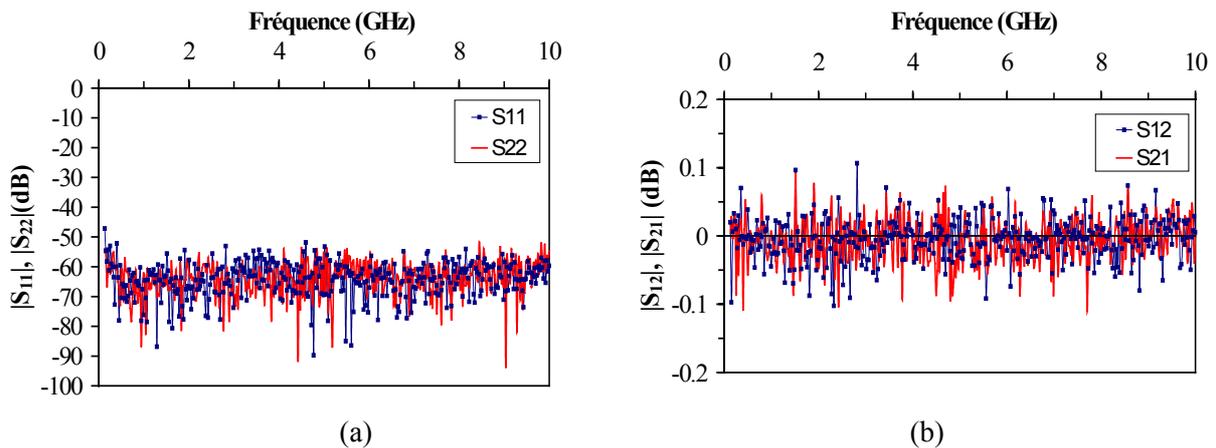


Fig. II. 10 : Modules des paramètres (a) de réflexion et (b) de transmission de la cellule de mesure à vide après étalonnage de type SOLT, incluant la cellule lors de la phase de correction en transmission (Thru).

La cellule de mesure contenant les deux plaquettes diélectriques et l'échantillon magnétique à tester est placée entre les pôles d'un électro-aimant afin d'aimanter le milieu magnétique selon l'axe y du repère cartésien (Fig. II. 8(b)). Un gaussmètre à effet Hall permet de mesurer, avec une précision de ± 0.1 Oe à 25°C , la valeur du champ magnétique statique (H_0) appliqué dans l'entrefer ($= 25$ mm)

de l'électro-aimant. Ce champ magnétique (H_0) peut atteindre 8 kOe au centre de l'entrefer de l'électro-aimant, pour une intensité de 18 A provenant de l'alimentation électrique stabilisée. Il reste constant malgré l'échauffement du bobinage. Le champ (H_0) généré est uniforme dans une région importante de l'entrefer de l'électro-aimant, qui comprend celle où est situé le milieu magnétique à caractériser. A titre d'exemple, pour une intensité de 500 Oe au centre de l'entrefer de l'électro-aimant, le champ magnétique (H_0) varie entre 499.8 et 500.3 Oe dans un cercle de 20 mm de diamètre centré au centre de l'entrefer.

3 NON RECIPROCITE DE LA CELLULE DE MESURE

La figure II. 11(a) montre les modules des paramètres de transmission mesurés de la cellule de test ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm) contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y-Al polycristallin (Y35 : $4\pi M_s = 1.2$ kG, $\Delta H = 40$ Oe, $\Delta H_{\text{eff}} = 4$ Oe, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$ [96]), soumis à différentes valeurs de champ magnétique statique (H_0). Le milieu magnétique est entouré d'un échantillon de matériau imide de Polyméthacrylate, communément appelé matériau mousse [71], de permittivité relative proche de celle de l'air ($\epsilon_l = 1.07$), et d'un échantillon de dioxyde poreux de Titane (TiO₂), de concentration volumique en Titane de 73 % ($\epsilon_2 = 15.5$). Les deux échantillons diélectriques ont pour dimensions $5 \times 5 \times 1.8$ mm³. Lorsque le ferrite est à l'état désaimanté ($H_0 = 0$ kOe), la cellule a un comportement réciproque ($|S_{12}| = |S_{21}|$). Par contre, dès lors qu'un champ magnétique (H_0) est appliqué selon l'axe oy, les modules des paramètres S_{12} et S_{21} diffèrent. Par exemple, pour $H_0 = 1.5$ kOe (ferrite saturé), les modules des paramètres S_{12} et S_{21} sont respectivement de -9.89 et -4.02 dB à la fréquence correspondant au maximum d'absorption d'énergie, d'origine gyromagnétique (3.83 GHz). Notons l'apparition de résonances de dimension vers 8 GHz qui vont limiter la bande de fréquences exploitable lors de la caractérisation du milieu magnétique, comme nous le verrons ultérieurement. Les modules des paramètres S_{12} et S_{21} , mesurés entre 100 MHz et 3 GHz, pour la cellule contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ d'un autre ferrite Y-Al polycristallin (Y371 : $4\pi M_s = 0.68$ kG, $\Delta H = 40$ Oe, $\Delta H_{\text{eff}} = 4$ Oe, $\epsilon' = 14.5$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$ [96]), dans différents états d'aimantation, sont présentés à la figure II. 11(b). Ces résultats prouvent la non réciprocity de la cellule élaborée.

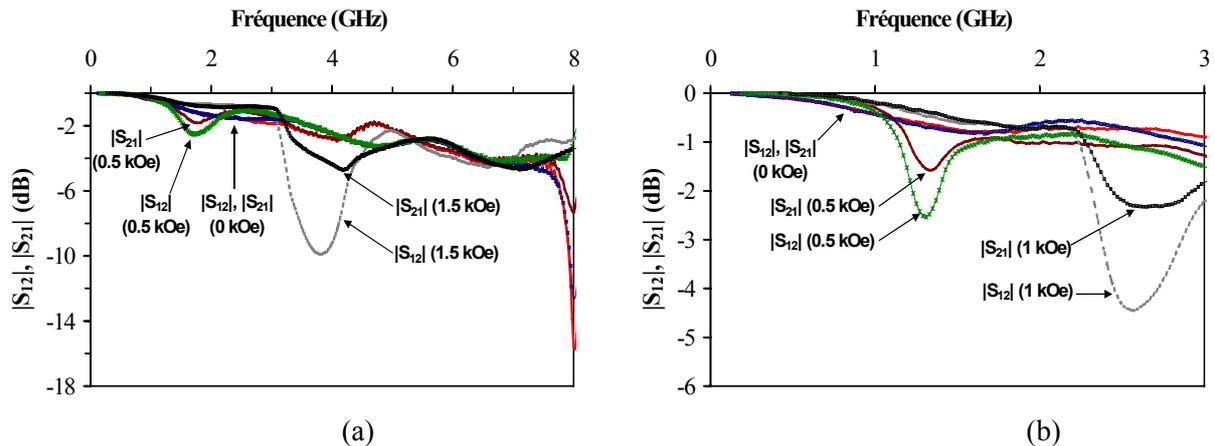


Fig. II. 11 : Réponse en transmission de la cellule de mesure ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm) contenant (a) un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 1.2$ kG, $\Delta H = 40$ Oe, $\Delta H_{\text{eff}} = 4$ Oe, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$) et (b) un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 0.68$ kG, $\Delta H = 40$ Oe, $\Delta H_{\text{eff}} = 4$ Oe, $\epsilon' = 14.5$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$). Les milieux testés sont entourés d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse ($\epsilon_l = 1.07$) et de TiO₂ ($\epsilon_2 = 15.5$) et soumis à différentes valeurs de champ magnétostatique (H_0).

IV. ANALYSE THEORIQUE ASSOCIEE A LA CELLULE DE MESURE

Comme pour toute technique de caractérisation, l'analyse théorique de la cellule de mesure, permettant de déterminer les propriétés électromagnétiques (μ , κ , ε) de l'échantillon sous test, comprend deux étapes calculatoires (problème direct et problème inverse) :

- le problème direct consiste à calculer les paramètres S de la cellule de test en fonction des permittivités et perméabilités des milieux magnétique et diélectriques présents dans la cellule, de leurs dimensions, ainsi que des dimensions de la cellule,

- par inversion du problème, le cas idéal serait d'obtenir des relations analytiques entre les paramètres (μ , κ , ε) recherchés et les paramètres S mesurés de la cellule, utilisables sur une large bande de fréquences, de manière similaire aux expressions de Nicolson-Ross-Weir [72],[73], couramment exploitées pour caractériser des milieux magnétiques isotropes en ligne coaxiale. Cela éviterait l'emploi d'une procédure d'optimisation numérique, qui implique une augmentation sensible des temps de calculs et ne garantit pas nécessairement l'unicité de la solution obtenue.

I LE PROBLEME DIRECT

A. Choix de l'analyse électromagnétique

De nombreuses méthodes d'analyse électromagnétique ont été développées pour prédire les performances (niveaux d'isolation, pertes d'insertion, etc.) des dispositifs micro-ondes non réciproques en ligne de transmission. Ces méthodes permettent de déterminer la relation de dispersion et la carte des champs de structures de propagation plus ou moins complexes (lignes triplaques, coplanaires, multicouches, etc.). Le choix de l'analyse électromagnétique est important car elle doit associer au mieux la facilité d'utilisation du logiciel d'analyse directe de la cellule de mesure et la précision du calcul effectué. Deux types principaux de méthodes d'analyse existent : les méthodes dynamiques et celles quasi-statiques.

a - Les méthodes dynamiques

Les méthodes dites « dynamiques » décrivent de manière rigoureuse le comportement électromagnétique de la structure de propagation, en particulier, par la prise en compte des modes d'ordre supérieur générés au niveau des discontinuités de celle-ci. Elles fournissent alors de bons résultats, quelle que soit la fréquence exploitée.

Parmi ces méthodes rigoureuses, citons tout d'abord l'Approche dans le **Domaine Spectral (SDA, analyse 2D)** [74]-[77] qui permet d'obtenir les constantes de propagation des modes se propageant dans une structure à section transversale hétérogène. La méthode modale (analyse 3D) est aussi fréquemment employée afin d'obtenir les paramètres S d'une structure de propagation donnée. D'autres méthodes numériques 2D ou 3D (selon le maillage), telles la FDTD [79],[80], la méthode des éléments finis [81], etc., autorisent également une prise en compte de l'ensemble des modes de propagation.

Toutefois, la mise en application de telles méthodes est assez complexe. En outre, dans l'idée d'une caractérisation hyperfréquence du matériau intégré dans la structure, une méthode itérative est requise pour résoudre le problème inverse (voir la méthode en guide d'onde rectangulaire), impliquant, outre des temps de calculs conséquents, un encombrement mémoire important du dispositif informatique de calcul.

b - Les méthodes quasi-statiques

Les méthodes quasi-statiques peuvent être dissociées en deux sous-catégories. Tout d'abord, les méthodes variationnelles [82],[83] consistent à homogénéiser la section transverse hétérogène de la structure de propagation étudiée. A cet effet, les équations de Poisson et de courant sont principalement résolues en utilisant le concept des fonctions de Green et considérant les conditions de continuité aux limites de la structure. Ensuite, les méthodes fondées sur la théorie des lignes de transmission reposent sur l'hypothèse que seul le mode fondamental se propage; celui-ci étant de type TEM ou quasi-TEM dans le cas d'une section transverse inhomogène de la structure. Ces dernières méthodes ne considèrent donc pas les modes d'ordre supérieur générés aux discontinuités de la structure. Elles sont valables tant que les composantes longitudinales des champs électrique (E_z) et magnétique (H_z) hyperfréquences de la structure sont négligeables devant leurs composantes transversales. L'approximation quasi-TEM, fréquemment utilisée pour analyser des lignes de transmission constituées de deux ou plusieurs conducteurs [84], peut être employée à l'étude d'une structure de propagation contenant un ferrite aimanté suivant la direction de propagation de l'onde [85]. Le mode fondamental se propageant a alors un comportement identique pour une onde progressive ou rétrograde. L'extension de l'approche quasi-statique aux lignes non réciproques est rendue difficile par le fait que les équations des télégraphistes (relations tension-courant), dans la théorie des lignes, conduisent à une seule constante de propagation ($\gamma^+ = \gamma^-$) et donc à une réciprocity du dispositif considéré. De nombreuses études théoriques ont cependant porté sur une telle extension [86]-[91]. En particulier, les travaux menés par l'équipe de Ricardo Marqués ont récemment permis de généraliser la théorie des lignes de transmission et l'approximation quasi-TEM au cas de lignes non réciproques contenant un matériau magnétique anisotrope [89]-[91]. La ligne de transmission étudiée est structurellement proche de la cellule de mesure que nous avons mise en œuvre. En effet, les auteurs [89]-[91] ont déterminé les constantes de propagation progressive et rétrograde (γ^+ et γ^-) d'une ligne de transmission constituée de deux plaques parallèles conductrices entre lesquelles un milieu magnétique, aimanté transversalement, et deux matériaux diélectriques sont insérés (Fig. II. 12).

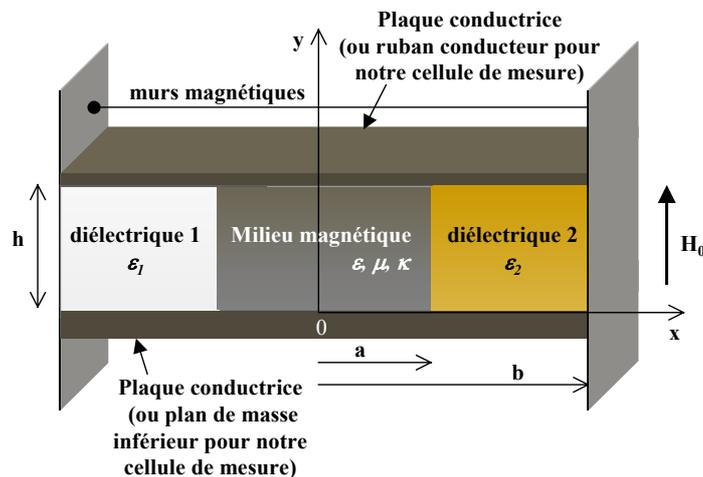


Fig. II. 12 : Structure étudiée dans [89]-[91], proche de la section transverse de la cellule de mesure.

Dans la théorie élaborée par Marqués et al., l'hypothèse de court-circuits magnétiques aux extrémités des plaques parallèles est effectuée. La prise en compte de la non réciprocity de la ligne de transmission est rendue possible par l'introduction, dans le schéma équivalent de la ligne, d'un nouveau paramètre appelé **Meductance (Memory Inductance) caractéristique** M_c (voir annexe 2), par analogie avec le concept de Memristor (Memory Resistor) développé par L. O. Chua en 1971 [92].

La section transverse équivalente de la cellule triplaque asymétrique est similaire à la structure étudiée par Marqués et al., en identifiant les plaques conductrices supérieure et inférieure, respectivement, au ruban conducteur et au plan de masse inférieur (Fig. II. 12). L'analyse électromagnétique de la cellule en ligne de transmission a ainsi pour point de départ les résultats théoriques de ces auteurs. Considérant le paramètre de ligne (M_c) et supposant des murs magnétiques aux bords du ruban conducteur de la cellule, les constantes de propagation du mode fondamental quasi-TEM, pour une onde se propageant de façon progressive (γ^+) ou rétrograde (γ^-) selon l'axe z du repère cartésien, sont exprimées comme suit (voir le calcul en annexe 2) :

$$\begin{cases} \gamma^+ = \omega \left(\sqrt{M_c^2 L^2 + LC} + M_c L \right) \\ \gamma^- = \omega \left(\sqrt{M_c^2 L^2 + LC} - M_c L \right) \end{cases} \quad (\text{Eq. II. 1})$$

où ω est la pulsation angulaire du signal propagé et L , C , M_c désignent respectivement l'inductance par unité de longueur (p.u.l), la capacité p.u.l et la memductance caractéristique p.u.l de la ligne non réciproque de la cellule. Les expressions de L , C et M_c correspondant à la portion de la cellule contenant le matériau aimanté sont les suivantes (voir également en annexe 2) :

$$\begin{cases} L = \frac{h\mu_0}{2} \frac{\mu(\omega)}{(b-a) \cdot \mu(\omega) + a} \\ C = \frac{\varepsilon_0(\varepsilon_1 + \varepsilon_2) \cdot (b-a) + 2a\varepsilon_0\varepsilon}{h} \\ M_c = \frac{\varepsilon_0(\varepsilon_1 - \varepsilon_2) \cdot a(b-a)}{h} \frac{\omega \cdot \kappa(\omega)}{\mu(\omega)} \end{cases} \quad (\text{Eq. II. 2})$$

où la dimension a est la demi-largeur de l'échantillon magnétique à tester (Fig. II. 12). ε est sa permittivité relative. Comme précédemment indiqué, μ et κ désignent les éléments diagonal et extra-diagonal complexes de son tenseur de perméabilité. Les termes ε_1 et ε_2 représentent les permittivités relatives des deux échantillons diélectriques. ε_0 et μ_0 sont, respectivement, la permittivité et la perméabilité du vide. La dimension b désigne la demi-largeur du ruban conducteur et h est la distance séparant ce dernier du plan de masse inférieur de la cellule.

Ainsi les constantes de propagation complexes ($\gamma^+ = \beta^+ + j\alpha^+$) et ($\gamma^- = \beta^- + j\alpha^-$) sont exprimées analytiquement en fonction des paramètres géométriques de la cellule et des échantillons de matériaux ainsi que des propriétés électromagnétiques de ces derniers. Les termes (β^\pm) et (α^\pm) désignent, respectivement, les constantes de phase (en rad/m) et d'atténuation (en Np/m).

Une étude paramétrique en fréquence peut alors être menée afin d'observer l'influence de différents éléments géométriques, diélectriques ainsi que magnétiques sur les constantes de propagation (γ^+ et γ^-) théoriques du mode fondamental quasi-TEM. A titre d'exemple, la figure II. 13 présente l'évolution en fréquence des constantes de phase et d'atténuation du mode fondamental propagé pour plusieurs états d'aimantation du milieu magnétique. Le modèle du tenseur de perméabilité utilisé est celui de Gelin-Berthou [93],[94] qui présente l'avantage de simuler en une seule phase de calcul l'évolution en fréquence de l'ensemble des composantes du tenseur de perméabilité d'un ferrite polycristallin, dans un état quelconque d'aimantation. En outre, cette théorie

rend compte des interactions dynamiques entre domaines magnétiques voisins. Une aimantation à saturation ($4\pi M_s$) de 1 kG, un champ d'anisotropie magnétocristalline (H_a) de 100 Oe, un facteur d'amortissement (α_G) de 0.1, une aimantation réduite ($m = 4\pi M/4\pi M_s$) de 0.8, 0.99 ou 0.999 et un coefficient de désaimantation (n) de 1/3 (domaines magnétiques sphériques) ont été entrés dans le programme informatique associé au modèle. Les autres paramètres (géométriques et diélectriques) d'entrée du code de calcul permettant de déterminer les constantes de propagation sont : des permittivités relatives des milieux diélectriques et magnétique (ϵ_1 , ϵ_2 et ϵ) respectivement de 1.07-0.01j, 10-0.01j et 15-0.001j, des demi-largeurs du matériau magnétique et du ruban conducteur (a , b) de 2.5 et 4.5 mm et une épaisseur de matériau (h) de 1.8 mm.

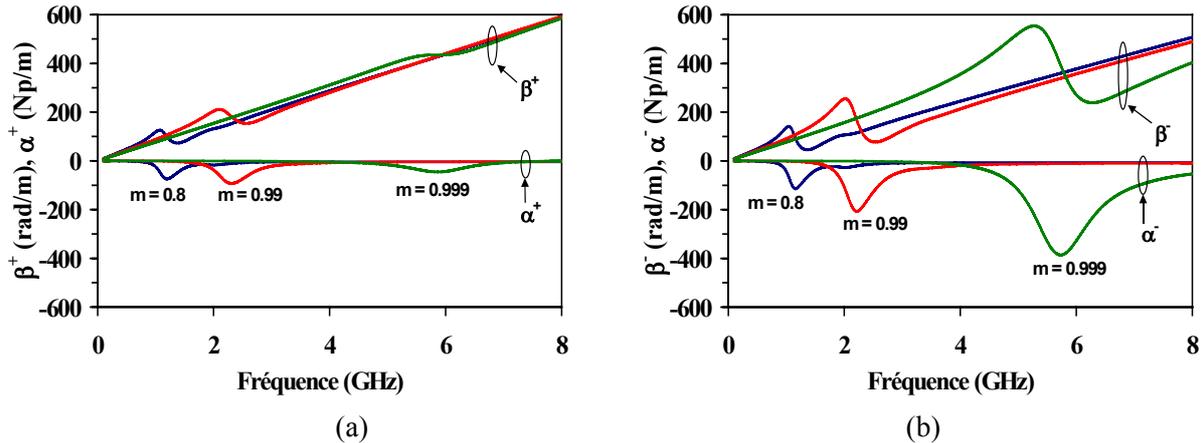


Fig. II. 13 : Évolution des constantes (a) de phase et (b) d'atténuation simulées du mode fondamental quasi-TEM en fonction de l'état d'aimantation d'un matériau ferrite polycristallin. Paramètres d'entrée du code de calcul (modèle du tenseur de perméabilité de Gelin – Berthou) : $4\pi M_s = 1$ kG, $H_a = 100$ Oe, $\alpha_G = 0.1$, $m = 0.8, 0.99$ ou 0.999 , $n = 1/3$, $a = 2.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm, $\epsilon = 15-0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 10-0.01j$.

Les simulations réalisées montrent, du fait d'un terme (κ) non nul du tenseur de perméabilité et donc d'une memductance (M_c) non nulle, que les constantes de phase (β^+ , β^-) ainsi que les constantes d'atténuation (α^+ , α^-) sont différentes pour chaque état d'aimantation considéré du milieu ferrite. En particulier, l'onde électromagnétique est bien plus atténuée dans le sens de propagation rétrograde; ceci quel que soit l'état d'aimantation. Cela illustre bien le fait que l'énergie électromagnétique soit répartie différemment dans les milieux diélectriques et magnétique, selon le sens de propagation de l'onde; autrement dit que le dispositif soit non réciproque

Le domaine de validité de l'approche quasi-statique utilisée ici pour déterminer les constantes de propagation progressive et rétrograde du mode fondamental est cependant limité en fréquence. Lors d'une montée en fréquence, les composantes longitudinales des champs électrique et magnétique hyperfréquences ne vont effectivement plus être nécessairement négligeables devant leurs composantes transversales. Les constantes de propagation obtenues devront alors être comparées à celles issues d'une analyse dynamique, rendant compte d'une dépendance longitudinale des champs électromagnétiques dans la structure de propagation afin de déterminer le domaine fréquentiel d'application de l'approximation quasi-TEM. Une telle étude comparative sera réalisée au chapitre suivant.

B. Expression des paramètres S

Nous avons relié, de manière explicite, les paramètres S théoriques de la région de la cellule de mesure avec matériaux (région chargée) aux constantes de propagation (γ^+ , γ^-) (Eq. II. 1). Pour se faire, les relations de passage de la matrice d'onde à la matrice de répartition de la région chargée de la cellule, ont été exploitées. Les paramètres de répartition de cette région sont donnés par les relations (voir annexe 3) :

$$\begin{cases} S_{11} = \frac{R^+(1-T^+T^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} & S_{12} = \frac{T^-(1-R^+R^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} \\ S_{21} = \frac{T^+(1-R^+R^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} & S_{22} = \frac{R^-(1-T^+T^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} \end{cases} \quad (\text{Eq. II. 3})$$

où R^+ et R^- représentent les coefficients de réflexion caractérisant, respectivement, la première discontinuité entre les régions vide et non réciproque de la cellule de mesure et la seconde discontinuité entre les régions non réciproque et vide (Fig. II. 14). Ils sont tels que :

$$R^+ = \frac{Z^+ - Z_0}{Z^+ + Z_0} \quad \text{et} \quad R^- = \frac{Z^- - Z_0}{Z^- + Z_0} \quad (\text{Eq. II. 4})$$

Z_0 est l'impédance caractéristique de la ligne vide ($Z_0 = 50 \Omega$). Z^+ et Z^- désignent, respectivement, les impédances caractéristiques de la ligne chargée pour une onde se propageant de manière progressive et rétrograde telles que (voir annexe 2) :

$$Z^+ = \frac{\omega L}{\gamma^+ - \omega M_c L} \quad \text{et} \quad Z^- = \frac{\omega L}{\gamma^- + \omega M_c L} \quad (\text{Eq. II. 5})$$

Dans les relations (Eq. II. 3), T^+ et T^- sont les coefficients de transmission correspondant, respectivement, à la première discontinuité ligne vide-ligne chargée et à la seconde discontinuité ligne chargée-ligne vide de la cellule (Fig. II. 14). Ils sont donnés par la relation ci-dessous ; la dimension d représentant la longueur des échantillons diélectriques et magnétique suivant la direction z de propagation :

$$T^+ = \exp(-j\gamma^+ \cdot d) \quad \text{et} \quad T^- = \exp(-j\gamma^- \cdot d) \quad (\text{Eq. II. 6})$$

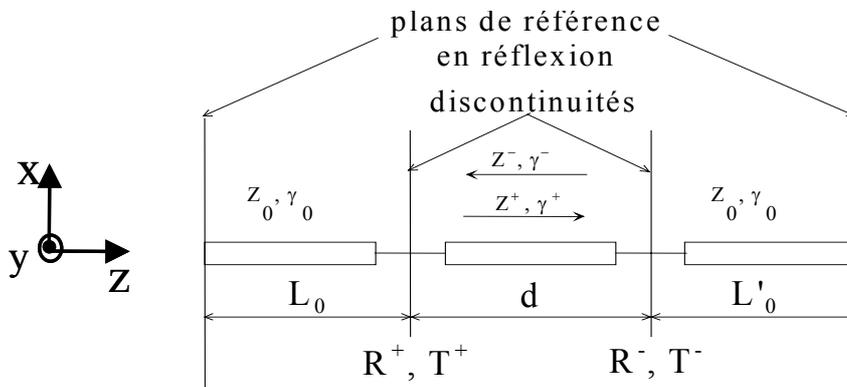


Fig. II. 14 : Représentation schématique de la ligne équivalente de la cellule de mesure en charge

Étant données les relations précédentes (Eqs. II. (3) à (6)) et celles donnant les constantes de propagation (γ^\pm) du mode fondamental quasi-TEM (Eq. II. 1), ainsi que les paramètres de ligne (L, C et M_c) (Eq. II. 2), les paramètres S théoriques de la région chargée de la cellule sont exprimés de manière analytique en fonction des dimensions géométriques de la structure et des échantillons diélectriques et magnétique, des permittivités relatives des échantillons diélectriques (ϵ_1, ϵ_2), de la permittivité relative du milieu magnétique (ϵ) et des éléments (μ, κ) de son tenseur de perméabilité. Pour la structure de propagation étudiée, nous pouvons tout d'abord observer que l'introduction des relations donnant les constantes de propagation (γ^\pm) (Eq. II. 1) dans celles des impédances caractéristiques (Z^\pm) de la ligne non réciproque (Eq. II. 5) conduit à une même impédance caractéristique, pour une onde progressive ou rétrograde dans la structure. En reportant cela dans les relations (Eq. II. 4), nous aboutissons à une identité entre les coefficients de réflexion (R^+, R^-). Par conséquent, les paramètres de réflexion S_{11} et S_{22} (Eq. II. 3) de la région chargée de la structure sont également identiques. Notons par ailleurs que, lorsque le milieu magnétique est désaimanté ($M_c = 0, \gamma^+ = \gamma^-$), les coefficients de transmission (T^+, T^-) sont similaires. D'après les relations (Eq. II. 3), la structure est alors réciproque ($S_{12} = S_{21}$). Un tel comportement réciproque apparaît aussi lorsque des échantillons diélectriques ont même permittivité relative ($\epsilon_1 = \epsilon_2$), ou encore, quand aucun échantillon diélectrique n'est utilisé et que le milieu magnétique remplit entièrement la section de la cellule sous le ruban conducteur ($a = b$, voir Fig. II. 12).

La figure II. 15 illustre l'évolution en fréquence des modules des paramètres S simulés de la structure de propagation chargée par un ferrite, dans divers états d'aimantation.

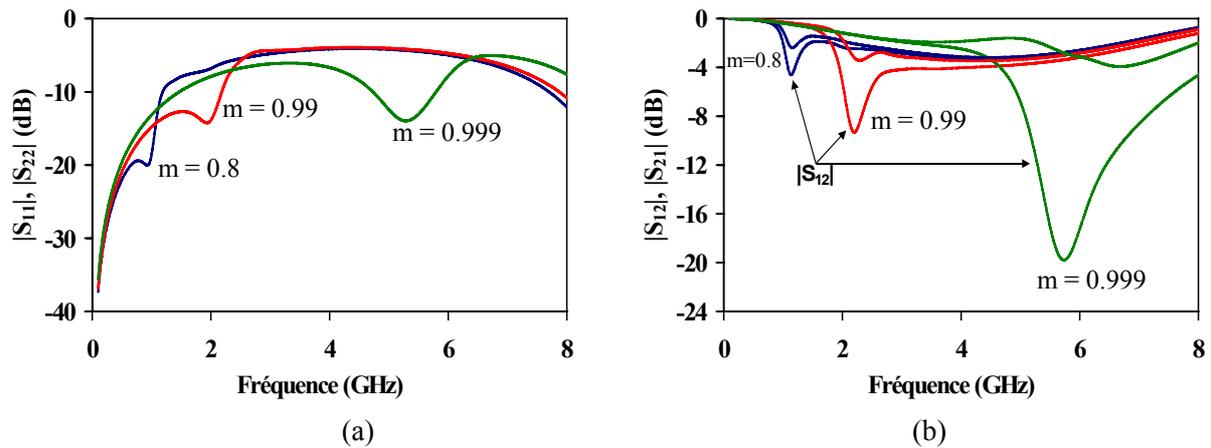


Fig. II. 15 : Évolution des modules des paramètres (a) de réflexion et (b) de transmission simulés de la région chargée de la cellule de mesure contenant un échantillon de ferrite. Paramètres d'entrée du code de calcul (modèle du tenseur de perméabilité de Gelin – Berthou) : $4\pi M_s = 1$ kG, $H_a = 100$ Oe, $\alpha_G = 0.1$, $m = 0.8, 0.99$ ou 0.999 , $n = 1/3$, $a = 2.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm, $d = 5$ mm, $\epsilon = 15 - 0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07 - 0.01j$, $\epsilon_2 = 10 - 0.01j$.

Le modèle du tenseur de perméabilité employé est également celui de Gelin-Berthou [93],[94]. Les paramètres d'entrée du programme informatique élaboré sont les mêmes que ceux précédemment utilisés pour simuler l'évolution des constantes de propagation du mode fondamental (Fig. II. 13). Dans les calculs, la longueur (d) des échantillons a été fixée à 5 mm. Comme évoqué ci-avant, les modules des paramètres S_{11} et S_{22} sont égaux, indépendamment de l'état d'aimantation du ferrite. Par contre, les modules des paramètres de transmission diffèrent. Par exemple, pour le ferrite partiellement aimanté ($m = 0.8$), les modules des paramètres S_{12} et S_{21} sont de -4.54 et -2.33 dB, respectivement, à la fréquence de résonance, d'origine gyromagnétique, correspondant au maximum d'absorption d'énergie (1.15 GHz). Par ailleurs, les modules des paramètres S_{11} (ou S_{22}), S_{12} et S_{21} simulés pour le ferrite saturé ($m = 0.999$), sont, respectivement, de $-$

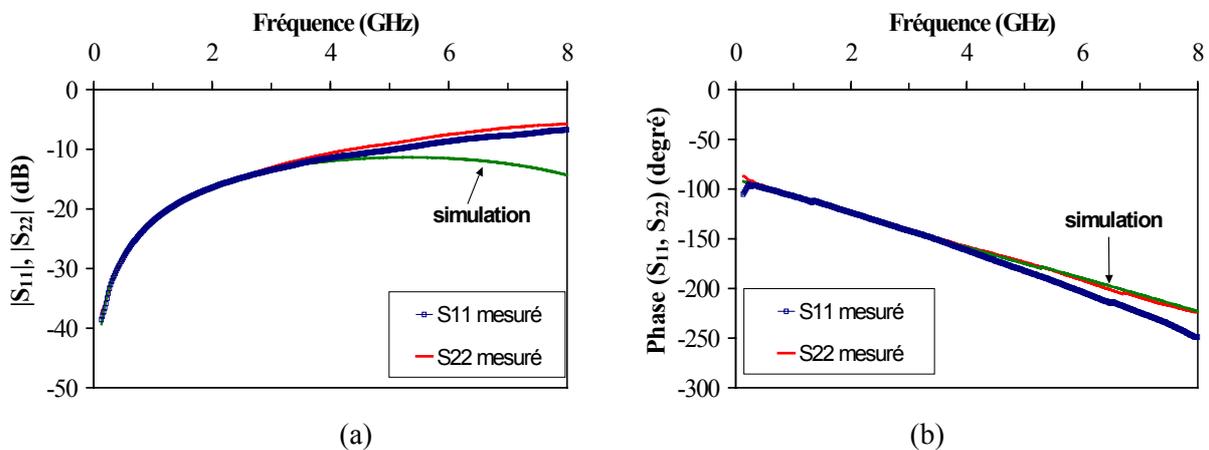
12.88, -19.73 et -2.87 dB à la fréquence d'absorption énergétique maximale (5.77 GHz). Dans ce cas, le problème direct peut être utilisé à profit pour simuler l'influence des caractéristiques géométriques, diélectriques et magnétiques des éléments constituant le dispositif, sur les paramètres S de celui-ci, pour la réalisation ultérieure d'un isolateur à résonance, par exemple. Enfin, les simulations réalisées rendent bien compte du décalage de la fréquence de résonance gyromagnétique vers les hautes fréquences lorsque l'état d'aimantation du ferrite augmente (du fait de l'alignement progressif des moments magnétiques selon la direction d'application du champ magnétique statique).

Pour valider l'analyse électromagnétique développée, les paramètres S issus du problème direct doivent être comparés à ceux mesurés de la cellule de test contenant un matériau aux propriétés intrinsèques connues, tel un milieu diélectrique (permittivité relative donnée, perméabilité scalaire unité). Étant donnée la procédure d'étalonnage du dispositif de test réalisée (SOLT avec la cellule insérée lors des corrections en transmission), les plans de référence en réflexion de la mesure coïncident avec les plans d'entrée des connecteurs, alors que ceux en transmission sont situés au centre de la cellule. Les paramètres S théoriques (Eq. II. 3) ont été définis sur les faces avant et arrière de l'échantillon magnétique. Afin d'effectuer la comparaison mentionnée ci-dessus, l'origine des phases des paramètres S mesurés doit alors être ramenée sur les faces avant et arrière de l'échantillon à tester.

a - Validation sur un milieu diélectrique

La figure II. 16 décrit une comparaison entre les paramètres S théoriques et ceux expérimentaux de la cellule de test ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm) chargée par un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ d'alumine concentrée à 99.5 % en Al₂O₃ ($\epsilon = 9.8-0.01j$) et des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse ($\epsilon_1 = 1.07$) et TiO₂ ($\epsilon_2 = 15.5$). Le modèle du tenseur de perméabilité de Gelin-Berthou est employé en considérant une aimantation à saturation nulle ($\mu = 1$, $\kappa = 0$). Les paramètres d'entrée du code de calcul associé au problème direct sont : $4\pi M_s = 0$, $H_a = 0$, $\alpha_G = 0$, $m = 0$, $n = 1/3$, $a = 2.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm, $d = 5$ mm, $\epsilon = 9.8-0.01j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 15.5-0.001j$.

Un accord correct est obtenu entre simulation et mesure, notamment pour les phases, jusqu'à environ 6 GHz. Au delà de cette fréquence, l'influence de résonances de dimensions (apparaissant hors de la gamme de fréquence exploitée) transparait. De telles résonances vont être générées lorsque la longueur ou la largeur de l'échantillon sera un multiple entier de la demi-longueur d'onde. Le bon accord mesure-simulation présenté ici a également été observé pour les autres échantillons diélectriques testés (polyéthylène, polytétrafluoroéthylène).



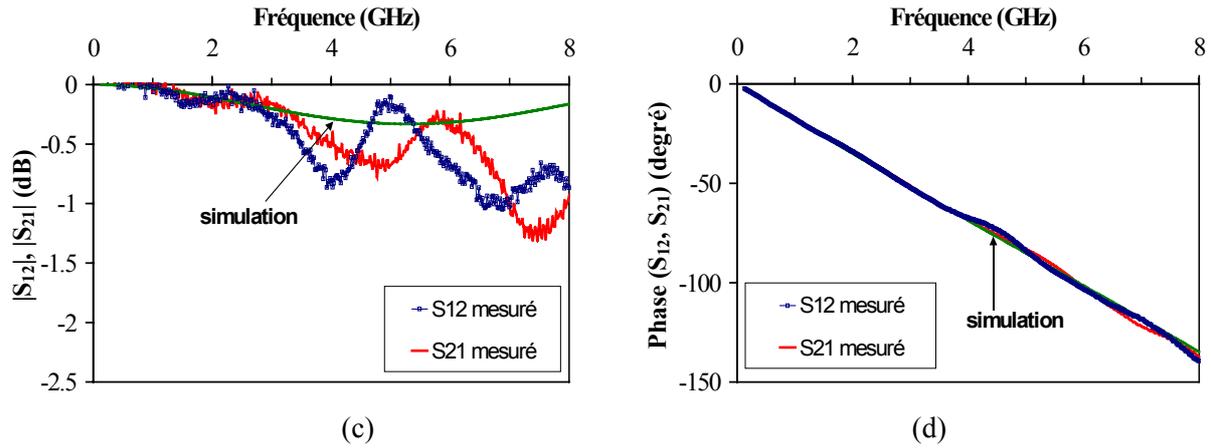


Fig. II. 16 : Paramètres S simulés et mesurés de la région chargée de la cellule de mesure ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm) contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ d'alumine, entouré d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse ($\epsilon_l = 1.07$) et de TiO₂ ($\epsilon_2 = 15.5$). Paramètres d'entrée du code de calcul (modèle de Gelin-Berthou) : $4\pi M_s = 0$, $H_a = 0$, $\alpha_G = 0$, $m = 0$, $n = 1/3$, $a = 2.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm, $d = 5$ mm, $\epsilon = 9.8 - 0.01j$, $\epsilon_1 = 1.07 - 0.01j$, $\epsilon_2 = 15.5 - 0.001j$.

b - Comparaison des paramètres S simulés et mesurés de la cellule chargée par un ferrite

Les réponses en réflexion et en transmission simulées de la cellule de test contenant un échantillon de matériau aimanté ont aussi été comparées à celles mesurées. Ici encore, des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse ($\epsilon_l = 1.07$) et TiO₂ ($\epsilon_2 = 15.5$) ont été employés lors de l'expérience pour rendre asymétrique la section transverse de la cellule. De la même manière que précédemment, une correction en phase des paramètres S mesurés à l'analyseur a été effectuée. La figure II. 17 décrit une telle comparaison, entre 130 MHz et 10 GHz, pour la cellule ($2b = 9$ mm, $h = 1.8$ mm) chargée par un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y-Al polycristallin (Y35 : $4\pi M_s = 1.2$ kG, $\Delta H = 40$ Oe, $\Delta H_{\text{eff}} = 4$ Oe, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$ [96]), dans un état saturé ($H_0 = 1.6$ kOe). Le modèle du tenseur de perméabilité utilisé est celui de Polder (chapitre I, Eq. I. 2). Les paramètres d'entrée du programme informatique associé au problème direct sont : $f_i = 3.33$ GHz, $f_m = 3.36$ GHz, $\alpha_G = 0.065$, $a = 2.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm, $d = 5$ mm, $\epsilon = 14.9 - 0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07 - 0.01j$, $\epsilon_2 = 15.5 - 0.001j$; où f_i est la fréquence de résonance proportionnelle au champ magnétique interne et déterminée à partir de la formule de Kittel [10]. Le facteur phénoménologique de pertes (α_G), seul paramètre ajustable du modèle, a été choisi pour faire correspondre les modules des paramètres S_{12} mesuré et simulé, à la fréquence d'absorption d'énergie maximale (Fig. II. 17(c)). Une bonne concordance entre les autres paramètres S mesurés et simulés est alors observée jusque 6 GHz. Pour des fréquences supérieures, une différence notable entre mesure et simulation est relevée, en particulier sur les paramètres de réflexion du dispositif, de par la présence de résonances dimensionnelles. En pratique, dans la zone d'existence de ces résonances, les modules des paramètres de réflexion vont tendre vers 0 (Fig. II. 17(a)) et la mesure des phases va être fortement affectée par le rapport signal à bruit de l'analyseur (Fig. II. 17(b)), rendant les mesures inexploitable pour la caractérisation des matériaux. Nous pouvons observer que la zone d'existence de telles résonances est certes prévue de façon correcte par la théorie mais leur influence apparaît plus tôt en fréquence sur les paramètres S simulés que sur ceux mesurés à l'analyseur. Par ailleurs, notons que les paramètres S_{11} et S_{22} mesurés sont identiques, comme prévu par la théorie, hors de cette zone d'existence des résonances de dimensions. Dans la zone d'absorption gyromagnétique (vers 4 GHz), les paramètres S mesurés et simulés diffèrent également. En particulier, l'absorption d'énergie observée dans cette zone a lieu sur une bande de fréquences plus étroite que celle prévue par la théorie. Ceci peut s'expliquer par le fait que, dans le modèle de Polder, le facteur d'amortissement (α_G) soit identique sur l'ensemble de la gamme

de fréquence. En fait, il devrait être déduit de la largeur de raie (ΔH) à la gyrorésonance du mode uniforme et de celle de raie effective (ΔH_{eff}), hors de la zone de résonance.

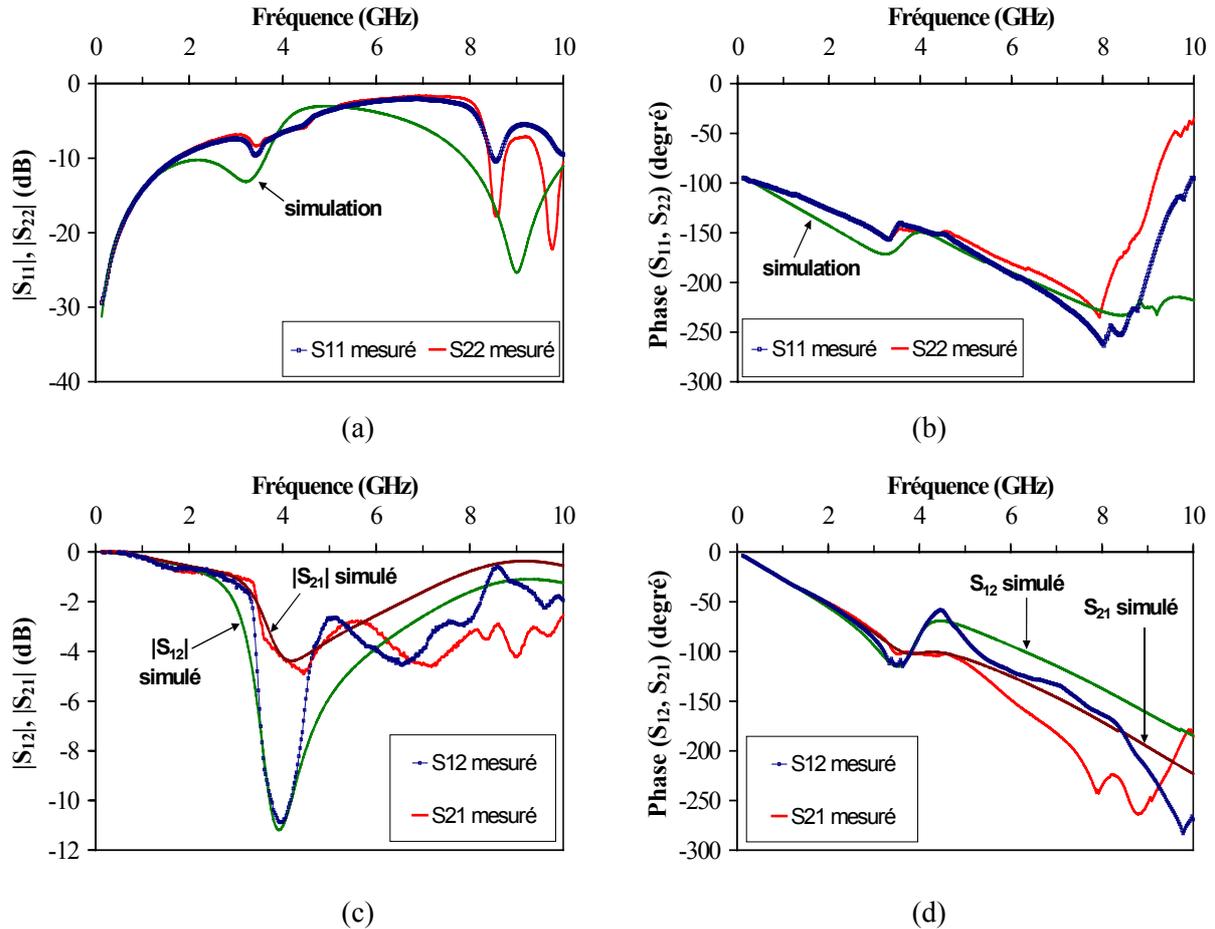


Fig. II. 17 : Paramètres S simulés et mesurés de la région chargée de la cellule de mesure contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$), soumis à un champ magnétique statique H_0 de 1.6 kOe. Le ferrite est entouré d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse ($\epsilon_1 = 1.07$) et de TiO_2 ($\epsilon_2 = 15.5$). Paramètres d'entrée du code de calcul (modèle de Polder) : $f_i = 3.33 \text{ GHz}$, $f_m = 3.36 \text{ GHz}$, $\alpha_G = 0.065$, $a = 2.5 \text{ mm}$, $b = 4.5 \text{ mm}$, $h = 1.8 \text{ mm}$, $d = 5 \text{ mm}$, $\epsilon = 14.9-0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 15.5-0.001j$.

Les paramètres de transmission mesurés et simulés de la région chargée de la cellule de mesure contenant un échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ du même ferrite Y-Al, dans un état de partielle aimantation ($H_0 = 0.4 \text{ kOe}$) sont présentés à la figure II. 18 ci-après. Le modèle du tenseur de perméabilité utilisé est celui de Gelin-Berthou. Les paramètres entrés dans le code de calcul des paramètres S théoriques sont les suivants : $4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.3$, $m = 0.7$, $n = 1/3$, $a = 3.5 \text{ mm}$, $b = 4.5 \text{ mm}$, $h = 1.8 \text{ mm}$, $d = 5 \text{ mm}$, $\epsilon = 14.9-0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 15.5-0.001j$. Ici encore, le facteur d'amortissement (α_G) a été ajusté pour faire correspondre les modules des paramètres S_{12} mesuré et simulé à la fréquence correspondant au maximum d'absorption d'énergie électromagnétique. Étant donnée la largeur de l'échantillon testé (7 mm), plus importante que celle (5 mm) de l'échantillon précédent, des résonances de dimensions apparaissent à des fréquences plus basses (vers 7.2 GHz). Le bon accord entre mesures et simulations est alors limité aux alentours de 5 GHz.

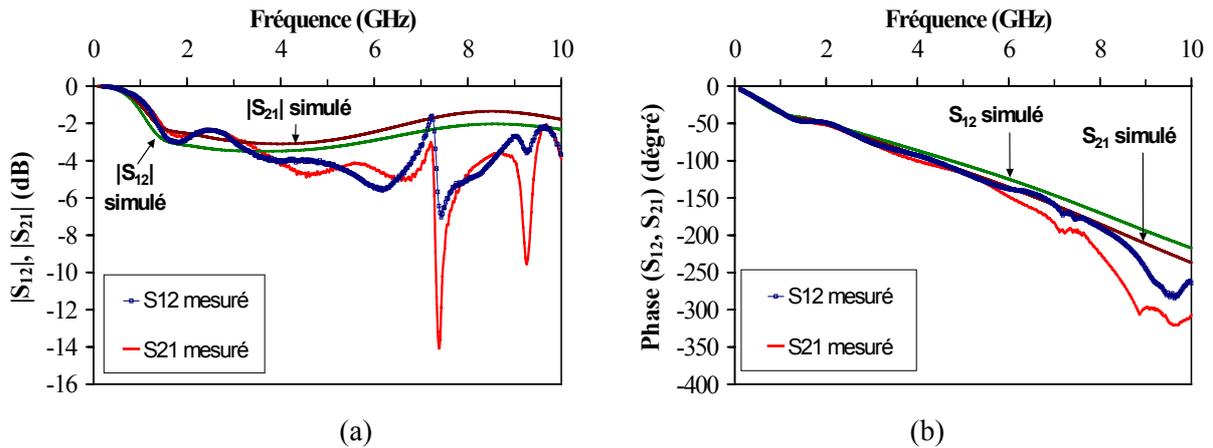


Fig. II. 18 : Paramètres S_{12} et S_{21} simulés et mesurés de la région chargée de la cellule de test contenant un échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$), partiellement aimanté ($H_0 = 0.4 \text{ kOe}$) et entouré d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse ($\epsilon_1 = 1.07$) et de TiO_2 ($\epsilon_2 = 15.5$). Paramètres d'entrée du code de calcul (modèle de Gelin-Berthou) : $4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.3$, $m = 0.7$, $n = 1/3$, $a = 3.5 \text{ mm}$, $b = 4.5 \text{ mm}$, $h = 1.8 \text{ mm}$, $d = 5 \text{ mm}$, $\epsilon = 14.9 - 0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07 - 0.01j$, $\epsilon_2 = 15.5 - 0.001j$.

Ainsi, les paramètres S théoriques de la cellule de mesure sont proches de ceux mesurés à l'analyseur de réseaux. En vue d'applications hyperfréquences ultérieures, l'utilisation du problème direct est alors envisageable pour simuler le comportement en fréquence de la structure de propagation selon les paramètres géométriques et électromagnétiques des matériaux diélectriques et magnétique qui y sont insérés.

Lorsque l'échantillon sous test est un milieu magnétique aimanté, il est cependant nécessaire de s'assurer, dans la bande de fréquences exploitée, du caractère suffisamment prédictif du modèle du tenseur de perméabilité employé. En particulier, les paramètres entrés dans le code de calcul du modèle (aimantation à saturation, facteur d'amortissement, etc.) doivent avoir un sens physique et être proches des propriétés réelles du matériau magnétique. Ce n'est pas nécessairement le cas, comme nous le verrons au cours du prochain chapitre.

2 LE PROBLEME INVERSE

Dans cette partie, les relations explicites liant les composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité et la permittivité relative (ϵ) de l'échantillon testé aux paramètres S mesurés de la cellule de mesure, sont tout d'abord présentées. L'approche élaborée est ensuite validée en déterminant les éléments (μ , κ , ϵ) de matériaux diélectriques aux caractéristiques électromagnétiques connues.

A. Relations de (μ , κ et ϵ)

Les expressions de (μ , κ , ϵ) de l'échantillon sous test auxquelles nous avons abouti sont présentées ci-dessous. Leur calcul est développé en annexe 3 de ce mémoire.

$$\left\{ \begin{array}{l} \mu(\omega) = \frac{a \cdot Z_0 \cdot (\gamma^+ + \gamma^-) \cdot (1 + R^+)}{h \mu_0 \omega \cdot (1 - R^+) - (b - a) \cdot Z_0 \cdot (\gamma^+ + \gamma^-) \cdot (1 + R^+)} \\ \kappa(\omega) = \frac{[(b - a) \cdot \mu(\omega) + a] \cdot (\gamma^+ - \gamma^-)}{\mu_0 \varepsilon_0 \omega^2 (\varepsilon_1 - \varepsilon_2) \cdot a (b - a)} \\ \varepsilon(\omega) = \frac{[a + (b - a) \cdot \mu(\omega)] \cdot \gamma^+ \cdot \gamma^-}{a \mu_0 \varepsilon_0 \mu(\omega) \omega^2} - \frac{(b - a) \cdot (\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{2a} \end{array} \right. \quad (\text{Eq. II. 7})$$

Les constantes de propagation (γ^+ , γ^-) du mode de propagation fondamental et le coefficient (R^+) intervenant dans ces relations sont directement reliées aux paramètres S mesurés de la région chargée de la cellule de test (voir annexe 3). Z_0 représente toujours l'impédance caractéristique de la cellule à vide ($Z_0 = 50 \Omega$).

D'après les relations obtenues, les coefficients diagonal (μ) et extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité du matériau à caractériser, ainsi que sa permittivité relative (ε), sont donc explicitement reliés aux paramètres S mesurés à l'analyseur de réseaux, aux dimensions ($2a$, d) de l'échantillon à tester, aux permittivités relatives (ε_1 , ε_2) des échantillons diélectriques employés pour rendre asymétrique la section transverse de la cellule de mesure, à la demi-largeur (b) du ruban conducteur ainsi qu'à la pulsation angulaire (ω) du signal micro-onde propagé.

B. Validation sur des milieux diélectriques

Afin de vérifier que les expressions précédentes permettent une détermination correcte des propriétés électromagnétiques de l'échantillon à caractériser, des milieux diélectriques ont été testés dans un premier temps.

La perméabilité mesurée d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine, concentrée à 99.5 % en Al_2O_3 , est présentée à la figure II. 19.

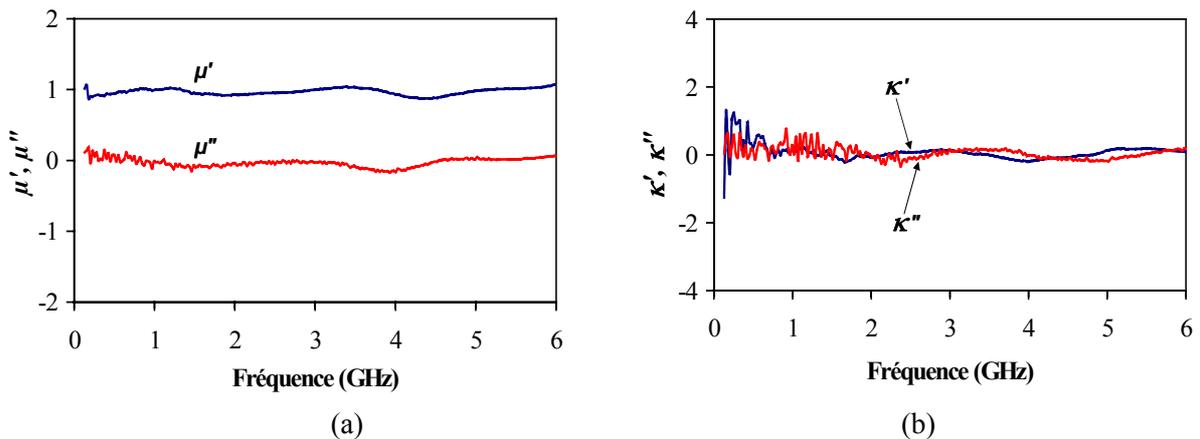


Fig. II. 19 : Évolution en fréquence des éléments (a) μ et (b) κ du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine concentrée à 99.5 % en Al_2O_3 .

Les résultats de mesure sont, aux erreurs expérimentales près, conformes à ceux attendus ($\mu' = 1$, $\mu'' = 0$, $\kappa' = 0$, $\kappa'' = 0$) sur toute la gamme de fréquences étudiée (130 MHz – 6 GHz, analyseur de réseaux HP 8720A). Notons cependant que la mesure du terme extra-diagonal (κ) du

tenseur de perméabilité est bruitée aux basses fréquences. Ceci est dû au fait que ce terme soit directement proportionnel à la différence des constantes de propagation (γ^+ , γ^-), elles-mêmes bruitées dans cette zone.

La permittivité relative mesurée de l'échantillon testé est sensiblement constante sur la plage de fréquences exploitée (Fig. II. 20). Par exemple, les parties réelle (ϵ') et imaginaire (ϵ'') de la permittivité relative sont respectivement de 9.96 et 0.02 à 1 GHz. La partie réelle de la permittivité relative déterminée expérimentalement est donc proche de celle attendue (9.8).

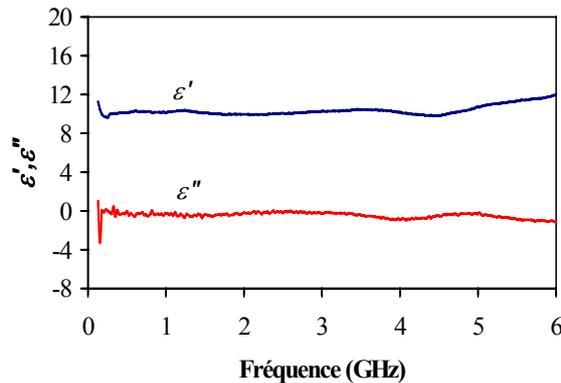


Fig. II. 20 : Évolution en fréquence de la permittivité relative (ϵ) du même échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine concentrée à 99.5 % en Al_2O_3 .

Les résultats expérimentaux obtenus confirment l'exactitude de la correction en phase réalisée sur les paramètres S mesurés à l'analyseur, afin de ne considérer que la section chargée de la cellule et pouvoir utiliser les expressions analytiques de (μ , κ , ϵ) obtenues.

D'autres échantillons diélectriques ont été favorablement testés. La figure II. 21 ci-dessous illustre les résultats de mesure obtenus pour un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de TiO_2 , concentré à 73 % en Titane et entouré des échantillons de mousse et TiO_2 . Les mesures sont présentées entre 200 MHz et 3 GHz (analyseur de réseaux Agilent 8753ES, 1601 points de mesure). A 1 GHz, la partie réelle de la permittivité relative mesurée est égale à 15.47. Ce résultat a été confirmé à partir d'une méthode de mesure des milieux diélectriques faibles pertes en cavité résonante cylindrique présente au laboratoire [95].

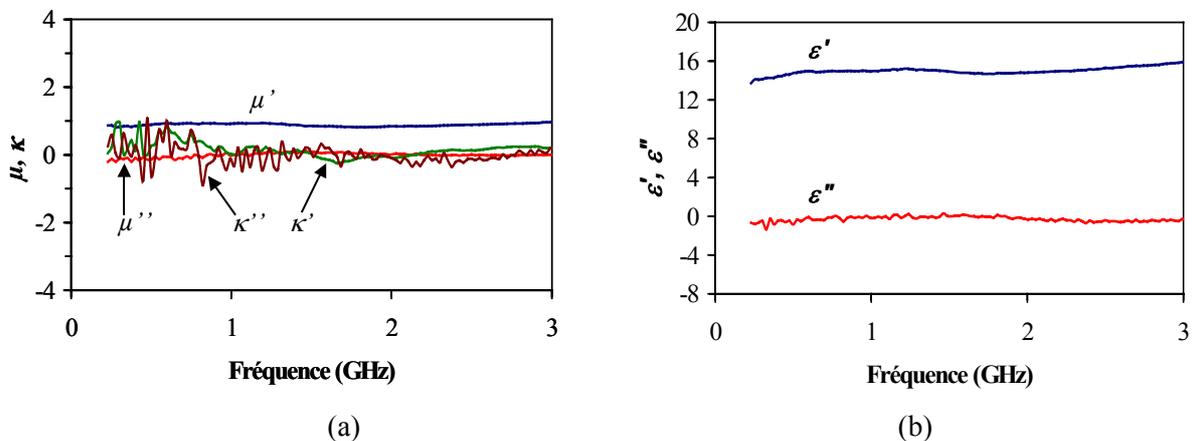


Fig. II. 21 : Évolution en fréquence (a) des éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité et (b) de la permittivité relative (ϵ) d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de TiO_2 concentré à 73 % en Titane.

V. APPLICATION DE LA METHODE A LA CARACTERISATION DES MILIEUX FERRITES

Dans cette partie, les spectres de $(\mu, \kappa, \varepsilon)$ mesurés pour des échantillons de ferrites polycristallins commerciaux, dans différents états d'aimantation, sont présentés en fréquence. Les milieux ferrites testés (Y-Al) proviennent de la société TEKELEC-TEMEX [96].

Les éléments (μ, κ) du tenseur de perméabilité mesurés d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al (Y35 : $4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\varepsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$ [96]), à l'état désaimanté ($H_0 = 0 \text{ kOe}$), sont présentés à la figure II. 22. Comme attendu, une absorption du signal micro-onde, liée à une résonance naturelle de spins, apparaît autour de 0.98 GHz (Fig. II. 22(a)). En outre, du fait de l'orientation aléatoire des moments magnétiques dans chaque domaine de Weiss quand le matériau est désaimanté, l'aimantation macroscopique résultante est nulle et l'échantillon est macroscopiquement isotrope ($\kappa' \approx \kappa'' \approx 0$, Fig. II. 22(b)).

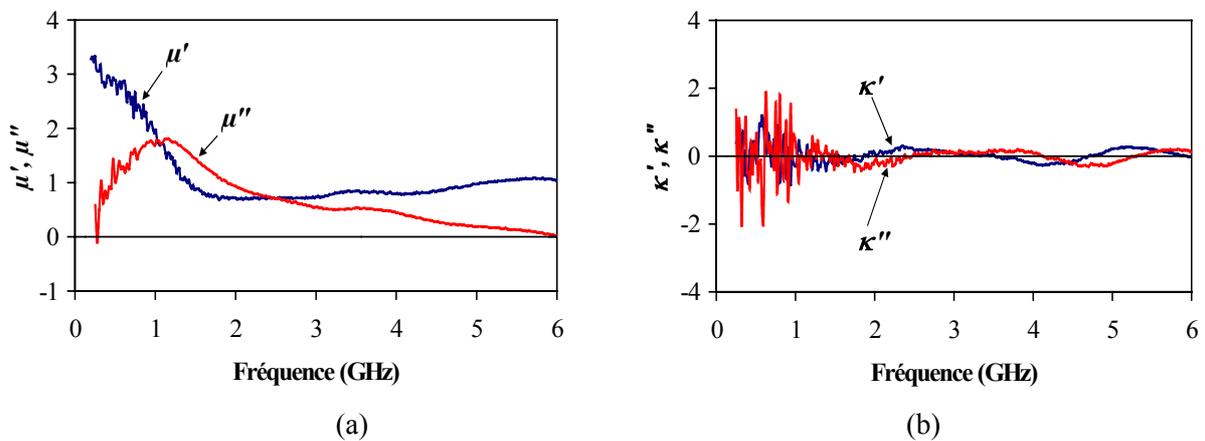
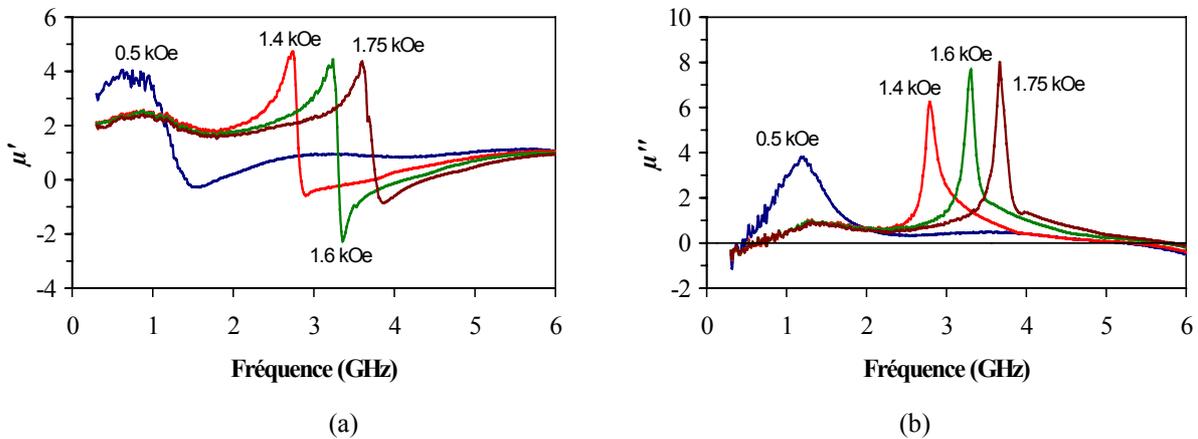


Fig. II. 22 : Évolution en fréquence des éléments (a) μ et (b) κ du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\varepsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$), à l'état désaimanté.

Les spectres mesurés de (μ, κ) de ce même échantillon de ferrite aimanté sont exposés ci-dessous :



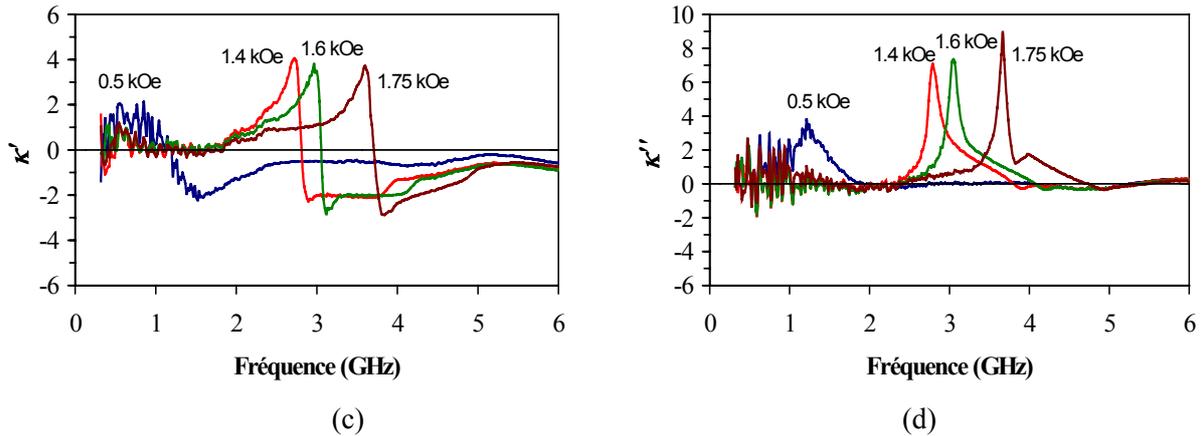


Fig. II. 23 : Évolution en fréquence des éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\varepsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2 \cdot 10^{-4}$), pour diverses valeurs de champ magnétique (H_0) appliqué. (a) μ' , (a) μ'' , (c) κ' , (d) κ'' .

Lorsque le ferrite est aimanté ($H_0 \neq 0$), une absorption d'énergie d'origine gyromagnétique, due au mouvement de précession des moments magnétiques autour de la direction d'application du champ magnétique statique (H_0), est observée sur les parties imaginaires (μ'') (Fig. II. 23(b)) et (κ'') (Fig. II. 23(d)) des composantes du tenseur de perméabilité. Comme escompté, la fréquence de résonance gyromagnétique (correspondant au maximum de μ'') est décalée vers les hautes fréquences lorsque la valeur du champ magnétique (H_0) augmente (Figs. II. 23(b) et (d)). Pour une valeur donnée du champ (H_0), les fréquences de gyrorésonance observées sur les courbes représentatives de (μ'') et (κ'') sont identiques. Par ailleurs, un comportement typique des milieux insaturés peut être observé sur les courbes représentant l'évolution de (μ'') (Figs. II. 22(a) et II. 23(b)) et (κ'') (Fig. II. 23(d)). En effet, ces courbes illustrent un élargissement important de la zone de pertes magnétiques pour les faibles valeurs de champ ($H_0 = 0$ ou 0.5 kOe) ; élargissement lié aux interactions dynamiques entre domaines de Weiss (effet Polder-Smit [12]). Au cours du processus d'aimantation, la structure en domaines magnétiques du matériau va disparaître et les champs démagnétisants dynamiques entre domaines vont diminuer ; les moments magnétiques s'alignant au fur et à mesure selon la direction d'application de (H_0). Les courbes représentatives de (μ'') et (κ'') sont alors plus étroites (Figs. II. 23(b) et (d)). Notons aussi que la condition de pertes d'énergie non négatives dans le ferrite est respectée, aux incertitudes expérimentales près, sur toute la bande de fréquences ($\mu'' > 0$ et $|\kappa''| \leq \mu''$, [42]). Enfin, comme également attendu, les termes (μ , κ) mesurés tendent, aux hautes fréquences, vers les propriétés magnétiques du vide ($\mu' \approx 1$, $\mu'' \approx 0$, $\kappa' \approx \kappa'' \approx 0$).

La figure II. 24 montre l'évolution de la permittivité relative mesurée de l'échantillon de ferrite précédent, désaimanté. La partie réelle (ε') de celle-ci est de 14.85 à 1 GHz. Celle donnée par le fabricant du ferrite, mesurée en cavité résonante rectangulaire à 8.3 GHz, vaut $14.9 \pm 5\%$ [96]. De plus, le caractère isolant du ferrite testé transparait ; la partie imaginaire (ε'') de la permittivité relative étant faible, sur toute la gamme de fréquences ($\varepsilon'' = 0.03$ à 1 GHz, par exemple).

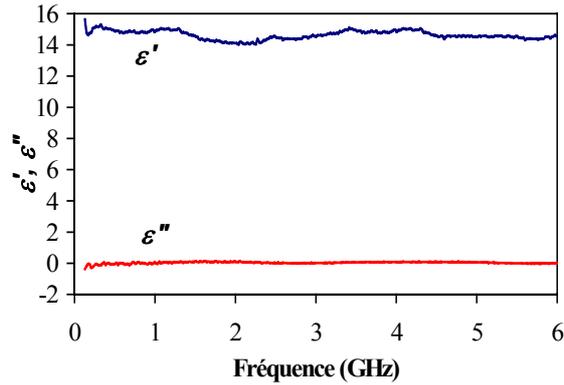


Fig. II. 24 : Évolution en fréquence de la permittivité relative (ϵ) de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\epsilon' = 14.9$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$), à l'état désaimanté.

Les autres échantillons de ferrite commerciaux que nous avons testés ont montré un comportement en fréquence similaire à celui observé ci-avant. En particulier, une anisotropie induite marquée du matériau aimanté a été mise en évidence à travers la détermination expérimentale d'un terme extra-diagonal (κ) non nul, autour de la fréquence de gyrorésonance, et d'amplitude comparable à celle du terme diagonal (μ) du tenseur de perméabilité (à l'état saturé). Par exemple, la figure II. 25 montre les spectres mesurés des termes (μ , κ) pour un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al (Y371 : $4\pi M_s = 0.68 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\epsilon' = 14.5$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$ [96]), soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 0.5 kOe (partielle aimantation) ou 1 kOe (état saturé). En comparant ces mesures à celles obtenues pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al précédent (Fig. II. 23), nous pouvons observer, pour un champ magnétique extérieur (H_0) de 0.5 kOe, des niveaux initiaux de μ' plus faibles (Fig. II. 25(a)), liés à l'aimantation à saturation réduite du matériau .

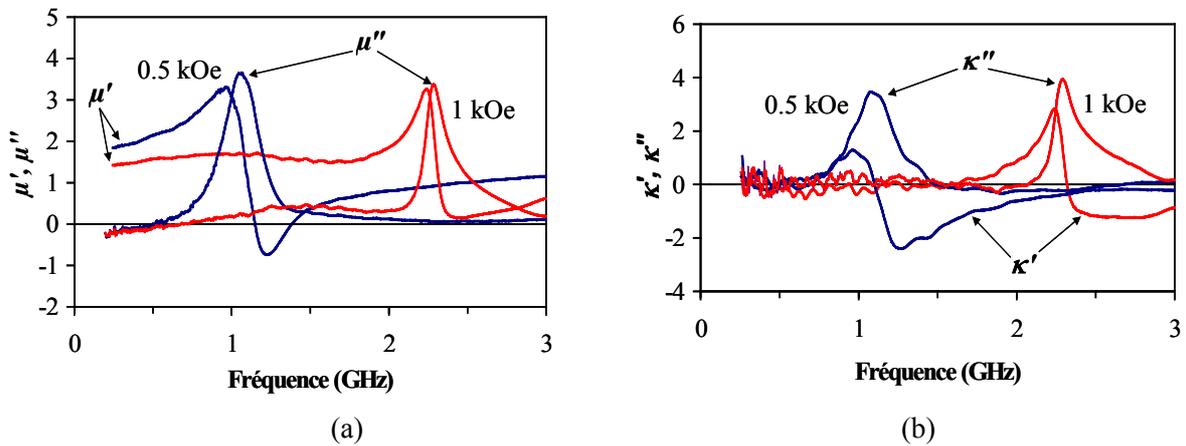


Fig. II. 25. Évolution en fréquence des éléments (a) μ et (b) κ du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al polycristallin ($4\pi M_s = 0.68 \text{ kG}$, $\Delta H = 40 \text{ Oe}$, $\Delta H_{\text{eff}} = 4 \text{ Oe}$, $\epsilon' = 14.5$, $\tan\delta < 2.10^{-4}$), pour un champ magnétique (H_0) appliqué de 0.5 ou 1 kOe.

VI. CONCLUSION DU CHAPITRE II

La méthode de mesure en ligne de transmission proposée permet une détermination explicite, simultanée et large bande du terme diagonal (μ) et du terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité d'échantillons de matériaux magnétiques, de forme rectangulaire, dans un état quelconque d'aimantation. La permittivité relative (ε) du milieu sous test est également accessible. Cette méthode présente de nombreux avantages par rapport aux techniques existantes :

- il s'agit de la première méthode de caractérisation autorisant d'étudier le comportement hyperfréquence des milieux à anisotropie induite sous champ magnétique, dans une configuration électromagnétique proche de celle rencontrée dans les circuits non réciproques planaires,

- l'étude expérimentale de l'évolution en fréquence de la résonance gyromagnétique des ferrites spinels et grenats, à l'état partiellement aimanté, est dorénavant permise. La méthode de caractérisation en guide d'onde rectangulaire préalablement mise au point au LEST présentait une bande de fréquences exploitable comprise entre 7 et 13 GHz. Pour amener la résonance gyromagnétique de ferrites doux dans cette gamme de fréquences, il est en effet nécessaire d'appliquer un champ magnétique important, ce qui a pour conséquence de saturer le milieu magnétique sous test,

- le domaine de fréquences exploitable est conséquent. Par exemple, les résultats de mesure obtenus à partir de l'analyseur de réseaux HP 8720A ont été présentés entre 130 MHz et 5 ou 6 GHz pour les échantillons de ferrites denses testés,

- l'une des originalités de la technique de mesure réside dans l'analyticité des expressions de (μ , κ , ε) obtenues qui permet une facilité d'implantation, d'élaboration et d'exécution du programme informatique associé à la technique de mesure. Ce dernier a une taille de 661 Ko et peut donc être enregistré sur une simple disquette, ou tout autre support informatique amovible. En outre, les temps de calculs de (μ' , μ'' , κ' , κ'' , ε' , ε'') et d'enregistrement des valeurs obtenues sont réduits. Ils sont inférieurs à 10 secondes en utilisant un ordinateur à processeur Intel Pentium II - 350 MHz, par exemple,

- la simplicité du processus expérimental mis en œuvre constitue un autre avantage.

L'analyse théorique de la méthode de caractérisation mise au point présente toutefois l'inconvénient de ne pas tenir compte des lames d'air entre les extrémités supérieure et inférieure des milieux diélectriques et magnétique et, respectivement, le ruban conducteur et le plan de masse inférieur de la cellule de test. Par conséquent, une contrainte d'usinage des échantillons diélectriques et magnétique apparaît ; ceux-ci devant avoir une épaisseur la plus proche possible de la distance séparant le ruban conducteur et le plan de masse inférieur de la cellule. Par ailleurs, comme brièvement indiqué dans ce chapitre, le domaine d'utilisation de la méthode est limité en fréquence. Dans la suite de ce mémoire, les différents paramètres théoriques et expérimentaux fixant celui-ci vont être présentés en détail.

CHAPITRE III :

**ÉTUDE DU DOMAINE DE VALIDITE DE LA
METHODE DE CARACTERISATION –
CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE**

CHAPITRE III :

ETUDE DU DOMAINE DE VALIDITE DE LA METHODE DE CARACTERISATION – CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE

La première méthode de mesure hyperfréquence large bande et non itérative du tenseur de perméabilité des matériaux aimantés a été décrite au chapitre précédent (choix de la cellule en ligne de transmission, analyse électromagnétique, problème inverse, etc.). Comme pour toute technique de mesure, son utilisation requiert la définition préalable de son domaine fréquentiel de validité et d'estimer la précision des résultats obtenus dans celui-ci.

L'objectif premier de ce chapitre est précisément de déterminer la gamme de fréquences d'application de la méthode de caractérisation mise au point. Dans une première partie, une revue des différents types d'erreur inhérents à la technique de mesure sera effectuée. Son domaine expérimental de validité sera ensuite étudié. Comme nous le verrons, celui-ci dépend intimement du choix des milieux diélectriques assurant la non réciprocity de la cellule de test, ainsi que des dimensions de l'échantillon magnétique. Ces études expérimentales devront permettre, d'une part, de fixer la bande de fréquences dans laquelle la technique est exploitable en pratique et, d'autre part, de déterminer la configuration électromagnétique optimale de la cellule (valeurs des permittivités relatives des diélectriques) pour mesurer de façon suffisamment sensible le tenseur de perméabilité. L'erreur commise dans la détermination des constantes de propagation dans la cellule (liée à l'approche quasi-statique utilisée lors du problème direct) sera alors estimée en fonction des permittivités des milieux diélectriques employés expérimentalement, de celle du milieu magnétique et de l'état d'aimantation de ce dernier.

Les erreurs de mesure des propriétés électromagnétiques du milieu sous test seront ensuite calculées en fonction de celles des modules et des phases des paramètres S à l'analyseur de réseaux vectoriel, ainsi que des incertitudes liées au dimensionnement de l'échantillon testé. Puis elles seront présentées dans la plage de fréquences exploitable, auparavant définie, de la méthode de caractérisation.

Une fois son domaine d'application fixé et la cellule de test optimisée, la technique de caractérisation sera mise à profit pour vérifier le caractère prédictif de modèles mathématiques du tenseur de perméabilité et, particulièrement, de ceux développés ces dernières années dans notre équipe.

I. ANALYSE DES ERREURS DE MESURE

La mesure des composantes complexes (μ , κ) du tenseur de perméabilité et de la permittivité relative (ϵ) des milieux magnétiques, à partir de la méthode de caractérisation mise en oeuvre, est entachée de plusieurs types d'erreurs :

- les erreurs systématiques liées à l'instrumentation hyperfréquence (électronique interne à l'analyseur de réseaux, câbles et connecteurs liant l'analyseur à la cellule de test), à la cellule de mesure (pertes conductrices du ruban métallique, pertes par rayonnement). Ces erreurs ont été minimisées par une procédure d'étalonnage de type SOLT modifiée (cellule à vide insérée entre les câbles de jonction lors de la phase de correction en transmission). Un tel étalonnage permet de prendre en compte les pertes propres à la cellule, comme l'indiquent les niveaux des modules des paramètres S mesurés de la cellule après étalonnage (<-60 dB en réflexion et ≈ 0 dB en transmission jusque 10 GHz, chapitre II, Fig. II. 10). Cependant, malgré cette procédure d'étalonnage, des erreurs de mesure des modules et des phases des paramètres S à l'analyseur de réseaux (spécifications données par le fabricant de l'analyseur) subsistent,

- le positionnement des plans de référence, au niveau des faces avant et arrière de l'échantillon à caractériser, pour pouvoir utiliser les relations de (μ , κ , ϵ) obtenues. Nous avons montré, au chapitre précédent, que les plans de référence étaient correctement positionnés car les propriétés électromagnétiques mesurées de milieux diélectriques connus étaient conformes à celles attendues (Figs. II. 19, II. 20 et II. 21),

- les erreurs aléatoires, fonction du rapport signal à bruit de l'analyseur utilisé. De telles erreurs sont réduites en moyennant les mesures des paramètres S réalisées par l'analyseur,

- les erreurs dans la détermination des dimensions de la cellule et de celles des échantillons qui y sont insérés,

- les lames d'air entre les faces supérieure et inférieure de l'échantillon sous test et, respectivement, le ruban conducteur et le plan de masse inférieur de la structure de propagation. L'erreur due à ces lames d'air est réduite en usinant les échantillons pour qu'ils aient une épaisseur aussi proche que possible de la distance séparant le plan de masse inférieur du ruban conducteur,

- les erreurs liées aux résonances de dimension (longueur et/ou largeur de l'échantillon sous test), qui deviennent exacerbées à la résonance, où les coefficients de réflexion (S_{11} , S_{22}) tendent vers 0. La phase de ces derniers est alors inexploitable. Les propriétés électromagnétiques (μ , κ , ϵ) du milieu sous test étant directement déduites des paramètres S mesurés de la cellule (chapitre II, Eq. II. 7), de telles résonances vont affecter sa caractérisation hyperfréquence, en limitant la gamme de fréquences exploitable des mesures,

- les erreurs sur la détermination de (μ , κ , ϵ). Elles sont relatives à la non réciprocity de la cellule de test, qui dépend, de manière prépondérante, de la différence des permittivités relatives (ϵ_2 - ϵ_1) des diélectriques rendant asymétrique la section transverse de la cellule,

- les erreurs liées au domaine de validité de l'approche quasi-statique (mode fondamental quasi-TEM) employée lors de l'analyse électromagnétique de la cellule de mesure,

- les erreurs de reproductibilité des mesures liées à l'emplacement de l'échantillon magnétique dans la cellule de test, ainsi qu'à l'emplacement de la cellule dans l'entrefer de l'électro-aimant, la précision du gaussmètre pour déterminer la valeur du champ magnétique statique appliqué, etc..

Ainsi, si certaines erreurs peuvent être minimisées lors de la procédure expérimentale (étalonnage, moyennage de plusieurs mesures, etc.), d'autres, en revanche, persistent (incertitudes liées à l'approche quasi-statique, aux dimensions d'échantillon, etc.). Ces dernières vont à présent être estimées afin de déterminer le domaine d'utilisation de la méthode de mesure.

II. OPTIMISATION DE LA SENSIBILITE DE LA CELLULE DE MESURE

Dans cette partie, l'influence du choix des milieux diélectriques insérés dans la cellule triplaque asymétrique, ainsi que de leurs dimensions, sur la caractérisation hyperfréquence du matériau à tester, est mise en exergue. Lors des études expérimentales réalisées, un seul milieu diélectrique de faible permittivité relative a toutefois été considéré, à savoir, un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse, qui présente l'avantage d'avoir une constante diélectrique très voisine de celle de l'air ($\epsilon_1 = 1.07$). L'impact des dimensions de l'échantillon sous test sur la mesure de son tenseur de perméabilité sera ensuite observé. Ces différentes études permettront d'aboutir à la configuration optimale de la cellule pour garantir une caractérisation sensible du matériau, dans une gamme de fréquences suffisamment conséquente.

I CHOIX DES DIMENSIONS DES MILIEUX DIELECTRIQUES INSERES DANS LA CELLULE

En pratique, les échantillons diélectriques placés de part et d'autre du milieu à caractériser, et assurant la non réciprocity de la cellule de mesure, débordent de son ruban conducteur (largeur $2b = 9 \text{ mm}$, annexe 1, Fig. A₁. 1). Lors de l'analyse électromagnétique de la cellule, ce débordement n'est pas pris en considération car, afin de simplifier les calculs effectués, l'existence de murs magnétiques aux bords du ruban conducteur est supposée (annexe 2, Fig. A₂. 1). Ainsi, l'on considère que toute l'énergie micro-onde est confinée entre le ruban conducteur et le plan de masse inférieur de la cellule. Le débordement des diélectriques intervenant lors de l'expérience peut favoriser une concentration d'énergie hors de la zone de la cellule située en dessous de son ruban conducteur (effets de bord). Si tel est le cas, l'hypothèse de murs magnétiques aux extrémités du ruban n'est pas valide. Afin de déterminer l'exactitude ou non d'une telle hypothèse, des échantillons d'un même matériau diélectrique à forte permittivité relative (ϵ_2), de largeurs différentes, dépassant ou non du ruban conducteur, ont été successivement insérés dans la cellule.

La figure III. 1 présente les modules de paramètres S_{11} et S_{21} mesurés de la cellule contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite polycristallin Y35 (étudié au chapitre précédent), partiellement aimanté ($H_0 = 0.5 \text{ kOe}$) et entouré de l'échantillon de mousse et d'un échantillon d'alumine ($\epsilon_2 = 9.8$). Les dimensions de ce dernier sont successivement $5 \times 2 \times 1.8 \text{ mm}^3$ (extrémité de l'échantillon au niveau du bord du ruban conducteur), $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ ou $5 \times 7.5 \times 1.8 \text{ mm}^3$. Une invariance des modules de paramètres S_{11} et S_{21} avec la largeur de l'échantillon d'alumine est observée. Elle est apparue pour les autres paramètres S (modules et phases) mesurés, ainsi que pour les autres échantillons diélectriques à forte permittivité relative (tel le TiO_2) insérés dans la cellule. Cette invariance prouve que l'énergie électromagnétique de la cellule en charge est bien principalement concentrée entre son ruban conducteur et son plan de masse inférieur, indépendamment de la largeur des échantillons diélectriques employés et que, par voie de conséquence, l'hypothèse de murs magnétique réalisée est justifiée. Pour des raisons de contraintes d'usinage, la largeur du diélectrique à forte permittivité a été fixée à 5 mm.

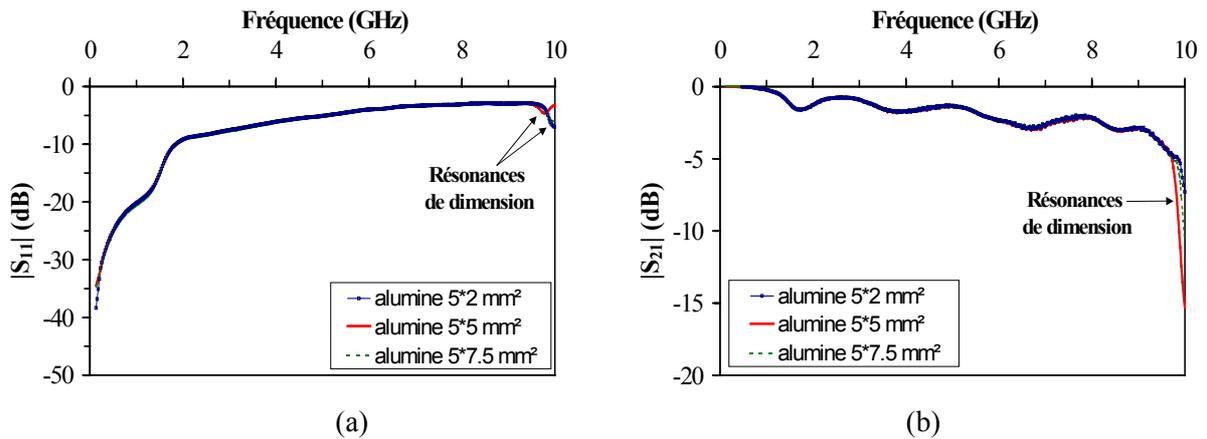


Fig. III. 1 : Modules des paramètres (a) S_{11} et (b) S_{21} mesurés de la cellule de test contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35 aimanté ($H_0 = 0.5 \text{ kOe}$) et entouré d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et, successivement, d'un échantillon de $5 \times 2 \times 1.8 \text{ mm}^3$, $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ ou $5 \times 7.5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine.

2 CHOIX DE L'ÉCHANTILLON DIELECTRIQUE A FORTE PERMITTIVITE RELATIVE (ϵ_2)

Les dimensions des échantillons diélectriques étant fixées, nous allons à présent mettre en évidence la manière dont le contraste de permittivités relatives ($\epsilon_2 - \epsilon_1$) des échantillons diélectriques 1 (ϵ_1) et 2 (ϵ_2) utilisés influe sur la sensibilité de mesure des éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité et sur la permittivité relative (ϵ) de l'échantillon à tester. A cet effet, divers échantillons diélectriques à forte permittivité relative (ϵ_2) ont été insérés dans la cellule de test.

La figure III. 2 montre l'évolution en fréquence des modules des paramètres S mesurés pour la cellule chargée par le même échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35 ($H_0 = 1.5 \text{ kOe}$, état saturé), entouré de l'échantillon de mousse et, soit d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine ($\epsilon_2 = 9.8$), soit d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de TiO₂ de concentration volumique (C) en titane égale à 73 % ($\epsilon_2 = 15.5$), ou 89 % ($\epsilon_2 = 29.6$).

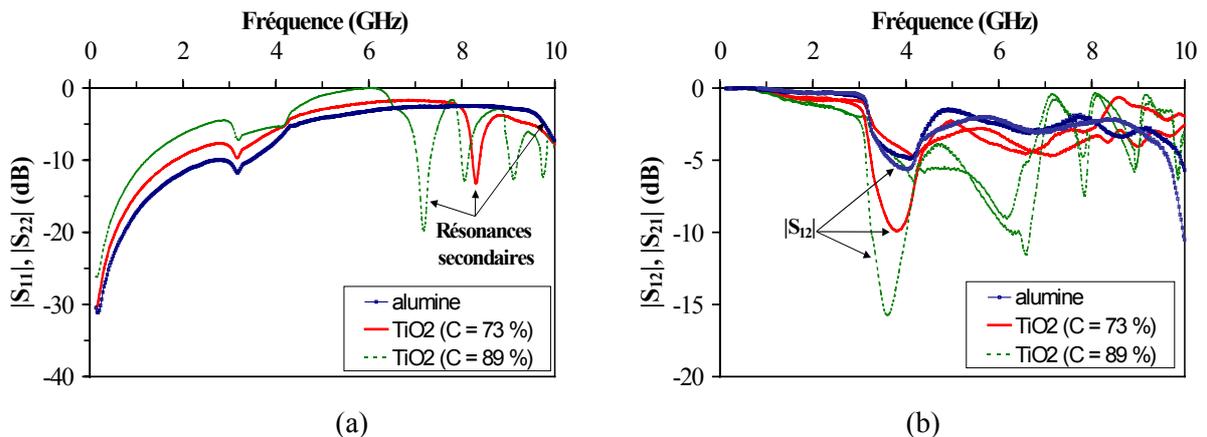


Fig. III. 2 : Modules des paramètres (a) de réflexion et (b) de transmission mesurés de la cellule de test contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, aimanté à saturation ($H_0 = 1.5 \text{ kOe}$), et entouré d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et, successivement, d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine, de TiO₂ concentré, en volume, à 73 % et 89 % en titane.

Comme l'indique la figure précédente et comme attendu, le caractère non réciproque de la cellule de mesure est fortement dépendant du choix de l'échantillon de diélectrique 2. La différence entre les modules des paramètres S_{12} et S_{21} mesurés est effectivement de 1.54, 5.88 et 9.62 dB à 3.83 GHz, en utilisant comme milieu diélectrique 2, respectivement, l'échantillon d'alumine, celui de TiO_2 avec une concentration volumique en titane de 73 % et celui de TiO_2 concentré à 89 % en titane (Fig. III. 2(b)). Par ailleurs, des résonances supplémentaires à celle d'origine gyromagnétique, liées à une augmentation de la permittivité effective relative avec la constante diélectrique du milieu diélectrique 2 (les dimensions des échantillons étant ici figées), sont relevées aux hautes fréquences (au delà de 7 GHz, Fig. III. 2(a)). Ces résonances vont perturber la mesure de $(\mu, \kappa, \varepsilon)$ et limiter alors la bande de fréquences exploitable. Ainsi, il s'agit ici de déterminer l'échantillon diélectrique 2, qui permet d'obtenir une non réciprocity suffisante de la cellule de test afin de mesurer avec précision le terme (κ) (fonction de la différence $(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)$ et de la non réciprocity de la cellule, chapitre II, Eq. II. 7), sur une bande de fréquences aussi large que possible.

Les résultats de mesure des éléments diagonal (μ) et extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon de ferrite Y35 testé, obtenus à partir des paramètres S ci-avant, sont présentés à la figure III. 3, pour la cellule chargée par un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine ou de TiO_2 concentré, en volume, à 73 % en titane.

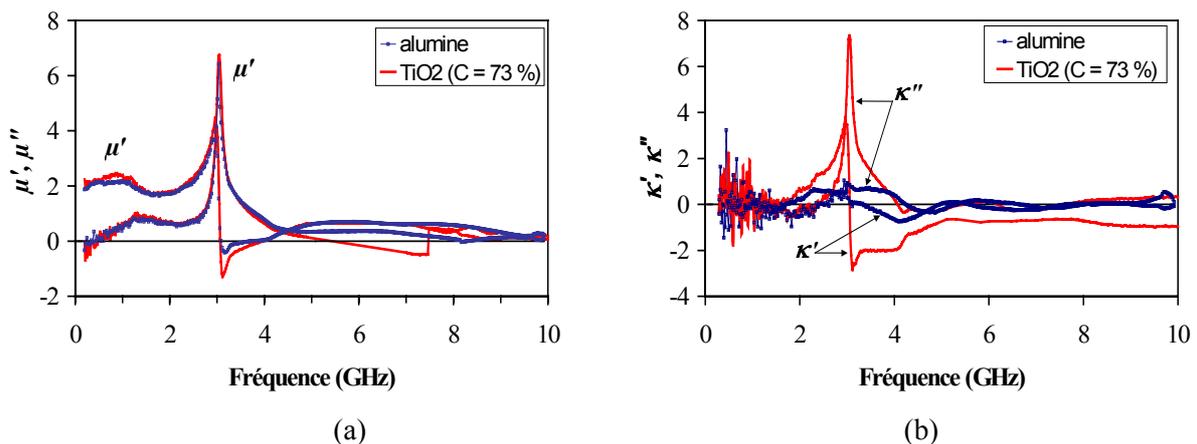


Fig. III. 3 : Évolution en fréquence des éléments (a) μ et (b) κ du tenseur de perméabilité de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite polycristallin Y35, aimanté à saturation ($H_0 = 1.5 \text{ kOe}$), entouré de l'échantillon de mousse et, successivement d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine ($\varepsilon_2 = 9.8$) et de TiO_2 concentré, en volume, à 73 % en titane ($\varepsilon_2 = 15.5$).

Nous pouvons tout d'abord observer que les résonances secondaires relevées sur les paramètres S mesurés influent principalement sur le terme (μ) du tenseur de perméabilité (Fig. III. 3(a)). Le terme (κ) étant proportionnel à la différence des constantes de propagation (γ^\pm) dans la cellule (chapitre II, Eq. II. 7), les erreurs induites par les résonances secondaires sur sa détermination sont, en effet, compensées. L'emploi de l'échantillon de TiO_2 ($\varepsilon_2 = 15.5$) limite alors la gamme de fréquences utilisable à environ 6 GHz. Au delà de cette fréquence, la condition physique de pertes énergétiques non négatives dans le matériau n'est plus respectée ($\mu'' < 0$, Fig. III. 3(a)). Par ailleurs, la figure III. 3(b) confirme le fait que les parties réelle et imaginaire de (κ) mesurées soient directement affectées par le niveau de non réciprocity de la cellule et, donc, de la valeur de (ε_2) . Étant donné le champ magnétique statique appliqué ($H_0 = 1.5 \text{ kOe}$), le ferrite polycristallin testé ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$) est saturé. Dans ce cas, comme prévu par la théorie de Polder [9], les amplitudes des parties réelles (μ', κ') des composantes (μ, κ) du tenseur de perméabilité doivent être proches, autour de la fréquence de résonance gyromagnétique. Il en est de même pour les parties imaginaires (μ'', κ'') correspondantes, bien que les moments magnétiques puissent être écartés de la direction de facile

aimantation de manière différente d'un grain magnétique à l'autre. Lorsque l'échantillon d'alumine ($\epsilon_2 = 9.8$) est employé, les valeurs de (μ'') et (κ'') mesurées à la fréquence de résonance gyromagnétique (3.05 GHz) sont, respectivement, de 6.62 et 0.845 (écart relatif d'environ 680 % entre les deux valeurs). Celles déterminées en utilisant l'échantillon de TiO_2 ($\epsilon_2 = 15.5$) sont, respectivement, de 6.99 et 7.07 (écart relatif de 1.1 %), pour une même fréquence de gyrorésonance expérimentale.

La figure III. 4 donne une description de l'évolution en fréquence des termes (μ , κ) du tenseur de perméabilité de ce même échantillon de ferrite Y35 ($H_0 = 1.5$ kOe), mesurés en utilisant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de TiO_2 concentré, en volume, à 73 % ($\epsilon_2 = 15.5$) ou 89 % ($\epsilon_2 = 29.6$) en titane.

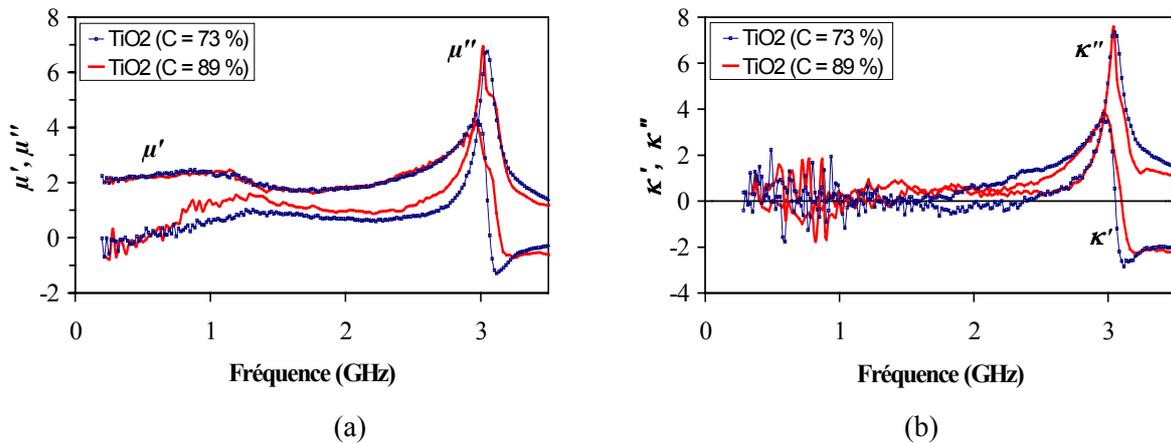


Fig. III. 4 : Évolution en fréquence des éléments (a) μ et (b) κ du tenseur de perméabilité du même échantillon de ferrite Y35, saturé ($H_0 = 1.5$ kOe), entouré de l'échantillon de mousse et, successivement d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de TiO_2 concentré, en volume, à 73 % ($\epsilon_2 = 15.5$) ou 89 % ($\epsilon_2 = 29.6$) en titane.

A la vue des résultats précédents, l'utilisation d'un milieu diélectrique 2 avec une constante diélectrique autour de 15 ou bien 30 influe très faiblement sur la mesure des composantes du tenseur de perméabilité, notamment le terme (κ), dans la zone de gyrorésonance du matériau. Par contre, la forte valeur de ϵ_2 ($= 29.6$) réduit le domaine expérimental d'utilisation de la technique de caractérisation à environ 3.5 GHz.

Ainsi, un déplacement non réciproque des champs électromagnétiques dans la structure de propagation, permettant une détermination suffisamment sensible des éléments du tenseur de perméabilité du milieu magnétique, est généré en entourant ce dernier d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse et de TiO_2 poreux ($\epsilon_2 = 15.5$). La bande de fréquences utilisable est alors assez conséquente et limitée à 6 GHz, par exemple, pour les dimensions de l'échantillon étudié ici ($5 \times 5 \times 1.8$ mm³). Les études réalisées dans la suite du mémoire ont été effectuées en considérant ces deux milieux diélectriques.

La figure III. 5 décrit le comportement en fréquence de la permittivité relative ($\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$) de l'échantillon de ferrite considéré auparavant, dans un état désaimanté, en fonction du milieu diélectrique à forte constante diélectrique. Dans tous les cas, les niveaux de permittivité mesurés sont en concordance avec ceux donnés par le fabricant du matériau ($\epsilon' = 14.9$).

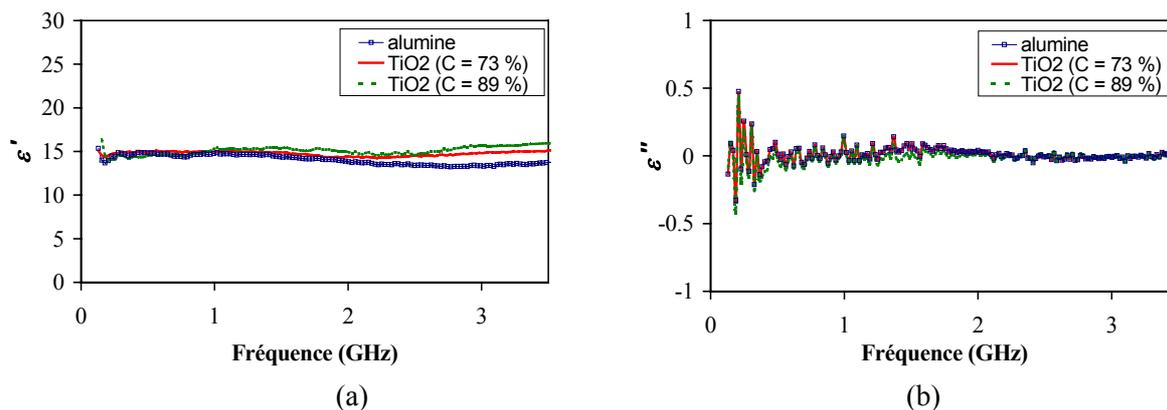


Fig. III. 5 : Évolution en fréquence de la permittivité relative ($\epsilon = \epsilon' - j\epsilon''$) de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite polycristallin Y35 désaimanté, entouré de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et, successivement d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ d'alumine, de TiO_2 concentré, en volume, à 73 % ($\epsilon_2 = 15.5$) ou 89 % ($\epsilon_2 = 29.6$) en titane.

3 INFLUENCE DES DIMENSIONS DE L'ÉCHANTILLON MAGNETIQUE

Les milieux diélectriques 1 et 2 à insérer dans la cellule de mesure pour garantir une caractérisation sensible étant fixés, l'influence de la taille de l'échantillon sous test, sur la détermination de ses caractéristiques électromagnétiques et sur la gamme de fréquences exploitable, a été étudiée.

La figure III. 6 présente l'évolution des modules des paramètres S mesurés de la cellule de test contenant des échantillons du même ferrite Y35, de largeurs (2a) et longueurs (d) variées et soumis à un même champ magnétique statique (H_0) (0.4 kOe, partielle aimantation). L'épaisseur de tous les échantillons est de 1.8 mm. Comme attendu, nous constatons que l'utilisation d'un échantillon à largeur et/ou longueur réduite repousse les résonances dimensionnelles vers les hautes fréquences (vers 8 GHz pour $2a = d = 5 \text{ mm}$, vers 6.8 GHz pour $2a = 7 \text{ mm}$ et $d = 5 \text{ mm}$) et, de fait, étend le domaine expérimental d'utilisation des paramètres S pour la caractérisation du milieu magnétique. Par contre, comme indiqué ultérieurement dans ce chapitre, l'incertitude de la mesure des paramètres électromagnétiques (μ , κ , ϵ) du matériau devient plus importante pour des échantillons de taille réduite (la quantité de matière magnétique diminuant). Les dimensions typiques de l'échantillon à tester doivent alors être choisies pour permettre un bon compromis entre la bande de fréquences utilisable et la précision des mesures de (μ , κ , ϵ).

Par ailleurs, un phénomène intéressant apparaît, en particulier, sur les figures III. 6(b) et (c), où un décalage de la fréquence d'absorption d'énergie d'origine gyromagnétique, ainsi qu'une absorption plus ou moins marquée, sont relevés en fonction de la taille de l'échantillon magnétique. Comme déjà indiqué, l'électro-aimant utilisé lors de nos expériences génère un champ magnétostatique (H_0) uniforme dans la région de son entrefer où est positionné le milieu magnétique. Les variations des paramètres S observées ici doivent alors être attribuées aux effets de taille d'échantillon, liés à l'existence de champs internes de désaimantation (ou champs démagnétisants). Ces derniers peuvent être d'origine dynamique ; le milieu désaimanté étudié ici étant formé de grains magnétiques de diamètre suffisamment important (environ 10 μm) pour qu'existe une structure en domaines de Weiss adjacents inter-agissants dynamiquement (effet Polder-Smit [12]). Ils peuvent, également, avoir une origine purement statique due à l'application du champ magnétostatique (état d'aimantation complètement saturé) ou les deux origines (dynamique et statique) simultanément, pour un matériau

partiellement aimanté, comme ici. Dans tous les cas, ces effets de taille sont engendrés par l'interaction entre les constituants du ferrite polycristallin (grains, domaines, porosité inter et/ou intra-granulaire) et le flux de l'onde électromagnétique le traversant.

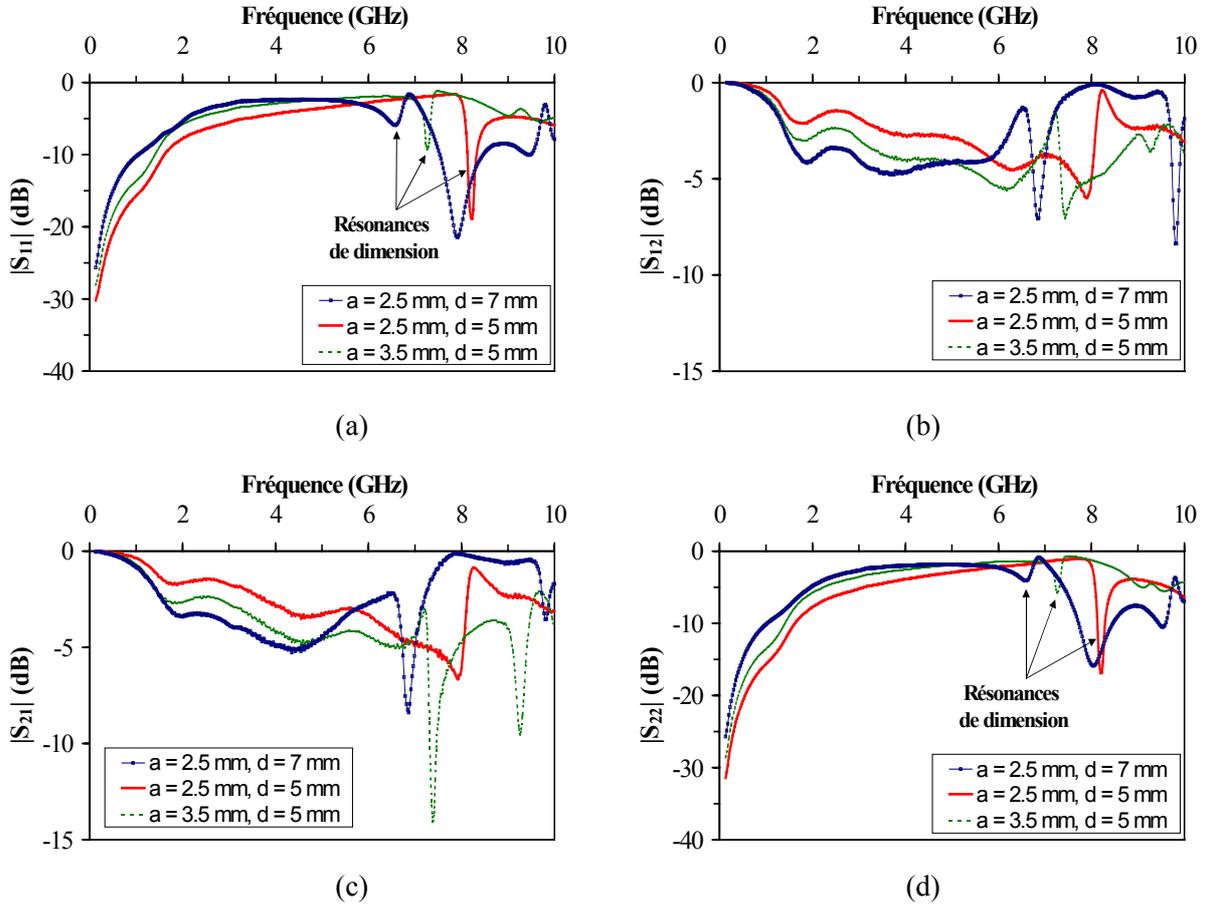


Fig. III. 6 : Modules des paramètres de réflexion et transmission mesurés de la cellule de test contenant divers échantillons de ferrite Y35 partiellement aimanté ($H_0 = 0.4$ kOe), de largeur ($2a$) et longueur (d) données et entouré des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse et de TiO₂ ($\epsilon_2 = 15.5$).

La figure III. 7 présente les spectres expérimentaux des parties réelle (μ') et imaginaire (μ'') de l'élément diagonal (μ) du tenseur de perméabilité obtenu, pour chaque échantillon testé, à partir des paramètres S précédents, en modules et corrigés en phase. Les résonances de dimension apparaissant sur les paramètres S mesurés (Fig. III. 6(a) et (d)) réduisent la plage de fréquences exploitable à 6.02 GHz pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³, à 5.06 GHz pour celui de $5 \times 7 \times 1.8$ mm³ et à 4.11 GHz pour celui de $7 \times 5 \times 1.8$ mm³. Un décalage de la fréquence de résonance gyromagnétique vers les hautes fréquences est observé quand la largeur ($2a$) ou la longueur (d) de l'échantillon magnétique diminue (Fig. III. 7(b)); les effets de désaimantation devenant alors plus importants. Par exemple, la fréquence de résonance gyromagnétique mesurée est de 1.02 GHz pour l'échantillon de $7 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y35. Elle est de 1.24 GHz pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³. La taille d'échantillon affecte aussi les niveaux de (μ') et (μ'') mesurés, qui diminuent avec la largeur ($2a$) ou la longueur (d) de l'échantillon testé. La réduction ainsi relevée sur (μ') aux basse fréquences (Fig. III. 7(a)), a pour cause l'augmentation du champ d'anisotropie effectif du domaine magnétique avec les effets de désaimantation. Celle-ci s'accompagne d'un étalement différent des pertes magnétiques (μ'') (Fig. III. 7(b)).

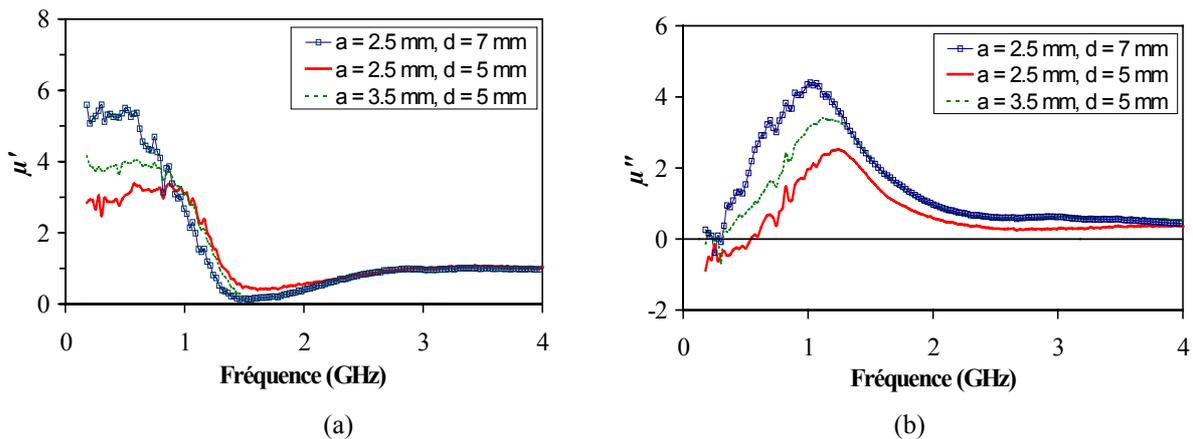


Fig. III. 7 : Évolution en fréquence de la composante diagonale (μ) du tenseur de perméabilité de plusieurs échantillons, de largeurs ($2a$) et longueurs (d) différentes, usinés dans le même ferrite polycristallin Y35 (état partiellement aimanté, $H_0 = 0.4$ kOe). (a) μ' , (b) μ'' .

Les parties réelle (κ') et imaginaire (κ'') de l'élément (κ) correspondant du tenseur de perméabilité sont affectées de la même manière par les effets de taille d'échantillon. Les résultats expérimentaux de la figure III. 8 indiquent clairement que ces effets influent de manière non négligeable sur l'anisotropie magnétique induite des ferrites partiellement aimantés.

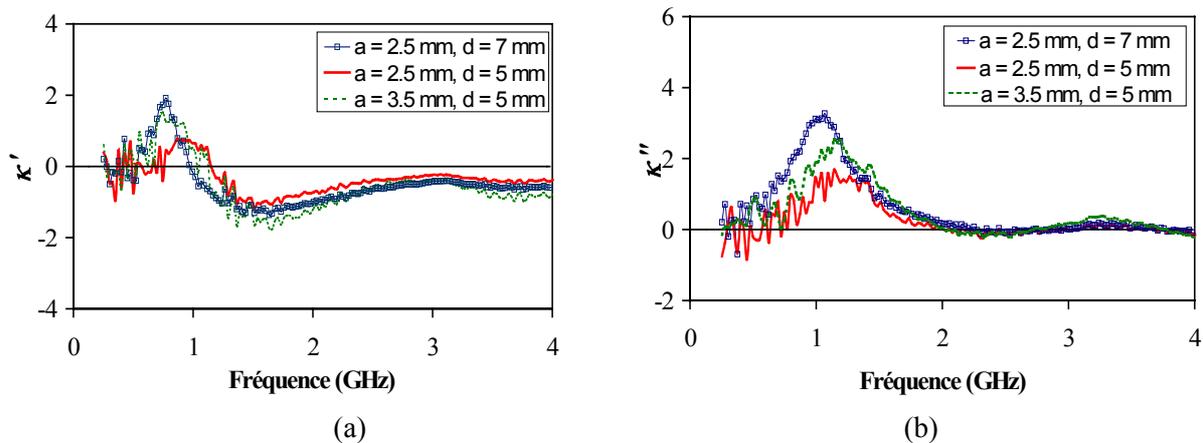


Fig. III. 8 : Évolution en fréquence de la composante extra-diagonale (κ) du tenseur de perméabilité de plusieurs échantillons, de largeurs ($2a$) et longueurs (d) différentes, usinés dans le même ferrite polycristallin Y35 (état partiellement aimanté, $H_0 = 0.4$ kOe). (a) κ' , (b) κ'' .

L'impact des dimensions d'échantillons de ferrites insaturés sur la détermination du tenseur de perméabilité est, pour la première fois, mis expérimentalement en évidence. Un tel phénomène a certes été auparavant observé de façon expérimentale mais, uniquement, sur la perméabilité scalaire de milieux magnétiques sous forme de plaquette [56] ou de tore [98], à l'état désaimanté. Les résultats présentés dans cette partie montrent tout l'intérêt de posséder une méthode de caractérisation « in-situ » comme la notre, pour mesurer les propriétés électromagnétiques des milieux aimantés. L'effet de taille d'échantillon doit en effet être considéré avant même de réaliser un dispositif hyperfréquence car il va influencer directement sur sa bande de fréquences de fonctionnement et sur ses performances (niveaux d'isolation, pertes d'insertion).

III. DOMAINE DE VALIDITE DE L'APPROXIMATION QUASI-TEM

L'approche quasi-statique, exploitée pour traiter le problème direct de la technique de caractérisation, repose sur l'hypothèse de la propagation d'un mode fondamental quasi-transverse électromagnétique (quasi-TEM) dans la structure de test. Comme déjà mentionné, une telle approximation quasi-TEM n'est utilisable que lorsque les composantes longitudinales des champs hyperfréquences dans la structure sont négligeables devant leurs composantes transversales. Lors d'une montée en fréquences, cette approximation devient de moins en moins respectée. Dans cette partie, nous définissons la bande de fréquences dans laquelle cette approximation reste valable. Il nous faut cependant garder à l'esprit les remarques déjà émises au chapitre II, concernant la prédictibilité supposée des modèles du tenseur de perméabilité employés pour déterminer les termes complexes (μ , κ) ; aucune validation expérimentale des modèles n'ayant été réalisée à ce jour, dans la gamme de fréquences considérée.

1 STRUCTURE DE PROPAGATION A VIDE

L'équipe de M. Horno s'est particulièrement intéressée à étudier le domaine de validité d'une analyse électromagnétique quasi-statique, appliquée à diverses structures de propagation planaires constituées de plusieurs milieux conducteurs et/ou matériels (milieux diélectriques et magnétiques) [85]. En dissociant, dans les relations de Maxwell, les composantes longitudinales et transversales des champs électrique (E) et magnétique hyperfréquences existants dans la structure de propagation, l'expression théorique de la pulsation angulaire limite (ω_{lim}) d'utilisation de l'approximation quasi-TEM est donnée par la relation suivante (composante longitudinale $E_z \ll$ composante transverse E_t [85]) :

$$h = \frac{1}{\omega_{lim} \cdot \sqrt{\epsilon_0 \epsilon' \cdot \mu_0 \mu}} \quad (\text{Eq. III. 1})$$

Les termes ϵ' et μ désignent la permittivité et la perméabilité relatives réelles du milieu matériel utilisé comme substrat. La dimension h est la distance séparant le plan de masse inférieur du ruban conducteur de la ligne de transmission planaire.

D'après cette relation, la fréquence limite théorique (= $\omega_{lim}/2\pi$) d'utilisation de l'approche quasi-statique pour la cellule triplaque asymétrique en l'absence de matériau (cellule à vide, $h = 1.8$ mm, voir annexe 1) est de 26.53 GHz.

2 STRUCTURE DE PROPAGATION EN CHARGE

A. Utilisation de l'expression théorique donnée par M. Horno [85]

Lorsque la cellule de mesure est chargée par un ferrite dense dans un état désaimanté, l'introduction de l'expression de la perméabilité scalaire réelle donnée par Schloemann [97] (Eq. III. 2, $\alpha_G = 0$) dans la relation (Eq. III. 1) conduit à (Eq. III. 3).

$$\mu = \frac{1}{3} + \frac{2}{3} \sqrt{\frac{f^2 - ((f_0 + j\alpha_G f) + f_m)^2}{f^2 - (f_0 + j\alpha_G f)^2}} \quad (\text{Eq. III. 2})$$

$$h = \frac{1}{\omega_{\text{lim}} \sqrt{\mu_0 \varepsilon_0 \varepsilon'} \cdot \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{2}{3} \left(\frac{\omega_{\text{lim}}^2 - (\omega_0 + \omega_m)^2}{\omega_{\text{lim}}^2 - \omega_0^2} \right)^{\frac{1}{2}}}} \quad (\text{Eq. III. 3})$$

Les fréquences (f_m) et (f_0) apparaissant dans l'expression (Eq. III. 2) sont respectivement proportionnelles à l'aimantation à saturation ($4\pi M_s$) et au champ d'anisotropie effectif (H_{eff}) du matériau ($f_m = \gamma_g \cdot 4\pi M_s$ et $f_0 = \gamma_g \cdot H_{\text{eff}}$, avec, toujours, γ_g : rapport gyromagnétique). En considérant les pulsations $\omega_m (= 2\pi f_m)$ et $\omega_0 (= 2\pi f_0)$, la relation (Eq. III. 3) peut s'exprimer sous la forme :

$$\left[3h^4 \varepsilon'^2 \omega_{\text{lim}}^6 + \left[\omega_0^2 h^4 \varepsilon'^2 - 4(\omega_0 + \omega_m)^2 \cdot h^4 \varepsilon'^2 + 6c^2 h^2 \varepsilon' \right] \cdot \omega_{\text{lim}}^4 - (6c^2 \omega_0^2 h^2 \varepsilon' + 9c^4) \cdot \omega_{\text{lim}}^2 + 9c^4 \omega_0^2 = 0 \right] \quad (\text{Eq. III. 4})$$

La résolution de cette équation permet d'obtenir la fréquence limite (f_{lim}) au delà de laquelle la condition ($E_z / E_t < 10^{-3}$) n'est plus vérifiée et, donc, l'approche quasi-statique n'est plus valable. A titre d'exemple, le tableau (Tab. III. 1) ci-après présente la fréquence (f_{lim}) calculée pour les échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrites polycristallins Y35 et Y371 désaimantés, étudiés au chapitre précédent. La fréquence f_0 (donnant ω_0) est déterminée à partir de l'expérience, en relevant la fréquence de résonance sur la perméabilité initiale des échantillons considérés (voir par exemple, chapitre II, Fig. II. 22, pour l'échantillon de ferrite Y35).

Échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite [96]	Aimantation à saturation $4\pi M_s$ (kG) ($\pm 5\%$) [96]	Fréquence f_0 (GHz)	Permittivité relative ε' à 8.3 GHz ($\pm 5\%$) [96]	Fréquence limite f_{lim} (GHz) d'utilisation de l'approximation quasi-TEM
Y35	1.2	0.98	14.9	6.976
Y371	0.68	0.78	14.5	6.982

Tab. III. 1 : Fréquence limite (f_{lim}) théorique d'utilisation de l'approximation quasi-TEM pour les échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrites polycristallins Y35 et Y371 désaimantés.

Toutefois, les fréquences limites théoriques d'utilisation de l'approche quasi-statique, déterminées ici, ne sont valables que pour un ferrite dense désaimanté, placé dans la région comprise entre le ruban conducteur et le plan de masse inférieur de la cellule de test, et entouré d'air. En pratique, il est entouré de diélectriques. En outre, l'absorption d'énergie à la fréquence de résonance du matériau n'est pas considérée ; la perméabilité étant purement réelle. Afin de remédier à ces limitations et tenir compte de l'hétérogénéité de la section transversale de la cellule en charge, une analyse électromagnétique dynamique, incorporant les milieux diélectriques utilisés lors de l'expérience, a été développée. Celle-ci tient compte des dépendances longitudinales des champs électromagnétiques dans la structure de propagation.

B. Analyse électromagnétique dynamique de la structure de propagation

L'objectif de cette sous-partie est de déterminer l'erreur commise en utilisant une approximation quasi-TEM pour déterminer les constantes de propagation progressive et rétrograde (γ^\pm) dans la cellule triplaque asymétrique. La relation de dispersion obtenue à partir de l'analyse électromagnétique dynamique de la cellule est tout d'abord présentée. Les constantes de phase (β^\pm)

(parties réelles de γ^\pm), issues de cette analyse, sont ensuite comparées à celles calculées à partir de l'approche quasi-statique (chapitre II, Eq. II. 1). Les comparaisons vont être réalisées dans la gamme de fréquences d'utilisation expérimentale de la technique de mesure, définie précédemment. L'erreur relative entre les constantes de phase ainsi comparées sera ensuite calculée à plusieurs fréquences, en fonction des constantes diélectriques des milieux diélectriques employés en pratique, de celle de l'échantillon magnétique, puis de l'état d'aimantation de ce dernier.

a - Relation de dispersion

Pour obtenir les constantes de propagation (γ^\pm) du mode fondamental dans la structure de test, les expressions des champs électrique (E) et magnétique (H) hyperfréquences dans chaque région (milieux magnétique et diélectriques) de cette dernière sont, tout d'abord, calculées en considérant l'hypothèse de murs magnétiques au niveau des bords du ruban conducteur (voir annexe 4). Les conditions de continuité des composantes transverses des champs (E, H) sont ensuite exploitées pour obtenir la relation de dispersion de la structure transverse étudiée (annexe 4) :

$$\left[-N_x D_1 D_2 \gamma^2 + N_x (N_1 D_2 + N_2 D_1) \kappa \gamma + N_x \left[N_1 N_2 (\mu^2 - \kappa^2) + D_1 D_2 \mu k_m^2 \right] + D_x (N_1 D_2 - N_2 D_1) \mu k_x = 0 \right] \quad (\text{Eq. III. 5})$$

avec $D_x = \cos(2ak_x)$, $N_x = \sin(2ak_x)$, $D_1 = \gamma_1 \cos((b-a)\gamma_1)$, $N_1 = \gamma_1 \sin((b-a)\gamma_1)$, $D_2 = \cos((a-b)\gamma_2)$, $N_2 = \gamma_2 \sin((a-b)\gamma_2)$.

Les termes a et b intervenant dans ces relations sont, respectivement, les demi-largeurs de l'échantillon sous test et du ruban conducteur de la cellule. k_x , γ_1 et γ_2 désignent, respectivement, la constante de propagation selon l'axe x du repère cartésien, respectivement, dans le matériau magnétique, dans l'échantillon diélectrique 1 et dans l'échantillon diélectrique 2 (annexe 4, Fig. A4. 1) tel que :

$$k_x^2 = k_m^2 \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} - \gamma^2 \quad \text{avec} \quad k_m^2 = \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon, \\ \gamma_1^2 = k_1^2 - \gamma^2 \quad \text{avec} \quad k_1^2 = \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon_1 \quad \text{et} \quad \gamma_2^2 = k_2^2 - \gamma^2 \quad \text{avec} \quad k_2^2 = \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon_2 \quad (\text{Eq. III. 6})$$

Nous aboutissons alors à une équation caractéristique de la structure de propagation en sinus et cosinus. La résolution de celle-ci conduit aux constantes de propagation complexes (γ^\pm) dynamiques, pour une onde se propageant de façon progressive et rétrograde dans la structure chargée par le milieu magnétique et les deux échantillons diélectriques. Afin de localiser dans le plan complexe ces constantes de propagation, la méthode numérique de recherche des zéros d'une fonction complexe, développée par Muller [99], a été exploitée.

b - Étude paramétrique théorique du domaine de validité de l'approche quasi-statique

L'évolution en fréquence des constantes de phase calculées à partir de l'analyse dynamique ($\beta_{\text{dynamique}}^\pm$) et de l'analyse quasi-statique ($\beta_{\text{quasi-statique}}^\pm$) du mode fondamental est ici présentée en fonction du contraste de permittivités relatives ($\varepsilon_2 - \varepsilon_1$) des échantillons de mousse ($\varepsilon_1 = 1.07$) et de TiO_2 ($\varepsilon_2 = 15.5$) utilisés lors de l'expérience, puis selon la permittivité relative (ε) de l'échantillon magnétique. L'effet de l'état d'aimantation de ce dernier sur cette même évolution est ensuite relevé. L'erreur relative commise entre les constantes de phase dynamique et quasi-statique ($\Delta\beta/\beta_{\text{dynamique}}^\pm = 100 \cdot |\beta_{\text{quasi-statique}}^\pm - \beta_{\text{dynamique}}^\pm|/\beta_{\text{dynamique}}^\pm$) est aussi présentée, dans la bande monomode de la ligne de transmission. La fréquence limite de validité de l'approximation quasi-TEM est considérée

atteinte dès lors que l'erreur relative entre les constantes de phase dynamique et quasi-statique dépasse 5 %. Un tel écart est généralement comparable à l'incertitude sur la mesure des propriétés électromagnétiques d'un matériau, due aux erreurs systématiques et aléatoires inhérentes au processus expérimental. En toute rigueur, il aurait également fallu présenter ici les incertitudes commises sur la détermination de $(\mu, \kappa, \varepsilon)$, connaissant celles sur la constante de propagation. Une telle étude n'a toutefois pas été effectuée dans la mesure où les approches théoriques du tenseur de perméabilité existantes (utilisées pour déterminer γ^\pm) ne permettent pas, avant d'avoir été validées expérimentalement, de connaître avec certitude l'évolution en fréquence de (μ, κ) . Malgré cela, nous nous sommes attachés à étudier les propriétés de dispersion de la structure de propagation dans des conditions proches de celles réelles. Notons, par ailleurs, que la comparaison entre les constantes de phase dynamique et quasi-statique, selon la largeur (2a) de l'échantillon magnétique, n'est pas abordée, étant donné que l'influence sur (μ, κ) de la taille de l'échantillon insaturé est difficilement prévisible à l'aide des modèles utilisés. Pour se faire, il faudrait connaître, a priori, les effets de désaimantation théoriques pour chaque largeur d'échantillon.

Influence du contraste de permittivités relatives ($\varepsilon_2 - \varepsilon_1$)

La figure III. 9(a) présente l'évolution en fréquence de la constante de phase dynamique et quasi-statique, pour la structure de test contenant un ferrite désaimanté ($\beta^\pm = \beta$) et les échantillons de mousse et de TiO₂. Le modèle du tenseur de perméabilité utilisé pour déterminer les constantes de propagation est celui de Schloemann (Eq. III. 2) [97]. Les paramètres entrés dans le programme informatique développé sont les suivants : $f_m = 3.36$ GHz, $f_0 = 0.98$ GHz, $\alpha_G = 0.55$, $a = 3.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm (pour l'approximation quasi-TEM), $\varepsilon = 15 - 0.001j$, $\varepsilon_1 = 1.07 - 0.01j$, $\varepsilon_2 = 15 - 0.001j$. Un bon accord entre simulations dynamique et quasi-statique apparaît, en particulier, aux basses fréquences et, notamment autour de 1 GHz, dans la zone de résonance. L'erreur relative obtenue entre les constantes de phase ($\beta_{\text{dynamique}}$) et ($\beta_{\text{quasi-statique}}$) ainsi simulées est inférieure à 2 % dans la plage de fréquences exploitable expérimentalement (Fig. III. 9(b)). L'augmentation avec la fréquence de cette erreur est liée au fait que la composante longitudinale du champ magnétique hyperfréquence dans le diélectrique 2 (H_{2z}) soit directement dépendante de la pulsation angulaire (ω) de l'onde (annexe 4, Eq. A.4. 10).

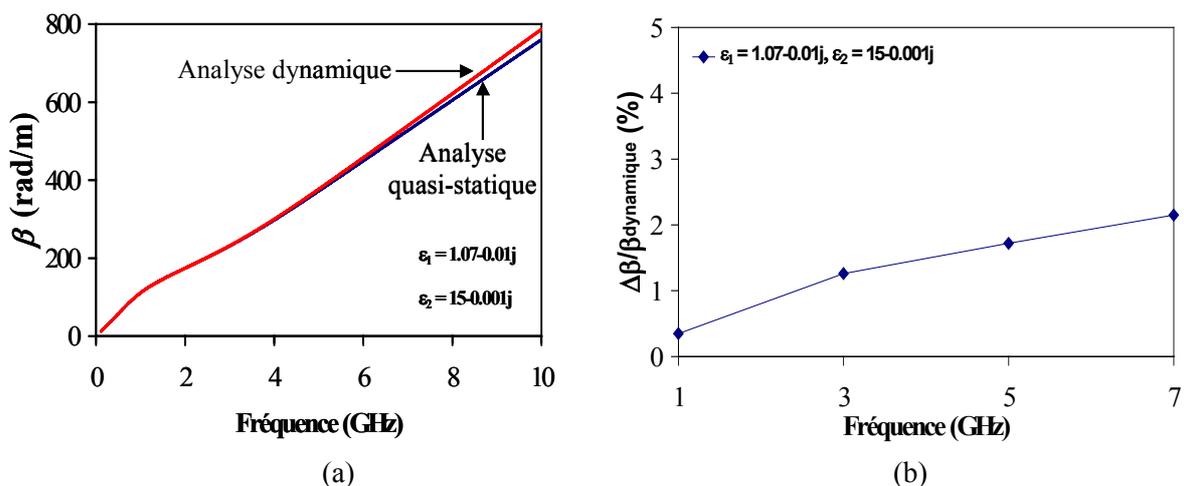


Fig. III. 9 : (a) Constantes de phase (β) simulées, obtenues à partir de l'approximation quasi-TEM ou de l'analyse dynamique de la structure de propagation, selon le contraste de permittivités relatives des deux échantillons diélectriques utilisés en pratique (modèle de Schloemann). Paramètres d'entrée du code de calcul : $f_m = 3.36$ GHz, $f_0 = 0.98$ GHz, $\alpha_G = 0.55$, $a = 3.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm (pour l'approximation quasi-TEM), $\varepsilon = 15 - 0.001j$, $\varepsilon_1 = 1.07 - 0.01j$, $\varepsilon_2 = 15 - 0.001j$. (b) Erreur relative entre la constante de phase issue de l'approximation quasi-TEM et celle dynamique.

Influence de la permittivité relative (ϵ) de l'échantillon sous test

La figure III. 10(a) ci-dessous montre l'évolution en fréquence des constantes de phase ($\beta_{\text{dynamique}}$) et ($\beta_{\text{quasi-statique}}$) du même ferrite désaimanté, dont la perméabilité scalaire (μ) a également été calculée à partir de la formule de Schloemann. Les paramètres d'entrée du code de calcul sont similaires à ceux précédents, avec une partie réelle de la permittivité relative (ϵ) du ferrite égale à 15 ou 20.

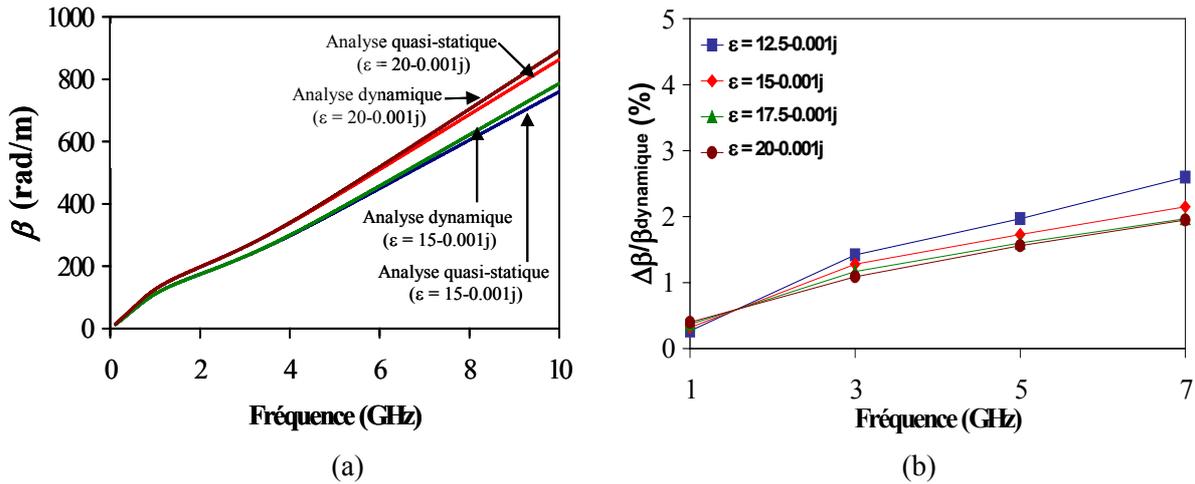


Fig. III. 10 : (a) Constantes de phase (β) simulées obtenues à partir de l'approximation quasi-TEM ou de l'analyse dynamique de la structure de propagation, selon la permittivité relative de l'échantillon sous test (modèle de Schloemann). Paramètres d'entrée du code de calcul : $f_m = 3.36$ GHz, $f_0 = 0.98$ GHz, $\alpha_G = 0.55$, $a = 3.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm (pour l'approximation quasi-TEM), $\epsilon = 15-0.001j$ ou $20-0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 15-0.001j$. (b) Erreur relative entre la constante de phase issue de l'approximation quasi-TEM et celle dynamique. Mêmes paramètres d'entrée du code de calcul avec une permittivité relative (ϵ) variant de $12.5-0.001j$ à $20-0.001j$.

Il ressort de la présente comparaison que l'écart apparaissant aux hautes fréquences entre les constantes de phase déterminées par l'approche dynamique ou quasi-statique est très peu sensible à la valeur de permittivité relative (ϵ) de l'échantillon sous test. Ceci est confirmé par l'erreur relative entre ces mêmes constantes de phase, présentée à la figure III. 10(b), qui est inférieure à 3 % quelque soient la fréquence du signal propagé et la partie réelle de la permittivité relative (ϵ) du milieu à tester. L'échelle de valeur de (ϵ) choisie pour cette étude correspond aux permittivités relatives typiques des ferrites grenats et spinels.

Influence de l'état d'aimantation du matériau ferrite

Un dernier paramètre a été étudié théoriquement : l'état d'aimantation du ferrite. Lors de cette étude, le modèle mathématique du tenseur de perméabilité de Gelin-Berthou [93],[94] a été utilisé. La figure III. 11 présente l'évolution en fréquence des constantes de phase (β^+), calculées de façon dynamique, ou à partir de l'approche quasi-statique, pour un ferrite d'aimantation réduite ($m = M/M_s$) de 0.7 (Fig. III. 11(a)) ou 0.8 (Fig. III. 11(b)). Les paramètres entrés dans le code de calcul sont : $4\pi M_s = 1.2$ kG, $H_a = 205$ Oe, $m = 0.7$ ($\alpha_G = 0.3$) ou $m = 0.8$ ($\alpha_G = 0.21$), $n = 1/3$, $a = 3.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm (pour l'approximation quasi-TEM), $\epsilon = 15-0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 15-0.001j$. Une bonne correspondance apparaît, indépendamment de l'aimantation réduite (m), entre les constantes de phase (β) pour une onde rétrograde dans la structure, pour toutes les fréquences exploitées. L'erreur relative entre les constantes de phase (β^+) dynamique et quasi-statique, est toutefois plus importante aux hautes fréquences. A titre d'exemple, celle-ci est de 6.99 et 6.47 % à

6 GHz, pour, respectivement, une aimantation réduite (m) de 0.7 et 0.8. L'erreur relative sur la constante de phase (β^-) correspondante est égale à 3.94 % ($m = 0.7$) et 4.47 % ($m = 0.8$). A l'état désaimanté, l'erreur relative entre les constantes de phase (β) dynamique et quasi-statique était d'environ 1.93 % à 6 GHz (Fig. III. 9(b)).

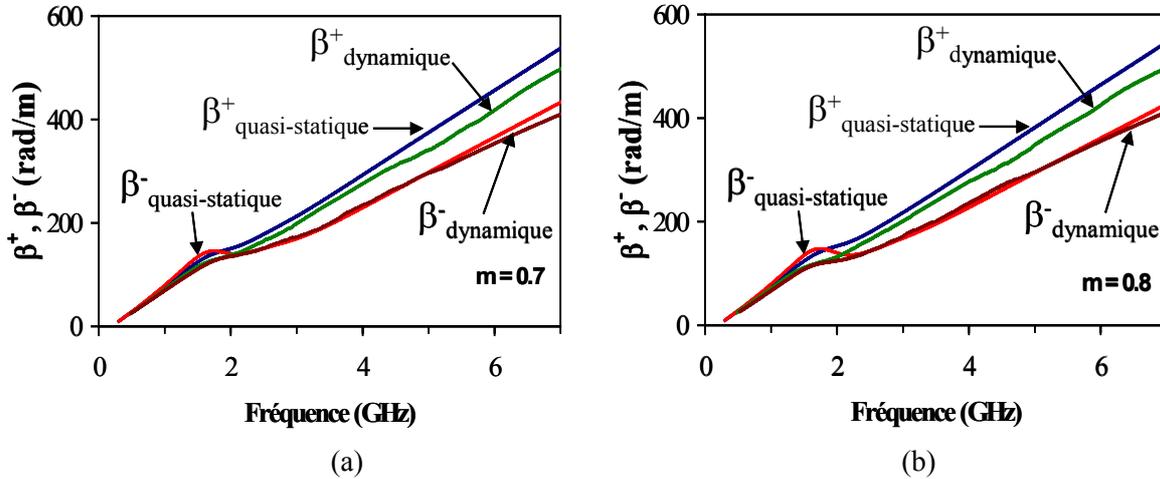


Fig. III. 11 : Constantes de phase (β^+ , β^-) simulées à partir de l'approximation quasi-TEM ou de l'analyse dynamique de la structure de propagation, selon l'état d'aimantation du ferrite (modèle de Gelin-Berthou). Paramètres d'entrée du code de calcul : $4\pi Ms = 1.2$ kG, $H_a = 205$ Oe, $\alpha_G = 0.3$ ou 0.21 , $m = 0.7$ ou 0.8 , $n = 1/3$, $a = 3.5$ mm, $b = 4.5$ mm, $h = 1.8$ mm (pour l'approximation quasi-TEM), $\epsilon = 15-0.001j$, $\epsilon_1 = 1.07-0.01j$, $\epsilon_2 = 15-0.001j$. (a) $m = 0.7$, $\alpha_G = 0.3$, (b) $m = 0.8$, $\alpha_G = 0.21$.

Les études comparatives réalisées dans cette partie ont montré que les constantes de phase dans la cellule de test, obtenues à partir de l'analyse quasi-statique de cette dernière, étaient déterminées de manière précise et justifient l'utilisation d'une telle analyse dans la bande de fréquences utile de la méthode de mesure (< 7 GHz, sensiblement). En effet, les erreurs relatives entre les constantes de phase calculées de façon dynamique et de manière approchée sont inférieures à 5 % pour l'ensemble des paramètres diélectriques et magnétiques que nous avons étudiés.

IV. ERREURS DE MESURE DE (μ , κ , ϵ)

Les erreurs expérimentales sur la détermination des éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité et de la permittivité relative (ϵ) de l'échantillon magnétique caractérisé, liées aux erreurs sur la mesure des modules et des phases des paramètres S , ainsi qu'à celles sur la mesure des dimensions de l'échantillon à tester, n'ont pas encore été quantifiées. C'est l'objet de la présente partie. Jusqu'à présent, une telle étude avait été menée dans le cas de diélectriques [100] et de matériaux magnétiques isotropes [101]. Nous l'étendons ici au cas des milieux anisotropes aimantés. Les résultats expérimentaux présentés ont été obtenus pour la cellule triplaque asymétrique, dans la configuration électromagnétique optimale définie auparavant : l'échantillon caractérisé est entouré des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de mousse et de TiO₂ ($\epsilon_2 = 15.5$).

1 EXPRESSION DES ERREURS ABSOLUES DE MESURE

Nous considérons, tout d'abord, que les erreurs absolues sur la partie réelle (μ') et la partie imaginaire (μ'') du terme diagonal (μ) du tenseur de perméabilité sont données par les relations suivantes.

$$\begin{cases} \Delta \mu' = \sqrt{\left(\frac{\partial \mu'}{\partial |S_{21}|} \Delta |S_{21}| \right)^2 + \left(\frac{\partial \mu'}{\partial \theta_{21}} \Delta \theta_{21} \right)^2 + \left(\frac{\partial \mu'}{\partial d} \Delta d \right)^2} \\ \Delta \mu'' = \sqrt{\left(\frac{\partial \mu''}{\partial |S_{21}|} \Delta |S_{21}| \right)^2 + \left(\frac{\partial \mu''}{\partial \theta_{21}} \Delta \theta_{21} \right)^2 + \left(\frac{\partial \mu''}{\partial d} \Delta d \right)^2} \end{cases} \quad (\text{Eq. III. 7})$$

où $\Delta|S_{21}|$ et $\Delta\theta_{21}$ désignent, respectivement les erreurs absolues sur le module et la phase du paramètre S_{21} mesuré de la cellule de test. Étant données les spécifications techniques de l'analyseur de réseaux HP 8720A (Hewlett Packard, [102]), ces erreurs sont, en moyenne, égales à ± 1.059 pour le module et ± 0.05 rad pour la phase du paramètre S_{21} , dans la gamme de fréquences considérée pratiquement. Le terme Δd représente l'erreur absolue sur la mesure de la longueur (d) des échantillons et vaut $\pm 1 \mu\text{m}$. Cette valeur correspond à la précision de mesure du pieds à coulisse employé pour déterminer les dimensions des échantillons. Les dérivées partielles apparaissant dans la relation (Eq. III. 7) sont calculées en annexe 5 du mémoire et sont déduites des expressions des paramètres S de la région en charge de la cellule (chapitre II, Eq. II. 3).

En associant la relation (Eq. III. 7) à l'expression de la permittivité relative (ϵ) (chapitre II, Eq. II. 7), les erreurs absolues sur les parties réelle (ϵ') et imaginaire (ϵ'') de (ϵ) sont obtenues, pour un milieu désaimanté, à l'aide de la relation suivante, en fonction de la constante de phase (β) et de celle d'atténuation (α) du mode fondamental se propageant, de (μ' , μ'') et des erreurs absolues de mesure de ces derniers (voir annexe 5).

$$\begin{cases} \Delta \epsilon' = \frac{1}{\mu_0 \epsilon_0 \omega^2 (\mu'^2 + \mu''^2)^2} \left[\left((\beta^2 - \alpha^2)(\mu'^2 - \mu''^2) - 4\alpha\beta \cdot \mu' \mu'' \right) \cdot \Delta \mu' \right. \\ \left. + 2 \left((\beta^2 - \alpha^2) \mu' \mu'' + \alpha\beta (\mu'^2 - \mu''^2) \right) \cdot \Delta \mu'' \right] \\ \Delta \epsilon'' = \frac{1}{\mu_0 \epsilon_0 \omega^2 (\mu'^2 + \mu''^2)^2} \left[- \left((\beta^2 - \alpha^2)(\mu'^2 - \mu''^2) + 4\alpha\beta \cdot \mu' \mu'' \right) \cdot \Delta \mu' \right. \\ \left. + 2 \left((\beta^2 - \alpha^2) \mu' \mu'' + \alpha\beta (\mu'^2 - \mu''^2) \right) \cdot \Delta \mu'' \right] \end{cases} \quad (\text{Eq. III. 8})$$

De la même manière, d'après l'expression du terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité obtenue (chapitre II, Eq. II. 7), les erreurs absolues sur ses parties réelle et imaginaire (κ' , κ'') sont déterminées à partir des constantes de phase et d'atténuation (β^\pm , α^\pm) du mode fondamental propagé, de la demi-largeur (a) de l'échantillon de matériau testé, du contraste de permittivité ($\epsilon_2 - \epsilon_1$), ainsi que des erreurs absolues de mesure de (μ' , μ'') (annexe 5) :

$$\begin{cases} \Delta \kappa' = \frac{1}{a \mu_0 \epsilon_0 \omega^2 (\epsilon_1 - \epsilon_2)} \left[(\beta^+ - \beta^-) \cdot \Delta \mu' + (\alpha^+ - \alpha^-) \cdot \Delta \mu'' \right] \\ \Delta \kappa'' = \frac{1}{a \mu_0 \epsilon_0 \omega^2 (\epsilon_1 - \epsilon_2)} \left[(\beta^+ - \beta^-) \cdot \Delta \mu'' - (\alpha^+ - \alpha^-) \cdot \Delta \mu' \right] \end{cases} \quad (\text{Eq. III. 9})$$

2 ERREURS DE MESURE EFFECTUEES

La figure III. 12(a) montre les erreurs relatives de détermination des parties réelle (μ') et imaginaire (μ'') de la perméabilité scalaire (μ) d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, à l'état désaimanté. Les valeurs mesurées de (μ') et (μ'') apparaissant aux dénominateurs des expressions des erreurs relatives ont été présentées au chapitre II, Fig. II. 22(a). Pour la bande de

fréquences utilisable, les erreurs relevées sont inférieures à 5 %. En particulier, les valeurs de (μ') sont mesurées avec une erreur relative d'environ 1 %, voire beaucoup moins au delà de la fréquence de résonance naturelle de spins (0.98 GHz). L'erreur relative sur (μ') est ainsi de 1.04 % à 1.5 GHz. Les erreurs relatives de (ε' , ε'') correspondantes sont également faibles (Fig. III. 12(b)), excepté aux basses fréquences, en ce qui concerne les pertes diélectriques, du fait des oscillations apparaissant dans cette gamme de fréquences sur le spectre expérimental de (ε'') (Fig. III. 5(b)). Ces oscillations sont dues au faible rapport signal à bruit de l'analyseur de réseaux utilisé, à de telles fréquences. Comme indiqué à la figure III. 12(b), la constante diélectrique (ε') est correctement déterminée jusque la fréquence limite de 6 GHz ($(\Delta\varepsilon')/\varepsilon' = 0.41$ à 3 GHz, par exemple).

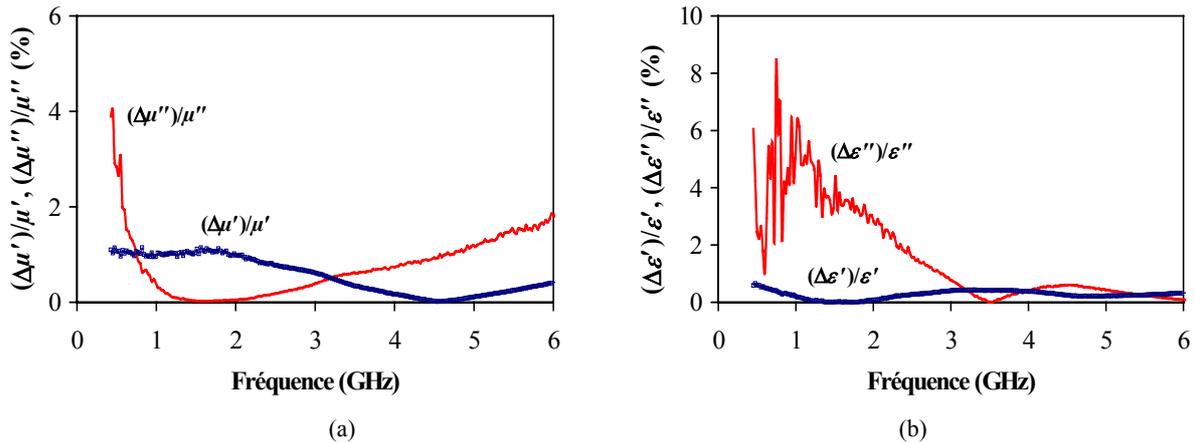
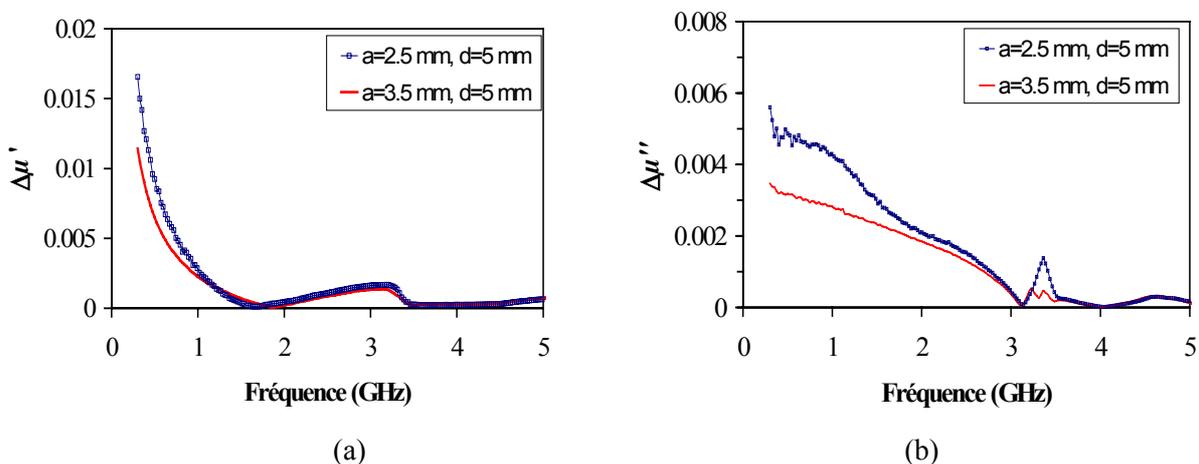


Fig. III. 12 : Évolution en fréquence des erreurs relatives de mesure (a) de la perméabilité scalaire (μ) et (b) de la permittivité relative (ε) d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, désaimanté.

La figure III. 13 décrit l'évolution en fonction de la fréquence des erreurs absolues sur la détermination des parties réelles (μ' , κ') et imaginaires (μ'' , κ'') des composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité d'échantillons de ferrite Y35 saturés ($H_0 = 1.6 \text{ kOe}$), de largeur ($2a$) de 5 ou 7 mm, de longueur (d) et d'épaisseur identiques, valant 5 et 1.8 mm, respectivement. Comme escompté, les mesures sont plus précises aux faibles fréquences, lorsque la largeur d'échantillon augmente, c'est à dire quand la quantité de matière magnétique sous le ruban conducteur de la cellule est plus conséquente, favorisant l'interaction onde-matière. Notons que seules les erreurs absolues sont ici présentées ; l'annulation éventuelle de la partie réelle (μ') à la fréquence de gyrorésonance et au delà, ainsi que de la partie réelle (κ') à cette même fréquence, conduisant à une divergence des calculs des erreurs des relatives correspondantes.



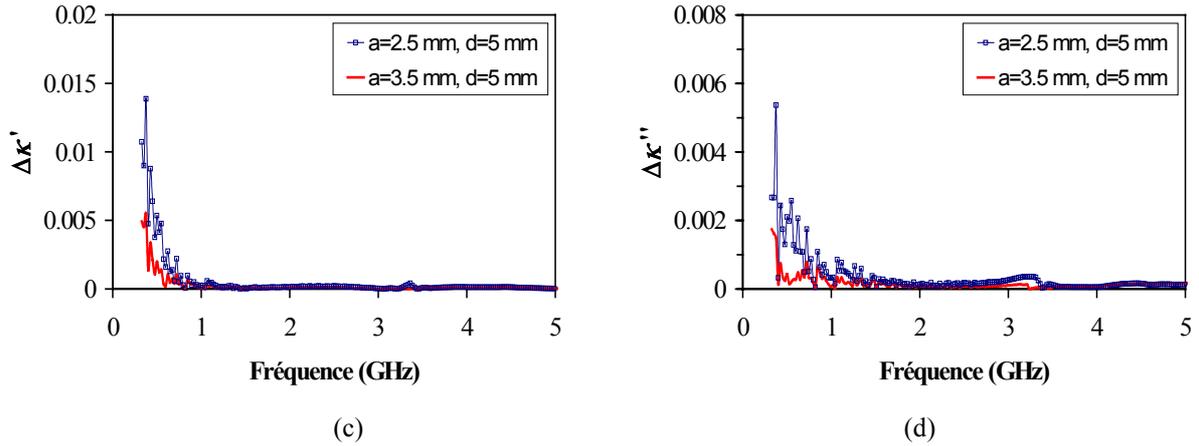


Fig. III. 13 : Évolution en fréquence des erreurs absolues de mesure des composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité de deux échantillons, de largeurs ($2a$) différentes, de longueur ($d = 5$ mm) et d'épaisseur (1.8 mm) identiques, usinés dans le même ferrite Y35 (état saturé, $H_0 = 1.6$ kOe). (a) $\Delta\mu'$, (b) $\Delta\mu''$, (c) $\Delta\kappa'$, (d) $\Delta\kappa''$.

La manière dont le champ magnétique statique (H_0) appliqué influe sur la précision de mesure du terme (μ) est présentée à la figure III. 14. L'échantillon testé (ferrite Y35 de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³) est soumis à un champ magnétostatique (H_0) de 0.5, 1.4 ou 1.6 kOe. L'erreur de mesure plus importante sur (μ''), observée en dessous de 1 GHz pour un champ (H_0) de 0.5 kOe, est à relier aux niveaux de (μ'') mesurés dans cette zone, plus importants que ceux obtenus pour un champ (H_0) de 1.4 ou 1.6 kOe (chapitre II, fig. II. 23). Le terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité est affecté de la même manière par le champ magnétostatique extérieur appliqué.

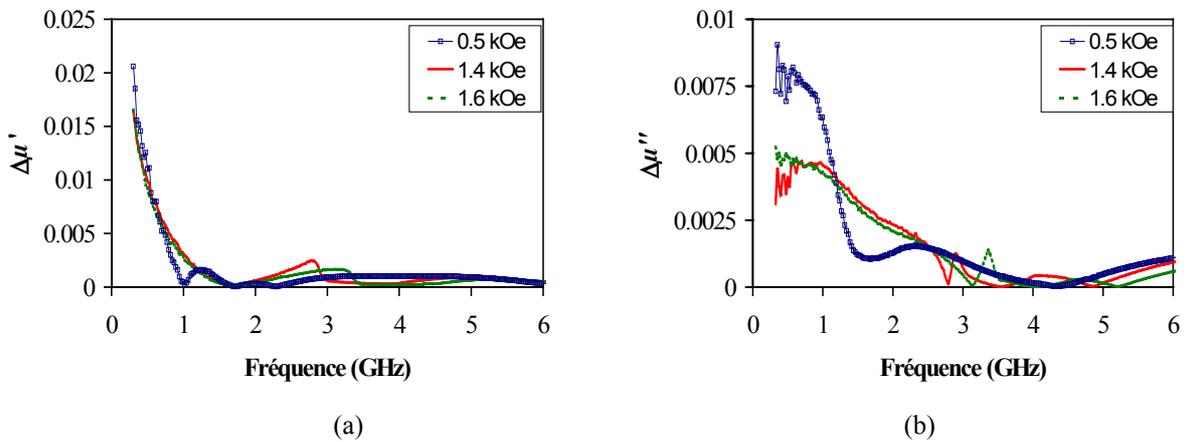


Fig. III. 14 : Évolution en fréquence des erreurs absolues de mesure des parties réelle (μ') et imaginaire (μ'') de la composante diagonale (μ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y35, soumis à plusieurs valeurs de champ magnétostatique ($H_0 = 0.5, 1.4$ ou 1.6 kOe). (a) μ' , (b) μ'' .

L'analyse d'erreur présentée ci-avant montre que les erreurs relatives de mesure de la perméabilité tensorielle des ferrites doux, commises connaissant celles aléatoires sur la mesure des paramètres S et de la longueur des échantillons, n'excèdent pas 2 à 3 % entre 100 MHz et 5 ou 6 GHz (selon la largeur d'échantillon). Ces erreurs sont ainsi du même ordre de grandeur que celles liées à l'emploi d'une approche quasi-statique lors du problème direct associé à la cellule triplaque asymétrique. Un compromis intéressant entre la précision des mesures et la largeur de la bande de fréquences utilisable de la technique de caractérisation est en particulier trouvé lorsque l'échantillon

caractérisé a pour dimensions : $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$. Les résultats expérimentaux sont alors exploitables jusque 6 GHz. Cette fréquence va être considérée, par la suite, comme étant sensiblement la fréquence limite d'utilisation de la technique.

V. CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE

De nombreuses théories ont été développées jusqu'à présent pour prédire l'évolution en fréquence de la perméabilité tensorielle d'un ferrite aimanté [9],[45],[65],[93],[94], [97],[103]-[108] et ainsi permettre la simulation des performances du dispositif hyperfréquence le contenant. Certaines d'entre elles sont empiriques [45]. La plupart ne permettent pas d'accéder simultanément aux termes diagonal (μ) et non diagonal (κ) complexes du tenseur de perméabilité [45], [97],[103]-[105]. Du fait des simplifications mises en œuvre pour calculer les termes (μ , κ), ces théories ne rendent pas compte des phénomènes physiques intervenant réellement dans les ferrites polycristallins insaturés : dispersion de la forme des domaines magnétiques, du vecteur aimantation de chaque domaine, interactions dynamiques entre domaines, influence du champ magnétique polarisant, etc.. Le domaine de validité limité de ces théories (gamme de fréquences, état d'aimantation du milieu, etc.) a conduit l'équipe IMDH du LEST à développer deux modèles physiques pour simuler, en une seule phase de calcul, la dépendance en fréquence de toutes les composantes du tenseur de perméabilité des matériaux magnétiques insaturés ou saturés. Outre le modèle de Gelin-Berthou [93],[94] précédemment mentionné, une seconde approche, de type quasi-statique, est fondée sur l'extension de la Théorie du Milieu Effectif (TME) au cas des matériaux hétérogènes magnétiques anisotropes [65],[108]. Celle-ci prend avantageusement en compte la fraction volumique non magnétique dans le matériau (porosité pour les ferrites polycristallins puis porosité, matrice diélectrique et liant organique pour les matériaux composites magnétiques) [65].

Les modèles élaborés au LEST ont été favorablement comparés aux modèles existants, dans leur domaine de validité. Les résultats issus de l'ensemble de ces modèles ont également été comparés à ceux expérimentaux déterminés à partir de méthodes résonantes (voir, par exemple, [45]) mais pour une seule fréquence située bien au dessus de la fréquence de gyrorésonance du matériau, où les niveaux de perméabilité sont proches de ceux du vide. Les éléments du tenseur de perméabilité, calculés à partir d'un modèle donné, doivent toutefois être comparés à ceux mesurés sur une gamme importante de fréquences, incluant la fréquence de résonance gyromagnétique, afin de vérifier le caractère prédictif du modèle employé. De par la difficile mise en œuvre des techniques de caractérisation large bande existantes, une telle étude comparative n'a pas encore été effectuée.

Son domaine de validité et les incertitudes de mesure des caractéristiques électromagnétiques (μ , κ , ε) ayant été déterminés, la méthode de mesure élaborée est maintenant appliquée pour comparer les valeurs expérimentales des composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité de ferrites polycristallins commerciaux à celles simulées à partir de modèles mathématiques. La prédictibilité des différents modèles est ensuite étudiée et discutée.

I ETAT DESAIMANTE : COMPARAISON MESURE – SIMULATION A PARTIR DU MODELE DE SCHLOEMANN

La figure III. 15 présente une comparaison entre les spectres mesurés des parties réelle et imaginaire de la perméabilité initiale d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, à l'état désaimanté, et celle obtenue à partir de la formule de Schloemann [97], incluant un terme d'amortissement (α_G) (Eq. III. 2). Les paramètres entrés dans le code de calcul associé au modèle

sont : $f_m = 3.36$ GHz, $f_0 = 0.98$ GHz, $\alpha_G = 0.7$ ou 0.55 . La valeur 0.55 de ce dernier a été choisie afin de faire correspondre les niveaux des parties imaginaires (μ'') mesurée et simulée à la fréquence de résonance.

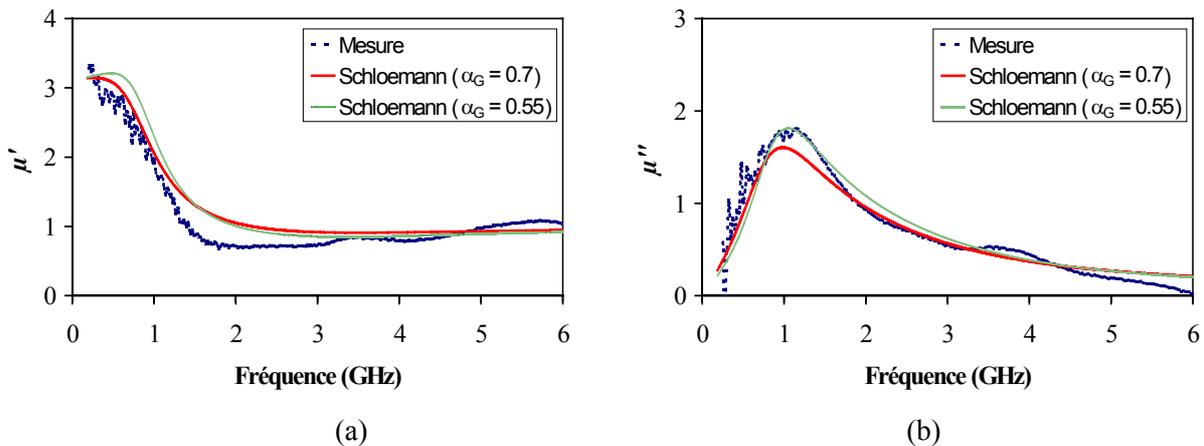


Fig. III. 15 : Comparaison de la perméabilité scalaire (μ) mesurée d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y35, à l'état désaimanté ($H_0 = 0$ kOe), avec celle simulée à partir du modèle de Schloemann. Paramètres d'entrée du code de calcul associé au modèle : $f_m = 3.36$ GHz, $f_0 = 0.98$ GHz, $\alpha_G = 0.7$ ou 0.55 . (a) μ' , (b) μ'' .

Comme indiqué à la figure III. 15(b), les valeurs mesurées et simulées de la partie imaginaire (μ'') de la perméabilité sont alors proches sur toute la bande de fréquence utilisée. La largeur de la résonance ainsi que l'extension des pertes magnétiques au delà de la fréquence f_m (3.36 GHz), apparaissant expérimentalement du fait des interactions dynamiques entre domaines magnétiques, sont relativement bien prévues par la théorie. Dans la zone de fortes pertes magnétiques, la partie réelle (μ') correspondante diffère cependant de celle mesurée (Fig. III. 15(a)). Les simulations effectuées avec un terme de pertes plus fort ($\alpha_G = 0.7$) montrent, comme attendu, que l'amortissement influence à la fois sur la position de la fréquence de résonance et l'amplitude des pertes (μ'') estimées dans la zone de résonance (Fig. III. 15(b)).

2 ETAT SATURE : COMPARAISON MESURE – SIMULATION A PARTIR DU MODELE DE POLDER

Du fait de leurs simplicités et de leur caractère prédictif, les expressions des éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité obtenues par Polder [9] (chapitre I, Eq. I. 2) sont fréquemment employées pour modéliser les dispositifs non réciproques passifs exploitant la propriété d'anisotropie induite des ferrites saturés (voir, par exemple, [17],[22]). Les composantes (μ , κ) mesurées pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y35 à l'état saturé ($H_0 = 1.6$ kOe) sont ici comparées à celles issues de la théorie de Polder (Fig. III. 16). Les paramètres d'entrée du code de calcul associé au modèle sont identiques à ceux employés pour comparer les paramètres S théoriques et mesurés de la cellule de test contenant cet échantillon, dans ce même état d'aimantation (Fig. II. 17) : fréquences (f_m) et (f_i) respectivement de 3.36 et 3.33 GHz et facteur d'amortissement (α_G) de 0.065. Les amplitudes des éléments (μ' , μ'' , κ' , κ'') correspondants sont proches de celles mesurées, quelle que soit la fréquence. En outre, le niveau de la perméabilité initiale est correctement prévu par la théorie. Par exemple, la valeur mesurée de la partie réelle (μ') de la perméabilité est de 1.97 à 200 MHz pour une valeur simulée de 2.02 (Fig. III. 16(a)). L'erreur relative entre ces deux valeurs est alors de 2.5 %.

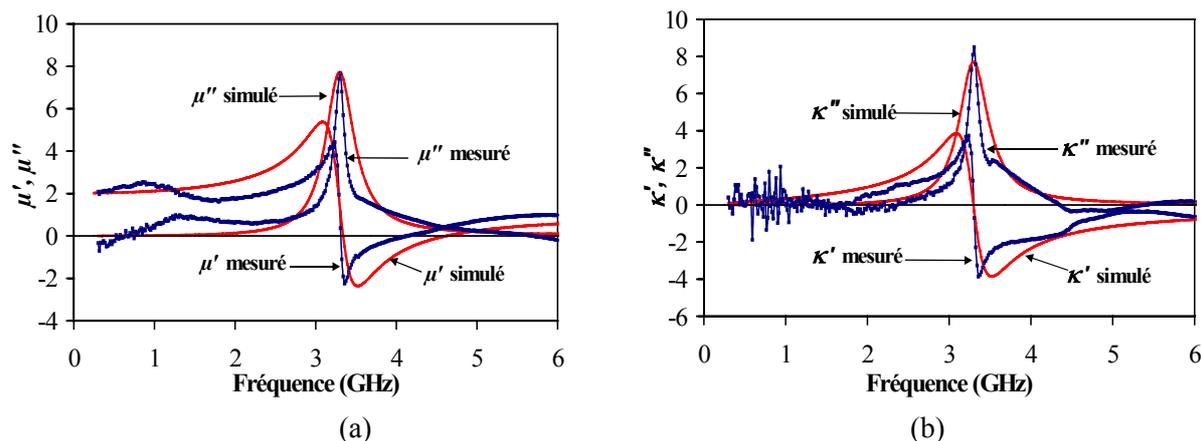


Fig. III. 16 : Comparaison des éléments (μ, κ) mesurés du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, saturé ($H_0 = 1.6 \text{ kOe}$), avec ceux simulés à partir du modèle de Polder ($f_m = 3.36 \text{ GHz}$, $f_i = 3.33 \text{ GHz}$, $\alpha_G = 0.065$). (a) μ , (b) κ .

3 ETAT QUELCONQUE D'AIMANTATION : COMPARAISON MESURE – SIMULATION A PARTIR DES MODELES DU LEST

Nous comparons ici les résultats expérimentaux des éléments (μ, κ) du tenseur de perméabilité d'échantillons de ferrite Y35, dans divers états d'aimantation, à ceux calculés à partir des modèles mathématiques développés au laboratoire. Comme précédemment, le facteur d'amortissement (α_G) a été ajusté pour que les valeurs mesurée et simulée de (μ'') soient voisines à la fréquence de résonance.

A. Modèle de Gelin-Berthou

La figure III. 17 présente l'évolution des parties réelle (μ') et imaginaire (μ'') de la perméabilité scalaire mesurée pour un échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35 à l'état désaimanté et simulée à partir du modèle de Gelin-Berthou [93],[94] ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.725$, $m = 0$, $n = 1/3$ ou $1/2$), dans la bande de fréquences exploitable en pratique ($< 5 \text{ GHz}$).

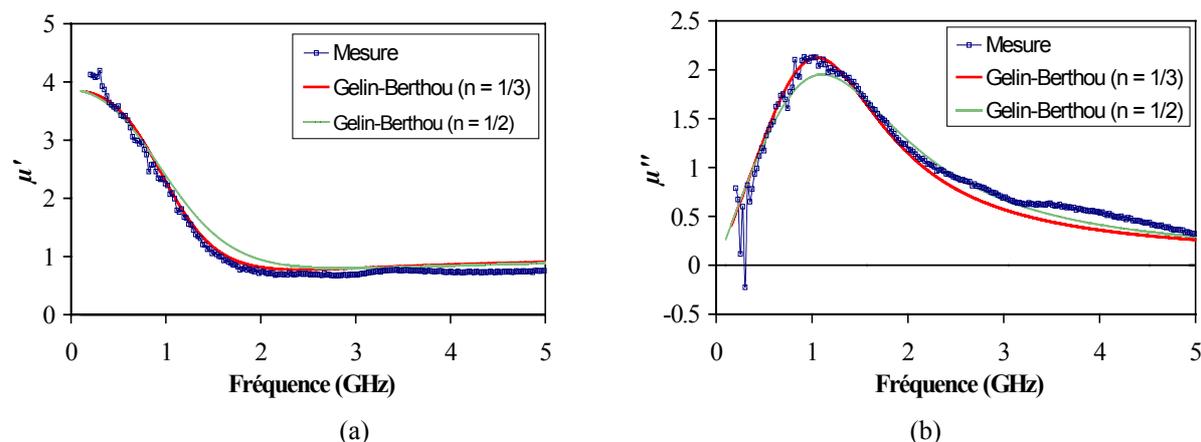


Fig. III. 17 : Comparaison de la perméabilité scalaire (μ) mesurée d'un échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, à l'état désaimanté ($H_0 = 0 \text{ kOe}$), avec celle simulée à partir du modèle de Gelin-Berthou ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.725$, $m = 0$, $n = 1/3$ ou $1/2$). (a) μ' , (b) μ'' .

Nous observons un bon accord entre mesure et simulation, notamment au voisinage de la fréquence de gyrorésonance. Ce bon accord apparaît surtout lorsque la valeur du coefficient de

désaimantation (n) est de $1/3$, correspondant à une forme moyenne sphérique des domaines magnétiques. Les effets démagnétisants sont alors pris en compte selon les trois directions du repère cartésien. Quand le coefficient (n) est égal à $1/2$, les domaines magnétique sont cylindriques. Ils sont donc supposés infiniment allongés suivant l'une des directions du repère cartésien. Par exemple, pour $n = 1/3$, les valeurs de (μ'') mesurée et simulée sont identiques (2.12) à la fréquence de gyrorésonance (1.04 GHz) alors que, pour $n = 1/2$, la valeur de (μ'') simulée est de 1.95 pour une fréquence de gyrorésonance correspondante de 1.13 GHz (Fig. III. 17(b)). Une étude similaire mais purement théorique a montré que le présent modèle donnait des résultats plus proches de ceux obtenus par la formule de Schloemann, lorsque le coefficient (n) valait $1/3$ [94].

La figure III. 18 montre une comparaison similaire entre les spectres expérimentaux des composantes (μ , κ) de la perméabilité tensorielle de l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 0.4 kOe (partielle aimantation) et les spectres théoriques issus du modèle ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.3$, $m = 0.7$, $n = 1/3$ ou $1/2$).

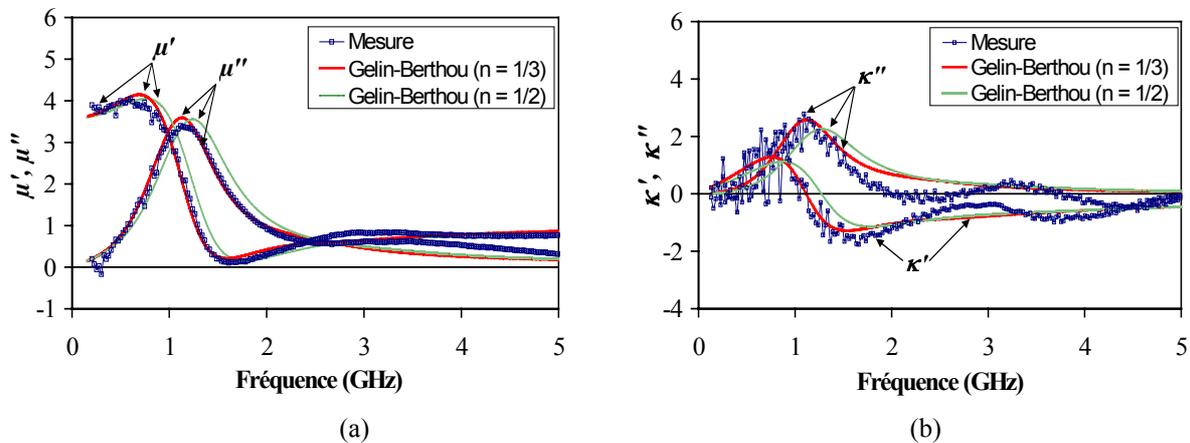


Fig. III. 18 : Comparaison des éléments (μ , κ) mesurés du tenseur de perméabilité de l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, partiellement aimanté ($H_0 = 0.4 \text{ kOe}$), avec ceux simulés à partir du modèle de Gelin-Berthou ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.3$, $m = 0.7$, $n = 1/3$ ou $1/2$). (a) μ , (b) κ .

Pour $n = 1/3$, cette comparaison fait apparaître une bonne correspondance entre mesure et simulation. En particulier, les amplitudes des composantes du tenseur de perméabilité simulées sont très voisines de celles expérimentales. A titre d'exemple, à la fréquence de résonance gyromagnétique (1.15 GHz), les valeurs mesurée et simulée de (μ'') sont de 3.57 et 3.46, respectivement (Fig. III. 18(a)). L'erreur relative entre mesure et simulation correspondante est de 3.18 %. A la même fréquence, la valeurs expérimentale de (κ'') est de 2.56 pour une valeur théorique de 2.58 (Fig. III. 18(b)), conduisant à une erreur relative de 0.8 % entre expérience et théorie. Lorsqu'un coefficient (n) de $1/2$ est entré dans le programme informatique associé au modèle, une différence importante apparaît, dans la zone de gyrorésonance, entre mesure et simulation. Ceci s'observe notamment pour le terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité (Fig. III. 18(b)). En effet, dans ce cas, les valeurs simulées de (μ'') et (κ'') sont de 3.53 et 2.25 à la fréquence de résonance gyromagnétique (1.26 GHz) qui diffère donc de celle expérimentale.

La figure III. 19 représente une comparaison entre les composantes (μ , κ) mesurées du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35 saturé ($H_0 = 1.5 \text{ kOe}$) et celles simulées données par le modèle de Gelin-Berthou ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 205 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.071$, $m = 0.988$, $n = 1/3$). Notons ici que seule la simulation réalisée avec un facteur de désaimantation (n) de $1/3$ est présentée ; l'influence de la valeur de (n) se réduisant à l'approche à saturation (disparition des domaines). Les éléments du tenseur de perméabilité déterminés à partir du modèle de Polder sont

également présentés sur la figure III. 19. Les paramètres entrés dans le logiciel de simulation associé au modèle de Polder sont : $f_m = 3.36$ GHz, $f_i = 3.05$ GHz et $\alpha_G = 0.071$.

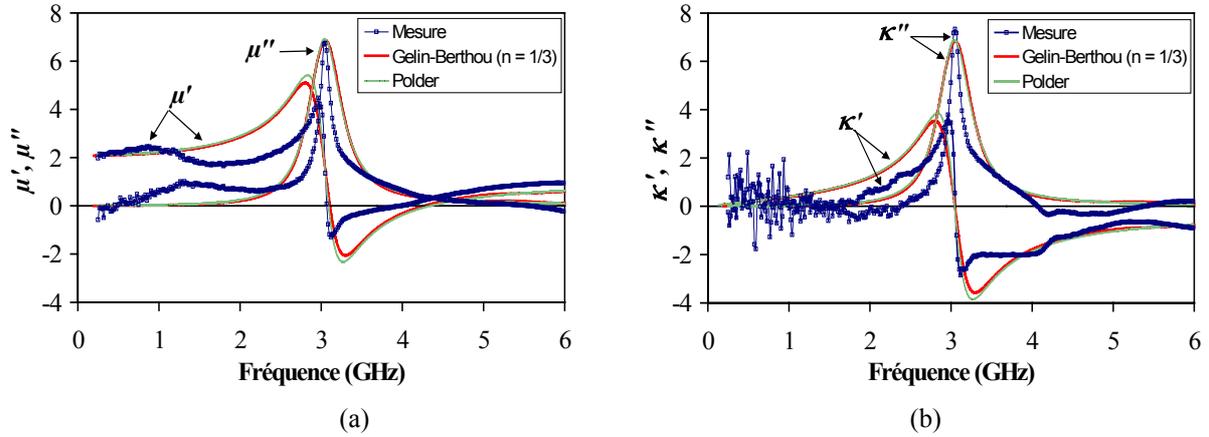


Fig. III. 19 : Comparaison des éléments (μ, κ) mesurés du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y35, proche de l'état saturé ($H_0 = 1.5$ kOe), avec ceux issus des modèles de Gelin-Berthou ($4\pi Ms = 1.2$ kG, $H_a = 205$ Oe, $\alpha_G = 0.071$, $m = 0.988$, $n = 1/3$) et de Polder ($f_m = 3.36$ GHz, $f_i = 3.05$ GHz, $\alpha_G = 0.071$). (a) μ , (b) κ .

Une correspondance correcte apparaît ainsi entre les perméabilités tensorielles simulées par le modèle de Gelin-Berthou et celui de Polder. Nous pouvons cependant observer que les niveaux des parties réelles (μ') et (κ') des composantes du tenseur de perméabilité estimés par le modèle de Gelin-Berthou sont légèrement plus faibles que ceux provenant de la théorie de Polder, dans la zone de résonance gyromagnétique. Ceci peut s'expliquer par le fait que le modèle développé par Polder ne rend pas compte du caractère dispersif des champs d'anisotropie magnétocristalline dans le facteur phénoménologique de pertes (α_G) [94]. Une bonne concordance entre théorie et mesure est relevée sur l'ensemble de la plage de fréquences étudiée, même si les valeurs de (μ') et (κ') issues de la théorie de Gelin-Berthou sont plus élevées que celles expérimentales autour de la fréquence de résonance gyromagnétique (3.05 GHz). Par exemple, à cette fréquence, l'erreur relative entre les valeurs mesurées de (μ') et (κ') et celles simulées par le modèle de Gelin-Berthou est de 1.03 et 4.36 %, respectivement.

B. Modèle de Bariou et al.

L'évolution en fréquence des termes (μ, κ) de la perméabilité tensorielle de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite Y35, à l'état insaturé, a aussi été comparée à celle théorique donnée par le modèle de Bariou et al. appliqué au milieu ferrimagnétiques polycristallins [65]. Pour chaque état d'aimantation considéré, les résultats théoriques obtenus s'accordent de manière relativement correcte à ceux expérimentaux. Par exemple, la figure III. 20 décrit une telle comparaison pour un champ magnétique (H_0) de 0.4 kOe. Les paramètres entrés dans le code de calcul du modèle sont comparables à ceux utilisés dans la modélisation de Gelin-Berthou pour obtenir les simulations de la figure III. 18 : $f_{\text{eff}} = 1$ GHz, $f_m = 3.36$ GHz, $m = 0.7$, $\alpha_G = 0.3$, $q = 0.97$. La fréquence (f_{eff}) est proportionnelle au champ d'anisotropie effectif (H_{eff}) à l'intérieur des inclusions magnétiques (domaine et/ou grain, $f_{\text{eff}} = \gamma_g H_{\text{eff}}$). La fréquence (f_m) est, elle, proportionnelle à l'aimantation à saturation du milieu ($f_m = \gamma_g 4\pi Ms$). m désigne aussi l'aimantation réduite du milieu. La porosité résiduelle inter et/ou intra-granulaire dans le ferrite, liée au processus d'élaboration du matériau, peut maintenant être intégrée lors des simulations; q désignant la concentration volumique en espèce magnétique dans le matériau. Les domaines magnétiques sont ici supposés sphériques mais d'autres formes géométriques (cylindriques, par exemple) pourraient être considérées lors des calculs. La comparaison réalisée

montre que l'extension des pertes magnétiques observée expérimentalement jusqu'à environ une fréquence ($f_{\text{eff}}+f_m$) est bien prévue par le modèle. Cependant, un écart significatif apparaît au-delà de la fréquence de gyrorésonance entre les parties imaginaires (κ'') du terme (κ) mesuré et simulé (Fig. III. 20(b)). Celui-ci peut s'expliquer par le fait que les interactions dynamiques entre domaines magnétiques soient prises en compte dans le cadre d'une approximation de champ moyen, prise en compte qui n'est pas totalement réaliste.

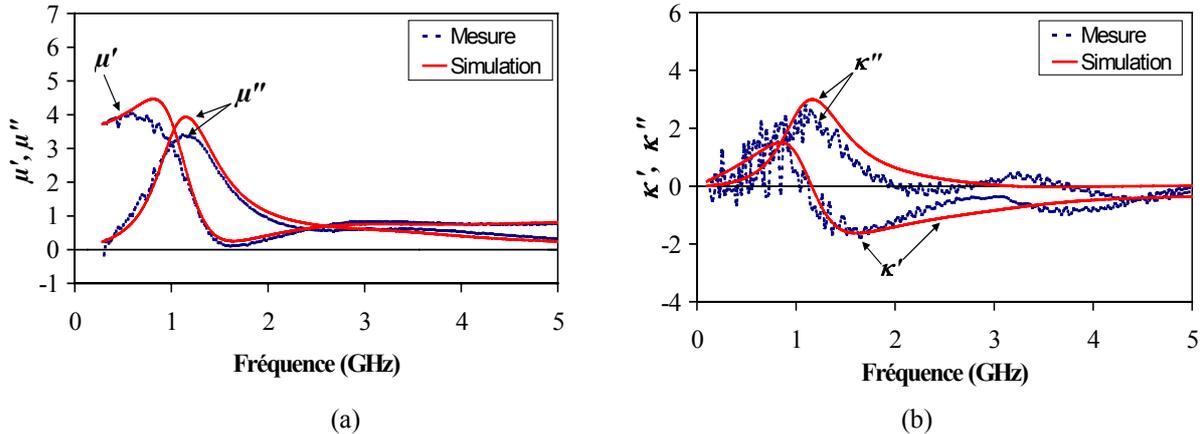


Fig. III. 20 : Comparaison des éléments (μ , κ) mesurés du tenseur de perméabilité de l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, partiellement aimanté ($H_0 = 0.4 \text{ kOe}$), avec ceux simulés à partir du modèle de Bariou et al. ($f_m = 3.36 \text{ GHz}$, $f_{\text{eff}} = 1 \text{ GHz}$, $m = 0.7$, $\alpha_G = 0.3$, $q = 0.97$). (a) μ , (b) κ .

4 DISCUSSION

Le bon accord précédent entre les valeurs théoriques de (μ , κ) provenant des modèles du tenseur de perméabilité, dans leur domaine d'utilisation, et celles mesurées pour les échantillons de ferrite Y35 a également été observé pour les autres ferrites que nous avons testés. Il montre notamment l'aptitude des modèles élaborés ces dernières années au LEST à prévoir le comportement en fréquence de l'ensemble des composantes du tenseur de perméabilité des ferrites polycristallins à l'état insaturé, ce qui n'était pas possible à l'aide des modèles mathématiques développés auparavant.

A. Aimantation entrée dans les modèles du tenseur de perméabilité

L'aimantation à saturation par unité de volume ($4\pi M_s$) entrée dans le programme informatique associé à chaque modèle correspond à celle donnée par le fabricant du ferrite Y35 ($1.2 \text{ kG} \pm 5\%$), mesurée en plaçant l'échantillon de matériau entre les pôles d'un électro-aimant, qui délivre un champ magnétique statique de 8 kOe [96]. Aucune information n'est cependant donnée par le fabricant sur la direction d'application (longitudinale ou transversale) du champ magnétique à l'échantillon. Pour déterminer la dépendance au champ magnétique de l'aimantation des milieux ferrites étudiés, dans une configuration similaire à celle des mesures hyperfréquences du tenseur de perméabilité (champ magnétique statique perpendiculaire au plan du ferrite), une mesure de la courbe d'aimantation du matériau a été réalisée. A cet effet, un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) a été utilisé.

Le principe de fonctionnement d'un VSM repose sur une méthode de flux consistant à mesurer le flux (F_x) induit dans un bobinage par déplacement périodique de l'échantillon sous test. Pour se faire, l'échantillon est situé à l'extrémité d'une canne mobile et placé au centre de l'entrefer d'un électro-aimant produisant un champ magnétique statique uniforme (Fig. III. 21). Il est mis en vibration verticale, à une fréquence f donnée (83.9 Hz), à l'aide d'un transducteur excité par un oscillateur. Ce

dernier fournit le signal de référence à un détecteur synchrone. Le mouvement de vibration induit une variation de flux (F_x) dans la bobine de détection, générant une tension (e) :

$$e = -\frac{dF_x}{dt} = -M \frac{d\left(\frac{B}{i}\right)}{dz} \frac{dz}{dt} \quad (\text{Eq. III. 10})$$

M désigne le moment magnétique de l'échantillon, suivant l'axe du champ magnétique appliqué et B est l'induction magnétique produite par un courant i fictif circulant dans les bobines de détection.

Un amplificateur différentiel, relié au détecteur synchrone, permet de comparer les signaux générés par la bobine de détection et un condensateur vibrant de référence. Se faisant, les dérives parasites gênantes engendrées par les changements d'amplitude et de fréquence des oscillations de l'échantillon sont éliminées. L'amplification synchrone permet, en outre, de détecter de faibles moments magnétiques. Après intégration du signal obtenu, la courbe d'aimantation de l'échantillon en fonction du champ magnétostatique exciteur est visualisée via un ordinateur.

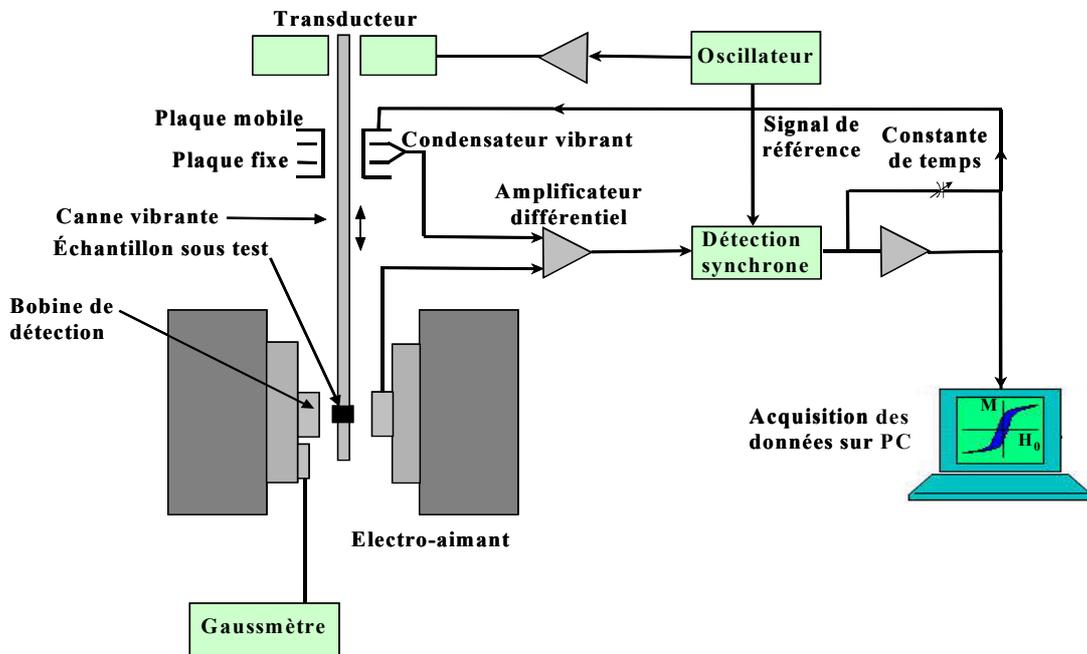


Fig. III. 21 : Représentation schématique de principe d'un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM).

La courbe d'aimantation mesurée par VSM, pour l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, est présentée à la figure III. 22. L'aimantation (M) est ici exprimée en unités Électromagnétiques (**Emu**). L'aimantation par unité de volume de l'échantillon de matériau correspondante, exprimée en Gauss, est $4\pi M \text{ (G)} = 4\pi M \text{ (Emu)} / \text{Volume échantillon (cm}^3\text{)}$. Nous observons premièrement que le matériau est dans un état saturé ($M = M_s$) pour un champ magnétostatique appliqué supérieur à 1.15 kOe. Par ailleurs, cette courbe donne accès à l'aimantation réduite ($m = M/M_s$) pour de faibles valeurs de champ magnétique statique (H_0), où le ferrite est partiellement aimanté. Ainsi, pour un champ (H_0) appliqué de 0.4 kOe, l'aimantation réduite est de 0.692 ($M/M_s = 3.6/5.2$) et correspond donc à celle entrée intuitivement dans le modèle de Gelin-Berthou ($m = 0.7$) lors des comparaisons avec les résultats de mesure (Fig. III. 18(a)).

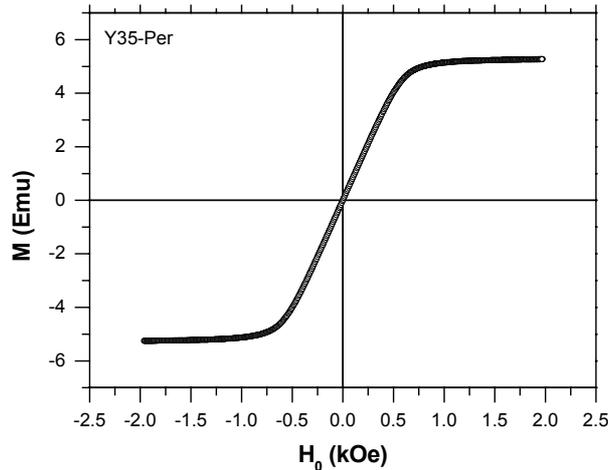


Fig. III. 22 : Courbe d'aimantation de l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, mesurée à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant.

B. Facteur d'amortissement entré dans les modèles du tenseur de perméabilité

Il ressort des comparaisons entre les composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité mesurées et simulées faites dans cette partie de chapitre, que le facteur phénoménologique de pertes (α_G), paramètre ajustable des modèles, est identique quelle que soit la théorie utilisée, pour un état d'aimantation donné du ferrite.

Des différences entre mesure et simulation sont cependant relevées, en particulier lorsque le ferrite est saturé (Figs. III. 16 et III. 19). Celles-ci peuvent être attribuées au fait que le coefficient d'amortissement (α_G) soit supposé identique sur l'ensemble de la plage de fréquences exploitée. En fait, il devrait être déduit de la largeur de raie à la résonance gyromagnétique du mode uniforme (ΔH) et de la largeur de raie effective (ΔH_{eff}) ailleurs, comme déjà indiqué. En outre, la valeur du facteur (α_G) entrée pour faire correspondre théorie et expérience est actuellement bien plus importante que celle déduite de la formule de Gilbert [8] (Eq. I. 1). En effet, cette dernière est de $40 \text{ Oe} \pm 20 \%$ à 9.3 GHz (donnée constructeur [96], mesure en cavité résonante rectangulaire). Le facteur d'amortissement correspondant est compris entre $4.82 \cdot 10^{-3}$ et $7.23 \cdot 10^{-3}$ ($\alpha_G = 6 \cdot 10^{-3}$ pour $\Delta H = 40 \text{ Oe}$). Aucune information n'est toutefois fournie par le fabricant du ferrite concernant l'orientation du champ magnétique appliqué.

Une caractérisation expérimentale par résonance ferromagnétique (RFM) de la largeur de raie de gyrorésonance (ΔH) du ferrite Y35 a alors été effectuée à 9 GHz, dans un environnement expérimental identique à celui de la caractérisation hyperfréquence (ferrite aimanté perpendiculairement à son plan). Pour cela, le milieu ferrite est placé sur le ruban conducteur d'une ligne microruban sur substrat alumine, court-circuitée à une extrémité (Fig. III. 23). La ligne microruban est placée dans l'entrefer d'un électro-aimant, dans une zone de champ magnétostatique (H_0) uniforme. Un générateur applique un signal hyperfréquence qui est absorbé par l'échantillon, réfléchi par le court-circuit puis traverse un pont de mesure hyperfréquence. Ce dernier détecte toute variation du taux d'onde stationnaire (TOS) de la résonance. Un amplificateur à détection synchrone est utilisé afin d'augmenter le rapport signal à bruit et exciter la raie de résonance dans le cas où le signal de résonance est faible (échantillon de dimensions réduites, matériau à forte largeur de raie de résonance). Un tel amplificateur ne peut amplifier seul les signaux hyperfréquences pour exciter la raie de résonance. Pour se faire, un champ magnétique modulé, de faible amplitude par rapport au champ

magnétique statique (H_0) est fourni par un générateur de signaux sinusoïdaux **Basses Fréquences (BF)**, 0.1 – 5 kHz). La dérivée de la puissance détectée (P) par rapport au champ magnétostatique (H_0) est alors obtenue.

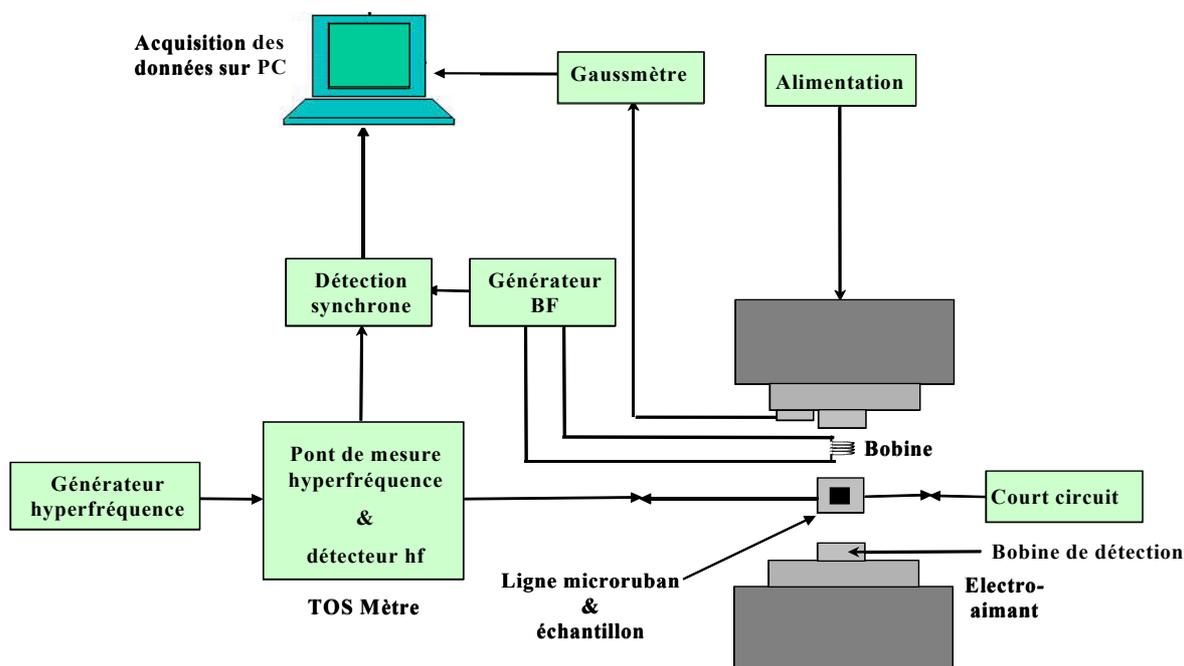


Fig. III. 23 : Représentation schématique du dispositif expérimental assurant une mesure indirecte de la largeur de raie de gyrorésonance.

Les résultats de caractérisation de raie de résonance de l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, obtenus par cette méthode, sont montrés à la figure III. 24.

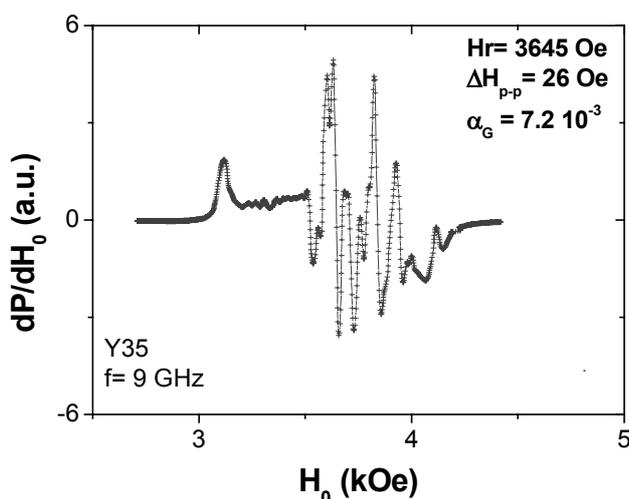


Fig. III. 24 : Spectre mesuré de RFM pour l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35. Mesure indirecte.

Un caractère multi-résonant marqué, dont l'origine est vraisemblablement liée à la structure pluri-granulaire du ferrite (dispersion de taille et de forme des grains magnétiques, interactions entre grains), est observé. Une raie de résonance principale est relevée pour un champ magnétique statique (H_0) de 3.645 kOe. La largeur (ΔH_{p-p}) de celle-ci est égale à 26 Oe et correspond à la différence de

champ (H_0) entre les deux premiers extréma de la courbe dérivée (dP/dH_0) autour de 3.645 kOe. Elle doit être multipliée par un facteur $\sqrt{3}$ (du fait de la relation dérivée dP/dH_0 utilisée) pour obtenir la largeur de raie de résonance à mi-hauteur (ΔH). Cette dernière est donc égale à 45 Oe. Le facteur d'amortissement (α_G) correspondant, déduit de la relation de Gilbert, est de 7.10^{-3} et est ainsi voisin de celui provenant des données du fournisseur du ferrite testé.

Ainsi, la valeur théorique de (α_G), employée dans les divers modèles pour faire correspondre les spectres théoriques et expérimentaux des éléments du tenseur de perméabilité, est nettement supérieure à celle issue de l'expérience. Par exemple, elle est de 0.071 pour le milieu ferrite testé, à l'état saturé (Fig. III. 19), et donc 10 fois plus forte que celle mesurée.

C. Vers une amélioration du caractère prédictif des modèles

Concernant le modèle de Gelin-Berthou, la différence entre les facteurs d'amortissement théorique et expérimental peut trouver son origine dans l'isotropie du coefficient de désaimantation (n) introduit dans les équations couplées de mouvement du moment magnétique au niveau des deux domaines magnétiques adjacents [93],[94]. En effet, ces derniers sont supposés être de forme sphérique ou cylindrique ; forme ne reflétant pas nécessairement la réalité. Actuellement, une étude menée au laboratoire porte sur l'inclusion, dans le modèle, d'une loi de distribution sur la forme des domaines et/ou grains magnétiques constituant le ferrite afin de tenir compte théoriquement d'une anisotropie de forme de ceux-ci. Comme l'indique la figure III. 25 pour l'échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, la perméabilité initiale mesurée est en meilleur accord avec celle théorique en considérant dans les calculs une telle loi de distribution plutôt qu'un coefficient de désaimantation (n) égal à $1/3$. Le facteur d'amortissement entré dans le code de calcul du modèle est de 6.10^{-3} . Notons aussi que le champ d'anisotropie magnétocristalline théorique ($H_a = 80 \text{ Oe}$) est alors plus proche de celui des ferrites YIG [68].

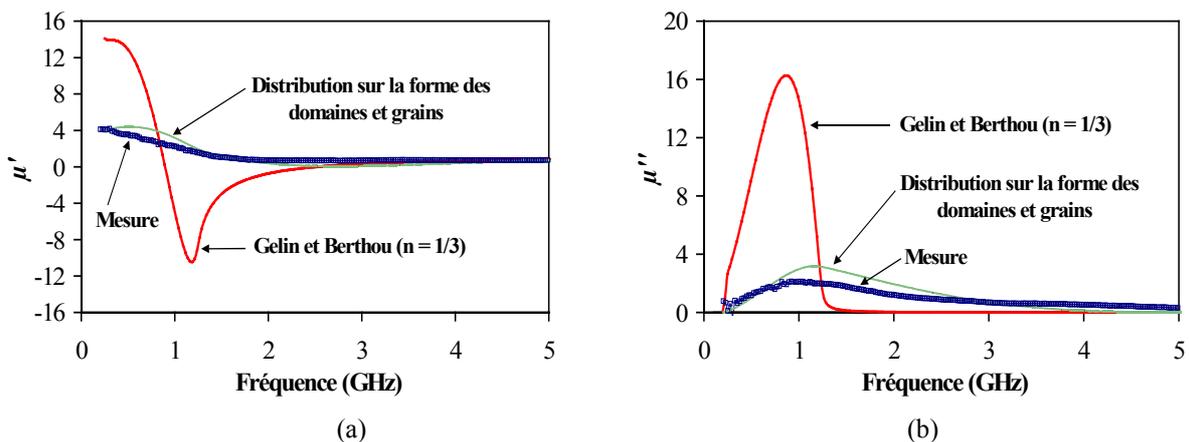


Fig. III. 25 : Perméabilité scalaire (μ) mesurée d'un échantillon de $5 \times 7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y35, à l'état désaimanté ($H_0 = 0 \text{ kOe}$) et simulée à partir du modèle de Gelin-Berthou en considérant un coefficient de désaimantation (n) de $1/3$ ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 80 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.006$, $m = 0$, $n = 1/3$) ou une loi de distribution sur la forme des domaines et grains magnétiques ($4\pi M_s = 1.2 \text{ kG}$, $H_a = 80 \text{ Oe}$, $\alpha_G = 0.006$, $m = 0$). (a) μ' , (b) μ'' .

La comparaison théorie/expérience décrite à la figure précédente tend à prouver que l'introduction d'une loi de distribution sur la forme des domaines et des grains magnétiques renforce le caractère prédictif du modèle initial de Gelin-Berthou. L'étalement des pertes magnétiques au

dessus de la fréquence de résonance est particulièrement bien estimé (Fig. III. 25(b)). Une telle étude est actuellement étendue au cas des ferrites polycristallins aimantés.

Le modèle mathématique de Gelin-Berthou considère un facteur d'amortissement isotrope pour résoudre l'équation du mouvement du vecteur aimantation dans chaque domaine magnétique et obtenir les composantes théoriques du tenseur de perméabilité des milieux ferrites. De même, dans la théorie développée par Bariou et al., l'expression du tenseur de perméabilité du domaine est celle de Polder, déduite de l'équation dynamique d'évolution du moment magnétique de Landau-Lifshitz, incluant un facteur d'amortissement de Gilbert scalaire [7],[8] (chapitre I, Eq. I. 1). Une approche tensorielle de l'amortissement peut permettre de mieux rendre compte des phénomènes physiques intervenant dans les mécanismes d'aimantation à l'échelle du domaine magnétique. Plusieurs structures tensorielles du facteur d'amortissement ont été proposées ces dernières années, pour des particules (domaines ou grains monodomains) aimantées uniformément. Certaines reposent simplement sur des considérations de symétries cristallines [109], de la même manière que pour un amortissement isotrope [7]. D'autres prennent avantageusement en compte les mécanismes microscopiques physiques régissant le processus de relaxation de l'aimantation : les interactions spins-spins, spins-phonons, etc. [110],[111].

L'introduction d'un facteur d'amortissement tensoriel dans le modèle de Gelin-Berthou est envisageable pour rendre compte des aimantations transverses lors de la résolution du système d'équations couplées de l'évolution des moments magnétiques, qui a pour but de traduire l'effet Polder-Smit entre domaines adjacents. Ces aimantations transverses pourraient aussi être incluses dans le modèle de Bariou et al. pour ne pas se limiter à étudier un domaine magnétique aimanté suivant une direction privilégiée. Toutefois, l'introduction d'un facteur d'amortissement tensoriel dans ces modèles compliquerait davantage les approches théoriques associées.

Une autre solution pour rendre ces différents modèles plus prédictifs serait d'utiliser des codes micromagnétiques pour calculer numériquement la distribution du champ magnétique interne et de l'aimantation au niveau du domaine magnétique [112]-[114]. En outre, de telles solutions numériques pourraient permettre de tenir compte de l'anisotropie de forme du domaine, en considérant la non uniformité éventuelle des effets de désaimantation internes à celui-ci [115],[116].

VI. CONCLUSION DU CHAPITRE III

L'objet de ce chapitre était d'estimer les erreurs inhérentes à la technique expérimentale développée, commises sur la mesure large bande des propriétés électromagnétiques (μ , κ , ε) des matériaux magnétiques sous test. Nous devons, à l'issue de ce chapitre, être capables de définir le domaine de validité de la méthode de caractérisation.

Pour répondre à ces objectifs, une première étape a consisté à déterminer la configuration électromagnétique de la cellule triplaque asymétrique (choix et taille des milieux diélectriques qui y sont insérés) permettant de déterminer de manière suffisamment sensible le terme non diagonal (κ) du tenseur de perméabilité, sur une plage de fréquences conséquente. Les études expérimentales effectuées ont montré que, pour se faire, il fallait que le milieu à tester soit entouré d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et de dioxyde de titane poreux, de constantes diélectriques respectives 1.07 et 15.5. Dans ce cas, l'écart relatif entre la valeur de la partie imaginaire (μ'') de (μ) et celle de la partie imaginaire (κ'') de (κ), mesurées à la fréquence de résonance gyromagnétique d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite polycristallin Y-Al saturé, est d'environ 1 %. Les niveaux de la perméabilité mesurée sont ainsi sensiblement conformes à ceux prévus par la théorie de Polder ($\mu'' = \kappa''$ à la fréquence de gyrorésonance). La bande de fréquences utilisable s'étend alors jusque 6 GHz. Les effets de taille de l'échantillon sous test sur son tenseur de perméabilité ont ensuite été quantifiés. Le fait de réduire la longueur et/ou la taille de l'échantillon sous test engendre, outre une extension de la gamme de fréquence utilisable de la technique de mesure, un décalage de la fréquence de gyrorésonance mesurée vers les hautes fréquences, ainsi qu'une diminution des amplitudes des parties réelles et imaginaires de (μ , κ). Un tel phénomène, lié à des effets de désaimantation internes à la matière magnétique, a été mis en évidence pour un ferrite dense, partiellement aimanté. Il confirme l'intérêt de la technique de mesure pour une caractérisation "in situ" des milieux anisotropes aimantés.

Nous avons ensuite étudié l'erreur due à l'emploi d'une approche quasi-statique lors de l'analyse électromagnétique de la cellule, dans la plage de fréquences d'utilisation expérimentale de la technique. A cet effet, une analyse électromagnétique dynamique, rendant compte des composantes longitudinales des champs électrique et magnétique hyperfréquences dans la structure de test a été réalisée. Les simulations effectuées ont permis d'observer que l'erreur relative entre les constantes de phase dans la cellule issues de l'analyse dynamique et celles provenant de l'analyse quasi-statique était inférieure à 5 % jusque 7 GHz, en fonction des milieux diélectriques (ceux insérés en réalité dans la cellule), de la permittivité du ferrite (proche de celle rencontrée en pratique), puis de l'état d'aimantation de ce dernier.

L'analyse d'incertitude réalisée dans une troisième partie de chapitre a permis d'estimer l'erreur commise sur la mesure de (μ , κ , ε), connaissant les erreurs absolues sur les modules et phases des paramètres S mesurés (dues au rapport signal à bruit de l'analyseur de réseaux), ainsi que celles sur la mesure de la longueur de l'échantillon. Elle a montré que (μ , κ , ε) étaient mesurés précisément avec, par exemple, des erreurs relatives de (μ) et (ε) en dessous de 5 % pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite désaimanté étudié (jusque 6 GHz).

Après avoir déterminé le domaine de validité de la technique de mesure, les confrontations effectuées entre les termes (μ , κ) mesurés et ceux simulés à partir d'approches théoriques du tenseur de perméabilité ont montré qu'un travail important reste à accomplir en terme de modélisation des matériaux anisotropes, partiellement aimantés ou saturés, afin de prédire correctement leur perméabilité tensorielle en hyperfréquences et, se faisant, la réponse des dispositifs les contenant.

CHAPITRE IV :

**ANISOTROPIE MAGNETIQUE INDUITE DE
MATERIAUX COMPOSITES GRANULAIRES
AIMANTES**

CHAPITRE IV :

ANISOTROPIE MAGNETIQUE INDUITE DE MATERIAUX COMPOSITES GRANULAIRES AIMANTES

Au chapitre I, les principaux matériaux magnétiques pouvant se substituer aux ferrites pour la réalisation à faible coût de dispositifs planaires ont été présentés. Dans ce chapitre, nous avons mis en exergue le manque de matériaux permettant de remplacer les ferrites pour l'élaboration de dispositifs non réciproques. Les ferrites denses présentent effectivement l'inconvénient principal de nécessiter des fortes températures de frittage lors de leur élaboration, afin de les densifier ; températures impliquant un coût de fabrication supplémentaire et étant incompatibles avec la technique de fabrication monolithique des circuits imprimés micro-ondes (MMIC). Le processus d'élaboration de matériaux de substitution aux ferrites denses doit tenir compte de cette incompatibilité. A cet égard, la métallurgie des poudres constitue une voie particulièrement attractive de préparation des milieux composites magnétiques. En effet, elle ne requiert pas de traitement thermique élaboré et est faible coût. Les poudres considérées présentent, par ailleurs, l'avantage majeur de pouvoir être utilisées pour la réalisation d'une encre magnétique par les techniques de sérigraphie, compatibles avec la technologie MMIC.

Durant la dernière décennie, un grand nombre de programmes de recherche, de par le monde, se sont focalisés sur le comportement de matériaux dont les échelles d'espace typiques sont submicroniques (matériaux nanophasés et nanocomposites), élaborés à partir de la dispersion de poudres magnétiques dans une matrice isolante non magnétique (voir, par exemple, [117]-[128]). De tels milieux finement divisés ont suscité un important intérêt des lors que les chercheurs ont observé leurs propriétés mécaniques, optiques, électriques, ainsi que magnétiques originales et ont montré qu'elles étaient corrélées aux caractéristiques interfaciales des constituants du matériau. Ces propriétés spécifiques sont à l'origine de multiples applications technologiques et industrielles dans des domaines comme la biologie ou l'électronique. Concernant les applications magnétiques des milieux composites constitués de grains nanométriques, citons, par exemple, le phénomène de magnéto-résistance géante [123],[124] qui est, aujourd'hui, couramment employé pour la réalisation des têtes de lecture/enregistrement haute densité des disques durs ; application représentant actuellement un marché mondial d'environ 34 G\$. Le superparamagnétisme des agrégats de Fer (Fe) dispersés dans une matrice non magnétique (Ag) est un autre exemple des propriétés spécifiques des nanocomposites liées à la division fine de la matière et, de fait, à la forte densité d'interfaces [128].

Les études expérimentales menées jusqu'à présent sur les milieux nanocomposites ont essentiellement concerné leur caractérisation structurale (microscopie électronique, diffraction X, spectroscopie Mössbauer, etc.). Dans la littérature, très peu de travaux ont porté sur les propriétés électromagnétiques de matériaux granulaires finement divisés, en ondes centimétriques. Des mesures de la perméabilité effective de composites constitués de particules ferromagnétiques, de forme sphérique, dont le diamètre moyen est compris entre 25 et 250 nm (Cobalt (Co)-Nickel (Ni) [129] et Fe-Co-Ni [130]) ont été récemment réalisées entre 0.1 et 18 GHz, à l'aide d'une cellule de mesure en ligne coaxiale. Ces résultats ont démontré la présence de résonances additionnelles à celle d'origine gyromagnétique, sur la courbe représentative de l'évolution en fréquence des pertes magnétiques des matériaux étudiés, pour des grains ferromagnétiques de diamètre inférieur à 400 nm. Les auteurs [129],[130] ont attribué l'apparition de telles résonances à l'existence de modes de résonance non uniformes du matériau, ayant pour origine une forte contribution du couplage entre grains au mouvement de précession des moments magnétiques, ainsi qu'une distribution des tailles de grains

(polydispersité des poudres magnétiques). Depuis maintenant plusieurs années, une opération de recherche est menée au LEST sur la mesure de la perméabilité et de la permittivité effectives de composites magnétiques à base de poudres ferrimagnétiques de taille micrométrique [131] et, plus récemment, de taille submicronique [132],[133]. Ces diverses études ont montré la dépendance en fréquence de la perméabilité (niveaux, fréquence de gyrorésonance) des milieux hétérogènes magnétiques selon la taille moyenne des grains les constituant, la concentration en espèce magnétique dans le mélange [129]-[133] et le type de magnétisme de la poudre utilisée (ferromagnétique [129],[130] ou ferrimagnétique [131]-[133]). Cependant, ces travaux n'ont concerné que des échantillons de matériaux désaimantés, sous forme de tore, insérés dans une cellule de mesure de type coaxiale. Cette dernière permet certes une caractérisation large bande de l'échantillon à tester (typiquement jusque 18 GHz pour un diamètre externe de cellule de 7 mm) mais ne donne pas accès aux éléments complexes diagonal (μ) et extra-diagonal (κ) de son tenseur de perméabilité, lorsque celui-ci est aimanté, et autorise uniquement la mesure d'une perméabilité effective scalaire ($\mu_{eff} = (\mu^2 - \kappa^2)/\mu$) [65]. Ainsi, aucune propriété d'anisotropie induite de tels composites aimantés n'a encore été mise en évidence. Or, cette propriété est à l'origine de la non réciprocity exploitée dans les circuits micro-ondes.

C'est dans cet esprit de démonstration de l'anisotropie induite des matériaux composites aimantés, par la détermination d'un terme (κ) non nul de leur tenseur de perméabilité effective, que s'inscrit le présent chapitre. Pour se faire, la méthode non itérative de caractérisation expérimentale hyperfréquence des milieux aimantés, présentée aux chapitres précédents, est mise à profit. L'objectif de l'étude menée est double. Il s'agit :

- d'une part, de fournir de plus amples informations expérimentales pour permettre la compréhension des phénomènes physiques inhérents au caractère finement divisé de la matière aimantée et améliorer les approches théoriques existantes de simulation du comportement des matériaux à l'échelle mésoscopique [113],[115],[117],[120],[122],[134]-[137],
- d'autre part, d'élaborer une solution optimale en terme de matériaux pour développer un dispositif hyperfréquence non réciproque avec des performances comparables à celles des dispositifs « traditionnels » à ferrites.

Dans un premier temps, la méthode d'élaboration des composites que nous avons testés sera décrite. Leurs propriétés électromagnétiques effectives seront ensuite présentées en fréquence, en fonction de la taille des grains magnétiques les constituant, de leur composition et du champ magnétique statique appliqué. Les résultats obtenus seront interprétés. De cette étude expérimentale découlera une formulation originale d'un nanocomposite aimanté possédant des propriétés d'anisotropie induite exacerbées. Nous comparerons enfin les éléments du tenseur de perméabilité mesurés à ceux simulés à partir du modèle théorique de Bariou et al. [65], afin de vérifier son aptitude à prédire le comportement de la perméabilité tensorielle effective des composites aimantés, sur une large bande de fréquences.

I. ÉLABORATION DES MATERIAUX COMPOSITES MAGNETIQUES

Les échantillons de matériaux que nous avons testés ont été réalisés au laboratoire par compactage d'un mélange de poudres magnétiques (ferrimagnétiques et/ou ferromagnétiques) et diélectriques. Le principal avantage d'un tel mélange provient de la possibilité de choisir la ou les espèces magnétiques, la matrice hôte et, également, d'ajuster les concentrations volumiques des éléments le constituant, selon les propriétés recherchées du mélange final. Le processus d'élaboration d'un échantillon composite nécessite trois étapes principales :

- les différentes poudres sont, tout d'abord, mélangées à une résine diélectrique, par voie humide. De la résine époxy (Scotchcast 265, de chez 3M [138]) est utilisée. Elle est diluée dans de l'acétone et polymérisée à 150°C pendant une heure. Elle a un rôle de liant organique, assurant une bonne cohésion mécanique des échantillons et isolant électriquement chaque grain magnétique. Cette isolation présente un intérêt particulier dans le cas de poudres magnétiques conductrices (ferromagnétiques) car elle limite les effets de conduction électrique macroscopique (ou les pertes diélectriques). Le mélange est ensuite séché sous vide, permettant une évaporation lente, à température ambiante, de l'acétone,

- les quantités de poudres sont alors pesées afin d'aboutir aux concentrations volumiques désirées du mélange final [131]. La porosité est déduite de ces dernières et vérifiée par des mesures de densité. Puis le mélange de poudres obtenu est brassé à l'aide d'un broyeur à billes en Agathe, réalisant un mouvement planétaire de 150 tr/min, durant 10 min,

- ces deux premières étapes autorisent une dispersion quasi-homogène et aléatoire des grains magnétiques à l'échelle du matériau composite. Le produit résultant est ensuite placé dans un moule parallélépipédique et soumis à une pression uniaxiale, à température ambiante, durant 30 s. Le dispositif de compactage permet d'obtenir une concentration volumique en matière magnétique allant de quelques pour-cent à environ 70 %. L'échantillon de matériau issu de cette procédure de fabrication est de forme rectangulaire et a pour dimensions typiques : $25 \times 5 \times 7 \text{ mm}^3$. Il peut être usiné aux dimensions requises pour la mesure.

Les échantillons composites étudiés sont constitués de poudres de diamètre moyen soit micrométrique, soit nanométrique. La pression uniaxiale appliquée pour les mettre en forme a été choisie invariante : 10^7 Nm^{-2} pendant 2 min.

II. MESURES DES PROPRIETES ELECTROMAGNETIQUES DES COMPOSITES MAGNETIQUES

Les propriétés électromagnétiques effectives des milieux composites ainsi élaborés ont été obtenues à l'aide de la méthode de mesure décrite aux chapitres II et III de ce mémoire. Pour cela, la cellule de mesure en ligne de transmission développée est utilisée dans la configuration électromagnétique optimale définie au chapitre précédent : l'échantillon sous test est placé entre les échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et de TiO_2 . L'ensemble des mesures présentées ont été réalisées à température ambiante.

1 ECHANTILLON FORME DE GRAINS MAGNETIQUES DE TAILLE MICROMETRIQUE

Les premiers échantillons composites testés sont formés de grains obtenus à partir du broyage d'un matériau dense de ferrite Y-Al, dont les données fabricant sont ([96], référence commerciale

Y39) : aimantation à saturation ($4\pi M_s$) de $0.8 \text{ kG} \pm 5 \%$, facteur de Landé (g) de $2.01 \pm 5 \%$, largeur de raie de gyrorésonance (ΔH) de $40 \text{ Oe} \pm 20 \%$ à 9.3 GHz , largeur de raie effective (ΔH_{eff}) de $4 \text{ Oe} \pm 20 \%$ à 9 GHz , constante diélectrique (ϵ') de $14.6 \pm 5 \%$ à 8.3 GHz et tangente de pertes diélectriques ($\tan\delta$) inférieures à 2.10^{-4} (mesure en cavité résonante). Le diamètre moyen des grains ferrimagnétiques le constituant a été estimé par microscopie électronique à $5 \mu\text{m}$.

A. Perméabilité tensorielle effective selon le champ magnétique (H_0) appliqué

La figure IV. 1 décrit l'évolution en fréquence des éléments diagonal ($\mu = \mu' - j\mu''$) et non diagonal ($\kappa = \kappa' - j\kappa''$) du tenseur de perméabilité effective d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferricomposite Y39, concentré à 70.6 % en particules ferrimagnétiques et à 15.4 % en résine époxy. Le champ magnétique statique (H_0) appliqué varie entre 0 et 1.5 kOe.

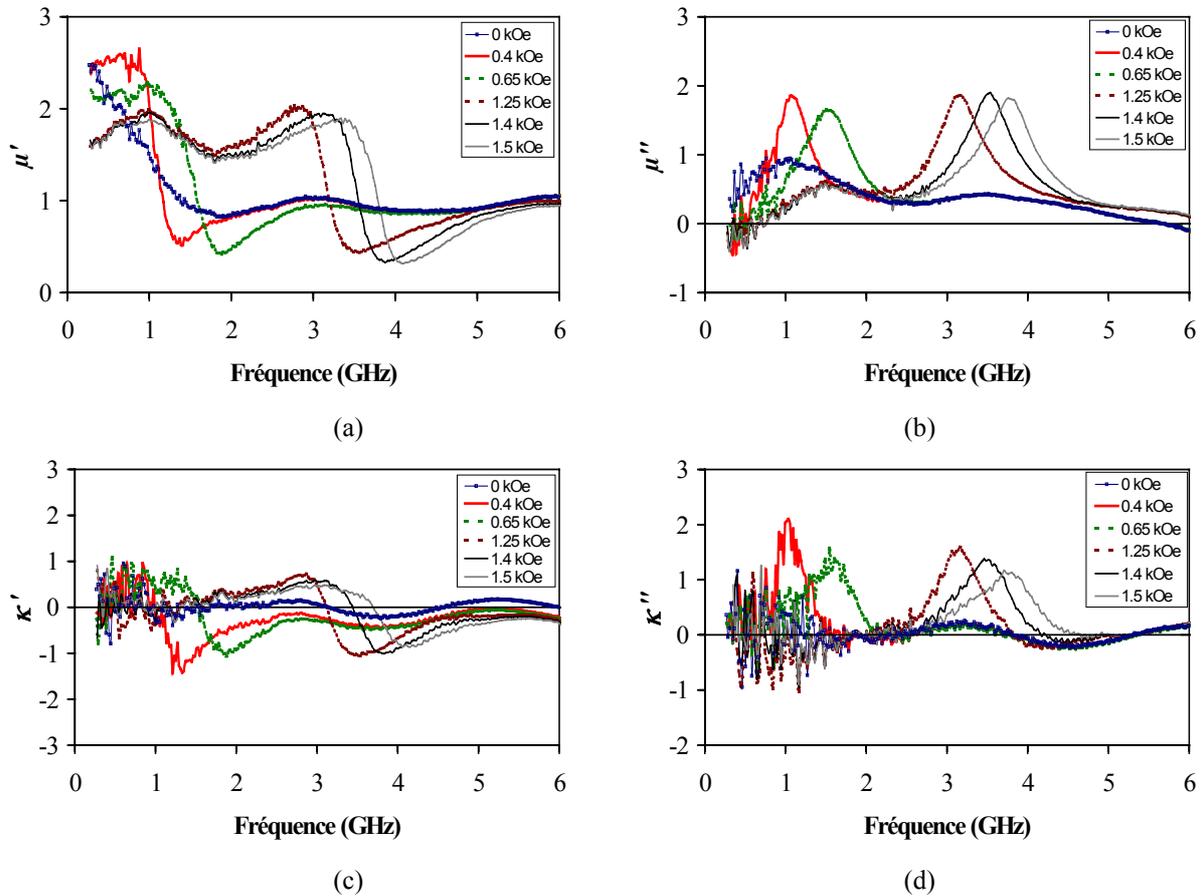


Fig. IV. 1 : Évolution en fréquence des éléments du tenseur de perméabilité effective d'un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferricomposite Y39, concentré en volume à 70.6 % en matière magnétique et soumis ou non à un champ magnétique statique (H_0) extérieur. (a) μ' , (b) μ'' , (c) κ' , (d) κ'' .

Diverses observations analogues à celles faites au chapitre II concernant la perméabilité des ferrites denses (Fig. II. 23), émergent des spectres expérimentaux présentés ci-dessus. Tout d'abord, l'existence d'une perméabilité scalaire ($\kappa \approx 0$) apparaît pour l'échantillon de ferricomposite désaimanté, avec une résonance vers 1 GHz (Fig. IV. 1(b)). La fréquence de résonance gyromagnétique est également décalée vers les hautes fréquences avec le champ magnétique (H_0) ; cette fréquence étant la même qu'elle soit relevée à partir du maximum de μ'' (Fig. IV. 1(b)) ou de κ'' (Fig. IV. 1(d)), pour une valeur de (H_0) fixée. En outre, la positivité des pertes magnétiques (μ'' , κ'') est vérifiée sur l'ensemble de la plage de fréquences exploitée. L'application d'un champ magnétique

(H_0) non nul sur l'échantillon induit certes une anisotropie magnétique ($\kappa \neq 0$ dans la zone de gyrorésonance), mais moins conséquente que celle relevée pour l'échantillon de ferrite Y35 dense (Fig. II. 23), pour des intensités de champ (H_0) similaires, du fait du caractère fortement dilué du mélange de poudres réalisé. En particulier, les amplitudes de la partie réelle (κ') sont faibles et peu sensibles au champ magnétostatique appliqué (Fig. IV. 1(c)). Les amplitudes de la partie réelle (μ') du terme (μ) pour l'échantillon de composite testé sont aussi similaires, quel que soit le champ magnétique appliqué. Il en est de même pour les parties imaginaires (μ'') correspondantes.

B. Comparaison des propriétés électromagnétiques d'échantillons de matériaux composites et denses ferrimagnétiques

La figure IV. 2 illustre une comparaison entre les composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité d'un échantillon de $5 \times 3.7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferricomposite Y39, concentré à 64 % en espèce ferrimagnétique et à 34.3 % en résine époxy, et celles mesurées d'un échantillon de ferrite dense Y39, de mêmes dimensions. Les deux échantillons ont été soumis à un champ magnétostatique (H_0) extérieur de 1.25 kOe.

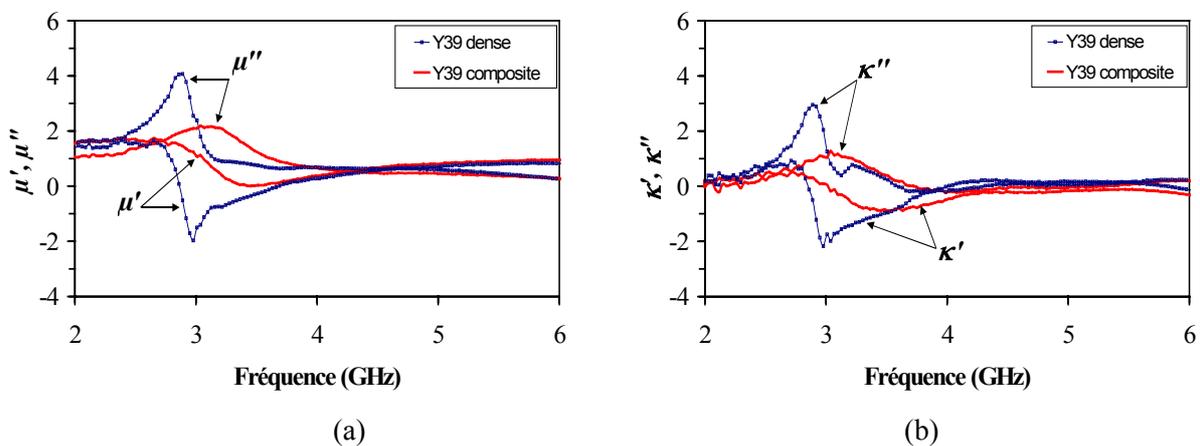


Fig. IV. 2 : Éléments (μ , κ) mesurés du tenseur de perméabilité d'échantillons de $5 \times 3.7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y39 dense et composite ($H_0 = 1.25 \text{ kOe}$). Le composite est concentré à 64 % en espèce magnétique. (a) μ , (b) κ .

Une augmentation de la fréquence de résonance gyromagnétique est relevée simultanément sur les profils spectraux des pertes magnétiques (μ'' , κ'') du matériau, lorsque la fraction volumique en matière magnétique le constituant diminue. Les fréquences de gyrorésonance mesurées sont de 2.89 et 3.19 GHz pour, respectivement, les échantillons de $5 \times 3.7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y39 dense et composite testés. Lors d'une précédente étude développée au laboratoire, un tel phénomène a été mis en évidence, en ligne coaxiale, sur la perméabilité initiale d'échantillons toroïdaux constitués de grains ferrimagnétiques micrométriques [131]. Cette étude préliminaire a permis de montrer que les contraintes technologiques intervenant lors de la fabrication des composites (broyage, compactage), impliquant des contraintes résiduelles, étaient à l'origine du décalage de la fréquence de gyrorésonance selon la concentration en espèce magnétique dans le mélange. De telles contraintes internes se traduisent effectivement par des effets magnétoélastiques additionnels à l'anisotropie magnétocristalline du matériau.

Autour de la fréquence de résonance gyromagnétique, une diminution des amplitudes des parties réelle et imaginaire des termes diagonal et extra-diagonal du tenseur de perméabilité est, par ailleurs, remarquée lorsque le taux de charge en matière ferrimagnétique diminue. De plus, les courbes représentatives de (μ'') et (κ'') sont bien plus larges pour le ferricomposite que celles obtenues pour le

milieu dense, ou que celles du ferrite Y35 dense saturé (Figs. II. 23(b) et (d)). Cette dernière observation est vraisemblablement liée à un amortissement (α_G) conséquent du mouvement de précession des moments magnétiques de l'échantillon de composite autour de la direction d'application du champ magnétique excitateur.

Les différences entre les propriétés magnétiques des échantillons sous forme composite ou dense observées ici à la saturation des milieux magnétiques sont également apparues pour des états de partielle aimantation.

Les spectres de la partie réelle (ϵ') et de la partie imaginaire (ϵ'') de la permittivité relative des échantillons de ferrite Y39, totalement désaimantés, sont présentés à la figure IV. 3, jusque 3 GHz (analyseur de réseaux vectoriel Agilent 8753ES). A titre d'exemple, les permittivités relatives (ϵ) mesurées du ferricomposite et du ferrite dense sont, respectivement, de $12.35 - j0.015$ ($= \epsilon' - j\epsilon''$) et de $14.57 - j0.012$ à 1 GHz. La constante diélectrique de ce dernier ($\epsilon' = 14.57$) est donc du même ordre de grandeur que celle donnée par le fabricant ($\epsilon' = 14.6 \pm 5 \%$) alors que celle du composite est plus faible ($\epsilon' = 12.35$), de par la présence de résine époxy ($\epsilon' = 5$) et de porosité ($\epsilon' = 1$). En outre, les pertes diélectriques (ϵ'') mesurées du composite sont faibles ($< 10^{-1}$) et donc, du même ordre de grandeur que celles du ferrite fritté. Elles traduisent le caractère isolant électrique du composite réalisé.

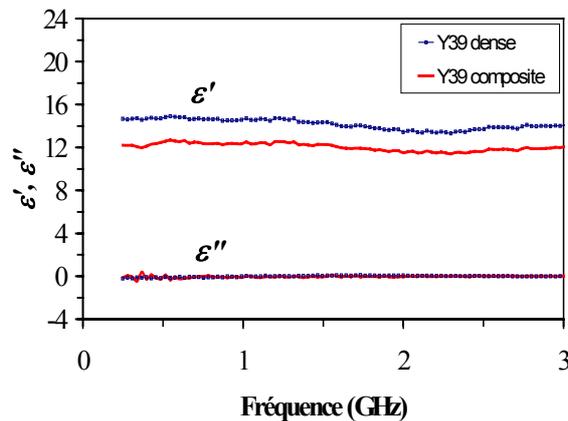


Fig. IV. 3 : Permittivité relative (ϵ) mesurée des échantillons de $5 \times 3.7 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y39, sous forme dense et composite ($H_0 = 0 \text{ kOe}$). Le milieu composite est concentré à 64 % en espèce magnétique.

Les résultats présentés dans cette partie ont permis d'observer la bonne sensibilité de la méthode de mesure utilisée pour déterminer les caractéristiques électromagnétiques des échantillons ferricomposites testés, malgré les faibles dimensions et le caractère dilué de ces derniers. Ils prouvent également l'existence, à l'état aimanté, d'un terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité de matériaux composites constitués de grains ferrimagnétiques de diamètre micrométrique. Le terme (κ) mesuré est cependant réduit et ne permet pas d'envisager la réalisation de dispositifs hyperfréquences, avec une non réciprocity significative, à partir de tels composites. Par ailleurs, l'étalement important des pertes magnétiques autour de la fréquence de gyrorésonance du composite constitue un autre inconvénient à son utilisation pour un dispositif non réciproque. L'anisotropie induite sous champ magnétique limitée de ces milieux composites nous a alors conduit à étudier les propriétés électromagnétiques de composites granulaires non plus microstructurés mais nanostructurés.

2 ECHANTILLON FORME DE GRAINS MAGNETIQUES DE TAILLE SUBMICRONIQUE

Nous montrons à présent l'existence d'une perméabilité tensorielle effective significative de milieux composites aimantés, composés de poudres diélectriques et magnétiques de taille

nanométrique (nanocomposites). L'étude expérimentale développée ici a été motivée par des travaux récents menés au LEST, ayant démontré la dépendance en fréquence et en composition de la perméabilité initiale d'échantillons de nanocomposites, à géométrie toroïdale [132],[133]. Les échantillons testés initialement étaient formés de grains de maghémite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) et de grains isolants d'oxyde de zinc (ZnO), en proportions variées. La maghémite est un oxyde ferrimagnétique de type spinel, dont l'aimantation spontanée, à l'état dense, est de 4.9 kG. Il s'agit de l'un des matériaux les plus couramment employés pour l'enregistrement magnétique [139], qui est, par ailleurs, au centre d'une multitude de thèmes de recherche actuels. Pour s'en convaincre, il suffit d'observer l'importance du nombre de communications scientifiques lors des conférences internationales récentes, présentant les propriétés magnétiques originales de nanoparticules de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, d'un point de vue théorique [137] ou expérimental, à travers une caractérisation structurale (observation par microscopie électronique, diffraction X, etc. – voir, par exemple, [125],[126],[140],[141]). ZnO est un milieu semi-conducteur II-VI employé dans des dispositifs tels les guides d'onde optiques [142],[143], les transducteurs piézoélectriques [144],[145], ou encore les varistances [146]. Il a également été choisi comme composant de base pour la réalisation de matériaux magnétiques nanostructurés [118],[119].

A. Le matériau nanocomposite magnétique

Faisant suite à l'étude menée précédemment au laboratoire [132],[133], nous avons, dans un premier temps, testé des nanocomposites de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$ aimantés et étudié l'évolution fréquentielle de leurs composantes du tenseur de perméabilité effective, en fonction du champ magnétique statique (H_0) appliqué (à concentration volumique en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ fixée) ou de la concentration en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (à champ magnétique fixé). Puis des échantillons de matériaux nanocomposites formés de poudres (ou grains) ferromagnétiques (Co, Ni), également dispersées dans une matrice hôte de ZnO, ainsi que des échantillons à propriétés mixtes ferrimagnétique/ferromagnétique ont été élaborés. Lorsque de la poudre ferromagnétique est employée pour réaliser le mélange, la taille réduite des grains permet avantageusement d'éviter les pertes par conduction dues à l'effet de peau, jusqu'aux fréquences optiques. Le tableau IV. 1 résume les principales caractéristiques des poudres nanométriques commerciales utilisées.

Type de poudre	ZnO	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Co	Ni
Taille moyenne de grain (nm)	49	23	21	35
Morphologie	Allongée	Quasi-sphérique, facettée	Facettée	Quasi-sphérique
Surface spécifique ($\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$)	22	51	31.9	15.6
Densité ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$) à 20 °C	5.6	5.2	8.9	8.9
Phase cristalline	Wurtzite	Maghémite (spinel cubique)	Hexagonale	Cubique

Tab. IV. 1 : Caractéristiques principales des poudres nanométriques utilisées.

Les poudres magnétiques et diélectriques proviennent de la société Nanophase Technologies Corp., Burr Ridge, IL., USA [147]. Elles présentent une pureté chimique supérieure à 99 %. Leurs tailles moyennes (données fabricant) ont été confirmées par microscopie électronique à transmission (MET). Ces analyses ont également permis d'observer leur morphologie. A titre d'exemple, la figure

IV. 4 présente les clichés de MET obtenus sur les poudres de Cobalt et Nickel, montrant des grains de Cobalt plutôt facettés et des grains de Nickel de forme presque sphérique. Nous pouvons particulièrement observer l'inhomogénéité de taille de ces derniers, ainsi que leur disposition sous forme d'agrégat (Fig. IV. 4(b)).

Des analyses microscopiques complémentaires, à plus grande échelle, ont indiqué le caractère aléatoire de la dispersion des poudres ferrimagnétiques [133] et ferromagnétiques dans la matrice diélectrique de ZnO, ainsi que la haute distribution de la porosité intergranulaire. Par ailleurs, la nature cristalline des poudres de base des mélanges élaborés a été vérifiée par diffraction X. La taille moyenne des grains obtenue à partir de la largeur du pic de diffraction relevé (par la formule de Debye-Scherrer), correspond à celle issue des clichés de MET.

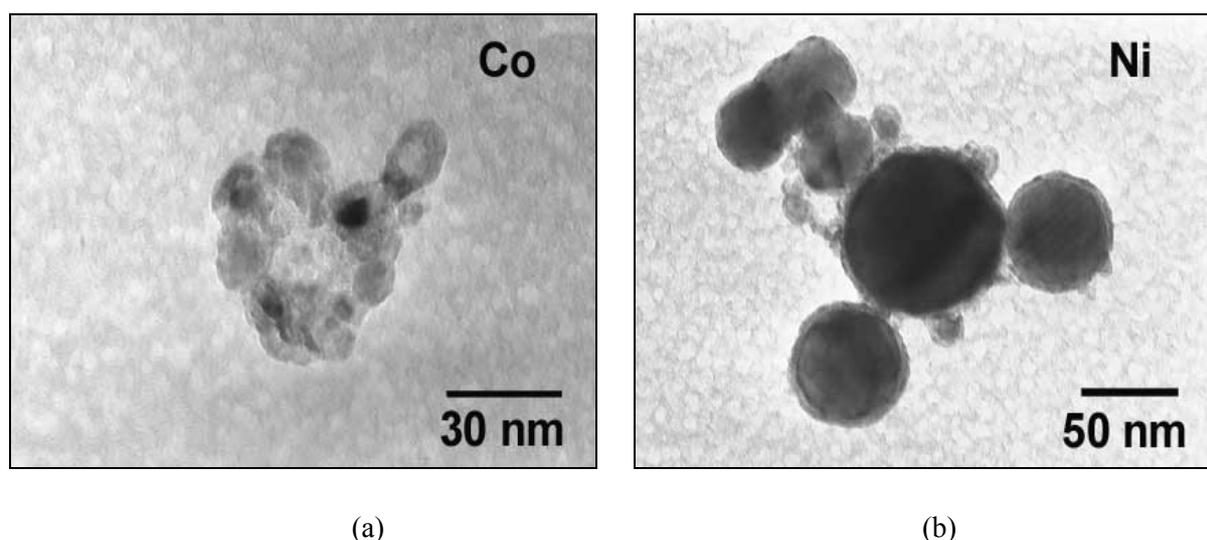


Fig. IV. 4 : Clichés de microscopie électronique à transmission pour les grains de (a) Cobalt et (b) Nickel.

La dénomination et la composition des échantillons employés dans le cadre de l'étude menée sont rassemblées dans le tableau IV. 2.

Dénomination de l'échantillon	q_1 (concentration en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, %)	q_2 (concentration en Ni, %)	q_3 (concentration en Co, %)	q_{ZnO} (concentration en ZnO, %)	q_{re} (concentration en résine époxyde, %)	p (porosité, %)
n_0	56.7			0	13.8	29.5
n_1	55.1			0	11.6	33.3
n_2	47.9			11.1	12.7	28.3
n_3	44.8			13.8	12.7	28.7
n_4	42.2			16.8	12.9	28.1
n_5	39.2			19.6	12.9	28.3
n_6	52.6	8.2		0	13.1	26.1
n_7	31.5	28.7		0	12.6	27.2
n_8		56.4		0	14.2	29.4
n_9			36.1	0	8.6	55.3
n_{10}			34.4	5.7	9.5	50.4
n_{11}			28.1	15.6	10.5	45.8

Tab. IV. 2 : Dénomination et composition des échantillons nanocomposites magnétiques étudiés.

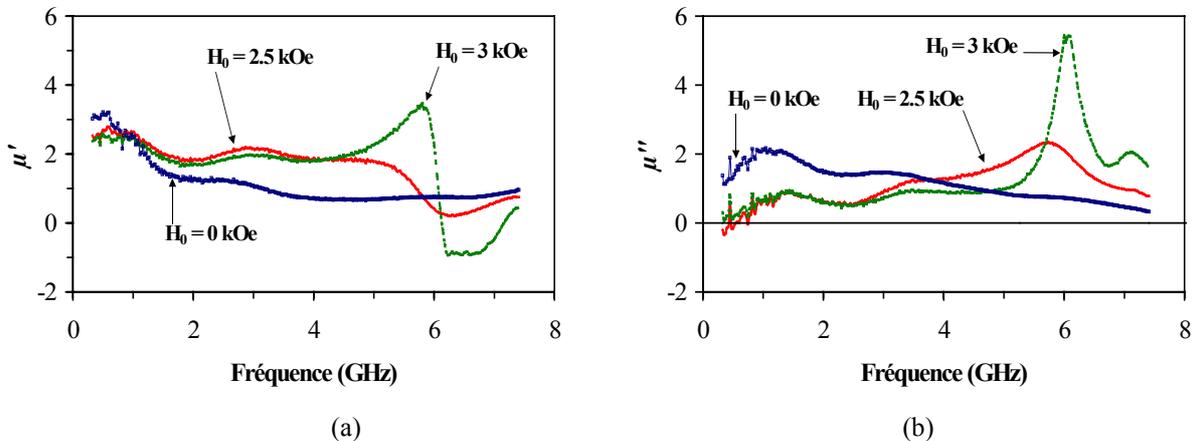
Les différents échantillons caractérisés ont pour dimensions typiques : $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$. Par la suite, q_1 , q_2 et q_3 désignent, respectivement, la concentration volumique en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Ni et Co dans le nanocomposite. q_{ZnO} , q_{re} et p représentent, respectivement, la fraction volumique en oxyde de Zinc, résine époxy, et porosité le constituant.

B. Éléments influençant l'anisotropie magnétique induite des nanocomposites aimantés

L'influence de paramètres externes (champ magnétique statique extérieur) et internes (concentration en matière magnétique, nature du magnétisme des grains) au milieu nanocomposite, sur l'évolution en fréquence des composantes (μ' , μ'') mesurées de son tenseur de perméabilité effective, est ici observée. Afin de quantifier de manière judicieuse cette influence, seul le paramètre étudié varie ; les autres étant figés. Notons que la fréquence limite supérieure d'utilisation de la méthode de caractérisation expérimentale est de 7.25 GHz pour les échantillons de nanocomposites étudiés ; la taille réduite des grains magnétiques les formant et leur forte dilution repoussant l'apparition des résonances dimensionnelles vers les hautes fréquences (autour de 9 GHz). Pour les échantillons composés de grains micrométriques considérés auparavant, la bande de fréquences utilisable était réduite à 6 GHz, aux concentrations en matière magnétique étudiées.

a - Le champ magnétique (H_0) appliqué

Les variations en fréquence des termes (μ') et (μ'') du tenseur de perméabilité de l'échantillon nanocomposite n_0 constitué de grains de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ($q_1 = 56.7 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 13.8 \%$, $p = 29.5 \%$) sont présentées à la figure IV. 5, en fonction du champ magnétostatique (H_0) appliqué. Plusieurs remarques analogues à celles faites concernant les échantillons ferricomposites d'Y-Al testés précédemment (Fig. IV. 1) peuvent être effectuées, malgré les mécanismes d'aimantation différents entre les deux échantillons. En effet, pour l'échantillon formé de grains microniques, une structuration en domaines de Weiss du grain magnétique est possible. Ce n'est pas nécessairement le cas pour l'échantillon n_0 formé de grains submicroniques (diamètre moyen du grain de 23 nm, Tab. IV. 1). Dans ce dernier cas, la contribution des effets de surface aux mécanismes d'aimantation du milieu magnétique devient non négligeable par rapport à celle des effets de volume et des mécanismes d'aimantation par rotation non cohérente des spins, fonction de la localisation dans les nanophases, peuvent apparaître [122],[134]. De tels effets de surface ont été récemment mis en évidence sur des grains nanométriques individuels de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, de manière expérimentale [126],[137] ou théorique [137].



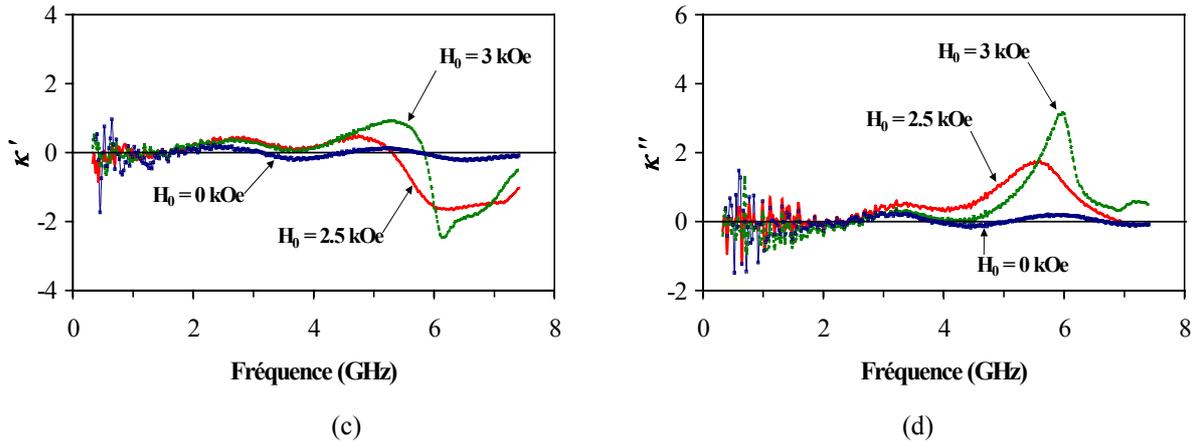


Fig. IV. 5 : Évolution en fréquence des éléments du tenseur de perméabilité effective de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 , soumis ou non à un champ magnétique statique (H_0) extérieur. (a) μ' , (b) μ'' , (c) κ' , (d) κ'' .

Lorsque le nanocomposite est désaimanté (Fig. IV. 5(b)), une résonance de spin est générée vers 1 GHz et l'onde électromagnétique se propage de manière réciproque dans le matériau ($\kappa = 0$, Figs. IV. 5(c) et (d)). Par contre, un comportement original de la matière ferrimagnétique finement divisée apparaît dès lors que l'échantillon nanocomposite est aimanté par l'application d'un champ magnétique (H_0) d'intensité suffisante. La fréquence de résonance gyromagnétique du matériau est effectivement décalée vers les hautes fréquences avec (H_0). De plus, les niveaux de la perméabilité mesurée dépendent intimement de l'intensité de ce dernier. Ce n'était pas le cas pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferricomposite Y39, formé de grains microniques (Fig. IV. 1). Un terme extradiagonal (κ) du tenseur de perméabilité non nul est mesuré dans la zone de résonance gyromagnétique du nanocomposite aimanté avec, par exemple pour $H_0 = 3 \text{ kOe}$, une partie réelle (κ') d'amplitude voisine de celle des ferrites Y-Al denses saturés caractérisés (chapitre II, Fig. II. 23(c)). En outre, les niveaux de (μ'') et (κ'') à la fréquence de gyrorésonance de l'échantillon étudié sont nettement inférieurs à ceux des ferrites Y-Al (Fig. II. 23(d)). Ainsi, le champ magnétique extérieur (H_0) induit une propriété d'anisotropie magnétique du nanocomposite intéressante en vue de la réalisation d'une fonction micro-onde non réciproque exploitant l'absorption gyromagnétique. Cette fonction montrerait, a priori, des pertes d'insertion limitées (essentiellement liées aux faibles valeurs de μ'' et κ''), sur une gamme de fréquences conséquente (fonction de l'étalement des pertes magnétiques autour de la fréquence de gyrorésonance). La gamme de fréquences utilisable serait d'environ 1.5 GHz, par exemple, pour l'échantillon testé ($H_0 = 3 \text{ kOe}$, Fig. IV. 5(b)). Nous pouvons également remarquer, sur les spectres expérimentaux présentés, une structuration complexe de la raie de résonance gyromagnétique : le pic de résonance principal est accompagné par un pic de résonance secondaire vers 3 GHz, intervenant simultanément sur les courbes représentatives de (μ'') et (κ'') (Figs. IV. 5(b) et (d)). Les couplages entre grains magnétiques, du fait de la non uniformité de l'aimantation dans ces derniers, constituent une origine possible de l'existence de ce pic secondaire. Pour de tels milieux dont la distance intergranulaire est du même ordre de grandeur que la taille moyenne de grain, voire supérieure, les modes d'échange deviennent effectivement prédominants par rapport aux modes magnétostatiques [119],[148]. L'amplitude du pic de résonance secondaire dépend du champ magnétique (H_0) extérieur et tend à se réduire au cours du processus d'aimantation, de part l'alignement progressif des moments magnétique selon la direction d'application de (H_0), qui va limiter les couplages d'échange entre grains. Soulignons également que la permittivité relative ($\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$) mesurée pour l'échantillon de nanocomposite n_0 est en accord avec celles obtenues classiquement pour les ferrites denses et est sensiblement uniforme sur l'ensemble de la bande de fréquences exploitée : $\varepsilon' = 12.83$ et $\varepsilon'' = 0.04$ à 1 GHz, par exemple, pour l'échantillon désaimanté.

b - La concentration en espèce magnétique

La figure IV. 6 décrit l'évolution en fréquence de la perméabilité effective initiale ($\mu = \mu' - j\mu''$) des échantillons nanocomposites n_1 ($q_1 = 55.1\%$, $q_{ZnO} = 0\%$, $q_{re} = 11.6\%$, $p = 33.3\%$) à n_5 ($q_1 = 39.2\%$, $q_{ZnO} = 19.6\%$, $q_{re} = 12.9\%$, $p = 28.3\%$).

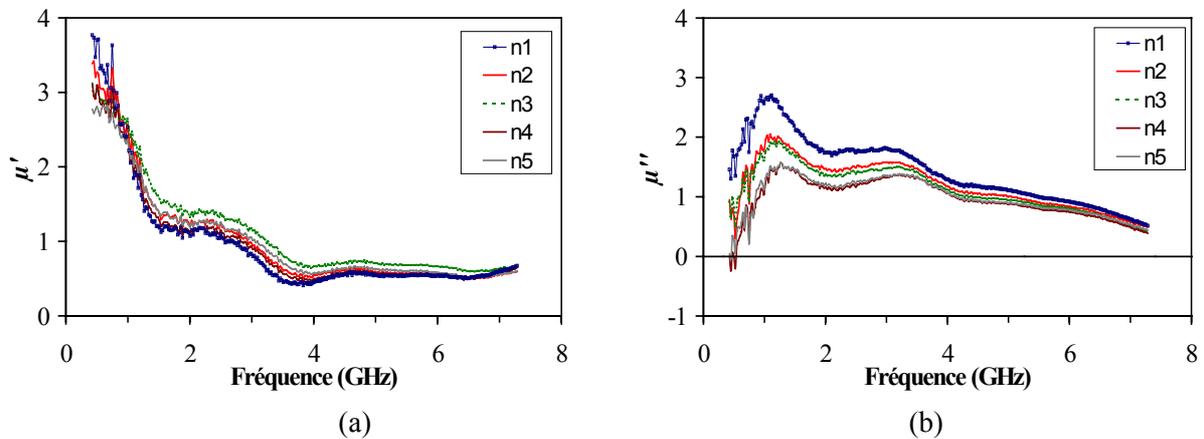
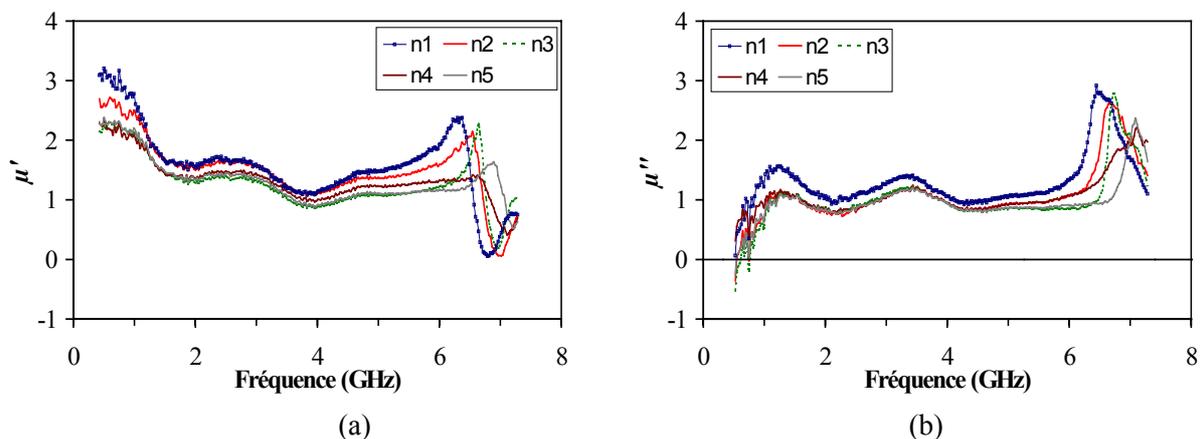


Fig. IV. 6 : Évolution en fréquence de la perméabilité effective initiale des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposites n_1 à n_5 . (a) μ' , (b) μ'' .

La diminution de la concentration (q_1) en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (augmentation de la concentration en matière non magnétique : résine époxy, ZnO et porosité) entraîne simultanément une réduction des niveaux de perméabilité mesurés et une augmentation de la fréquence de résonance de spin. A titre d'exemple, cette dernière est de 1.04 GHz ($\mu'' = 2.66$) pour l'échantillon n_1 alors qu'elle est égale à 1.29 GHz ($\mu'' = 1.55$) pour l'échantillon n_5 . Le caractère multi-résonant selon le champ magnétique appliqué, observé et interprété auparavant, est également présent. Outre la résonance de spin intervenant autour de 1 GHz, un pic de résonance secondaire peut être effectivement relevé à environ 3 GHz, sur le profil spectral de (μ'') (Fig. IV. 6(b)). L'amplitude de ce pic est d'autant réduite que la fraction volumique en espèce magnétique dans le mélange est faible. En effet, le nombre de grains magnétiques constituant l'échantillon de matériau est alors limité et les grains magnétiques existants sont davantage isolés les uns des autres par la matière non magnétique les entourant, ce qui a pour conséquence une diminution des interactions d'échange entre grains magnétiques.

Le tenseur de perméabilité mesuré des mêmes échantillons n_1 à n_5 , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe, est présenté en fonction de la fréquence à la figure IV. 7.



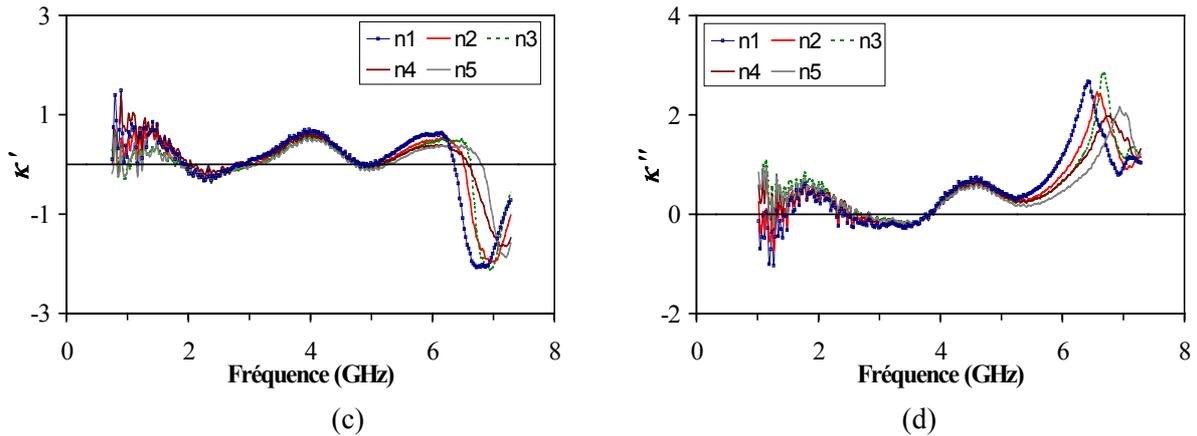


Fig. IV. 7 : Évolution en fréquence des éléments du tenseur de perméabilité effective des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposites n_1 à n_5 , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe. (a) μ' , (b) μ'' , (c) κ' , (d) κ'' .

Des valeurs moindres des parties réelle (μ') et imaginaire (μ'') de la composante diagonale (μ) de la perméabilité tensorielle, ainsi qu'un décalage vers les hautes fréquences de la fréquence de gyrorésonance, apparaissent également quand le taux de charge en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dans le mélange de poudres diminue. Par exemple, les fréquences de gyrorésonance pour les échantillons n_1 et n_5 sont, respectivement, de 6.42 et 6.74 GHz (Fig. IV. 7(b)). Les mêmes observations peuvent être réalisées concernant le terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité correspondant. L'amplitude de la partie réelle (κ') de (κ) est importante mais se réduit légèrement avec la dilution dans le mélange (Fig. IV. 7(c)). Les valeurs des fréquences de résonance obtenues à partir de la courbe de (μ'') coïncident avec celles déterminées à partir du maximum de (κ'') (Fig. IV. 7(d)). Ces résultats de mesure traduisent le fait que l'anisotropie magnétique induite d'un matériau nanophasé ferrimagnétique aimanté soit explicitement liée à sa concentration volumique en espèce magnétique. Les niveaux de (κ') et (κ'') mesurés dans la zone de résonance gyromagnétique des milieux nanocomposites caractérisés permettent d'envisager leur intégration dans des dispositifs hyperfréquences non réciproques à résonance et de contrôler leurs performances (isolation, pertes d'insertion, etc.) non plus par une variation du champ magnétostatique extérieur mais, pour une intensité donnée de celui-ci, par le choix judicieux de la quantité de matière magnétique dans le matériau. La raie de résonance gyromagnétique est, ici encore, structurée de façon complexe (existence de résonances supplémentaires à celle gyromagnétique, engendrant des pertes magnétiques additionnelles).

c - Le type de magnétisme des grains

L'étude précédente de la perméabilité tensorielle effective hyperfréquence des matériaux nanophasés aimantés était limitée à un seul type de magnétisme des grains les constituant : le ferrimagnétisme. Le but de la présente partie est d'étendre cette étude au cas des nanocomposites granulaires dont les grains sont ferromagnétiques, ou présentent un comportement mixte ferrimagnétique/ferromagnétique.

La figure IV. 8 présente les spectres mesurés des composantes diagonale et non-diagonale du tenseur de perméabilité des échantillons n_0 ($q_1 = 56.7 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{re} = 13.8 \%$, $p = 29.5 \%$), n_6 ($q_1 = 52.6 \%$, $q_2 = 8.2 \%$, $q_{re} = 13.1 \%$, $p = 26.1 \%$), n_7 ($q_1 = 31.5 \%$, $q_2 = 28.7 \%$, $q_{re} = 12.6 \%$, $p = 27.2 \%$) et n_8 ($q_1 = 0 \%$, $q_2 = 56.4 \%$, $q_{re} = 14.2 \%$, $p = 29.4 \%$), auxquels un champ magnétique statique (H_0) de 2.75 kOe est successivement appliqué. Notons que la concentration en hétérogénéités magnétiques (q_1+q_2) dans les différents échantillons testés est du même ordre de grandeur. Les

différences intervenant entre les perméabilités tensorielles de ceux-ci sont donc principalement liées au type de magnétisme des grains.

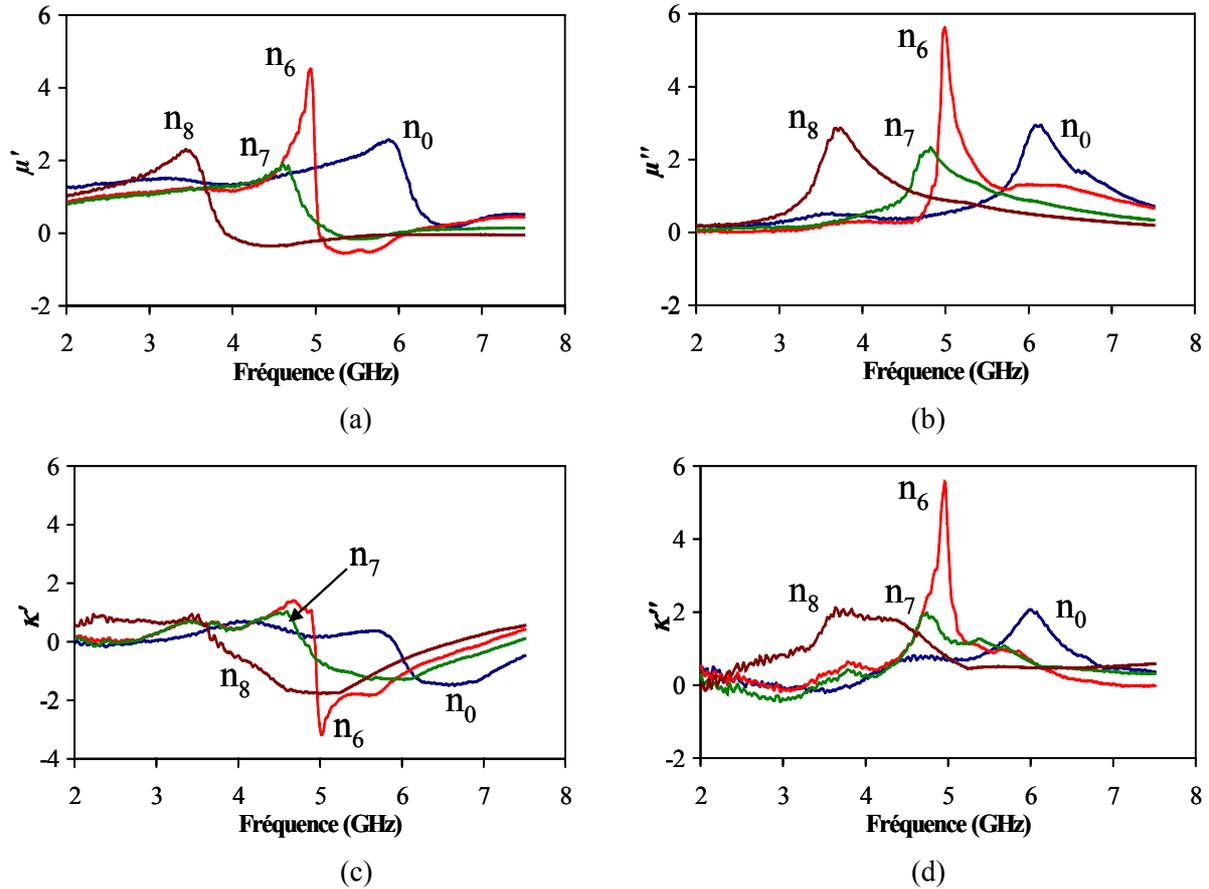


Fig. IV. 8 : Évolution en fréquence des éléments du tenseur de perméabilité effective des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposites n_0, n_6, n_7 et n_8 , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 2.75 kOe. (a) μ' , (b) μ'' , (c) κ' , (d) κ'' .

Plusieurs faits saillants ressortent de la comparaison faite ci-dessus, entre la perméabilité tensorielle des milieux nanocomposites formés de grains ferrimagnétiques et/ou ferromagnétiques :

- l'existence, à l'état aimanté, d'un terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité non nul de nanocomposites composés de grains ferromagnétiques est, pour la première fois, observée expérimentalement aux fréquences micro-ondes. L'échantillon de nanocomposite n_8 , formé de grains de Ni, présente en effet un terme (κ) dont les parties réelle (κ') et imaginaire (κ'') ont des amplitudes proches de celles mesurées pour l'échantillon n_0 constitué de particules de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Figs. IV. 8(c) et (d)). Ce phénomène original d'anisotropie magnétique induite d'un nanocomposite ferromagnétique aimanté est sans nul doute directement lié au processus de fabrication de l'échantillon de matériau qui permet une dispersion aléatoire des grains nanométriques dans celui-ci et, se faisant, peut favoriser une orientation non parallèle des moments magnétiques entre grains voisins. Cependant, le caractère ferromagnétique des poudres de Nickel implique un étalement plus important des pertes magnétiques de part et d'autre de la fréquence de résonance gyromagnétique du matériau (Figs. IV. 8(b) et (d), échantillon n_8). En outre, la fréquence de gyrorésonance mesurée des composites est décalée vers les basses fréquences quand la concentration en Ni dans les mélanges augmente. Ce phénomène traduit le fait que le champ d'anisotropie moyen (fonction du champ d'anisotropie magnétocristalline, des champs de désaimantation, des champs d'échange, du champ magnétique appliqué) vu par les moments magnétiques du grain ferromagnétique soit inférieur à celui existant pour le grain

ferrimagnétique. Il est vraisemblablement lié à une interaction entre les grains de Ni moins significative que celle intervenant entre les grains de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$,

- l'échantillon nanocomposite n_6 , élaboré à partir du mélange d'hétérogénéités ferrimagnétiques ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) et ferromagnétiques (Ni), avec un caractère ferrimagnétique prédominant, présente des propriétés magnétiques exacerbées autour de sa fréquence de résonance gyromagnétique. L'amplitude de la partie réelle (κ') de l'élément non-diagonal de son tenseur de perméabilité est, en effet, importante (Fig. IV. 8(c)). Les pertes magnétiques (μ'') et (κ'') ont des niveaux plus conséquents que ceux observés pour les échantillons n_0 et n_8 et sont moins étalées en fréquence, ce qui risque d'augmenter sensiblement les pertes d'insertion d'un dispositif non réciproque à résonance, tout en limitant sa bande de fréquences utilisable. Par contre, le terme (κ) mesuré pour l'échantillon n_6 laisse entrevoir des applications prometteuses de tels nanocomposites ferri/ferromagnétiques à la réalisation de dispositifs non réciproques fonctionnant hors de leur zone de gyrorésonance (isolateur à déplacement de champs, etc.). Une forte interaction d'échange au niveau des interfaces entre grains ferrimagnétiques et ferromagnétiques, par ailleurs récemment étudiée de manière théorique [136], peut expliquer les propriétés remarquables observées ici pour l'échantillon n_6 . Ces dernières disparaissent lorsque les fractions volumiques en Ni et $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dans le mélange deviennent du même ordre de grandeur, comme c'est le cas pour l'échantillon n_7 .

Les propriétés singulières d'anisotropie magnétique induite, observées précédemment pour l'échantillon de nanocomposite n_6 aimanté, sont présentées plus en détail à la figure IV. 9, en fonction du champ magnétostatique extérieur (H_0) (compris entre 2 et 2.9 kOe).

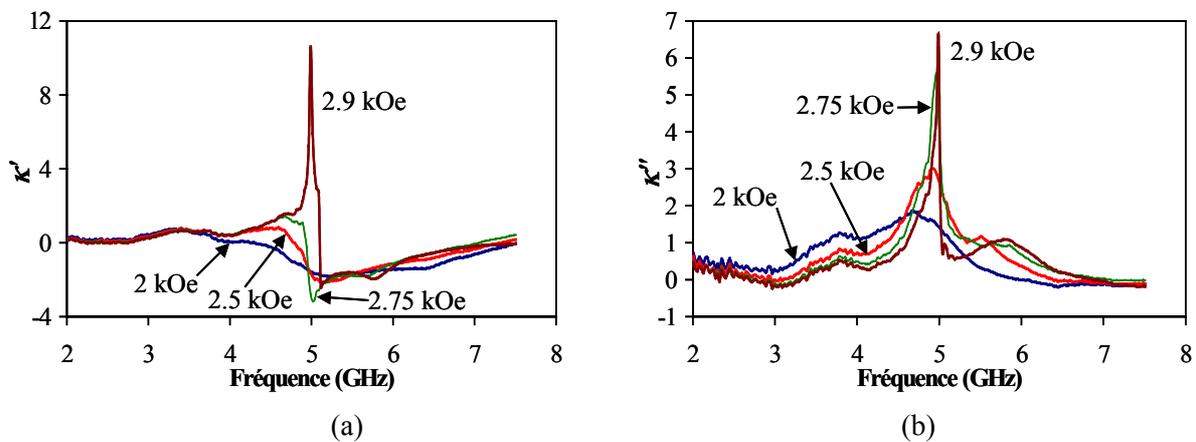


Fig. IV. 9 : Évolution en fréquence du terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité effective de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_6 , soumis à diverses valeurs de champ magnétique statique (H_0). (a) κ' , (b) κ'' .

Une dépendance significative de la composante non-diagonale du tenseur de perméabilité apparaît en fonction du champ magnétique extérieur (H_0). Le terme (κ') augmente en effet sensiblement avec ce dernier (Fig. IV. 9(a)) et les pertes magnétiques (κ'') correspondantes sont d'autant plus localisées autour de la fréquence de résonance gyromagnétique que (H_0) est important (Fig. IV. 9(b)). Les résultats expérimentaux obtenus pour un champ magnétique de 2.9 kOe montrent, notamment, un terme (κ') bien supérieur à celui présenté au chapitre II pour les ferrites denses Y-Al saturés (Fig. II. 23(c)), pour des niveaux de (κ'') similaires (Fig. II. 23(d)). Soulignons enfin la faible dépendance au champ magnétique de la fréquence de résonance gyromagnétique mesurée (Fig. IV. 9(b)).

Les résultats de mesure du tenseur de perméabilité effective des échantillons nanocomposites n_9 ($q_3 = 36.1\%$, $q_{ZnO} = 0\%$, $q_{re} = 8.6\%$, $p = 55.3\%$) à n_{11} ($q_3 = 28.1\%$, $q_{ZnO} = 15.6\%$, $q_{re} = 10.5\%$, $p = 45.8\%$), à base de Cobalt, sont montrés à la figure IV. 10 ($H_0 = 3$ kOe).

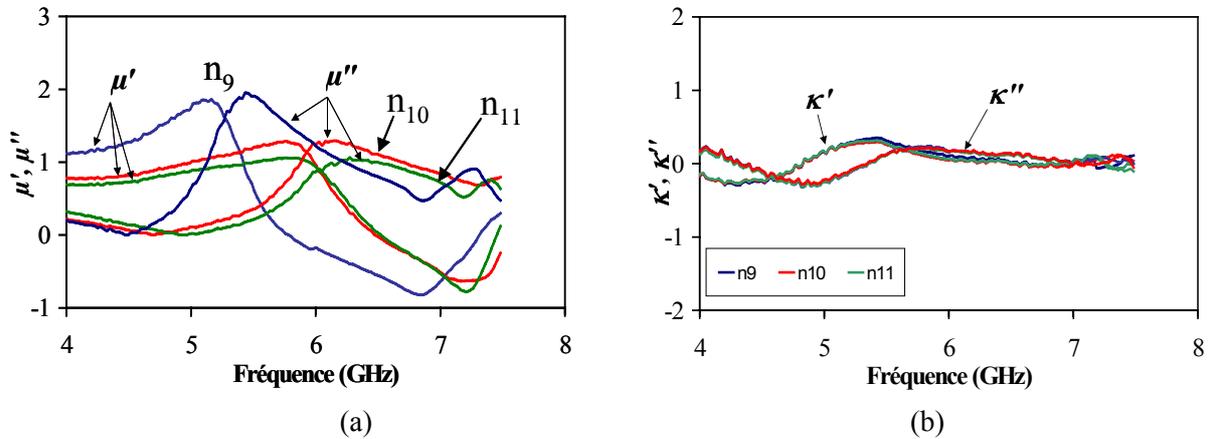


Fig. IV. 10 : Évolution en fréquence des éléments du tenseur de perméabilité effective des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de nanocomposites n_9 , n_{10} et n_{11} , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe. (a) μ , (b) κ .

Une fréquence de résonance gyromagnétique est ici observée vers 5.5 GHz sur la composante diagonale (μ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon n_9 (Fig. IV. 10(a)). Les amplitudes des parties réelle et imaginaire du terme (μ) sont cependant plus faibles que celles mesurées pour l'échantillon n_8 formé de particules nanométriques de Nickel ($q_2 = 56.4\%$, $q_{ZnO} = 0\%$, $q_{re} = 14.2\%$, $p = 29.4\%$) (Figs. IV. 8(a) et (b)). De plus, la raie de résonance gyromagnétique, observée sur (μ''), est bien plus large pour l'échantillon à base de Cobalt que celle obtenue pour l'échantillon à base de Nickel. Ces différences comportementales ont sans nul doute pour origine le caractère plus fortement dilué de l'échantillon formé de grains de Cobalt mais peuvent, aussi, vraisemblablement provenir des constantes d'anisotropie magnétocristalline du Cobalt ($K_1 = 4.5 \cdot 10^5$ J.m⁻³, $K_2 = 1.5 \cdot 10^5$ J.m⁻³ [149]), plus fortes que celles du Nickel ($K_1 = -4.5 \cdot 10^3$ J.m⁻³, $K_2 = 2.3 \cdot 10^3$ J.m⁻³ [149]), induisant un champ coercitif plus important. En outre, la fréquence de gyrorésonance est augmentée de manière sensible en ne diminuant que très faiblement le taux de charge en Cobalt dans le mélange de poudres. Par exemple, elle passe de 5.5 GHz pour l'échantillon n_9 à 6.1 GHz pour l'échantillon n_{10} , bien que les concentrations en Cobalt des deux échantillons soient voisines (36.1 % pour l'un (n_9) et 34.1 % pour l'autre (n_{10})) ; l'échantillon n_{10} étant uniquement concentré à 5.7 % en ZnO. La forte interaction entre les grains de Cobalt et de ZnO, via l'oxygène, peut expliquer une telle augmentation de fréquence de gyrorésonance. Comme indiqué à la figure IV. 10(b), le terme extra-diagonal (κ) mesuré des échantillons nanocomposites de Cobalt testés est nul, aux fluctuations expérimentales près, sur toute la plage de fréquences exploitée, malgré la forte valeur du champ magnétique (H_0) appliqué (3 kOe). Ces résultats expérimentaux sont ainsi fondamentalement différents de ceux obtenus pour les nanocomposites composés de grains de Nickel (échantillon n_0 , Fig. IV. 8), bien que les éléments de Cobalt et Nickel soient voisins dans la classification périodique de Mendeleev (configuration électronique [Ar]3d⁷4s² pour le Cobalt et [Ar]3d⁸4s² pour le Nickel). L'absence d'une anisotropie magnétique induite des milieux nanocomposites de Co et Co/ZnO aimantés, relevée ici, résulte vraisemblablement de la combinaison de facteurs tels ceux précédemment évoqués : le caractère plus fortement dilué des mélanges à base de Co, la forte anisotropie magnétocristalline du Cobalt et les interactions entre particules de Co et ZnO. Des mesures de cycles d'aimantation et une étude en spectroscopie Mössbauer des propriétés électromagnétiques des échantillons testés devront être effectuées pour confirmer ou non ces hypothèses.

III. CONFRONTATION THEORIE / EXPERIENCE

Les spectres de la perméabilité tensorielle effective mesurée pour les matériaux composites, exposés ci-dessus, ont été comparés à ceux calculés par le modèle de Bariou et al. [65],[108] afin de déterminer son caractère prédictif. Comme indiqué au chapitre précédent, ce modèle est fondé sur l'extension de la théorie du milieu effectif au cas des milieux magnétiques anisotropes et rend compte des hétérogénéités non magnétiques dans le matériau. Il peut donc, a priori, être appliqué aux milieux composites tels ceux que nous avons caractérisés. Pour l'ensemble des simulations effectuées, le seul paramètre ajustable du modèle est le facteur phénoménologique de pertes (α_G), dont la valeur est choisie pour obtenir une correspondance, à la fréquence de résonance gyromagnétique, entre les niveaux mesurés et simulés de la partie imaginaire (μ'') du terme diagonal (μ) du tenseur de perméabilité. Les inclusions magnétiques et non magnétiques sont, en outre, supposées sphériques.

I COMPARAISON DES SPECTRES DE (μ , κ) MESURES ET CALCULES

A. Échantillon constitué de grains microniques

A la figure IV. 11, une comparaison est réalisée entre les spectres expérimentaux des parties réelle (μ') et imaginaire (μ'') de la perméabilité initiale (μ) du ferricomposite Y39, concentré à 70.6 % en matière magnétique, et ceux théoriques. Les paramètres d'entrée du code de calcul du modèle sont : $f_m = 1.64$ GHz, $f_{\text{eff}} = 0.95$ GHz, $m = 0$, $\alpha_G = 0.85$, $q = 0.7$; les fréquences f_m et f_{eff} étant toujours proportionnelles, respectivement, à l'aimantation à saturation ($4\pi M_s$) de la matière ($f_m = \gamma_g \cdot 4\pi M_s$, $\gamma_g = 2.8$ MHz/Oe) et au champ d'anisotropie effectif du domaine magnétique ($f_{\text{eff}} = \gamma_g \cdot H_{\text{eff}}$). La grandeur m représente l'aimantation réduite du matériau ($m = M/M_s$) et q est la fraction volumique en matière ferrimagnétique de celui-ci. L'aimantation à saturation entrée dans le modèle ($4\pi M_s = 0.59$ kG) correspond sensiblement à celle provenant de mesures de cycles d'aimantation par magnétomètre à échantillon vibrant, pour un champ magnétostatique (H_0) perpendiculaire aux faces de l'échantillon (Fig. IV. 12). Elle est ainsi plus faible que celle du ferrite Y39 dense ($4\pi M_s = 0.8$ kG), de par le caractère dilué du mélange des poudres ferrimagnétiques. Pour l'état d'aimantation considéré, la perméabilité simulée est en bon accord avec celle mesurée, sur l'ensemble de la plage de fréquences exploitée.

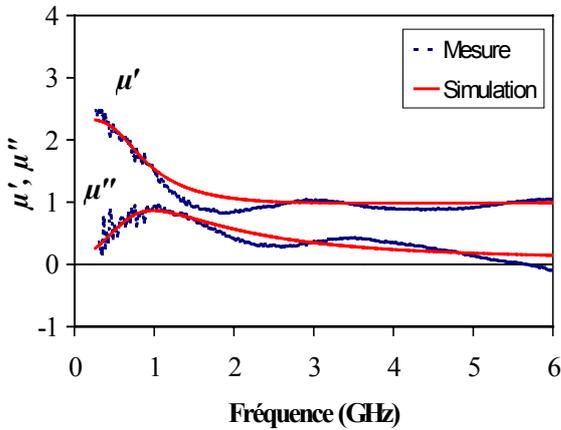


Fig. IV. 11 : Comparaison de la perméabilité initiale ($\mu = \mu' - j\mu''$) mesurée de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferricomposite Y39, concentré à 70.6 % en espèce magnétique, avec celle simulée à partir du modèle de Bariou et al. ($f_m = 1.64$ GHz, $f_{\text{eff}} = 0.95$ GHz, $m = 0$, $\alpha_G = 0.85$, $q = 0.7$).

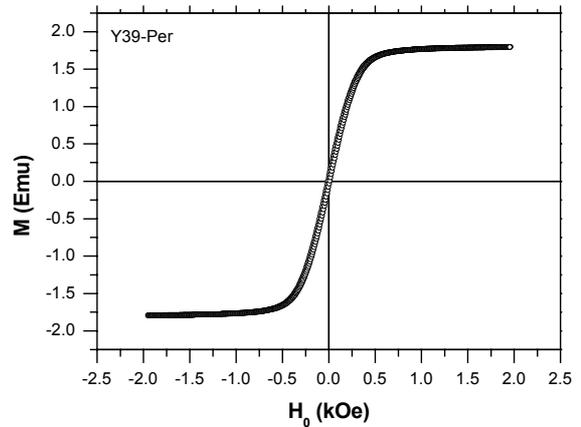


Fig. IV. 12 : Courbe d'aimantation de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferricomposite Y39, concentré à 70.6 % en espèce magnétique, obtenue à l'aide d'un magnétomètre à échantillon vibrant.

La figure IV. 13 présente une comparaison entre les termes (μ , κ) mesurés pour le même échantillon de ferricomposite Y39, soumis à un champ magnétostatique exciteur (H_0) de 0.4 kOe (partielle aimantation, voir Fig. IV. 12), et ceux calculés à partir du modèle de Bariou et al. ($f_m = 1.64$ GHz, $f_{\text{eff}} = 0.95$ GHz, $m = 0.475$, $\alpha_G = 0.22$, $q = 0.7$). L'aimantation réduite (m) théorique a été déduite de la courbe d'aimantation expérimentale précédente (Fig. IV. 12). Les spectres mesurés et simulés sont en bonne concordance, quelle que soit la fréquence. Par exemple, les valeurs expérimentales et théoriques de (κ'') sont de 2.03 et 1.95, respectivement, à la fréquence de résonance gyromagnétique (0.97 GHz) (Fig. IV. 13(b)). L'étalement des pertes magnétiques au delà de la fréquence f_m , relevé sur la courbe expérimentale de (μ''), est prévu de manière relativement correcte par la théorie (Fig. IV. 13(a)), bien que cette dernière ne prenne pas explicitement en compte l'effet Polder-Smit au niveau des domaines magnétiques.

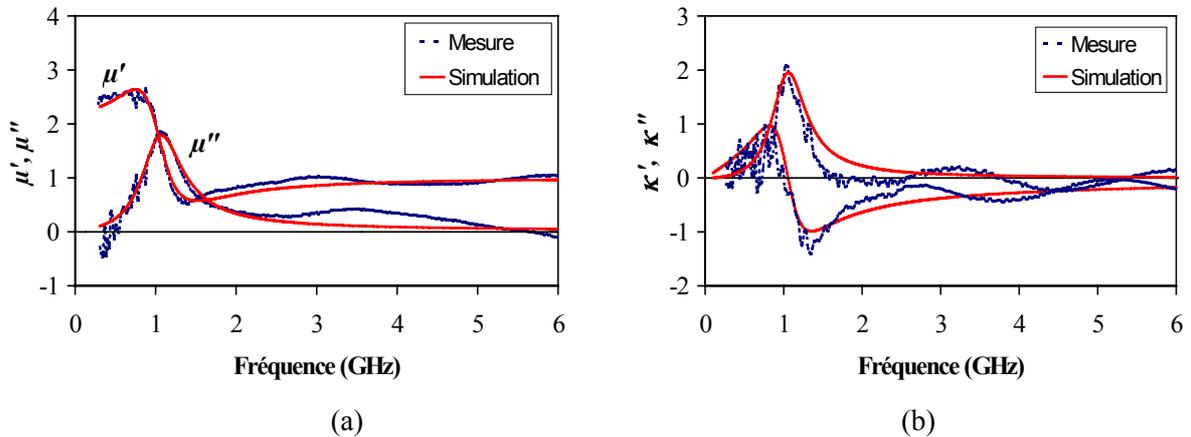


Fig. IV. 13 : Comparaison des éléments (μ , κ) mesurés du tenseur de perméabilité de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferricomposite Y39, concentré à 70.6 % en espèce magnétique ($H_0 = 0.4$ kOe), et de ceux simulés à partir du modèle de Bariou et al. ($f_m = 1.64$ GHz, $f_{\text{eff}} = 0.95$ GHz, $m = 0.475$, $\alpha_G = 0.22$, $q = 0.7$). (a) μ , (b) κ .

B. Échantillon constitué de grains submicroniques

Une bonne concordance entre les spectres mesurés de la perméabilité scalaire ou tensorielle des milieux nanocomposites $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$, désaimantés ou aimantés, présentés précédemment et les valeurs simulées correspondantes issues du modèle de Bariou et al., a également pu être relevée. Celle-ci est, par exemple, illustrée aux figures suivantes pour l'échantillon n_1 ($q_1 = 55.1$ %, $q_{\text{ZnO}} = 0$ %, $q_{\text{re}} = 11.6$ %, $p = 33.3$ %), désaimanté (Fig. IV. 14) ou aimanté ($H_0 = 3$ kOe, Fig. IV. 15). Les paramètres du code de calcul associé au modèle sont les suivants : $f_m = 3.752$ GHz, $f_{\text{eff}} = 0.85$ GHz, $m = 0$, $\alpha_G = 0.125$, $q_1 = 0.55$ pour l'échantillon désaimanté et $f_m = 3.752$ GHz, $f_{\text{eff}} = 6.55$ GHz, $m = 0.99$, $\alpha_G = 0.04$, $q_1 = 0.55$ quand celui-ci est soumis à un champ magnétique de 3 kOe. Dans ce dernier cas, le champ d'anisotropie effectif (H_{eff}) est déduit du champ magnétique statique (H_0) appliqué et du champ d'anisotropie magnétocristalline (H_a) par un principe de minimisation de l'énergie interne à chaque grain magnétique. Pour cela, la loi d'aimantation par rotation cohérente des moments magnétiques par rapport à leur axe de facile aimantation, proposée par Stoner et Wohlfarth [150], a été introduite dans le modèle [65]. Une aimantation à saturation de 1.34 kG a été choisie pour calculer la fréquence f_m . Cette valeur correspond à celle mesurée par ailleurs pour des échantillons nanocomposites présentant des taux de charge en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ et ZnO proches de ceux de l'échantillon n_1 [133].

Le profil de raie de résonance est convenablement estimé par la théorie pour les deux états d'aimantation considérés. En outre, le facteur phénoménologique de pertes entré dans le modèle pour

ajuster les valeurs de (μ'') simulée et mesurée à la fréquence de résonance du matériau désaimanté ($\alpha_G = 0.125$) est voisin de celui obtenu à partir de la largeur de raie de résonance mesurée pour des matériaux nanophasés granulaires similaires à celui étudié ici [119]. Toutefois, les multirésonances expérimentales, attribuées précédemment à des modes d'échange et à la polydispersité des inclusions magnétiques dans l'échantillon, ne sont pas prévues par la modélisation.

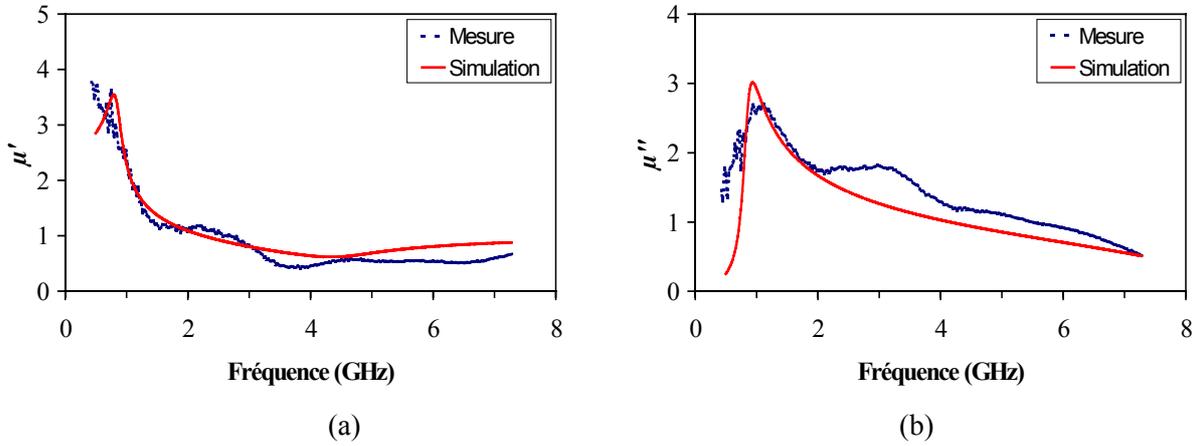


Fig. IV. 14 : Comparaison de la perméabilité scalaire (μ) mesurée de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_1 ($q_1 = 55.1 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 11.6 \%$, $p = 33.3 \%$), désaimanté ($H_0 = 0 \text{ kOe}$), avec celle simulée à partir du modèle de Bariou et al. ($f_m = 3.752 \text{ GHz}$, $f_{\text{eff}} = 0.85 \text{ GHz}$, $m = 0$, $\alpha_G = 0.125$, $q = 0.55$). (a) μ' , (b) μ'' .

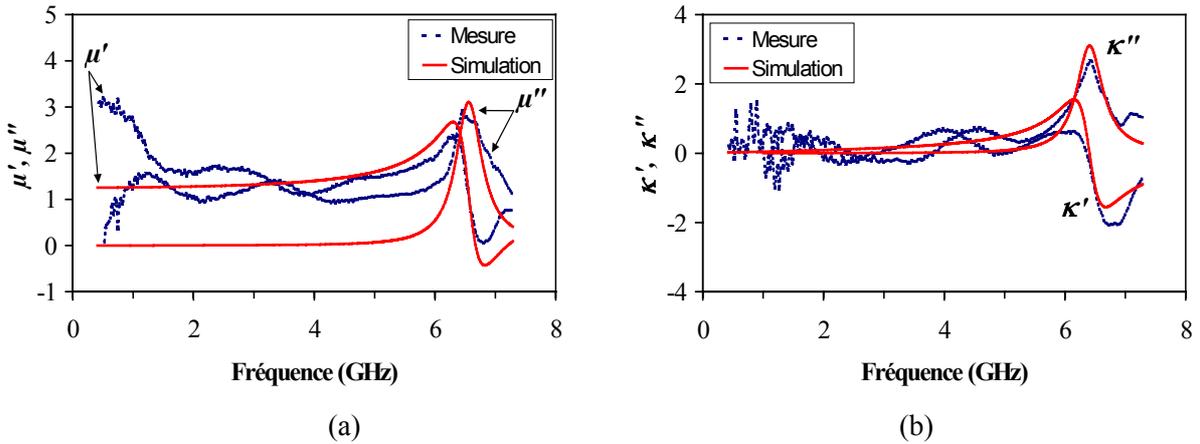


Fig. IV. 15 : Comparaison des éléments (μ , κ) mesurés du tenseur de perméabilité de l'échantillon de nanocomposite n_1 ($q_1 = 55.1 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 11.6 \%$, $p = 33.3 \%$), soumis à un champ magnétique statique extérieur (H_0) de 3 kOe, et de ceux simulés à partir du modèle de Bariou et al. ($f_m = 3.752 \text{ GHz}$, $f_{\text{eff}} = 6.55 \text{ GHz}$, $m = 0.99$, $\alpha_G = 0.04$, $q = 0.55$). (a) μ , (b) κ .

Par ailleurs, nous pouvons observer à la figure IV. 16(a) que la dépendance en composition de la fréquence de résonance expérimentale (correspondant au maximum de μ''), pour les échantillons n_1 à n_5 désaimantés, est correctement décrite par le modèle de champ moyen utilisé. Il en est de même pour la dépendance en composition des fréquences de gyrorésonance (relatives aux maxima de μ'' et κ'') lorsqu'un champ magnétique (H_0) de 3 kOe est appliqué à ces échantillons (Fig. IV. 16(b)).

L'augmentation quasi-linéaire de la fréquence de résonance gyromagnétique expérimentale selon le champ magnétique (H_0) appliqué est aussi correctement prévue de manière théorique. Ceci est montré à la figure IV. 17 pour l'échantillon n_1 .

Les barres d'erreur insérées dans les graphes des figures IV. 16 et 17 représentent un écart de 5 % de part et d'autre de la fréquence de gyrorésonance déterminée à partir du maximum de la courbe de (μ'') mesurée. Cet écart correspond, sensiblement, à la précision des mesures de (μ, κ) , comme nous l'avons précisé au chapitre III.

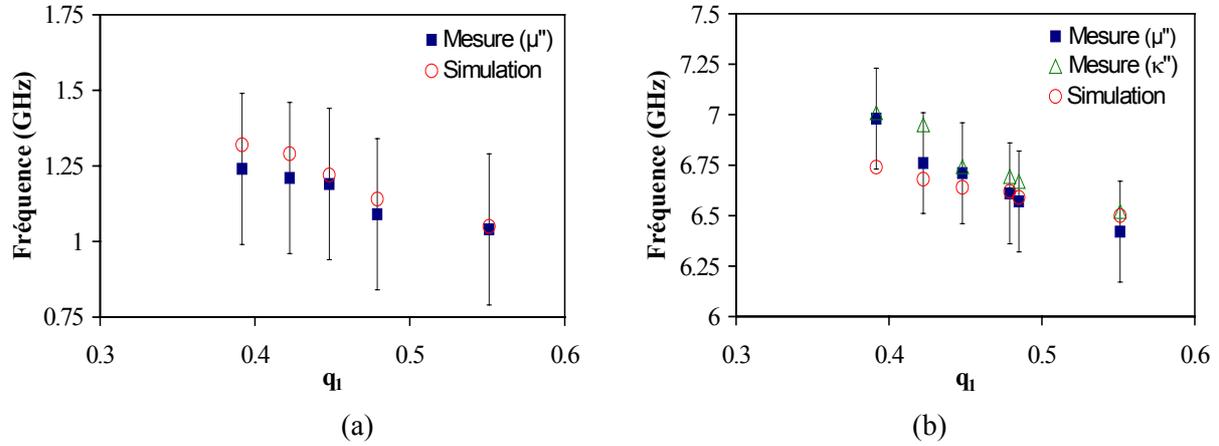


Fig. IV. 16 : Comparaison des fréquences de résonance prédites par le modèle de Bariou et al. et mesurées pour les échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposites n_1 ($q_1 = 55.1 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 11.6 \%$, $p = 33.3 \%$) à n_5 ($q_1 = 39.2 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 19.6 \%$, $q_{\text{re}} = 12.9 \%$, $p = 28.3 \%$). (a) Etat désaimanté, (b) Champ magnétostatique (H_0) de 3 kOe.

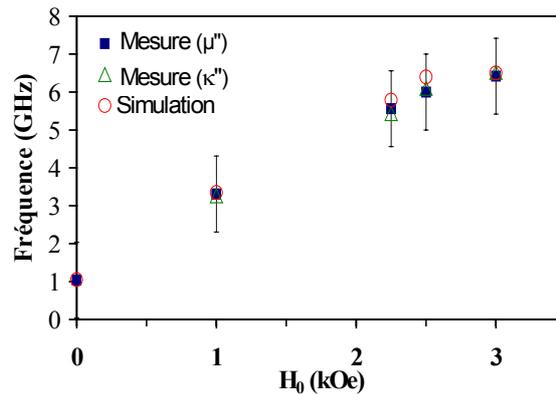


Fig. IV. 17 : Comparaison des fréquences de résonance prédites par le modèle de Bariou et al. et mesurées pour l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_1 ($q_1 = 55.1 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 11.6 \%$, $p = 33.3 \%$), selon le champ magnétique extérieur (H_0) appliqué.

2 DISCUSSION

Les confrontations mesure-simulation précédentes ont démontré que le modèle de champ moyen de Bariou et al. [65], permettait une bonne prédiction de la réponse en fréquence et du caractère tensoriel de la perméabilité effective des milieux composites aimantés, qu'ils soient formés de grains magnétiques polydomaines, comme les ferricomposites Y39, ou monodomaines, pour les échantillons de nanocomposites ferrimagnétiques. Concernant ces derniers, le profil de la raie de résonance gyromagnétique est notamment reconstruit de façon judicieuse, selon la matière magnétique les composant et le champ magnétique appliqué. Cependant, un certain nombre de remarques émergent à la vue des comparaisons effectuées.

La première d'entre elles concerne la valeur du facteur d'amortissement (α_G) théorique utilisé pour faire concorder les amplitudes de (μ'') mesurée et simulée à la fréquence de gyrorésonance du

matériau. Concernant les nanocomposites granulaires, nous avons déjà indiqué que la valeur de l'amortissement utilisée en théorie était en accord avec celle mesurée pour des systèmes nanostructurés analogues. En revanche, la connaissance du facteur d'amortissement (α_G) expérimental du milieu composite Y39 (Y-Al), constitué de grains micrométriques et concentré à 70.6 % en matière ferrimagnétique, est requise pour vérifier ou non l'exactitude de l'amortissement théorique employé pour réaliser les comparaisons des figures IV. 11 ($\alpha_G = 0.85$) et IV. 13 ($\alpha_G = 0.22$). A cet effet, des mesures de largeur de raie de gyrorésonance du ferricomposite Y39 ont été réalisées. Les résultats obtenus sont présentés à la figure IV. 18 ci-après.

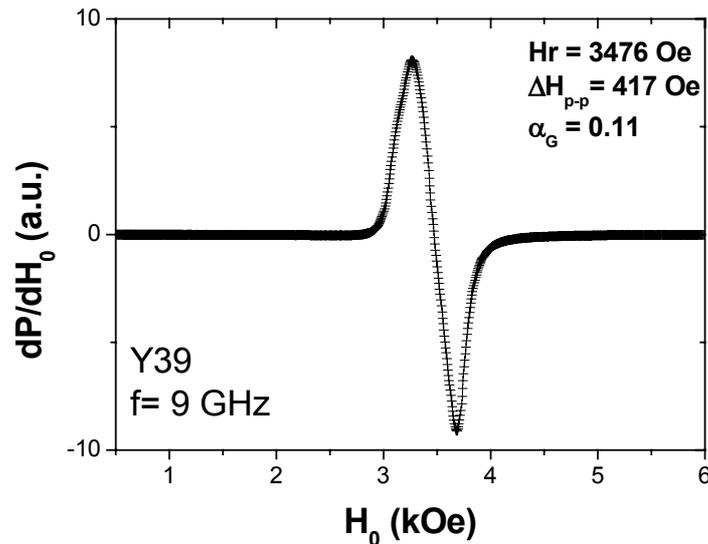


Fig. IV. 18 : Spectre mesuré de résonance magnétique de l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferricomposite Y39, concentré à 70.6 % en espèce magnétique. Mesure indirecte.

Ce spectre expérimental présente une seule résonance de largeur importante alors que celui du milieu ferrite Y35 dense montrait un comportement multi-résonant significatif, attribué alors à son caractère polycristallin, avec une raie de résonance principale étroite (Fig. III. 24). La largeur de raie de résonance du matériau composite Y39 formé de particules également polycristallines, déduite de ce spectre, vaut 417 Oe. Elle est donc bien supérieure à celle du matériau dense ($\Delta H = 40 \text{ Oe}$). Le facteur d'amortissement (α_G) correspondant est alors d'autant plus élevé : $\alpha_G = 0.11$ pour le composite ($\alpha_G = 6.10^{-3}$ pour le ferrite dense). Cette forte valeur du terme (α_G) pour l'échantillon composite peut trouver son origine dans la matière non magnétique (plus grande porosité, résine époxy) entre grains magnétiques le formant, qui tend à réduire les couplages dipolaires, tout en engendrant des fluctuations dans ces derniers, ainsi que dans la distribution aléatoire des champs d'anisotropie magnétocristalline du matériau. Une inhomogénéité plus élevée du champ magnétique interne et, de fait, des pertes magnétiques plus conséquentes, apparaissent alors. L'élargissement de la raie de résonance apparaissant ici est à relier directement à celui observé sur les courbes de pertes (μ'') et (κ'') du ferricomposite testé (Fig. IV. 1) par rapport, par exemple, aux pertes étroites mesurées à la gyrorésonance du ferrite Y35 dense (Fig. II. 23), pour des champs magnétiques intenses équivalents.

Le facteur d'amortissement (α_G) théorique autorisant une correspondance entre les valeurs mesurées et simulées de (μ'') à la fréquence de résonance de l'échantillon de ferricomposite Y39 précédemment cité était de 0.85 à l'état désaimanté (Fig. IV. 11) et de 0.22 à l'état partiellement aimanté (Fig. IV. 13). Il est donc bien supérieur à celui déduit précédemment de la largeur de raie de résonance mesurée de l'échantillon ($\alpha_G = 0.11$). Il est également fonction de l'état d'aimantation de ce dernier alors qu'il devrait être du même ordre de grandeur, quel que soit le champ magnétique statique

appliqué [4]. La différence notable entre les facteurs d'amortissement théoriques et celui issu de la mesure de (ΔH) peut trouver son origine dans les hypothèses utilisées par le modèle du champ moyen employé. En effet, les domaines de Weiss constituant les grains magnétiques microniques du milieu composite insaturé ont une forme fixe (sphère). L'insertion dans le modèle d'une loi de distribution de la forme des domaines magnétiques pourrait permettre de rendre compte de leur inhomogénéité de forme, qui intervient en réalité. Par ailleurs, la relation de Landau-Lifshitz-Gilbert est utilisée pour décrire la relaxation de l'aimantation au niveau du domaine, ou du grain magnétique quand le milieu composite est saturé. Ainsi, l'hétérogénéité (domaine et/ou grain) est supposée être aimantée uniformément et l'amortissement du vecteur aimantation suivant la direction du champ magnétique extérieur est purement isotrope. Ici encore, des méthodes numériques pourraient être mises à profit pour tenir compte du caractère non uniforme de l'aimantation des domaines et/ou grains magnétiques formant le composite aimanté [112],[116].

Les diverses hypothèses simplificatrices mentionnées ci-avant peuvent aussi expliquer les différences observées aux figures IV. 14 et 15, entre les perméabilités mesurées et simulées du milieu nanocomposite n_1 , composé de grains de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ monodomains et de grains non magnétiques de ZnO. En particulier, les grains magnétiques et non magnétiques sont considérés de forme sphérique par la modélisation, alors que ceux de ZnO présentent une anisotropie de forme et sont légèrement allongés. En réalité, la relaxation de l'aimantation interne à chaque grain magnétique n'est aussi vraisemblablement pas uniforme et, pour un champ magnétostatique extérieur suffisamment intense, l'aimantation du grain peut se faire par rotation incohérente des moments magnétiques autour de leur axe de facile aimantation [122],[134], ce que ne prévoit pas le modèle de Stoner et Wohlfarth [150]. Par ailleurs, la théorie du milieu effectif de Barriou et al. considère que les grains sont dispersés de manière uniforme dans le matériau mais ne tient nullement compte d'une structuration interne complexe telle que celle engendrée par des agrégats granulaires (possibles mêmes aux faibles concentrations en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) qui favorisent les couplages d'échange entre grains et engendrent les multirésonances expérimentales.

IV. CONCLUSION DU CHAPITRE IV

Les mesures hyperfréquences du tenseur de perméabilité présentées dans ce chapitre ont mis en évidence l'existence de propriétés d'anisotropie magnétique induite significatives des milieux composites aimantés, élaborés à partir du mélange de grains magnétiques et/ou diélectriques, de taille micrométrique et nanométrique. En particulier, les échantillons de nanocomposites $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$ testés ont montré des niveaux de la partie réelle (κ') de leur composante extra-diagonale ($\kappa = \kappa'_{-j} \kappa''$) du tenseur de perméabilité analogues à ceux obtenus pour un ferrite dense de type YIG, saturé. En outre, les pertes magnétiques (κ'') mesurées dans la zone de résonance gyromagnétique des nanocomposites ont une amplitude moindre que celle relevée pour les ferrites YIG. Ces résultats laissent présager l'émergence d'une nouvelle génération de dispositifs hyperfréquences non réciproques à résonance faible coût. En effet, à l'inverse du ferrite dense, la fabrication du matériau nanocomposite ne requiert aucune étape de frittage à hautes températures.

La forte dépendance du terme non diagonal (κ) de la perméabilité tensorielle effective des nanocomposites, selon leur composition et le champ magnétique extérieur appliqué, pourrait permettre de contrôler de deux manières distinctes les performances et la gamme de fréquences utilisable du dispositif :

- soit par la commande extérieure en champ, pour une concentration en espèce magnétique fixée dans le nanocomposite,
- soit par le choix approprié des concentrations volumiques des constituants dans le mélange de poudre initial, à champ magnétique extérieur fixé.

Une autre originalité des résultats expérimentaux présentés a été de démontrer la possibilité de réaliser, par la métallurgie des poudres, des nanocomposites composés de grains ferromagnétiques (Ni) qui, lorsqu'ils sont aimantés, possèdent une anisotropie magnétique induite avoisinant celle des nanocomposites à base de poudre ferrimagnétique. De plus, le fait de jouer sur le couplage d'échange grains ferrimagnétiques/ferromagnétiques engendre une propriété d'anisotropie magnétique tout à fait particulière, susceptible d'être utilisée pour la mise en œuvre de dispositifs micro-ondes non réciproques fonctionnant hors de la résonance gyromagnétique.

L'étude de l'anisotropie magnétique induite des composites granulaires nanostructurés aimantés, exposée ici, était importante dans l'objectif à long terme qui est le nôtre de développer des dispositifs micro-ondes non réciproques optimisés, basés sur une encre granulaire magnétique sérigraphiée. Pour cela, le passage d'un état de la matière finement divisée sous forme solide à celui d'une encre magnétique devra être réalisé, en tenant compte des problèmes inhérents à la formulation d'une telle encre (stabilité thermodynamique, etc.).

Au préalable, un travail conséquent sera à effectuer pour comprendre, interpréter puis modéliser la nature tensorielle de la perméabilité des matériaux nanocomposites aimantés. Effectivement, les confrontations en fréquence entre les résultats expérimentaux du tenseur de perméabilité des composites nanostructurés et ceux issus d'une analyse théorique, fondée sur une approximation de type milieu effectif, ont montré les capacités d'une telle approche à prévoir le comportement de la perméabilité des milieux finement divisés aimantés, autour de leur fréquence de résonance gyromagnétique. En revanche, les interactions d'échange entre grains magnétiques

nanométriques ne sont pas prises en compte de manière explicite en théorie. Pour cela, une description micromagnétique « multi-échelles » des propriétés électromagnétiques de la matière nanostructurée aimantée devra être effectuée afin de tenir compte des phénomènes physiques spécifiques générés à l'échelle du grain magnétique nanométrique ainsi qu'au niveau d'un ensemble de grains.

CHAPITRE V :

**ETUDE DE LA FAISABILITE D'UN ISOLATEUR
HYPERFREQUENCE A RESONANCE, A BASE DE
NANOCOMPOSITES**

CHAPITRE V :

ETUDE DE LA FAISABILITE D'UN ISOLATEUR HYPERFREQUENCE A RESONANCE, A BASE DE NANOCOMPOSITES

L'existence expérimentale d'une anisotropie magnétique induite de matériaux nanocomposites granulaires, aimantés perpendiculairement à leur plan, a été mise en exergue au chapitre précédent. En effet, la perméabilité de tels milieux présente un caractère tensoriel marqué autour de leur fréquence de résonance gyromagnétique, selon la commande magnétique externe et les éléments les constituant.

Dans ce chapitre, cette propriété d'anisotropie induite est utilisée conjointement avec le phénomène de déplacement de champs électromagnétiques pour élaborer un isolateur en bandes C et X_B (4.5-7.5 GHz), fonctionnant à la résonance gyromagnétique du nanocomposite. La structure de propagation mise en œuvre est de type microruban. D'un point de vue géométrique et électromagnétique, elle est très proche de la cellule de test employée pour mesurer le tenseur de perméabilité des milieux magnétiques aimantés.

Étant donnée l'importance majeure des isolateurs dans les dispositifs de communication nécessitant une transmission d'énergie unidirectionnelle, diverses structures ont été conçues et réalisées, pour beaucoup en technologie microbande. Comme nous le verrons dans une première partie de chapitre, celles-ci exploitent, uniquement ou en partie, les propriétés d'anisotropie magnétique hyperfréquence dans la zone de gyrorésonance de ferrites denses, saturés par l'application d'un champ magnétique statique transverse. Les performances mesurées et simulées de ces dispositifs d'isolation seront également présentées. Puis, nous montrerons les résultats de mesure des paramètres de répartition de la structure de propagation à base de nanocomposites aimantés mise au point et les comparerons à ceux obtenus pour un ferrite dense placé dans des conditions expérimentales analogues (emplacement identique dans le dispositif, même orientation du champ magnétique appliqué, etc.). De ces résultats et comparaisons, découlera l'intérêt d'appliquer de tels matériaux nanophasés au développement de fonctions isolantes, aux fréquences micro-ondes. Dans une dernière partie, une modification de la structure isolante sera proposée afin de réduire les niveaux de réflexion mesurés.

I. ISOLATEURS HYPERFREQUENCES EN LIGNE MICRORUBAN : ETAT DE L'ART

Depuis une quarantaine d'années, de nombreux isolateurs hyperfréquences en ligne microruban, sur substrat ferrite aimanté transversalement, ont été étudiés théoriquement puis développés. Ils ont progressivement remplacé les isolateurs en guide d'onde [14],[25] dont l'inconvénient majeur est de ne pas être compatibles avec les technologies Circuits Imprimés Micro-ondes (MIC). La plupart des dispositifs d'isolation en technologie microruban exploitent le phénomène de déplacement de champs électromagnétiques généré pour un ferrite aimanté perpendiculairement à son plan. Tout comme pour la cellule de caractérisation hyperfréquence présentée aux chapitres II et III (voir, par exemple, Fig. II. 8), la section transverse de la structure de propagation doit être chargée de manière asymétrique pour engendrer une répartition énergétique différente selon le sens de propagation de l'onde électromagnétique et obtenir l'effet d'isolation recherché. Pour cela, un matériau absorbant est généralement utilisé au niveau de l'une des extrémités du ruban conducteur de la structure [27],[68],[151],[155],[157],[158]. Afin de s'affranchir d'un tel milieu absorbant, une autre possibilité consiste à modifier structurellement le ruban conducteur (réalisation d'un court-circuit [152]-[155], d'une ou plusieurs fentes [156],[157]). Une isolation conséquente peut aussi être obtenue en mettant à profit le couplage entre deux lignes microruban parallèles, reliées par une transition microruban [158]. Dans cette partie, nous présentons les diverses structures isolantes les plus couramment employées.

1 ISOLATEUR DE HINES (1971)

Le concept d'isolateur à déplacement de champs en ligne microbande a été introduit par M. E. Hines [27]. La structure de propagation mise en œuvre est constituée d'un ruban conducteur asymétriquement élargi dans sa région centrale et dont la largeur des ligne d'accès permet une adaptation à une impédance caractéristique de 50Ω (Fig. V. 1).

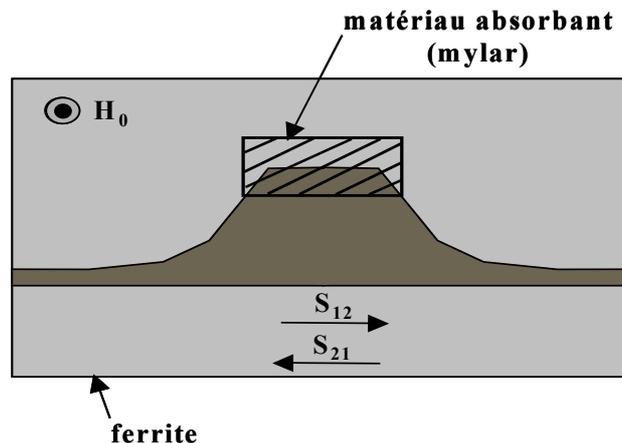


Fig. V. 1 : Représentation schématique de l'isolateur hyperfréquence en ligne microruban proposé par Hines [27].

Le ferrite est soumis à un champ magnétique statique (H_0) perpendiculaire au plan de masse de la structure. Un déplacement de champs électromagnétiques non réciproque dans cette dernière est obtenu en plaçant un matériau absorbant (film de mylar) du côté évasé du ruban conducteur. Dans cette configuration, le mode fondamental TE se propageant de façon progressive est transmis en quasi-totalité de l'entrée 1 vers l'entrée 2 du dispositif. Par contre, la propagation rétrograde du mode fondamental est fortement atténuée le long de l'absorbant.

La dissymétrie de propagation ainsi mise en œuvre conduit à l'isolation recherchée, fonction du champ magnétique extérieur appliqué. A titre d'exemple, les niveaux d'isolation ($-|S_{12}|$) et les pertes d'insertion ($-|S_{21}|$) typiquement mesurés sont de 24 et 2.2 dB, respectivement, pour un substrat de $25.4 \times 25.4 \times 0.8 \text{ mm}^3$ de ferrite de magnésium ($4\pi M_s = 1.5 \text{ kG}$), auquel un champ magnétique (H_0) de 2.45 kOe est appliqué. La bande de fréquences exploitée est comprise entre 6 et environ 12 GHz. Son importance est liée à l'utilisation de l'anisotropie magnétique induite ($\kappa \neq 0$) du ferrite aimanté, juste après la fréquence de résonance gyromagnétique, et, au delà, à l'augmentation de la longueur électrique de l'isolateur avec la fréquence, qui compense la diminution de l'anisotropie induite. Cependant, pour obtenir des niveaux d'isolation importants ($>20 \text{ dB}$), une grande partie du ruban conducteur doit être couverte par l'absorbant, impliquant une augmentation des pertes d'insertion du dispositif. Par exemple, l'absorbant utilisé pour mesurer les performances précédemment citées a pour dimensions : $10.16 \times 3.81 \times 0.254 \text{ mm}^3$.

Le même dispositif a été employé pour réaliser un isolateur fonctionnant à des fréquences inférieures à la fréquence de résonance du ferrite intégré (entre 225 et 400 MHz) [68],[151]. La propagation non réciproque de modes magnétostatiques, générés à ces fréquences au voisinage immédiat des extrémités du ruban conducteur, est alors utilisée. Les pertes d'insertion mesurées pour un ferrite polycristallin YIG ($4\pi M_s = 1.78 \text{ kG}$, $\Delta H = 45 \text{ Oe}$) sont, par exemple, de 0.9 et 2.2 dB à 225 et 400 MHz, respectivement, pour des niveaux d'isolation moyens de 15 dB sur la gamme de fréquences exploitée [68].

2 ISOLATEUR DE ARAKI ET AL. (1975, 1976)

Pour engendrer un effet d'isolation significatif, sans nécessiter de matériau absorbant, Araki et al. ont modifié le dispositif d'isolation précédemment présenté, en réalisant un court-circuit entre l'extrémité élargie du ruban conducteur et le plan de masse de la structure de propagation (Fig. V. 2) [152]-[154].

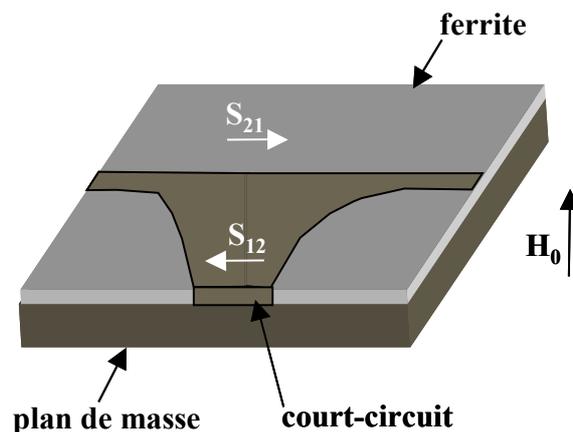


Fig. V. 2 : Représentation schématique de l'isolateur hyperfréquence en ligne microruban développé par Araki et al. [152]-[154]. Un court-circuit est réalisé à une extrémité du ruban conducteur.

Le principe de fonctionnement de cet isolateur est similaire à celui de Hines : une atténuation importante de l'onde électromagnétique rétrograde propagée intervient lorsque celle-ci rencontre le court-circuit. La distribution du courant est alors non uniforme selon le sens de propagation de l'onde le long de la ligne microruban. A l'inverse de l'isolateur de Hines, la gamme de fréquences utile est ici limitée à la zone d'absorption gyromagnétique du ferrite aimanté. Elle est typiquement comprise entre

4 et 8 GHz, suivant la valeur du champ magnétique extérieur (H_0). L'opération d'isolation réalisée et les faibles niveaux de réflexion obtenus ont été attribués à une conversion du mode fondamental TE incident en modes d'ordre supérieurs réfléchis et transmis au niveau du court-circuit [153],[154]. A titre d'exemple, des niveaux d'isolation de 35 dB et des pertes d'insertion de 2.5 dB ont été mesurés pour un tel dispositif sur substrat ferrite polycristallin YIG ($4\pi M_s = 1.75$ kG, $\Delta H = 83$ Oe) d'épaisseur 1 mm, sur une bande de fréquences de 0.6 GHz. Les niveaux de réflexion correspondants sont supérieurs à 40 dB [154].

3 ISOLATEUR DE NOGUCHI (1977)

Noguchi a proposé une version modifiée de l'isolateur de Araki et al. (Fig. V. 2) en positionnant une fine plaquette de fer le long de l'extrémité court-circuitée du ruban conducteur (Fig. V. 3) [155]. Le substrat ferrite est également aimanté par un champ magnétique statique (H_0) uniforme perpendiculaire au plan de masse.

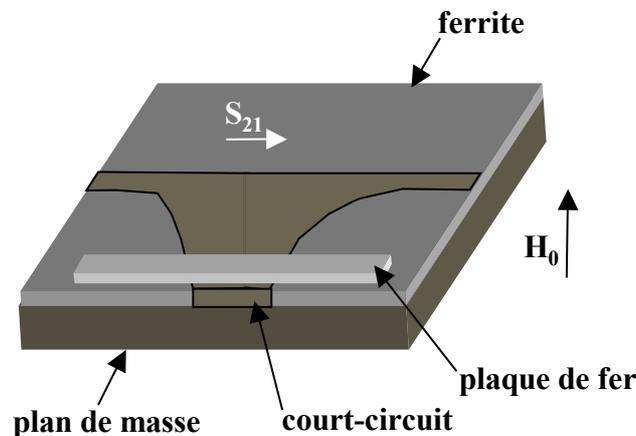


Fig. V. 3 : Représentation schématique de l'isolateur hyperfréquence en ligne microruban de Noguchi [155]. Une plaque de fer est adjointe par rapport à l'isolateur de Araki et al (Fig. V. 2).

La forte interaction du champ magnétique (H_0) et de la plaquette de fer entraîne une forte localisation du champ magnétique interne au ferrite suivant l'extrémité court-circuitée. La non uniformité de champ magnétique interne ainsi générée est utilisée pour obtenir une atténuation non réciproque des ondes électromagnétiques progressive et rétrograde, dans la zone de résonance gyromagnétique du matériau : l'onde rétrograde est fortement atténuée au niveau du court-circuit alors que celle progressive se propage quasiment sans atténuation. La variation de position de la plaquette de fer permet avantageusement d'ajuster les caractéristiques d'isolation du circuit. Par exemple, celui-ci présente des niveaux d'isolation et de réflexion supérieurs à 25 et 18 dB, respectivement, et des pertes d'insertion en dessous de 1 dB, entre 4 et 8 GHz, pour un substrat ferrite aux propriétés intrinsèques identiques à celui utilisé par Araki et al. ($4\pi M_s = 1.75$ kG) ; le champ magnétique (H_0) étant égal à 1.8 kOe. Les dimensions du ferrite et de la plaquette de fer sont $50 \times 15 \times 0.63$ mm³ et $40 \times 7 \times 1$ mm³, respectivement.

4 ISOLATEUR DE KANE ET WONG (1990)

Afin d'améliorer les performances du dispositif d'isolation de Hines (Fig. V. 1), une solution alternative à l'emploi d'un matériau absorbant a été proposée par Kane et Wong, par la réalisation d'une fente dans le ruban conducteur de la structure de propagation (Fig. V. 4) [156]. La gamme de fréquences utilisable est toutefois plus réduite. La fente ainsi effectuée agit comme un circuit ouvert et

autorise un confinement non réciproque de l'énergie électromagnétique sous les arêtes du ruban conducteur, selon la direction d'application du champ magnétique statique extérieur (H_0). Des niveaux d'isolation de 24.6 dB et des pertes d'insertion de 1.38 dB ont été mesurés à partir de cette structure, à 11 GHz, pour un substrat de $25.4 \times 25.4 \times 0.8$ mm³ de ferrite de magnésium ($4\pi M_s = 1.5$ kG), soumis à un champ magnétique (H_0) de 2.45 kOe. La fente utilisée a une profondeur (d) de 6.1 mm et une largeur (W) de 0.8 mm (Fig. V. 4).

Le dispositif d'isolation ainsi élaboré a une plage de fréquences exploitable typiquement comprise entre 10 et 12 GHz. Il présente l'intérêt d'avoir une géométrie strictement planaire.

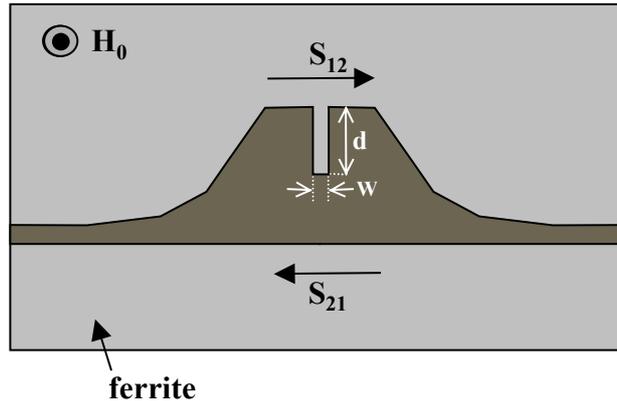


Fig. V. 4 : Représentation schématique de l'isolateur hyperfréquence en ligne microruban de Kane et Wong [156]. En comparaison avec la structure isolante de Hines (Fig. V. 1), une fente est effectuée dans le ruban conducteur.

5 ISOLATEURS DE ALY ET EL-SHARAWY (2001, 2002)

L'utilisation conjointe de plusieurs fentes dans le ruban conducteur de la structure de propagation et d'un matériau absorbant (Fig. V. 5) a également été étudiée de manière théorique [157]. Les pertes d'insertion simulées sont inférieures d'environ 0.3 dB à celles mesurées à partir des dispositifs d'isolation de Hines (Fig. V. 1) puis de Kane et Wong (Fig. V. 4).

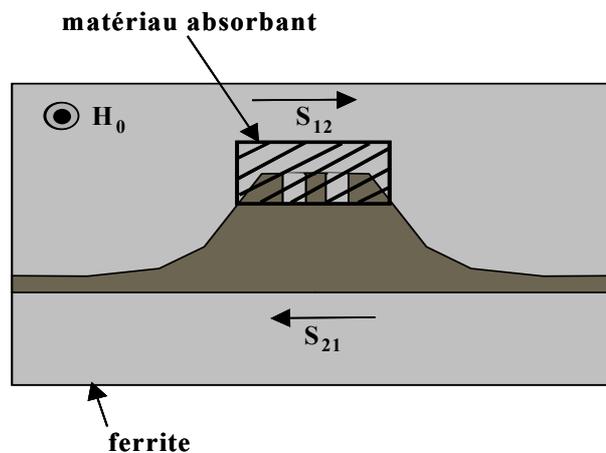


Fig. V. 5 : Représentation schématique de l'isolateur hyperfréquence en ligne microruban de Aly et El-Sharawy [157]. En comparaison avec la structure isolante de Kane et Wong (Fig. V. 4), plusieurs fentes sont réalisées dans le ruban conducteur.

Les largeurs des fentes sont choisies pour obtenir les caractéristiques désirées du circuit : une largeur réduite engendre de faibles pertes d'insertion pour une isolation moyenne tandis qu'une largeur de fente conséquente conduit à une augmentation simultanée des pertes d'insertion et des niveaux d'isolation simulés. Une isolation moyenne de 27 dB et des pertes d'insertion de 2 dB ont été obtenus théoriquement entre 4 et 9 GHz, pour un substrat de $25.4 \times 25.4 \times 0.8 \text{ mm}^3$ de ferrite de magnésium ($4\pi M_s = 1.5 \text{ kG}$, $H_0 = 0.7 \text{ kOe}$). Les fentes ont des profondeurs et largeurs identiques, de 1.8 mm. Les dimensions de l'absorbant sont de $10.16 \times 3.8 \times 2.54 \text{ mm}^3$. Par ailleurs, des niveaux d'isolation et des pertes d'insertion de 23.44 et 1.90 dB ont été calculés en réduisant la largeur des fentes.

Un nouveau type de structure isolante, toujours sur substrat ferrite aimanté perpendiculairement à son plan, a été récemment mis en œuvre [158]. Celui-ci repose sur l'utilisation de deux lignes microruban parallèles (Fig. V. 6(a)), couplées à l'aide d'une transition microruban dite de Klopfenstein [159], qui permet une minimisation des niveaux de réflexion mesurés de la structure. La longueur (L) de couplage influe directement sur l'isolation de cette dernière ; l'étude menée ayant montré que (L) devait être au moins 3 fois supérieure à la largeur des lignes microruban pour obtenir une forte isolation sur une bande de fréquences satisfaisante [158]. Par exemple, une isolation et des pertes d'insertions moyennes d'environ 20 et 2 dB ont été respectivement mesurées entre 2.5 et 5 GHz, pour un substrat ferrite de Calcium-Vanadium ($4\pi M_s = 0.8 \text{ kG}$, $\Delta H = 8 \text{ Oe}$) épais de 5.1 mm. Les pertes par réflexion correspondantes sont proches de 15 dB. L'emploi d'un milieu absorbant au niveau de la section isolée du dispositif (Fig. V. 6(b)) conduit à une augmentation de l'isolation mesurée ainsi qu'à une réduction des réflexions parasites entre la ligne parallèle et le taper de Klopfenstein. L'utilisation d'un tel absorbant repousse ainsi les niveaux d'isolation au delà de 30 dB sur l'ensemble de la plage de fréquences exploitée.

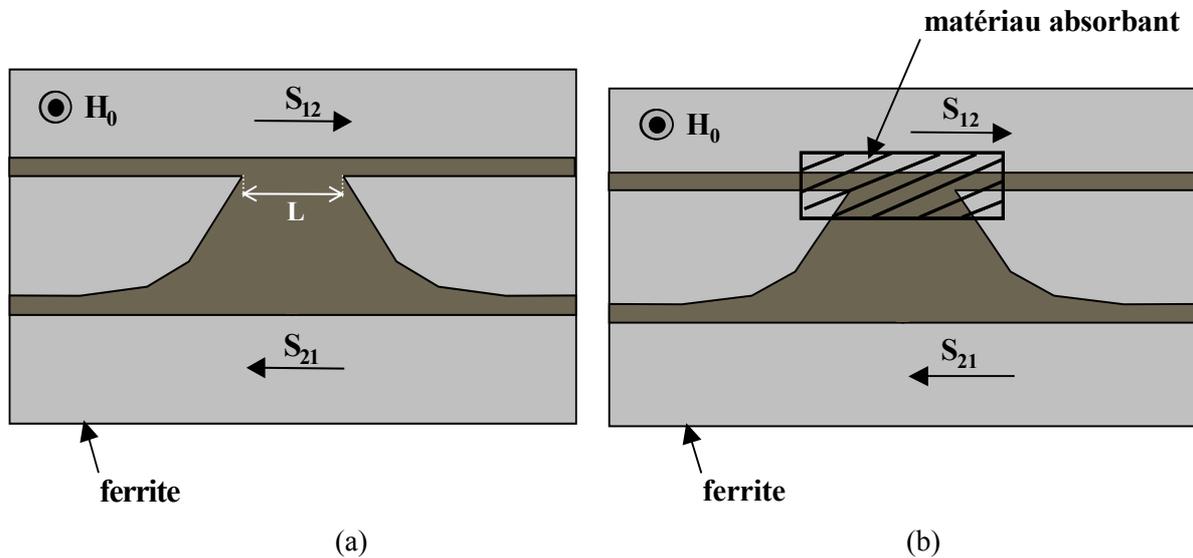


Fig. V. 6 : Représentation schématique de l'isolateur hyperfréquence en lignes microruban parallèles de Aly et El-Sharawy [158]. (a) Sans et (b) avec matériau absorbant.

Les principales caractéristiques disponibles des isolateurs à ferrites décrits auparavant sont résumées dans le tableau V. 1 ci-après (NC : Non Communiqué).

Isolateur	Substrat ferrite	Dimensions de l'absorbant ou de la fente	Champ magnétique statique (H_0)	Isolation moyenne	Pertes d'insertion moyennes	Réflexion moyenne	Bande de fréquences utile
Hines [27] (Fig. V. 1)	Ferrite de magnésium de $25.4 \times 25.4 \times 0.8 \text{ mm}^3$ ($4\pi M_s = 1.5 \text{ kG}$)	Absorbant de $10.16 \times 3.81 \times 0.254 \text{ mm}^3$	2.45 kOe	24 dB	2.2 dB	NC	6-12 GHz
Araki et al. [152]-[154] (Fig. V. 2)	Ferrite YIG d'épaisseur 1 mm ($4\pi M_s = 1.75 \text{ kG}$, $\Delta H = 83 \text{ Oe}$)		NC	35 dB	2.5 dB	40 dB	0.6 GHz entre 4 et 8 GHz
Noguchi [155] (Fig. V. 3)	Ferrite YIG de $50 \times 15 \times 0.63 \text{ mm}^3$ ($4\pi M_s = 1.75 \text{ kG}$)	Plaquette de fer de $40 \times 7 \times 1 \text{ mm}^3$	1.8 kOe	25 dB	< 1 dB	18 dB	Entre 4 et 8 GHz
Kane et Wong [156] (Fig. V. 4)	Ferrite de magnésium de $25.4 \times 25.4 \times 0.8 \text{ mm}^3$ ($4\pi M_s = 1.5 \text{ kG}$)	Fente de largeur et profondeur : 0.8 et 6.1 mm	2.45 kOe	24.6 dB (à 11 GHz)	1.38 dB (à 11 GHz)	NC	Entre 10 et 12 GHz
Aly et El-Sharawy [158] (Fig. V. 6(b))	Ferrite de Calcium-Vanadium ($4\pi M_s = 0.8 \text{ kG}$, $\Delta H = 8 \text{ Oe}$)	Absorbant de $5.08 \times 3.81 \times 0.254 \text{ mm}^3$	NC	$\approx 20 \text{ dB}$	$\approx 2 \text{ dB}$	> 30 dB	Entre 2.5 et 5 GHz

Tab. V. 1 : Caractéristiques des isolateurs hyperfréquences à ferrites aimantés perpendiculairement à leur plan.

Les isolateurs à ferrites denses présentés dans cette partie nécessitent des tailles importantes du matériau ferrite, limitatives en terme de réduction d'encombrement, ainsi qu'un champ magnétique appliqué conséquent (2 kOe) pour générer des niveaux d'isolation satisfaisants (>25 dB), sur une bande de fréquences assez conséquente (typiquement au delà de 2 GHz). Par ailleurs, les pertes d'insertion mesurées sont fréquemment voisines de 2 dB ; autrement dit, environ 21 % du signal propagé n'est pas transmis par la voie non isolée du dispositif. Certaines des structures décrites ont aussi pour inconvénient de requérir un matériau absorbant pour obtenir l'isolation recherchée, ce qui accroît encore plus l'encombrement du circuit. D'autres structures utilisent un court-circuit entre leur voie isolée et leur plan de masse, conduisant à des contraintes technologiques supplémentaires.

II. APPLICATION DES MILIEUX NANOCOMPOSITES A UNE FONCTION D'ISOLATION

Nous montrons à présent la possibilité de réaliser un isolateur à résonance, à partir d'une simple ligne microruban incorporant les nanocomposites à base d'oxydes métalliques étudiés au chapitre précédent. La dénomination des échantillons utilisée alors (Chapitre IV, Tab. IV. 2) est conservée ; q_1 , q_2 , q_{ZnO} , q_{Fe} et p représentant toujours les concentrations volumiques en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Ni, ZnO, résine époxy et porosité dans l'échantillon de matériau.

1 LA STRUCTURE DE PROPAGATION

Le dispositif de test développé est formé d'un ruban conducteur en cuivre de 20 mm de long et de 9 mm de large, ainsi que d'un plan de masse inférieur en laiton (Fig. V. 7). La position de ce dernier peut être avantageusement ajustée par un système de quatre vis, selon l'épaisseur de substrat désirée. Pour les besoins de l'étude, celle-ci est de 1.8 mm et correspond à l'épaisseur des échantillons de nanocomposites dont les résultats de caractérisation ont été présentés au chapitre précédent (dimensions de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$). Comme pour la cellule de caractérisation présentée aux chapitres II et III du mémoire, ces échantillons sont positionnés entre le ruban conducteur et le plan de masse afin de favoriser leur interaction avec l'onde électromagnétique se propageant dans le dispositif. Ils sont également aimantés par l'application d'un champ magnétique statique (H_0) perpendiculaire au plan de masse et sont entourés d'échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et de TiO_2 , de constantes diélectriques respectives égales à 1.07 et 15.5. Un déplacement des champs électromagnétiques non réciproque suivant le sens de propagation de l'onde est alors aussi généré. En outre, de la mousse est utilisée comme substrat, hors de la région contenant les milieux mousse-nanocomposite- TiO_2 . Elle assure une tenue mécanique du système inséré entre les pôles de l'électro-aimant et permet une bonne adhésion du ruban conducteur, tout en ne perturbant que très faiblement la propagation du signal micro-onde.

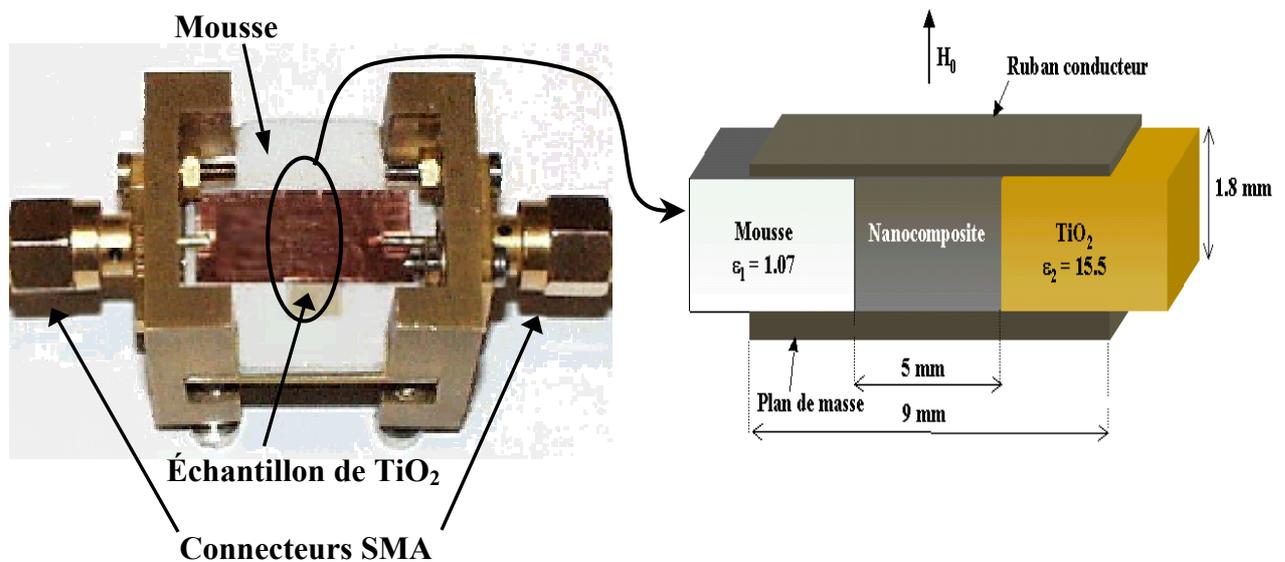


Fig V. 7 : Structure d'isolation en ligne microruban, chargée par un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite aimanté et par des échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de mousse et de TiO_2 .

2 PARAMETRES DE REPARTITION

La figure IV. 8 présente l'évolution en fréquence des modules des paramètres de répartition du dispositif de test contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 ($q_1 = 56.7 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 13.8 \%$, $p = 29.5 \%$), auquel un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe est appliqué. Pour mesurer ses paramètres S, le dispositif est relié à un analyseur de réseaux vectoriel HP 8720A et une procédure d'étalonnage SOLT conventionnel est préalablement réalisée.

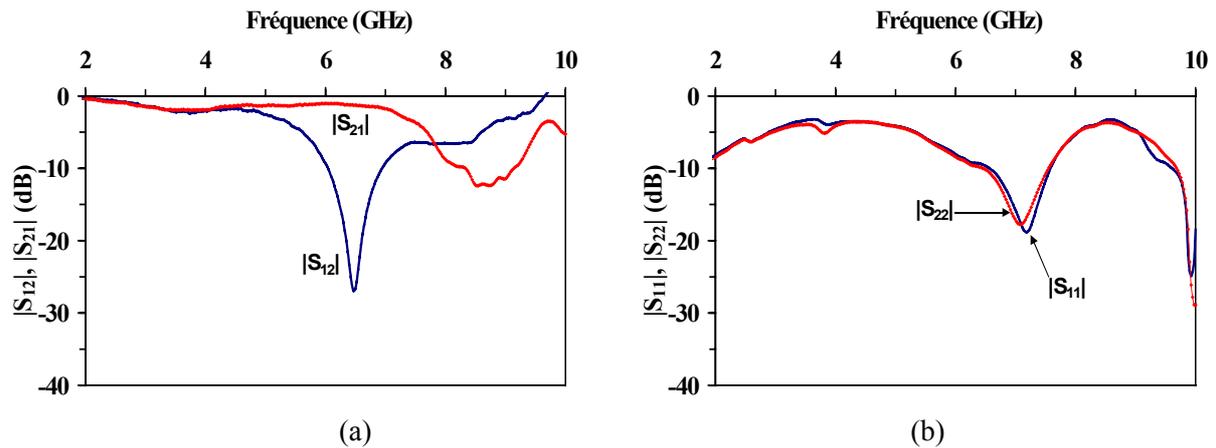


Fig. V. 8 : Modules des paramètres (a) de transmission et (b) de réflexion de la structure de propagation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe.

L'onde électromagnétique se propageant dans le dispositif est absorbée suivant un seul sens de propagation (du port 2 vers le port 1 de l'analyseur, Fig. V. 8(a)), dans une bande de fréquences correspondant à celle de résonance gyromagnétique de l'échantillon (Chapitre IV, Fig. IV. 5, $H_0 = 3 \text{ kOe}$). La bande de fréquences utilisable ici est d'environ 1.5 GHz (entre 5.5 et 7 GHz). Dans celle-ci, les pertes d'insertion ($-|S_{21}|$) sont inférieures à 1.75 dB. Ces dernières ont pour origine principale les faibles niveaux de pertes magnétiques relevés lors de la caractérisation hyperfréquence de l'échantillon n_0 (Chapitre IV, Fig. IV. 5). La tangente d'angle de pertes diélectriques de ce dernier est en effet faible ($\tan\delta \approx 10^{-3}$) sur toute la gamme de fréquences utile. Il en est de même pour les échantillons de mousse ($\tan\delta \approx 10^{-4}$ [71]) et de TiO_2 ($\tan\delta < 10^{-4}$) employés. Par ailleurs, les pertes induites par rayonnement sont quasi-inexistantes ; les paramètres S mesurés du dispositif d'isolation étant identiques sans et avec plan de masse supérieur. Les paramètres de réflexion de la structure de propagation sont sensiblement inférieurs à -10 dB entre 5.5 et 7 GHz (Fig. V. 8(b)). En particulier, les faibles valeurs du module du paramètre S_{22} dans cette bande de fréquences traduisent le fait que l'énergie non transmise du port 2 vers le port 1 de l'analyseur de réseaux (voie isolée) soit très faiblement réfléchi au niveau du port 2 incident. Cette énergie est donc dissipée dans le nanocomposite rendu anisotrope par l'application du champ magnétique (H_0). A titre d'exemple, les niveaux d'isolation ($-|S_{12}|$) et de réflexion ($-|S_{22}|$) mesurés sont, respectivement, de 27.24 et 10.6 dB à la fréquence d'absorption d'énergie électromagnétique maximale (6.47 GHz), pour des pertes d'insertion de 1.26 dB (87 % du signal propagé du port 1 vers le port 2 de l'analyseur).

3 ÉLÉMENTS INFLUENÇANT L'EFFET D'ISOLATION

Le chapitre précédent a permis de quantifier la façon dont la commande magnétique, la constitution du matériau nanocomposite granulaire, ainsi que le type de magnétisme de grain, modifiaient les propriétés électromagnétiques d'un tel matériau, autour de sa fréquence de gyrorésonance. Ces différents paramètres vont influencer de manière similaire les performances de l'isolateur à résonance intégrant le nanocomposite aimanté, qui sont directement dépendantes de la perméabilité tensorielle de ce dernier.

A. Le champ magnétique (H_0) appliqué

Pour une fraction volumique donnée en espèce magnétique dans le nanocomposite, la commande magnétique extérieure permet de contrôler les niveaux d'isolation et la bande de fréquences exploitable de la structure de propagation. Ceux-ci sont respectivement fonction de

l'amplitude et de l'étalement en fréquence de la partie réelle (κ') du terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité mesuré à la résonance gyromagnétique, qui sont plus ou moins conséquents selon le champ magnétique (H_0) appliqué. Un tel comportement est décrit à la figure V. 9(a), pour la structure de propagation en ligne microbande chargée par l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 ($q_1 = 56.7 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 13.8 \%$, $p = 29.5 \%$), soumis à un champ magnétique statique (H_0) variant de 2.75 à 3.3 kOe. La fréquence correspondant au maximum d'efficacité d'isolation est notamment décalée vers les hautes fréquences avec le champ magnétique, identiquement à la variation de la fréquence de résonance gyromagnétique relevée à partir des maximas des courbes de (μ'') et (κ') de l'échantillon de matériau (chapitre IV, Fig. IV. 5)). Les pertes d'insertion mesurées sont faibles et aussi étroitement dépendantes du champ magnétique excitateur (Fig. V. 9(b)). Une isolation et des pertes d'insertion moyennes de 18.78 et 1.32 dB sont, par exemple, obtenues pour un champ magnétique (H_0) de 3.2 kOe. Pour ce même champ appliqué, celles-ci sont, respectivement, de 27.14 et 0.91 dB à la fréquence d'absorption énergétique maximale (6.57 GHz); 90 % du signal micro-onde étant alors propagé le long de la voie transmise de l'isolateur.

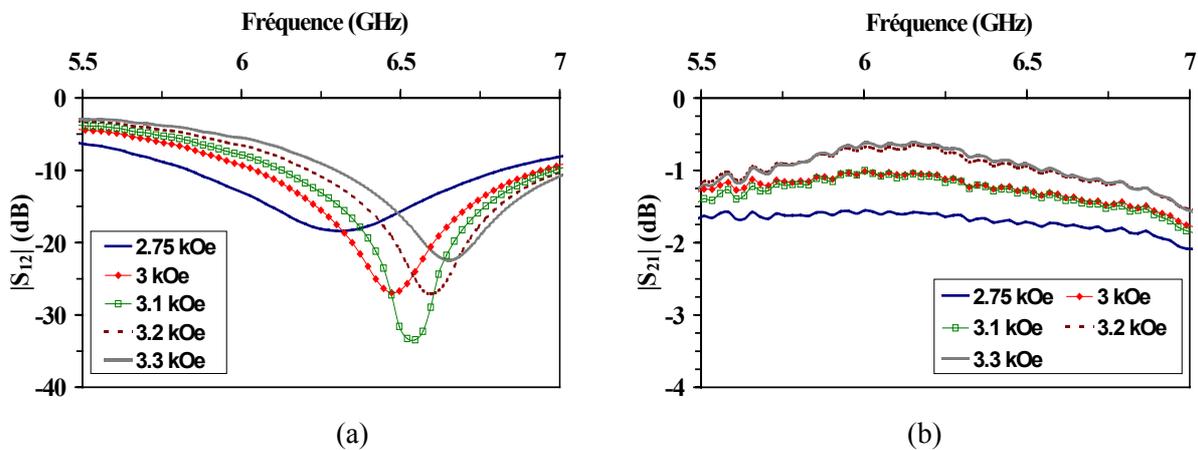


Fig. V. 9 : Modules des paramètres (a) S_{12} et (b) S_{21} de la structure de propagation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 soumis à différentes valeurs de champ magnétique statique (H_0).

B. La concentration en espèce magnétique

La variation des composantes du tenseur de perméabilité des matériaux composites nanophasés, selon le taux de charge en matière magnétique, peut aussi être exploitée pour ajuster les performances de la structure isolante, quand un champ magnétique statique (H_0) invariant est appliqué.

La figure V. 10 ci-dessous présente l'évolution en fréquence des modules des paramètres de transmission de la structure de propagation contenant l'échantillon n_0 ($q_1 = 56.7 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 0 \%$, $q_{\text{re}} = 13.8 \%$, $p = 29.5 \%$), n_2 ($q_1 = 47.9 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 11.1 \%$, $q_{\text{re}} = 12.7 \%$, $p = 28.3 \%$), n_4 ($q_1 = 42.2 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 16.8 \%$, $q_{\text{re}} = 12.9 \%$, $p = 28.1 \%$) ou n_5 ($q_1 = 39.2 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{\text{ZnO}} = 19.6 \%$, $q_{\text{re}} = 12.9 \%$, $p = 28.3 \%$). Le champ magnétique (H_0) appliqué est de 3 kOe. L'augmentation de la fréquence de résonance gyromagnétique des nanocomposites avec la diminution de la concentration en matière magnétique dans le matériau, observée au chapitre IV (Fig. IV. 7), est ici mise à profit pour choisir la fréquence d'absorption d'énergie maximum ainsi que la gamme de fréquence utilisable du dispositif (Fig. V. 10(a)). Les niveaux d'isolation mesurés sont proches pour l'ensemble des échantillons insérés successivement dans le dispositif de test. Ceci est dû à la faible dépendance en concentration de l'amplitude de la partie réelle (κ') du terme non diagonal du tenseur de perméabilité des échantillons de nanocomposites étudiés, comme nous l'indiquons au chapitre

précédent (Fig. IV. 7(c)). Les pertes d'insertion du dispositif d'isolation sont, quant à elles, inférieures à 2 dB entre 5.5 et 7 GHz pour l'ensemble des échantillons (Fig. V. 10(b)).

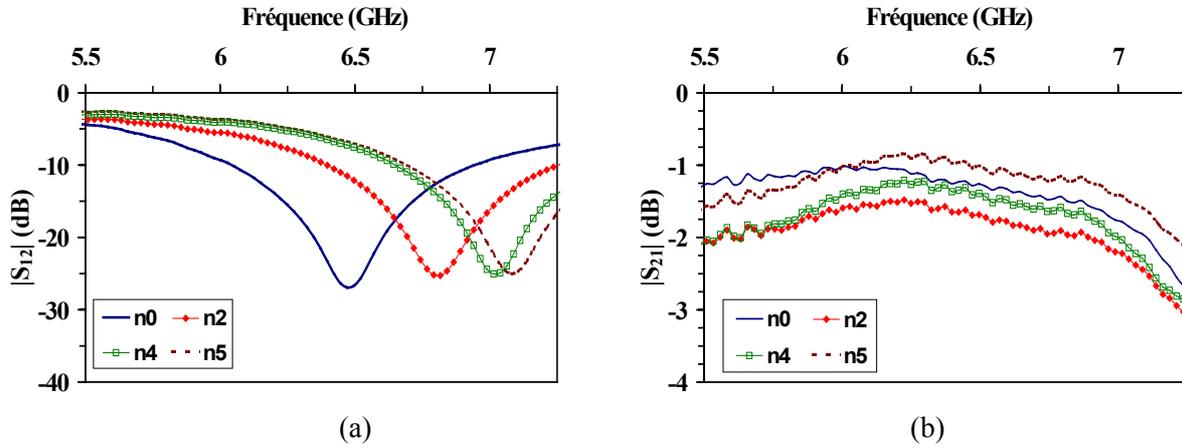


Fig. V. 10 : Modules des paramètres (a) S_{12} et (b) S_{21} de la structure de propagation contenant les échantillons de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposites n_0 , n_2 , n_4 et n_5 soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe.

C. Le type de magnétisme des grains

La dépendance du tenseur de perméabilité du milieu nanocomposite vis-à-vis de la nature ferrimagnétique et/ou ferromagnétique des grains le constituant peut, a priori, constituer une troisième solution pour modifier les caractéristiques du circuit d'isolation mis en œuvre.

Nous avons notamment relevé au chapitre précédent que la fréquence de résonance gyromagnétique du nanocomposite était d'autant plus réduite que la concentration volumique en espèce ferromagnétique (Ni) dans le mélange de poudres devenait élevée (Fig. IV. 8). Cette variation de fréquence de gyrorésonance autorise avantageusement de choisir la fréquence d'absorption optimale du signal micro-onde propagé le long de la voie isolée, comme nous pouvons l'observer à la figure V. 11 pour les échantillons n_0 ($q_1 = 56.7 \%$, $q_2 = 0 \%$, $q_{ZnO} = 0 \%$, $q_{re} = 13.8 \%$, $p = 29.5 \%$), n_6 ($q_1 = 52.6 \%$, $q_2 = 8.2 \%$, $q_{re} = 13.1 \%$, $p = 26.1 \%$) à n_8 ($q_1 = 0 \%$, $q_2 = 56.4 \%$, $q_{re} = 14.2 \%$, $p = 29.4 \%$). Le champ magnétique extérieur (H_0) a pour valeur 2.75 kOe.

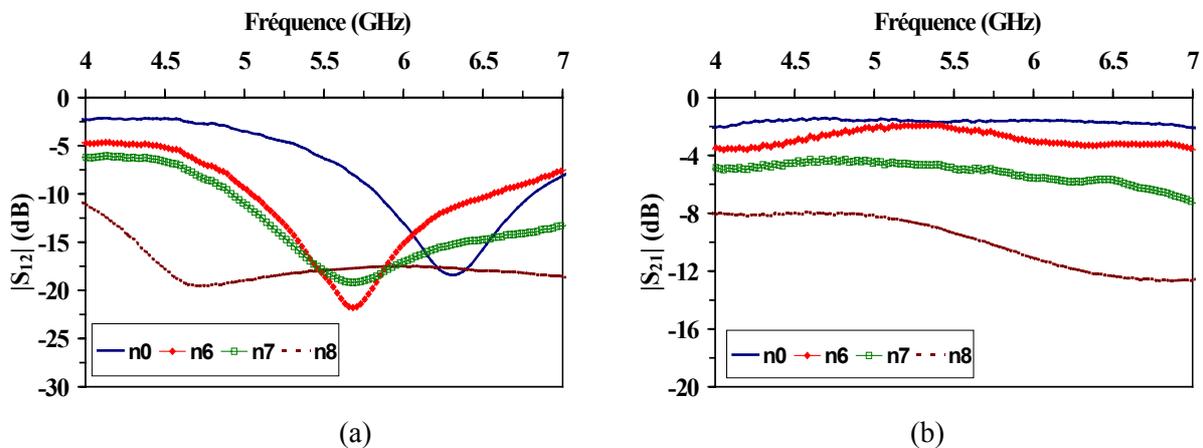


Fig. V. 11 : Modules des paramètres (a) S_{12} et (b) S_{21} de la structure de propagation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposites n_0 , n_2 , n_4 ou n_5 , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 2.75 kOe.

La forte isolation et la large bande de fréquences dans laquelle elle est relevée (4.5-7 GHz) sont particulièrement remarquables pour l'échantillon n_8 composé uniquement de grains ferromagnétiques (56.4 % en Ni) (Fig. V. 11(a)). L'isolation ainsi mesurée est étroitement liée à l'amplitude et à l'étalement de la partie réelle (κ') du terme (κ) de la perméabilité tensorielle de cet échantillon, autour de sa fréquence de résonance gyromagnétique (chapitre IV, Fig. IV 8(c)).

Par contre, les pertes d'insertion de l'isolateur sont extrêmement affectées par le caractère ferromagnétique des grains magnétiques formant l'échantillon de composite nanostructuré (Fig. V. 11(b)). L'augmentation des pertes d'insertion mesurées du dispositif contenant l'échantillon n_0 ($q_1 = 56.7$ %, $q_2 = 0$ %, $q_{ZnO} = 0$ %, $q_{re} = 13.8$ %, $p = 29.5$ %) ou n_6 ($q_1 = 52.6$ %, $q_2 = 8.2$ %, $q_{ZnO} = 0$ %, $q_{re} = 13.1$ %, $p = 26.1$ %) est à attribuer aux fortes pertes magnétiques de ce dernier, dans sa zone de gyrorésonance (chapitre IV, Figs. IV. 8(b) et (d)) ; les pertes diélectriques des deux échantillons étant faibles pour l'ensemble des fréquences exploitées ($\epsilon'' \approx 0.06$ pour n_0 et $\epsilon'' \approx 0.09$ pour n_6 , à 5 GHz, par exemple). Les pertes d'insertion élevées du dispositif contenant l'échantillon n_7 ($q_1 = 31.5$ %, $q_2 = 28.7$ %, $q_{ZnO} = 0$ %, $q_{re} = 12.6$ %, $p = 27.2$ %) ou n_8 ($q_1 = 0$ %, $q_2 = 56.4$ %, $q_{re} = 14.2$ %, $p = 29.4$ %) ne peuvent, par contre, pas être dues à leurs pertes magnétiques ; celles-ci étant d'amplitudes voisines de celles relevées pour l'échantillon n_0 (chapitre IV, Figs. IV. 8(b) et (d)). En revanche, les pertes diélectriques mesurées des échantillons n_7 et n_8 sont vraisemblablement à l'origine des fortes pertes d'insertion observées ici. Elles sont effectivement importantes aux fréquences exploitées et traduisent l'existence d'une conduction électrique entre grains ferromagnétiques, bien que ceux-ci aient été initialement enrobés par de la résine époxy. Par exemple, la partie imaginaire (ϵ'') de la permittivité relative de l'échantillon n_7 est égale à 0.63 à 5 GHz.

Afin d'engendrer une diminution des pertes d'insertion du dispositif de test, le taux de charge en résine époxy dans les futurs mélanges à base de grains ferromagnétiques devra être choisi à bon escient pour garantir une isolation électrique intergranulaire suffisante et, de fait, limiter l'apparition de tels phénomènes de conduction électrique.

4 COMPARAISON AVEC UN FERRITE «CONVENTIONNEL»

Les performances de l'isolateur à résonance en ligne microbande ainsi réalisé à partir de matériaux nanocomposites aimantés ont été comparées à celles obtenues en insérant un ferrite dense dans la structure de propagation.

Une telle comparaison est effectuée à la figure V. 12 pour la structure contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de nanocomposite n_0 ($q_1 = 56.7$ %, $q_2 = 0$ %, $q_{ZnO} = 0$ %, $q_{re} = 13.8$ %, $p = 29.5$ %), dont la taille moyenne des grains de γ -Fe₂O₃ est de 23 nm, ou un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite polycristallin Y-Al ($4\pi M_s = 1.2$ kG \pm 5 %, $\Delta H = 40$ Oe \pm 20 % à 9.3 GHz, $\Delta H_{eff} = 4$ Oe \pm 20 % à 9 GHz, $\epsilon' = 14.6 \pm 5$ % à 8.3 GHz, $\tan\delta < 2.10^{-4}$, taille moyenne de grains de 20 μ m [96]). Le champ magnétique statique (H_0) extérieur est de 2.5 kOe (Fig. V. 12(a)) ou 3 kOe (Fig. V. 12(b)).

Pour un champ magnétique (H_0) de 3 kOe, par exemple, les pertes d'insertion et l'isolation obtenues à partir du ferrite Y-Al sont de 6.06 et 10.81 dB à la fréquence d'absorption d'énergie électromagnétique maximale (7.26 GHz) ; celles mesurées pour le nanocomposite n_0 étant de 1.26 et 26.92 dB pour une fréquence d'absorption énergétique maximale de 6.47 GHz (Fig. V. 12(b)). L'absorption du signal micro-onde par le ferrite dense inséré est ainsi importante, indépendamment de son sens de propagation dans le dispositif. Les phénomènes énergétiques mis en jeu dans les échantillons de ferrite et de nanocomposite aimantés étudiés induisent, sans nul doute, la différence de performances du dispositif observée. Effectivement, la taille nanométrique des grains magnétiques

formant le nanocomposite favorise les interactions d'échange entre grains [119],[148] et, se faisant, réduit la contribution des ondes de spin à l'absorption d'énergie [119]. Pour le ferrite, ces dernières peuvent être générées au cours du processus d'aimantation. Dans ce cas, des pertes magnétiques supplémentaires sont susceptibles d'apparaître à la résonance gyromagnétique du matériau, conduisant à une absorption plus marquée du signal propagé.

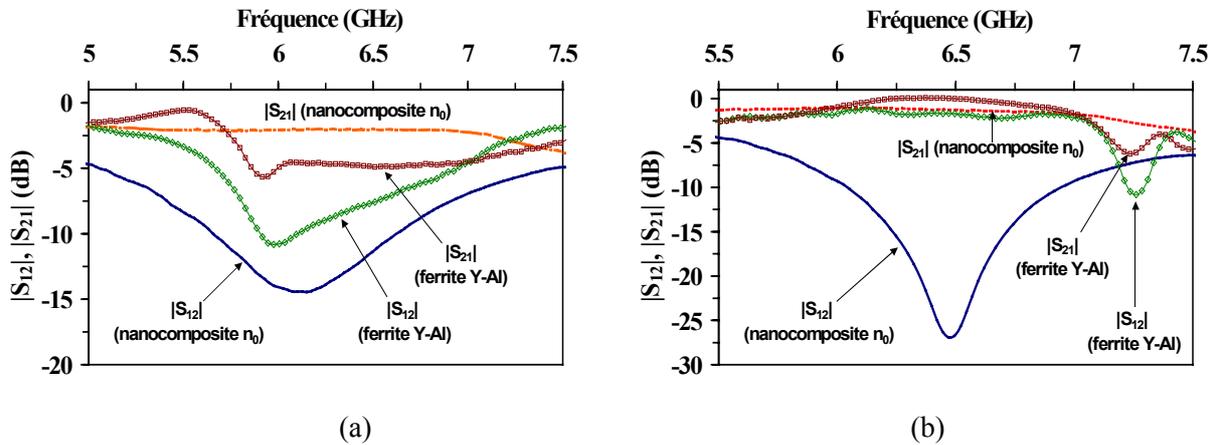


Fig. V. 12 : Modules des paramètres S_{12} et S_{21} de la structure de propagation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de nanocomposite n_0 et un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8$ mm³ de ferrite dense Y35 (Y-Al). (a) $H_0 = 2.5$ kOe, (b) $H_0 = 3$ kOe.

III. OPTIMISATION DE LA STRUCTURE D'ISOLATION

S'inspirant des travaux de Kane et Wong [156], nous avons réalisé une fente (largeur (W), profondeur (d)) sur l'un des bords du ruban conducteur de la structure de propagation réalisée (Fig. V. 13). L'objectif recherché au départ était de réduire la réflexion (S_{22}) mesurée au niveau du port incident de la voie isolée et, se faisant, d'accroître son efficacité d'isolation.

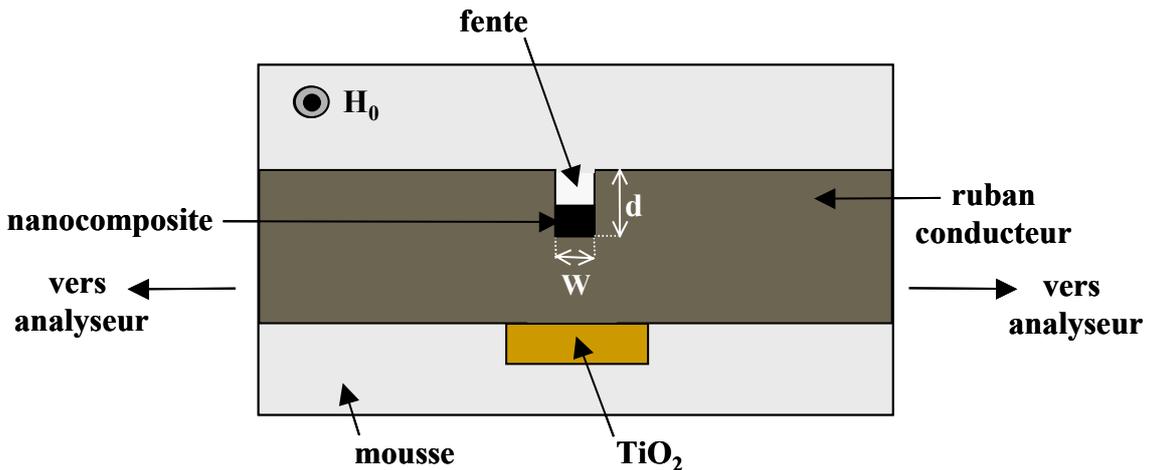


Fig. V. 13 : Réalisation d'une fente de largeur (W) et de profondeur (d) dans le ruban conducteur de la structure de propagation en ligne microruban.

La figure V. 14 décrit l'évolution en fréquence des modules des paramètres de répartition de la structure d'isolation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 ($H_0 = 3.2 \text{ kOe}$), sans ou avec une fente ($W = 1.25 \text{ mm}$, $d = 1.75 \text{ mm}$) effectuée dans son ruban conducteur. La présence de cette dernière influe ici faiblement sur les modules des paramètres de transmission du dispositif de test (Fig. V. 14(a)). Les pertes d'insertion et l'isolation mesurées à la fréquence de maximum d'absorption du signal micro-onde (6.57 GHz) sont en effet de 1.48 et 27.83 dB, pour les dimensions de fente considérées. Comme indiqué précédemment, elles sont de 0.91 et 27.14 dB à cette même fréquence, pour un ruban conducteur dépourvu de fentes.

Par contre, la dissipation du signal hyperfréquence propagé dans le nanocomposite, au niveau de la voie isolée de la structure de propagation, est nettement favorisée par la discontinuité que génère la fente. En l'absence de fente, le module du paramètre S_{22} est effectivement compris entre -10 et -15 dB dans la zone de résonance gyromagnétique du composite alors qu'il devient inférieur à -20 dB pour la structure contenant une telle fente dans son ruban conducteur (Fig. V. 14(b)).

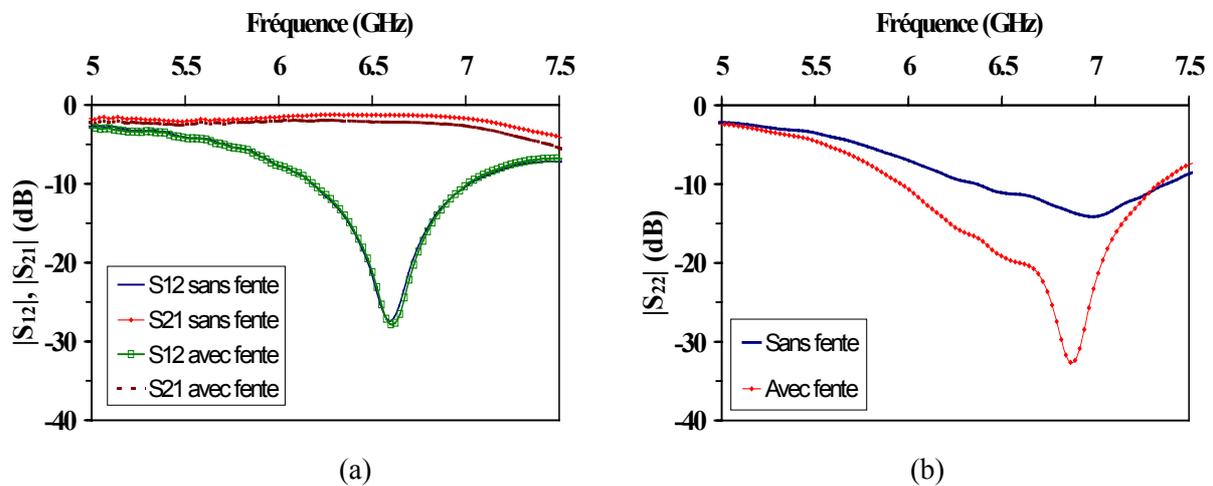


Fig. V. 14 : Modules des paramètres (a) S_{12} , S_{21} et (b) S_{22} de la structure de propagation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_0 , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3.2 kOe, sans et avec une fente de largeur (W) de 1.25 mm et de profondeur (d) de 1.75 mm réalisée dans son ruban conducteur.

La profondeur (d) de fente peut, par ailleurs, être modifiée afin de favoriser davantage l'interaction entre la matière magnétique aimantée et l'onde électromagnétique rétrograde le long de la voie isolée du dispositif d'isolation. L'intérêt d'une telle modification sur les propriétés d'isolation mesurées de ce dernier apparaît à la figure V. 15, pour l'échantillon de nanocomposite n_2 ($H_0 = 3 \text{ kOe}$). Des fentes de largeur fixe ($W = 2 \text{ mm}$) et de profondeurs différentes ($d = 1.75$ ou 3.75 mm) ont été successivement réalisées dans le ruban conducteur du dispositif. Pour une profondeur (d) de fente de 1.75 ou 3.75 mm, l'isolation obtenue est, respectivement, égale à 25.10 et 34.62 dB, à la fréquence d'absorption d'énergie électromagnétique optimale ($\approx 6.8 \text{ GHz}$). Les pertes d'insertion correspondantes sont voisines pour les deux profondeurs de fente étudiées (3.42 dB à 6.8 GHz) et sont bien supérieures, comme déjà observé (Fig. V. 14(a)), à celles relevées en l'absence de fente (1.9 dB à 6.8 GHz, Fig. V. 15).

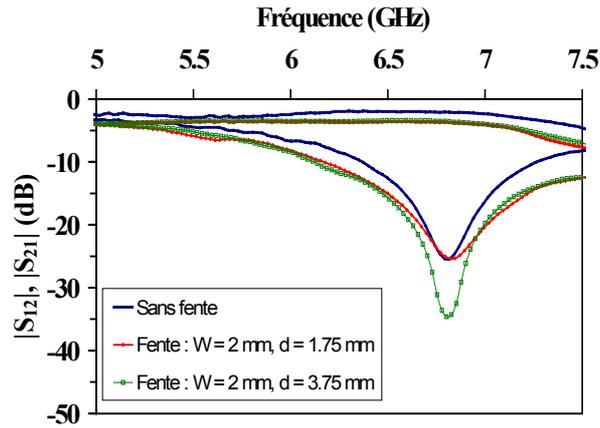


Fig. V. 15 : Modules des paramètres S_{12} et S_{21} mesurés de la structure de propagation contenant l'échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite n_2 , soumis à un champ magnétique statique (H_0) de 3 kOe, sans et avec une fente de largeur (W) égale à 2 mm et de profondeur (d) de 1.75 ou 3.75 mm, réalisée dans son ruban conducteur.

Ainsi, l'utilisation d'une fente suffisamment profonde permet de mesurer des niveaux d'isolation conséquents autour de la fréquence de gyrorésonance du matériau nanocomposite aimanté. Cependant, les fortes pertes d'insertion relevées alors ont pour conséquence de diminuer sensiblement le rapport d'isolation ($|S_{12}|/|S_{21}|$) du dispositif. En effet, pour l'échantillon de nanocomposite n_2 ($H_0 = 3 \text{ kOe}$, Fig. V. 15), ce rapport est respectivement de 13.2, 10.12 et 7.27 sans fente, avec une fente de profondeur égale à 1.75 mm et avec une fente de 3.75 mm de profondeur.

IV. CONCLUSION DU CHAPITRE V

Dans ce chapitre, les potentialités d'application des matériaux composites granulaires nanostructurés aimantés à la réalisation d'un isolateur hyperfréquence à résonance ont été démontrées. Une telle application a été rendue possible par l'association de la propriété originale d'anisotropie induite sous champ magnétique de la matière finement divisée et du phénomène de déplacements de champs non réciproques dans la structure de propagation en ligne microruban élaborée.

Les effets du champ magnétique, de la concentration en espèce magnétique et de la nature du magnétisme des grains sur le tenseur de perméabilité des nanocomposites ont été avantageusement exploités pour accorder les niveaux d'isolation et les pertes d'insertion mesurés, autour de la fréquence de résonance gyromagnétique de l'échantillon de matériau intégré. Les performances obtenues à partir de nanocomposites constitués de poudres ferrimagnétiques ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) sont au moins comparables (à champ magnétique appliqué équivalent) à celles des isolateurs à ferrites frittés (typiquement entre 1000 et 1600°C) présentées en début de chapitre, pour une taille d'échantillon magnétique bien plus réduite et, surtout, des températures réduites lors de leur fabrication (150°C durant 1 heure).

Par ailleurs, le caractère uniplanaire de la structure de propagation ainsi mise en œuvre permet une diminution de l'encombrement du circuit ; aucune couche absorbante n'étant effectivement employée au niveau de l'un des bords du ruban conducteur de la structure. La réalisation d'une fente à l'une de ces extrémités a également été étudiée. Elle a permis de réduire les paramètres de réflexion mesurés du dispositif d'isolation, dans la zone de gyrorésonance du nanocomposite, mais a toutefois limité son rapport d'isolation.

Enfin, une forte isolation a pu être relevée pour des nanocomposites ferromagnétiques (Ni) aimantés, dans une gamme de fréquences d'environ 2.5 GHz (4.5-7 GHz). Les pertes d'insertion mesurées sont cependant bien trop élevées, en raison des fortes pertes diélectriques du matériau. Pour remédier à ces inconvénients, une optimisation des propriétés électromagnétiques de tels milieux massifs sera à effectuer, avant d'envisager la mise en œuvre de dispositifs hyperfréquences non réciproques miniatures à partir de couches (minces ou épaisses) ferrocomposites granulaires nanophasées, développées par procédé de sérigraphie.

**CONCLUSION GENERALE ET
PERSPECTIVES DE TRAVAIL**

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES DE TRAVAIL

Les résultats théoriques et expérimentaux présentés et interprétés dans ce mémoire ont permis de mettre en exergue des potentialités très intéressantes en terme d'applications hyperfréquences de matériaux composites magnétiques nanostructurés, pour le développement de dispositifs non réciproques. L'étude menée a été motivée par l'absence actuelle de matériaux magnétiques faibles coûts, compatibles avec les technologies de fabrication monolithique des circuits imprimés micro-ondes.

Sur la voie menant du milieu composite magnétique au dispositif non réciproque, une première étape a consisté à démontrer l'existence de la propriété d'anisotropie induite du composite aimanté, à travers une perméabilité tensorielle. Pour se faire, une technique de caractérisation hyperfréquence large bande et non itérative des matériaux magnétiques (denses ou composites), dans un état quelconque d'aimantation, a, tout d'abord, été mise au point. Elle présente plusieurs avantages par rapport aux méthodes de caractérisation large bande développées jusqu'alors. En premier lieu, elle est fondée sur une cellule de mesure non réciproque de type triplaque. Cette dernière est asymétrique d'un point de vue géométrique et électromagnétique. En effet, elle est dimensionnée pour reproduire la configuration électromagnétique d'une ligne microruban. Pour cela, son ruban conducteur est plus proche de son plan de masse inférieur. En outre, afin d'obtenir sa non réciprocity et pouvoir alors déterminer simultanément les composantes diagonale (μ) et non diagonale (κ) du tenseur de perméabilité et la permittivité relative scalaire (ε) de l'échantillon testé, des milieux diélectriques à forte et faible permittivités relatives sont placés de part et d'autre de ce dernier. Il s'agit de la première cellule de test, qui autorise l'étude du comportement dynamique des milieux anisotropes aimantés dans des conditions environnementales comparables à celles des circuits micro-ondes non réciproques actuels, tout en tenant compte des propriétés spécifiques de tels milieux (effets de désaimantation lors du cycle d'aimantation, etc.). L'analyse théorique développée a permis de relier analytiquement les paramètres (μ , κ , ε) du matériau aux paramètres S mesurés de la cellule. A cet effet, la généralisation récente de la théorie des lignes et de l'approximation quasi-TEM, au cas des lignes de transmission non réciproques, a été mise à profit. Après avoir vérifié sa validité sur des matériaux diélectriques, la méthode de caractérisation a été employée pour déterminer les caractéristiques électromagnétiques (μ , κ , ε) de ferrites denses commerciaux. Les résultats obtenus sont conformes à ceux attendus. Ils ont démontré les potentialités de cette méthode pour caractériser les milieux anisotropes aimantés.

Les erreurs inhérentes à l'emploi de la technique de caractérisation ont été quantifiées et ont permis de définir sa bande de fréquences d'utilisation. Les échantillons diélectriques à insérer dans la cellule de mesure (échantillons de mousse et de TiO_2 concentré à 73 % en Ti) ont été choisis afin de déterminer avec une bonne sensibilité les propriétés électromagnétiques de l'échantillon à tester, sur une gamme de fréquences suffisamment conséquente (typiquement jusque 6 GHz pour un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al dense). La configuration optimale de la cellule de test et la bande de fréquences utilisable lors de l'expérience étant définies, une comparaison en fréquence entre les constantes de phase du mode fondamental dans la structure de test, simulées en effectuant l'approximation quasi-TEM ou calculées à l'aide d'une analyse dynamique (composantes longitudinales des champs hyperfréquences prises en compte), a été effectuée. Elle a montré que l'erreur commise dans la détermination des constantes de phase, liée à l'emploi d'une telle approximation était inférieure à 5 %, jusque 7 GHz. Puis, les erreurs de mesure de (μ , κ , ε) ont été estimées connaissant les erreurs aléatoires de mesure des paramètres S et de la longueur de l'échantillon sous test. Elles correspondent à celles communément obtenues lors d'une caractérisation hyperfréquence à partir d'une technique en réflexion/transmission (erreurs relatives inférieures à 5 %, par exemple, pour un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de ferrite Y-Al dense, désaimanté). Les spectres fréquentiels de (μ , κ), mesurés pour des échantillons de ferrite polycristallin, ont alors été comparés à

ceux provenant de modèles mathématiques du tenseur de perméabilité. Les comparaisons réalisées ont montré que les modèles actuels ne permettaient pas de simuler judicieusement la perméabilité tensorielle des ferrites polycristallins aimantés et, par voie de conséquence, de prédire convenablement les performances des dispositifs micro-ondes non réciproques. L'introduction d'une loi de distribution sur la forme des domaines et/ou des grains magnétiques constituant le ferrite, dans les modèles existants, constitue une voie à explorer pour améliorer leur caractère prédictif.

Ayant prouvé son aptitude à déterminer la perméabilité tensorielle et la permittivité relative de ferrites aux propriétés intrinsèques connues, l'outil de caractérisation mis en œuvre a finalement été appliqué à la mesure des propriétés électromagnétiques de composites magnétiques. Ces derniers ont été réalisés au LEST, à partir du mélange de grains (poudres) magnétiques et diélectriques, en proportions fixées par les caractéristiques désirées du mélange final. Les influences de la taille des grains magnétiques formant les composites, du champ magnétique statique appliqué, du taux de charge en espèce magnétique, puis de la nature magnétique du grain sur le tenseur de perméabilité, ont été mises en évidence. Les premiers composites caractérisés étaient constitués de grains d'Y-Al de taille micrométrique (diamètre moyen $\Phi \approx 5 \mu\text{m}$), en concentration volumique comprise entre 64 et 71 %. Ils ont certes montré un comportement anisotrope sous l'action d'un champ magnétique statique, mais pas assez significatif pour pouvoir être appliqués à la réalisation d'un circuit hyperfréquence non réciproque. Considérant cela, nous avons étudié des milieux composites formés de grains nanométriques ferrimagnétiques ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\Phi \approx 23 \text{ nm}$) et/ou ferromagnétiques (Ni, $\Phi \approx 35 \text{ nm}$, ou Co, $\Phi \approx 21 \text{ nm}$), dispersés ou non dans une matrice de ZnO ($\Phi \approx 49 \text{ nm}$). Les résultats expérimentaux obtenus constituent les premières mesures directes du tenseur de perméabilité effective de tels milieux hétérogènes nanostructurés aimantés. Ils ont permis d'observer l'existence d'un terme non diagonal (κ) de ce tenseur, pour les nanocomposites de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$ et de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}$. En particulier, les échantillons de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$ ont montré une partie réelle (κ') du terme (κ) d'amplitude comparable à celle mesurée pour les ferrites denses saturés, pour des pertes magnétiques (μ'' , κ'') moins importantes, dans leur zone de gyrorésonance. L'anisotropie magnétique induite des nanocomposites aimantés ainsi mise en évidence est extrêmement intéressante pour la réalisation d'un dispositif à résonance (type isolateur), d'autant qu'elle peut être contrôlée de deux manières distinctes. En effet, la fréquence de gyrorésonance et les amplitudes de κ' et κ'' du matériau (autour de cette fréquence) sont ajustées soit par la variation du champ magnétique statique appliqué, pour une concentration volumique donnée en espèce magnétique dans le mélange, soit par la variation de cette dernière (comprise entre 39.2 et 56.7 %), pour un champ magnétique statique extérieur fixé. Par ailleurs, une anisotropie magnétique induite singulière a été relevée pour l'échantillon de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ faiblement concentré en Ni (8%), avec une partie réelle de (κ) d'amplitude double (pour un champ magnétique statique de 2.9 kOe) de celle des ferrites denses caractérisés, et avec des pertes magnétiques du même ordre de grandeur, mais fortement localisées autour de la fréquence de gyrorésonance du matériau. Ces résultats laissent espérer l'intégration future de tels matériaux dans des circuits non réciproques hors gyrorésonance. Par contre, les échantillons de Co/ZnO étudiés possèdent une perméabilité purement scalaire ($\kappa' \approx \kappa'' \approx 0$) sur l'ensemble des fréquences exploitées, indépendamment du champ magnétostatique appliqué. Compte tenu des différences comportementales relevées lors de l'étude menée, il apparaît dorénavant essentiel de déterminer les mécanismes responsables de l'existence ou non d'une propagation non réciproque d'une onde électromagnétique dans de tels systèmes nanostructurés aimantés (couplages d'échange entre grains ferrimagnétiques et/ou ferromagnétiques, etc.). A cet effet, les résultats de mesure présentés constituent une importante source de données pour le développement de codes de calculs micromagnétiques, permettant de simuler rigoureusement la réponse tensorielle de la perméabilité dynamique de tels milieux. Ces simulations micromagnétiques devront, notamment, rendre compte de l'existence de résonances supplémentaires à celle d'origine gyromagnétique, ce que ne prévoit pas l'approche théorique (de type milieu effectif) utilisée dans le cadre de cette étude. Cette dernière approche autorise toutefois de

simuler correctement la dépendance en champ et en concentration du tenseur de perméabilité, dans la zone de gyrorésonance des nanocomposites étudiés.

La propriétés d'anisotropie induite des matériaux nanocomposites aimantés a enfin été mise à profit pour réaliser un isolateur à résonance (technologie microbande), fonctionnant en bandes C et X_B . Les performances de celui-ci, incorporant un nanocomposite ferrimagnétique ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$), sont au moins identiques à celles des isolateurs à ferrite dense existants, pour une quantité de matériau plus réduite. Ainsi, pour un champ magnétique statique de 3.2 kOe, les niveaux d'isolation et les pertes d'insertion sont typiquement de 27.14 et 0.91 dB, respectivement (à 6.57 GHz), pour la ligne microruban contenant un échantillon de $5 \times 5 \times 1.8 \text{ mm}^3$ de nanocomposite concentré à 56.7 % en $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. La dépendance du tenseur de perméabilité au champ magnétique, au taux de charge en matière magnétique, puis à la nature du magnétisme des grains, a été exploitée pour ajuster les caractéristiques de la structure isolante. En particulier, l'étalement de la partie réelle du terme (κ) autour de la fréquence de gyrorésonance de l'échantillon de nanocomposite à base de Nickel a permis de mesurer des niveaux d'isolation proches de 20 dB sur 2.5 GHz (entre 4.5 et 7 GHz). Les pertes d'insertion mesurées alors sont cependant bien trop conséquentes (liées à une isolation insuffisante des grains de Ni, favorisant une conduction électrique macroscopique). Ces résultats sont encourageants mais ils illustrent l'importance du travail restant à accomplir en terme d'optimisation des propriétés hyperfréquences des composites ferromagnétiques massifs pour aboutir à un dispositif non réciproque avec des pertes d'insertion limitées. Par ailleurs, la réalisation d'une fente (largeur et profondeur de quelques mm) dans le ruban de la ligne de transmission a offert un degré de liberté supplémentaire (par la variation de la profondeur de fente) pour trouver un bon compromis entre les pertes d'insertion, les niveaux d'isolation et ceux de réflexion de l'isolateur à résonance.

Les suites à donner à ce travail sont multiples. Il sera tout d'abord nécessaire de mettre en œuvre une technique expérimentale autorisant une mesure large bande du tenseur de perméabilité de milieux massifs ou de films épais aimantés, pour des fréquences au delà de 10 GHz, afin de répondre à l'évolution actuelle du secteur des télécommunications vers le domaine des ondes millimétriques. Cela n'est en effet pas envisageable à partir de la technique de caractérisation non itérative présentée dans ce mémoire en raison, d'une part, des résonances de dimension liées aux diélectriques indispensables pour engendrer la non réciprocity de la cellule de mesure triplaque asymétrique et, d'autre part, de l'approximation quasi-statique utilisée lors de l'analyse théorique de la cellule. Pour s'affranchir de ces limitations, tout en préservant l'idée d'une caractérisation « in-situ » du matériau, une solution peut consister à utiliser deux lignes microruban couplées non réciproques, avec pour substrat le matériau à tester, aimanté transversalement. Une telle structure a été récemment étudiée de façon théorique pour le développement d'un isolateur à ferrite [161] (modules des paramètres S_{12} et S_{21} simulés de 20 et 2 dB, en moyenne, entre 17 et 27 GHz). Une analyse électromagnétique rigoureuse de la structure (type SDA, comme celle utilisée dans [161]) devra cependant être effectuée pour calculer les constantes de propagation des modes pair et impair fondamentaux s'y propageant.

Actuellement, les champs magnétiques statiques à appliquer pour produire une anisotropie magnétique significative des nanocomposites aimantés sont conséquents (supérieurs à 2.5 kOe). Afin de réduire leur intensité, la pré-orientation des moments magnétiques dans les grains magnétiques constituant les échantillons est envisageable [162]. Pour ne plus avoir à utiliser un dispositif d'aimantation tel celui employé actuellement (électro-aimant), qui est extrêmement encombrant, il serait également intéressant de mélanger des grains piézoélectriques (par exemple, BaTiO_3) et des grains ferrimagnétiques et/ou ferromagnétiques [163]-[164], puis d'observer le comportement en fréquence des échantillons ainsi réalisés, sous l'action d'une commande électrique et non plus magnétique. L'anisotropie magnétique des nanocomposites serait alors induite par des couplages magnétoélectriques entre les grains magnétiques et piézoélectriques [164].

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] J. Smit et P. J. Wijn, "Les ferrites – Les propriétés physiques des oxydes ferrimagnétiques en relation avec leurs applications techniques," *Édition Dunod*, 1961.
- [2] G. Forterre, "Les matériaux ferrites et leurs applications en hyperfréquence," *L'Onde Electrique*, vol. 71, no. 1, pp. 37-47, Janvier-Février 1991.
- [3] H. Pascard, "Matériaux ferrimagnétiques," *Cours École Polytechnique*, 1993.
- [4] M. Pardavi-Orvath, "Microwave applications of soft ferrites," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 215-216, pp. 171-183, 2000.
- [5] Q. H. F. Vrehan, "Absorption and Dispersion in Porous and Anisotropic Polycrystalline Ferrites at Microwave Frequencies," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 4, no. 3, pp. 479-480, Sept. 1968.
- [6] H. Suhl, "Theory of the Magnetic Damping Constant," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 34, no. 4, pp. 1834-1838, July 1998.
- [7] L. Landau and E. Lifshitz, "On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies," *Phys. Z Sowjetunion*, vol. 8, pp. 153-169, 1935 ; L. C. Landau, *Collected Papers*, edited by D. ter Haar (Gordon and Breach, New York), p. 101, 1967.
- [8] T. L. Gilbert, "A Lagrangian formulation of the gyromagnetic equation of the magnetization field," *Phys. Rev.*, vol. 100, no. 4, pp. 1243-1255, Nov. 1955.
- [9] D. Polder, "On the theory of ferromagnetic resonance," *Philosophical magazine*, vol. 40, pp. 99-115, Jan. 1949.
- [10] C. Kittel, "On the theory of ferromagnetic resonance absorption", *Phys. Rev.*, vol. 21, no. 4, pp. 155-161, 1948.
- [11] E. Schloemann, "On the Theory of the Ferrite Resonance Isolator," *IRE Trans. Microwave Theory Tech*, pp. 199-206, March 1960.
- [12] D. Polder and J. Smit, "Resonance phenomena in ferrites," *Review of modern Physic*, Band 94, pp 277-302, 1953.
- [13] L. R. Whicker, and D. M Bolle, "Annotated Literature Survey of Microwave Ferrite Control Components and Materials for 1968-1974," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech*, vol. 23, no. 11, pp. 908-918, Nov. 1975.
- [14] R. F. Soohoo, "Microwave Ferrite Materials and Devices," *IEEE Trans. Magn.*, vol. MAG-4, no. 2, pp. 118-133, June 1968.
- [15] E. Schloemann, "Advance in ferrite microwave materials and devices," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 209, pp. 15-20, 2000.

- [16] M. Igarashi, and Y. Naito, "Properties of a Four-Port Nonreciprocal Circuit Utilizing YIG on Stripline – Filter and Ciculator," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech*, vol. 20,no. 12, pp. 828-833, Dec. 1972.
- [17] N. Zeina, H. How, "Self-Biasing Circulators Operating at Ka-Band Utilizing M-Type Hexagonal Ferrites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 28, no. 5, pp. 3219-3221, Sept. 1992.
- [18] A. I. Braginski, and D. C. Buck, "Polycrystalline Ferrite Films for Microwave Applications," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 5, no. 4, pp. 924-928, Dec. 1969.
- [19] H. L. Glass, "Ferrite Films for Microwave and Millimeter-Wave Devices," *Proceedings of the IEEE*, vol. 76,no. 2, pp. 151-158, Feb. 1988.
- [20] I. Wane, "Étude, réalisation et caractérisation de couches de ferrites destinées à des dispositifs intégrés micro-ondes non réciproques," *Thèse de Doctorat*, Université de Limoges, no. 30.2000, 2000.
- [21] S. A. Oliver, P. M. Zavracky, N. E. McGruer, and R. Schmidt, "A Monolithic Single-Crystal Yttrium Iron Garnet/Silicon X-Band Ciculator," *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, vol. 7, no. 8, pp. 239-241, Aug. 1997.
- [22] H. How et al., "Theory and Experiment of Thin-Film Junction Circulator," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech*, vol. 46,no. 11, pp. 1645-1653, Nov. 1998.
- [23] P. Shi et al., "Application of Single-Crystal Scandium Substituted Barium Hexaferrite for Monolithic Millimeter-Wavelength Circulators," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 6, pp. 3941-3946, Nov. 2001.
- [24] G. F. Dionne, D. E. Oates, D. H. Temme, and J. A. Weiss, "Ferrite-Superconductor Devices for Advanced Microwave Applications," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 44, no. 7, pp. 1361-1368, July 1996.
- [25] M. C. Decréton, E. F. Loute, A. S. Vander Vorst, F. E. Gardiol, "Computer Optimization of E-Plane Resonance Isolators," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT 19, no. 3, pp. 322-331, March 1971.
- [26] E. E. Riches, P. Brennan, P. M. Briggshaw, and S. M. Deeley, "Microstripline Ferrite Devices Using Surface Field Effects for Microwave Integrated Circuits," *IEEE Trans. Magn.*, vol. MAG-6, no. 3, pp. 670-673, Sept. 1970.
- [27] M. E. Hines, "Reciprocal and Nonreciprocal Modes of Propagation in Ferrite Stripline and Microstrip Devices," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT19, pp. 442-451, May 1971.
- [28] G. M. Smith, C. P. Unsworth, M. R. Webb, and J. C. G. Lesurf, "Design, Analysis, and Application of High Performance Permanently Magnetized, Quasi-Optical, Faraday Rotators," *IEEE MTT Symposium*, pp. 293-296, 1994.
- [29] B. S. Yildirim, and E. B. El-Sharawy, "Finite-Difference Time-Domain Analysis of Microwave Ferrite Devices," *IEEE MTT Symposium*, vol. 2, pp. 1113-1116, 1997.

- [30] B. Bayard, D. Vincent, C. R. Simovski, and G. Noyel, "Electromagnetic Study of a Ferrite Coplanar Isolator Suitable for Integration," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 51, no. 7, pp. 1809-1814, July 2003.
- [31] P. Röschmann, "YIG filters," *Philips Tech. Rev.*, vol. 32, pp. 322-327, 1971.
- [32] G. L. Matthei, "Magnetically Tunable Band-Stop Filters," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-13, pp. 203-212, 1965.
- [33] M. R. Daniel, and J. D. Adam, "Magnetostatic Wave Notch Filter," *IEEE MTT Symposium*, pp. 1401-1402, 1992.
- [34] F. Reggia, and E. G. Spencer, "A New Technique in Ferrite Phase Shifting for Beam Steering in Microwave Antennas," *Proceedings IRE*, vol. 45, pp. 1510-1517, Nov. 1957.
- [35] J. W. Simon, W. K. Alverson, and J. E. Pippin, "A Reciprocal TEM Latching Ferrite Phase Shifter," *IEEE MTT Symposium*, pp. 241-247, 1966.
- [36] S. Bolioli, H. Benzina, H. Baudrand, and D. Chan, "Centimeter-Wave Microstrip Phase Shifter on a Ferrite-Dielectric Substrate," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 37, no. 4, pp. 698-705, April 1989.
- [37] P. Le Traon, "Étude théorique et expérimentale de structures microruban à ferrites pour des applications de puissance," *Thèse de Doctorat*, Université de Bretagne Occidentale, 1990.
- [38] X. Zuo et al., "Development of High Frequency Ferrite Phase-Shifter," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 4, pp. 2395-2397, July 2001.
- [39] H. How, T. M. Fang, and C. Vittoria, "Magnetic frequency Tunable Millimeter Wave Filter Using Metallic Thin Films," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 43, no. 7, pp. 1620-1623, July 1995.
- [40] E. Salahun, "Étude et réalisation de dispositifs micro-ondes agiles à commande magnétique utilisant des composites ferromagnétiques," *Thèse de Doctorat*, Université de Bretagne Occidentale, 2002.
- [41] A. Saib et al., "Microwave Tunable Filters and Nonreciprocal Devices Using Magnetic Nanowires," *1st IEEE Conference on Nanotechnology, IEEE-NANO 2001*, M2. 1 Nano-Devices II, pp. 260-265, 2001.
- [42] R. C. LeCraw, and E. G. Spencer, "Tensor Permeabilities of Ferrites Below Magnetic Saturation," *IRE Conv. Rec. (New York)*, pt. 5, pp. 66-74, 1956.
- [43] H. E. Bussey, and L. A. Steinert, "Exact Solution for a Gyromagnetic Sample and Measurements on a Ferrite," *IRE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-6, pp. 72-76, Jan. 1958.
- [44] J. J. Green, and T. Kohane, "Testing of Ferrite Materials for Microwave Applications," *Semicond. Prod. Solid State Technol.*, vol. 7, pp. 46-54, Aug. 1964.

- [45] J. J. Green, and F. Sandy, "Microwave Characterization of Partially Magnetized Ferrites," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-22, pp. 641-645, June 1974.
- [46] W. Müller-Gronau, and I. Wolf, "A Microwave Method for the Determination of the Real Parts of the Magnetic and Dielectric Material Parameters of Premagnetized Microwave Ferrites," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-32, pp. 377-382, June 1983.
- [47] J. Krupka, "Measurements of All Complex Permeability Tensor Components and the Effective Line Widths of Microwave Ferrites using Dielectric Ring Resonators," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 39, no.7, pp. 1148-1157, July 1991.
- [48] N. Ogasawara, T. Fuse, T. Inui, and I. Saito, "Highly Sensitive Procedures for Measuring Permeabilities (μ_{\pm}) for Circularly Polarized Fields in Microwave Ferrites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. MAG-12, pp. 256-259, May 1976.
- [49] P. Le Roux, F. Jecko, and G. Forterre, "Nouvelle méthode de détermination des parties réelles des paramètres électriques et magnétiques des résonateurs à ferrites saturés et non saturés," *Annales des Télécommunications*, vol. 43, pp. 314-322, Mai/Juin 1988.
- [50] J. Krupka, "Resonant Modes in Shielded Cylindrical Ferrite and Single-Crystal Dielectric Resonators," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 37, no. 4, pp. 691-697, April 1989.
- [51] J. Krupka, P. Blondy, D. Cros, P. Guillon, and R. G. Geyer, "Whispering-Gallery Modes and Permeability Tensor Measurements in Magnetized Ferrite Resonators," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 44, no.7, pp. 1097-1102, July 1996.
- [52] W. Barry, "A Broad-Band, Automated, Stripline Technique for the Simultaneous Measurement of Complex Permittivity and Permeability," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-34, pp. 80-84, Jan. 1986.
- [53] A. C. Lynch, and D. Simkin, "Measurement of permeability and permittivity of ferrites," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 1, pp. 1162-1167, Nov. 1990.
- [54] P. Queffelec, P. Gelin, J. Gieraltowski, J. Loaec, "A Microstrip Device for the Broad Band Simultaneous Measurement of complex Permeability and Permittivity," *IEEE Trans. on Magnetics*, vol. 30, pp.224-231, Mars 1994.
- [55] D. Pain, M. Ledieu, O. Acher, A. L. Adenot, and F. Duverger, "An improved permeameter for thin film measurements up to 6 GHz," *J. Appl. Phys.*, vol. 85, no.8, pp. 5151-5153, 1999.
- [56] E. Salahun, P. Quéffélec, M. Le Floc'h, P. Gelin, "A Broadband Permeameter for « *In Situ* » Measurements of Rectangular Samples," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 4, pp.2743-2745, July 2001.
- [57] C. A. Grimes, and J. V. Prodan, "Swept frequency permeameter for measuring the complex, off-diagonal permeability tensor components of anisotropic, thin magnetic films," *J. Appl. Phys.*, vol. 73, no. 10, pp. 6989-6991, May 1993.

- [58] P. Quéffélec, M. Le Floc'h and Ph. Gelin, "Nonreciprocal cell for the broad band measurement of tensorial permeability of magnetized ferrites : direct problem," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 47, no. 4, pp. 390-397, April 1999.
- [59] P. Quéffélec, M. Le Floc'h and Ph. Gelin, "New method for determining the permeability tensor of magnetized materials in a wide frequency range", *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 48, no. 8, pp. 1344-1351, Aug. 2000.
- [60] G. Mazé-Merceur et al., "Caractérisation de matériaux gyromagnétiques : résolution du problème direct par éléments finis. Validation," *J.N.M., Brest*, Mai 1993.
- [61] S. Clerjon, B. Bayard, D. Vincent, and G. Noyel, "X-Band Characterization of Anisotropic Magnetic Materials: Application to Ferrofluids," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 35, no. 1, pp. 568-572, Jan. 1999.
- [62] G. F. Engen, and C. A. Hoer, "Thru-Reflect-Line : An Improved Technique for Calibrating the Dual Six-Port Automatic Network Analyzer," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT 27, no. 12, pp. 987-993, Dec. 1979.
- [63] L. Thourel, "Dispositifs à ferrites pour micro-ondes," *Masson et Cie, Paris*, pp. 73-170, 1969.
- [64] D. Bariou, "Caractérisation large bande de matériaux ferrimagnétiques anisotropes en guide rectangulaire," *J.C.M.M., Paris - La Défense*, Mars 2000.
- [65] D. Bariou, "Contribution à la détermination du tenseur de perméabilité des matériaux magnétiques hétérogène. Influence de la fréquence et de l'aimantation," *Thèse de Doctorat*, Université de Bretagne Occidentale, no. 703, 2000.
- [66] B. Lax and K. J. Button, "Microwave Ferrites and Ferrimagnetics," *McGraw-Hill*, 1962.
- [67] Ch. Le Reste, "Étude de cellules de caractérisation de matériaux anisotropes ferrimagnétiques," *Thèse de Doctorat*, Université de Bretagne Occidentale, no. 346, 1995.
- [68] L. Courtois, N. Bernard, B. Chiron, and G. Forterre, "A New Edge Mode Isolator in the Very High Frequency Range," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-24, pp. 129-135, March 1976.
- [69] D. M. Bolle, and S. H. Talisa, "The Edge Guide Mode Nonreciprocal Phase Shifter," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-27, p. 878, Jan. 1979.
- [70] J. A. Jargon, R. B. Marks, and D. K. Rytting, "Robust SOLT and Alternative Calibrations for Four-Sampler Vector Network Analyzers," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 47, no. 10, pp. 2008-2013, Oct. 1999.
- [71] H. Lattard, C. Person, J. P. Coupeux et S. Toutain, "Procédé pour fabriquer un substrat localement inhomogène d'un circuit hyperfréquence, substrats, circuits et interconnexions ainsi réalisés," *Brevet d'invention no. 97/13427*, 27 octobre 1997.
- [72] A. M. Nicolson, and G. F. Ross, "Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques," *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, vol. IM-19, pp. 377-382, Nov. 1970.

- [73] W. B. Weir, "Automatic Measurement of Complex Dielectric Constant and Permeability at Microwave Frequencies," *Proceedings of the IEEE*, vol. 62, no. 1, pp. 33-36, Jan. 1974.
- [74] C. M. Krowne, "Fourier Transformed Matrix Method of Finding Propagation Characteristics of Complex Anisotropic Layered Media," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-32, no. 12, pp. 1617-1625, Dec. 1984.
- [75] G. Mazé, "Formulation générale de la méthode spectrale pour l'étude de structures planaires multicouches anisotropes, à tenseurs de permittivité et de perméabilité diagonaux. Application à différentes lignes de transmission en vue de la caractérisation de matériaux anisotropes," *Thèse de Doctorat*, INPG, 1991.
- [76] F. Mesa, R. Marques, and M. Horno, "An Efficient Numerical Spectral Domain Method to Analyze a Large Class of Nonreciprocal Planar Transmission Lines," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 40, no. 8, pp. 1630-1641, Aug. 1992.
- [77] T. F. Elshafiey, J. T. Aberle, and E. B. El-Slarawy, "Full Wave Analysis of Edge-Guided Mode Microstrip Isolator," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 44, no. 12, pp. 2661-2668, Dec. 1996.
- [78] R. Vahldieck, and J. Bornemann, "A Modified Mode-Matching Technique and Its Application to a Class of Quasi-Planar Transmission Lines," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-33, no. 10, pp. 916-926, Oct. 1985.
- [79] J. A. Pereda et al., "FDTD Analysis of Magnetized Ferrites: Application to the Calculation of Dispersion Characteristics of Ferrite-Loaded Waveguides," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 43, no. 2, pp. 350-357, Feb. 1995.
- [80] K. Berthou-Pichavant, F. Liorzou, and P. Gelin, "Wave Propagation in Heterogeneous Anisotropic Magnetic Materials," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 45, no. 5, pp. 687-689, May 1997.
- [81] L. Valor, and J. Zapata, "Efficient Finite Element Analysis of Waveguides with Lossy Inhomogeneous Anisotropic Materials Characterized by Arbitrary Permittivity and Permeability Tensors," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 43, no. 10, pp. 2452-2459, Oct. 1995.
- [82] T. Kitazawa, "Variational Method for Planar Transmission Lines with Anisotropic Magnetic Media," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-37, no. 11, pp. 1749-1754, Nov. 1989.
- [83] Y. Liu, and K. J. Webb, "Variational Propagation Constant Expressions for Lossy Inhomogeneous Anisotropic Waveguides," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 43, no. 8, pp. 1765-1772, Aug. 1995.
- [84] Ismo V. Lindell, "On the Quasi-TEM Modes in Inhomogeneous Multiconductor Transmission Lines," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-29, pp. 812-817, Aug. 1981.
- [85] M. Horno, F. Mesa, F. Medina, and R. Marqués, "Quasi-TEM Analysis of Multilayered, Multiconductor Coplanar Structures with Dielectric and Magnetic Anisotropy Including Substrate Losses," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 38, no. 8, pp. 1059-1068, Aug. 1990.

- [86] C. R. Boyd, "A Network Model for Transmission Lines with Gyromagnetic Coupling," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. MTT-13, no. 5, pp. 652-662, Sept. 1965.
- [87] I. Lindell, M. Valtonen, and A. Sihvola, "Theory of Nonreciprocal and Nonsymmetric Uniform Transmission Lines," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 42, no. 2, pp. 291-297, Feb. 1994.
- [88] C. Di Nallo, F. Frezza, A. Galli, and G. Gerosa, "A Convenient Transmission-Line Formulation for Wave Propagation in Typical Ferrite Structures," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 32, no. 4, pp. 3228-3236, July 1996.
- [89] R. Marqués, F. Mesa, and F. Medina, "Generalized Quasi-TEM Approximation and Telegrapher Equations for Nonreciprocal Ferrite-Loaded Transmission Lines," *IEEE Microwave and Guided Wave Lett.*, vol. 10, no. 6, pp. 225-227, June 2000.
- [90] R. Marqués, F. Mesa, and F. Medina, "Correction to Generalized Quasi-TEM Approximation and Telegrapher Equations for Nonreciprocal Ferrite-Loaded Transmission Lines," *IEEE Microwave and Guided Wave Lett.*, vol. 11, no. 11, p. 467, Nov. 2001.
- [91] R. Marqués, F. Mesa, and F. Medina, "Theory of magnetoelectric multiconductor transmission lines with application to chiral and gyrotropic lines," *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 38, Issue: 1, pp. 3-9, July 2003.
- [92] L. O. Chua, "Memristor—The Missing Circuit Element," *IEEE Trans. Circuit Theory*, vol. CT-18, no. 5, pp. 507-519, Sept. 1971.
- [93] K. Berthou-Pichavant, "Contribution à la modélisation des matériaux magnétiques hétérogènes : Application aux ferrites non saturés," *Thèse de Doctorat*, Université de Bretagne Occidentale, 1996.
- [94] Ph. Gelin, and K. Berthou-Pichavant, "New Consistent Model for Ferrite Permeability Tensor with Arbitrary Magnetization State," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 45, no. 8, pp. 1185-1192, Aug. 1997.
- [95] S. Mallécol, "Mise en œuvre de méthodes de caractérisation de milieux faibles pertes," *Rapport de stage de D.E.A. Électronique et Optronique*, Université de Bretagne Occidentale, juin 2000.
- [96] Informations disponibles à l'adresse Internet suivante :
<http://www.temex-components.com/temex/catalog/TEM01.pdf>
- [97] E. F. Schloemann, "Microwave behavior of partially magnetized ferrites," *J. Appl. Phys.*, vol. 41, no. 1, pp. 204-214, Jan. 1970.
- [98] A. L. Adenot et al., "Broadband permeability measurement of ferromagnetic thin films or microwires by a coaxial line perturbation method," *J. Appl. Phys.*, vol. 87, no. 9, pp. 5965-5967, May 2000.

- [99] D. Muller, "A method for solving algebraic equations using an automatic computer," *Math. Tables and Aids to Computation*, vol. 10, pp. 208-215, 1956.
- [100] A. H. Boughriet, C. Legrand, and A. Chapoton, "Noniterative Stable Transmission/Reflection Method for Low-Loss Material Complex Permittivity Determination," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 45, no. 1, pp. 52-57, Jan. 1997.
- [101] J. Baker-Jarvis, E. J. Vanzura, and W. A. Kissick, "Improved Technique for Determining Complex Permittivity with the Transmission/Reflection Method," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 38, no. 8, pp. 1096-1103, Aug. 1990.
- [102] Caractéristiques techniques de l'analyseur de réseaux vectoriel HP 8720A disponibles à l'adresse Internet suivante : <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5968-5163E.pdf>
- [103] G. T. Rado, "Theory of the microwave permeability tensor and Faraday effect in non-saturated ferromagnetic materials," *Phys. Rev.*, vol. 89, pp. 529, 1959.
- [104] M. Igarashi and N. Naïto, "Tensor Permeability of Partially Magnetized Ferrites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 13, no. 5, pp. 1664-1668, Sept. 1977.
- [105] M. Igarashi and N. Naïto, "Parallel Component μ_z of Partially Magnetized Microwave Ferrites," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 29, no. 6, pp. 568-571, June 1981.
- [106] J. P. Bouchaud and P. G. Zérah, "Spontaneous resonances and universal behavior in ferrimagnets: Effective Medium Theory," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 63, no. 9, pp. 1000-1003, Aug. 1989.
- [107] J. P. Bouchaud and P. G. Zérah, "The initial susceptibility of ferrites: A quantitative theory," *J. Appl. Phys.*, vol. 67, no. 9, pp. 5512-5514, May 1990.
- [108] D. Bariou, P. Quéffelec, P. Gelin, and M. Le Floch, "Extension of the Effective Medium Approximation for Determination of the Permeability Tensor of Unsaturated Polycrystalline Ferrites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 6, pp. 3885-3891, Nov. 2001.
- [109] V. G. Bar'yakhtar, B. A. Ivanov, A. L. Sukstanskii, and E. Yu. Melikhov, "Soliton relaxation in magnets," *Phys. Rev. B*, vol. 56, pp. 619-635, 1997.
- [110] V. L. Safonov, and H. Neal Bertram, "Impurity relaxation mechanism for dynamic magnetization reversal in a single domain grain," *Phys. Rev. B*, vol. 61, no. 22, R14893, June 2000
- [111] V. L. Safonov, "Tensor form of magnetization damping," *J. Appl. Phys.*, vol. 91, no. 10, pp. 8653-8655, May 2002.
- [112] X. Hua Huang and M. Pardavi-Horvath, "Local Demagnetizing Tensor Calculation for Arbitrary Non-ellipsoidal Bodies," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 32, no. 5, pp. 4180-4182, Sept. 1996.
- [113] N. Vukadinovic et al., "Magnetic Excitation in a Weak-Stripe-Domain Structure: A 2D Dynamic Micromagnetic Approach," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 85, no. 13, pp. 2817-2820, Sept. 2000.

- [114] M. Pardavi-Horvath, J. Yan, and J. Roger Peverley, "Nonuniform Internal Field in Planar Ferrite Elements," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 6, pp. 3881-3884, Nov. 2001.
- [115] E. Della Torre, "Fine Particle Micromagnetics," *IEEE Trans. Magn.*, vol. MAG-21, no. 5, pp. 1423-1425, Sept. 1985.
- [116] Y. D. Yan, and E. Della Torre, "On the Computation of Particle Demagnetizing Fields," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 25, no. 4, pp. 2919-2921, July 1989.
- [117] M. El-Hilo, R. W. Chantrell, and K. O'Grady, "A model of interacting effects in granular magnetic solids," *J. Appl. Phys.*, vol. 84, no. 9, pp. 5114-5122, Nov. 1998.
- [118] M. Pardavi-Horvath, "Characterization of nanostructured magnetic materials," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 203, pp. 57-59, 1999.
- [119] M. Pardavi-Horvath, and L. J. Swartzendruber, "Ferromagnetic Resonance Relaxation in Reaction Milled and Annealed Fe-Zn Nanocomposites," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 35, no. 5, pp. 3502-3504, Sept. 1999.
- [120] R. W. Chantrell, N. Walmsley, J. Gore, and M. Maylin, "Calculations of the susceptibility of interacting superparamagnetic particles," *Phys. Rev. B*, vol. 63, 024410, pp. 1-14, 2000.
- [121] J. Tejada et al., "Solid containing rotationally free nanocrystalline γ -Fe₂O₃: Material for a nanoscale magnetic compass?," *J. Appl. Phys.*, vol. 87, no. 11, pp. 8008-8012, June 2000.
- [122] C. A. Ross et al., "Incoherent magnetization reversal in 30-nm Ni particles," *Phys. Rev. B*, vol. 62, no. 21, 14252, pp. 1-7, Dec. 2000.
- [123] D. J. Sellmyer, C. P. Luo, M. L. Yan, and Y. Liu, "High-Anisotropy Nanocomposite Films for Magnetic Recording," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 4, pp. 1286-1291, July 2001.
- [124] V. A. Kalaev, Y. E. Kalinin, A. V. Sitnikov, and O. V. Stognei, "Magnetic permeability and magnetoresistance of amorphous ferromagnetic nanoparticles in dielectric matrix," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 324, July 2003.
- [125] C. S. Yoon, S. K. Lim, C. K. Kim, and Y. H. Kim, "Synthesis and properties of γ -Fe₂O₃ nanoparticles embedded in Polyimide," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 470, July 2003.
- [126] I. Gilbert et al., "Influence of size and shape on the magnetic properties of magh emite nanoparticles formed *in-situ* in a polymer matrix," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 625, Aug. 2003.
- [127] R. Naik et al., "Magnetic properties of Fe-oxide and (Fe, Co)-oxide nanoparticles synthesized in polystyrene resin matrix," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 627, Aug. 2003.
- [128] G. F. Hohl et al., "Superparamagnetic Fe clusters in Ag-Matrix produced by sputter-gas aggregation," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 66, p. 385, 1995.

- [129] Ph. Toneguzzo et al., "Observations of exchange resonance modes on submicrometer sized ferromagnetic particles," *J. Appl. Phys.*, vol. 81, no. 8, pp. 5546-5548, April 1997.
- [130] D. Mercier et al., "Magnetic resonance in spherical Co-Ni and Fe-Co-Ni particles," *Phys. Rev. B*, vol. 62, no. 1, pp. 532-544, July 2000.
- [131] A. Chevalier, "Etude expérimentale, élaboration et modélisation de matériaux composites à base de poudres magnétiques douces," *Thèse de Doctorat*, Université de Bretagne Occidentale, no. 601, 1998.
- [132] P. Talbot, A. M. Konn, and C. Brosseau, "Electromagnetic characterization of fine-scale particulate composite material," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 249, no. 3, pp. 481-485, Sept. 2002.
- [133] C. Brosseau, J. Ben Youssef, P. Talbot, and A. M. Konn, "Electromagnetic and magnetic properties of multicomponent metal oxides heterostructures: Nanometer versus micrometer-sized particles," *J. Appl. Phys.*, vol. 93, no. 11, pp. 9243-9256, June 2003.
- [134] D. Suess, T. Schrefl, J. Fidler, and V. Tsiantos, "Reversal Dynamics of Interacting Circular Nanomagnets," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 4, pp. 1960-1962, July 2001.
- [135] O. Gérardin, H. Le Gall, M. J. Donahue, and N. Vukadinovic, "Micromagnetic calculation of the high frequency dynamics of nano-size rectangular ferromagnetic stripes," *J. Appl. Phys.*, vol. 89, no. 11, pp. 7012-7014, June 2001.
- [136] D. Suess et al., "Micromagnetic Simulation of Antiferromagnetic/Ferromagnetic Structures," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 38, no. 5, pp. 2397-2399, Sept. 2002.
- [137] O. Iglesias and A. Labarta, "Shape and surface anisotropy effects on the hysteresis of ferrimagnetic nanoparticles," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 526, July 2003.
- [138] Informations disponibles à l'adresse Internet suivante : <http://www.3m-mega.com/>.
- [139] M. P. Sharrock, and R. E. Bodnar, "Magnetic materials for recording: An overview with special emphasis on particles (invited)," *J. Appl. Phys.*, vol. 57, p. 3919, 1985.
- [140] K. Woo, and H. J. Lee, "Synthesis and magnetism of hematite and maghemite nanoparticles," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 466, July 2003.
- [141] F. Carsughi et al., "Small angle neutron scattering study of interparticle magnetic correlations in a nanosized γ -Fe₂O₃ system," *Proceedings of the International Conference on Magnetism (ICM) - Roma*, p. 470, July 2003.
- [142] M. S. Wu et al., "Low loss epitaxial ZnO optical waveguides on sapphire by rf magnetron sputtering," *J. Appl. Phys.*, vol. 62, p. 2482, 1987.
- [143] H. Karzel et al., "Lattice dynamics and hyperfine interactions on ZnO and ZnSe at high external pressures," *Phys. Rev. B*, vol. 53, Issue 17, pp. 11425-11438, May 1996.

- [144] T. Yamamoto, T. Shiosaki, and A. Kawabata, "Characterization of ZnO piezoelectric films prepared by rf planar-magnetron sputtering," *J. Appl. Phys.*, vol. 51, p. 3113, 1980.
- [145] F. C. M. Van de Pol, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, vol. 69, p. 1959, 1990.
- [146] K. Eda, M. Inada, and M. Matsuoka, "Grain growth control in ZnO varistors using seed grains," *J. Appl. Phys.*, vol. 54, p. 1095, 1983.
- [147] Informations disponibles à l'adresse Internet suivante : <http://www.nanophase.com/>
- [148] A. Aharoni, "Exchange resonance modes in a ferromagnetic sphere," *J. Appl. Phys.*, vol. 69, no. 11, pp. 7762-7764, June 1991.
- [149] R. Pauthenet, "Théorie du magnétisme," *Extrait de la collection Techniques de l'Ingénieur*, D175, p. 19.
- [150] E. C. Stoner, E. P. Wohlfarth, "Mechanism of Magnetic Hysteresis in Heterogeneous Alloys," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 27, no. 4, pp. 3475-3519, 1948.
- [151] R. A. Craig, "Comments on "A New Edge-Mode Isolator in the Very High Frequency Range," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, pp. 76-77, Jan. 1977.
- [152] K. Araki, T. Koyama, and Y. Naito, "New Edge Guided Modes Devices," *IEEE MTT Symposium*, pp. 250-253, May 1975.
- [153] K. Araki, and Y. Naito, "Field Distribution of a New Type of E.G. Mode Isolator," *IEEE MTT Symposium*, pp. 254-256, June 1976.
- [154] K. Araki, T. Koyama, and Y. Naito, "Reflection Problems in a Ferrite Stripline," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 24, pp. 491-498, May 1976.
- [155] T. Noguchi, "New Edge-Guided Mode Isolator Using Ferromagnetic Resonance Absorption," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 25, no. 2, pp. 100-106, Feb. 1977.
- [156] R. C. Kane, and T. Wong, "An Edge-Guide Mode Microstrip Isolator with Transverse Slot Discontinuity," *IEEE MTT Symposium*, pp. 1007-1010, 1990.
- [157] A. H. Aly, and E. B. El-Sharawy, "Performances and Modeling of Saw Tooth Edge Mode Isolators," *IEEE MTT Symposium*, pp. 475-477, May 2001.
- [158] A. H. Aly, and E. B. El-Sharawy, "Modeling and Optimization of Parallel Line Edge Mode Microstrip Isolators," *IEEE MTT Symposium*, pp. 1479-1482, June 2002.
- [159] R. W. Klopfenstein, "A Transmission Line Taper of Improved Design," *Proc. IRE*, vol. 44, pp. 31-35, Jan. 1956.
- [160] K. Okubo, and M. Tsutsumi, "On the Thickness Effect of the Ferrite Substrate in the Microstrip Line," *APMC'93*, vol. 2, no. 10, pp. 13-16, 1993.

- [161] Y. C. Moon, J. R. Lee, S. W. Yun, and I. S. Chang, "A Broadband Planar Isolator Using Coupled Microstrip Lines on a Magnetized Gyrotropic Substrate," *Microwave Journal*, vol. 44, no. 11, pp. 90-102, Nov. 2001.
- [162] K. D. Sorge et al., "Oriented, Single Domain Fe Nanoparticles Layers in Single Crystal Yttria-Stabilized Zirconia," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 37, no. 4, pp. 2197-2199, July 2001.
- [163] M. I. Bichurin, V. M. Petrov, Y. V. Kiliba, and G. Srinivasan, "Magnetic and magnetoelectric susceptibilities of a ferroelectric/ferromagnetic composite at microwave frequencies," *Phys. Rev. B*, vol. 66, 134404, pp. 1-10, Oct. 2002.
- [164] J. H. Huang, W. S. Kuo, "The analysis of piezoelectric/piezomagnetic composite materials containing ellipsoidal inclusions," *J. Appl. Phys.*, vol. 81, no. 3, pp. 1378-1386, Feb. 1997.

VALORISATION DU TRAVAIL DE RECHERCHE

VALORISATION DU TRAVAIL DE RECHERCHE

PUBLICATIONS INTERNATIONALES DANS DES REVUES A COMITE DE LECTURE

S. MALLÉGOL, C. BROSSEAU, P. QUÉFFÉLEC, AND A. M. KONN, "Size dependence and field-induced magnetic anisotropy of granular nanophases. Application to microwave isolation," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, à paraître (2004).

S. MALLÉGOL, C. BROSSEAU, P. QUÉFFÉLEC, AND A. M. KONN, "Measurement of the permeability tensor in nanophases of granular metal oxides and field-induced magnetic anisotropy," *Phys. Rev. B*, vol. 68, 174422, Nov. 2003 (également parue dans *Virtual Journal of Nanoscale Science & Technology*, December 1, 2003, vol. 8, issue 22).

S. MALLÉGOL, P. QUÉFFÉLEC, M. LE FLOCH, AND P. GELIN, "Theoretical and Experimental Determination of the Permeability Tensor Components of Magnetized Ferrites at Microwave Frequencies," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 39, no. 4, pp. 2003-2008, July 2003.

S. MALLÉGOL, P. QUÉFFÉLEC, AND M. LE FLOCH, "Permeability tensor of magnetized ferrites at microwave frequencies: a comparison between theory and experiment," *J. Appl. Phys.*, vol. 90, no. 10, pp. 7471-7473, May 2003.

P. QUÉFFÉLEC, A. M. KONN, P. GELIN, AND S. MALLÉGOL, "Experimental demonstration of the non-reciprocity of magnetic composite materials for microwave applications," *J. Appl. Phys.*, vol. 90, no. 10, pp. 7474-7476, May 2003.

P. QUÉFFÉLEC, S. MALLÉGOL, AND M. LE FLOCH, "Automatic Measurement of Complex Tensorial Permeability of Magnetized Materials in a Wide Microwave Frequency Range," *IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. 50, no. 9, pp. 2128-2134, Sept. 2002.

CONFÉRENCES INTERNATIONALES

S. MALLÉGOL, C. BROSSEAU, P. QUÉFFÉLEC, A. M. KONN, "Electromagnetism and anisotropy of granular metal oxides nanophases," *International Conference on Magnetism 2003 (ICM)*, Roma, Italy, 27 July – 1st Aug. 2003.

S. MALLÉGOL, P. QUÉFFÉLEC, AND M. LE FLOCH, "Modeling and noniterative broadband measurements of the tensorial permeability of microwave magnetized ferrites," *47th international conference on Magnetism and Magnetic Materials (MMM)*, Tampa, Florida - USA, 11-15 Nov. 2002.

CONFERENCES NATIONALES

S. MALLEGOL, P. QUEFFELEC, C. BROSSEAU, "Mise en évidence et utilisation de l'anisotropie induite de composites nanostructurés aimantés pour la réalisation d'isolateurs hyperfréquences," *8^{èmes} Journées de Caractérisation Micro-Ondes et Matériaux (JCMM)* – La Rochelle, 31 Mars - 02 avril 2004 (élue meilleure communication de la conférence).

S. MALLEGOL, P. QUEFFELEC, C. BROSSEAU, A. M. KONN, "Etude de la faisabilité d'un isolateur hyperfréquence utilisant des matériaux nanocomposites magnétiques," *13^{èmes} Journées Nationales Micro-Ondes (JNM)* – 3D3, Lille - 21-23 mai 2003.

S. MALLEGOL, P. QUEFFELEC, M. LE FLOCH, "Caractérisation large bande de matériaux ferrimagnétiques dans un état quelconque d'aimantation," *7^{èmes} Journées de Caractérisation Micro-Ondes et Matériaux (JCMM)* - V.3, Toulouse - 20-22 Mars 2002.

S. MALLEGOL, P. QUEFFELEC, M. LE FLOCH, "Mesure " in situ " de la perméabilité complexe de matériaux magnétiques de forme rectangulaire," *7^{èmes} Journées de Caractérisation Micro-Ondes et Matériaux (JCMM)* - Toulouse - VII.5, 20-22 Mars 2002.

JOURNEES THEMATIQUES

S. MALLEGOL, C. BROSSEAU, P. QUEFFELEC, A. M. KONN, "Propriétés d'anisotropie induite de matériaux nanocomposites aimantés – Application à l'isolation hyperfréquence," *Journées européennes sur les OXydes pour applications MAGnétiques (JOXMAG 2003)*- Abbaye Royale de FONTEVRAUD, 26-28 mars 2003.

P. QUEFFELEC, E. SALAHUN, G. TANNE, P. GELIN, V. LE HOUE, S. MALLEGOL, "Matériaux Accordables pour Dispositifs Micro-ondes Agiles en Fréquences," *Journée Scientifique DGA/SREA*, 7 Novembre 2001.

BREVET D'INVENTION

P. QUEFFELEC, S. MALLEGOL, "Dispositif de mesure large bande des éléments du tenseur de perméabilité des matériaux ferrimagnétiques dans un état quelconque d'aimantation," *Brevet d'invention en France*, n° 01 04204, date de dépôt 29 mars 2001.

PARTICIPATION A DES CONTRATS DE RECHERCHE

P. QUEFFELEC, S. MALLEGOL, M. ADOUS, "Mise en évidence des potentialités de ferrocomposites pour la réalisation de dispositifs hyperfréquences non réciproques," *Contrat CEA/LR4600052550/CV*, Mars 2003.

P. QUEFFELEC, S. MALLEGOL, D. ROZUEL, P. LAURENT, "Mesures mono fréquences des propriétés hyperfréquences de diélectriques en cavités cylindriques," *Contrat LEST/CELLWAVE*, Février 2002.

ANNEXES

ANNEXE 1 :

**DIMENSIONS GEOMETRIQUES DE LA CELLULE
DE CARACTERISATION HYPERFREQUENCE**

ANNEXE 1 : DIMENSIONS GEOMETRIQUES DE LA CELLULE DE CARACTERISATION HYPERFREQUENCE

La figure A₁.1 résume les dimensions géométriques principales de la cellule de type triplaque asymétrique permettant de mesurer le tenseur de perméabilité hyperfréquence des milieux aimantés :

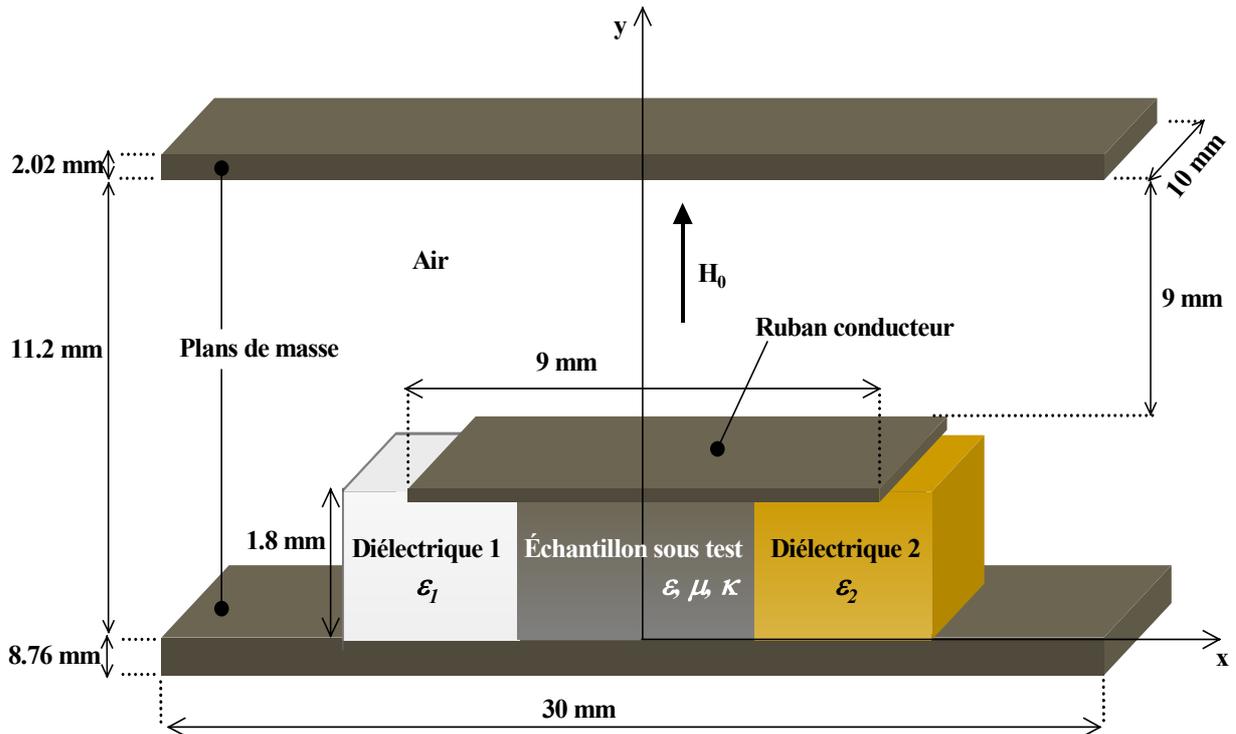


Fig. A₁. 1 : Dimensions géométriques de la cellule triplaque asymétrique.

ANNEXE 2 :

**CONSTANTES DE PROPAGATION γ^+ ET γ^- DANS
L'APPROXIMATION QUASI-TEM**

ANNEXE 2 : CONSTANTES DE PROPAGATION γ^+ et γ^- DANS L'APPROXIMATION QUASI-TEM

I. EXPRESSION DES CONSTANTES DE PROPAGATION

Soit une ligne de transmission constituée de deux conducteurs plans métalliques et contenant un matériau magnétique aimanté, entouré par deux milieux diélectriques de constantes diélectriques (ϵ_1) et (ϵ_2) données (Fig. A₂. 1).

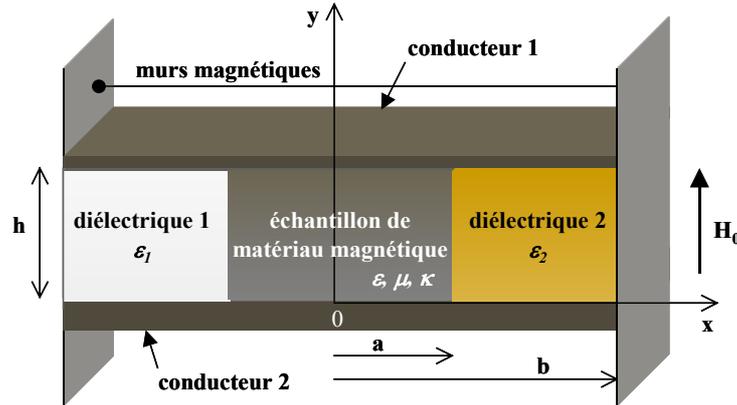


Fig. A₂. 1 : Ligne de transmission formée de deux conducteurs plans métalliques, chargée par des échantillons de matériaux magnétique et diélectriques.

La section infinitésimale d'une telle ligne, selon la direction z de propagation, peut être schématisée par le circuit de la figure suivante :

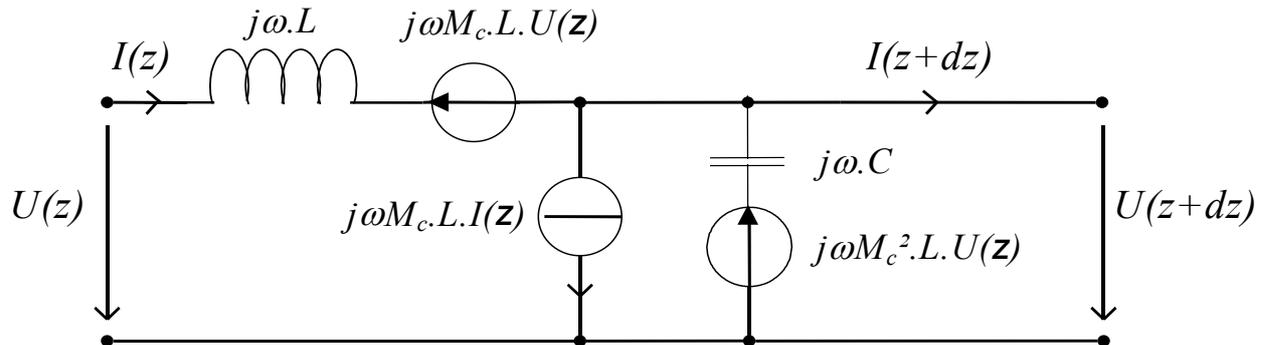


Fig. A₂. 2 : Schéma du circuit équivalent d'une section infinitésimale (dz) de la ligne de transmission précédente.

Le comportement non réciproque de la ligne de transmission, lié aux déplacements de champs dans celle-ci et à l'anisotropie induite de l'échantillon de matériau aimanté, est pris en compte par les sources de tension et de courant additionnelles à la représentation (LC) classique des lignes réciproques. Pour cela, un paramètre de ligne magnéto-électrique est adjoint : **la memductance caractéristique M_c** par unité de longueur (p.u.l) [89]-[91]. Il traduit le couplage entre les propriétés électriques et magnétiques de la section de la ligne chargée des matériaux et a la dimension d'une charge divisée par un flux magnétique ($C.Wb^{-1}$). L et C désignent l'inductance et la capacité p.u.l de longueur de la ligne. ω représente la fréquence angulaire du signal se propageant dans cette dernière.

Les lois de Kirchhoff appliquées au circuit (Fig. A₂. 2) conduisent aux relations tension (U)-courant (I) ci-dessous. U et I sont supposés avoir une évolution longitudinale en $\exp(-j\gamma z)$; γ étant la constante de propagation complexe de la ligne chargée, selon l'axe z.

$$\frac{dU(z)}{dz} = -j\omega \cdot (LI(z) + M_c LU(z)) \quad (\text{Eq. A}_2. 1)$$

$$\frac{dI(z)}{dz} = -j\omega \cdot [(C + M_c^2 L) \cdot U(z) + M_c LI(z)] \quad (\text{Eq. A}_2. 2)$$

En dérivant (Eq. A₂. 1) une nouvelle fois par rapport à z et en tenant compte de la relation (Eq. A₂. 2), il vient :

$$\frac{d^2U(z)}{dz^2} + 2j\omega M_c \cdot L \frac{dU(z)}{dz} + \omega^2 LC U(z) = 0 \quad (\text{Eq. A}_2. 3)$$

Nous aboutissons alors à la relation de dispersion recherchée, sous la forme d'une équation du second degré en γ :

$$\gamma^2 - 2\omega M_c \cdot L \gamma - \omega^2 \cdot LC = 0 \quad (\text{Eq. A}_2. 4)$$

La résolution de cette équation conduit aux constantes de propagation γ^+ et γ^- , respectivement, selon le sens progressif et rétrograde de propagation du mode fondamental dans la ligne de transmission non réciproque [89]-[91] :

$$\begin{cases} \gamma^+ = \omega \left(M_c \cdot L + \sqrt{M_c^2 L^2 + LC} \right) \\ \gamma^- = \omega \left(M_c \cdot L - \sqrt{M_c^2 L^2 + LC} \right) \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_2. 5)$$

II. UTILISATION DE L'APPROXIMATION QUASI-TEM POUR CALCULER C, L ET M_c

La capacité (C), l'inductance (L) et la memductance caractéristique (M_c) linéiques apparaissant dans le système précédent sont calculées dans une approximation quasi-TEM, en supposant donc que les composantes longitudinales des champs électrique (E) et magnétique (H) de la ligne de transmission sont négligeables.

La capacité (C) est tout d'abord exprimée comme étant celle équivalente à trois capacités en parallèle, qui traduisent les propriétés électriques respectives des milieux diélectrique 1, magnétique et diélectrique 2 [89],[91] :

$$C = \frac{\varepsilon_0 (\varepsilon_1 + \varepsilon_2) \cdot (b - a) + 2a\varepsilon_0\varepsilon}{h} \quad (\text{Eq. A}_2. 6)$$

Pour déterminer l'inductance linéique (L), une première étape consiste à calculer l'induction magnétique à partir des expressions des champs magnétiques dans le matériau aimanté, en négligeant les variations transverses des champs selon y (Fig. A₂. 1) ; ces derniers ayant un caractère quasi-TEM

($H_z \approx 0$). Ensuite, le flux magnétique quasi-statique total p.u.l de la ligne (Φ) est exprimé en fonction de l'induction magnétique et du courant (I) traversant la ligne. L est alors telle que [91] :

$$L = \frac{\Phi}{I} = \frac{h\mu_0}{2} \frac{\mu(\omega)}{(b-a) \cdot \mu(\omega) + a} \quad (\text{Eq. A}_2. 7)$$

La memductance caractéristique (M_c) de la ligne est obtenue à partir du calcul initial de la composante du champ électrique transverse suivant l'axe des y (E_y). Pour cela, la relation de Maxwell-Faraday est utilisée. Elle permet de lier (E_y) à l'induction magnétique selon z , toujours dans l'hypothèse quasi-TEM ($H_z \approx 0$). L'existence d'une composante E_y non nulle va engendrer une charge électrique p.u.l (λ) au niveau des deux conducteurs métalliques en regard (Fig. A₂. 1). M_c est alors le rapport de la charge (λ) sur le flux magnétique (Φ) [91] :

$$M_c = \frac{\lambda}{\Phi} = \frac{\varepsilon_0 (\varepsilon_1 - \varepsilon_2) \cdot a(b-a)}{h} \frac{\omega \cdot \kappa(\omega)}{\mu(\omega)} \quad (\text{Eq. A}_2. 8)$$

Les paramètres de ligne (C , L , M_c) sont donc directement reliés aux dimensions géométriques (a , b , h) de la ligne de transmission (Fig. A₁. 1) et aux propriétés électromagnétiques des milieux qu'elle contient (permittivités ε_1 et ε_2 des diélectriques, permittivité ε du matériau magnétique, ainsi que les termes complexes μ , κ de son tenseur de perméabilité). De par les relations (Eq. A₂. 5), il en est de même pour les constantes de propagation (γ^+ , γ^-) le long de la ligne non réciproque.

Afin de pouvoir aisément comparer en fréquence leurs amplitudes, nous avons choisi de considérer des parties réelles (β^\pm) de (γ^\pm) toutes deux positives et des parties imaginaires (α^\pm) correspondantes négatives. De fait, les constantes de propagation ($\gamma^+ = \beta^+ + j\alpha^+$) et ($\gamma^- = \beta^- + j\alpha^-$) sont données par :

$$\begin{cases} \gamma^+ = \omega \left(\sqrt{M_c^2 L^2 + LC} + M_c \cdot L \right) \\ \gamma^- = \omega \left(\sqrt{M_c^2 L^2 + LC} - M_c \cdot L \right) \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_2. 9)$$

Notons enfin que les impédances caractéristiques complexes Z^+ et Z^- de la ligne non réciproque, pour une onde se propageant progressivement et de façon rétrograde, sont accessibles à partir des relations ci-dessus. En tenant compte des équations (Eq. A₂. 9), la tension (U) et le courant (I) de la ligne peuvent s'écrire sous la forme générale [87] :

$$U(z) = U^+ e^{-j\gamma^+ z} + U^- e^{+j\gamma^- z} \quad \text{et} \quad I(z) = I^+ e^{-j\gamma^+ z} + I^- e^{+j\gamma^- z} \quad (\text{Eq. A}_2. 10)$$

En insérant les expressions de U et I précédentes dans (Eq. A₂. 1), Z^+ et Z^- sont telles que :

$$Z^+ = \frac{U^+}{I^+} = \frac{\omega L}{\gamma^+ - \omega M_c L} \quad \text{et} \quad Z^- = -\frac{U^-}{I^-} = \frac{\omega L}{\gamma^- + \omega M_c L} \quad (\text{Eq. A}_2. 11)$$

ANNEXE 3 :

**DETERMINATION DES ELEMENTS (μ , κ , ε) DE
L'ECHANTILLON DE MATERIAU SOUS TEST**

ANNEXE 3 : DETERMINATION DES ELEMENTS (μ , κ , ε) DE L'ECHANTILLON DE MATERIAU SOUS TEST

Le but de cette annexe est de décrire les étapes permettant d'exprimer analytiquement la permittivité relative (ε) et les composantes (μ , κ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon de matériau à caractériser, en fonction des paramètres S mesurés de la région chargée de la cellule de test.

I. OBTENTION DES PARAMETRES S THEORIQUES : LE PROBLEME DIRECT

Afin de calculer les paramètres S théoriques de la région de la cellule contenant les milieux diélectriques et magnétique, une première étape consiste à déterminer la matrice d'onde [C] de celle-ci. Cette matrice est calculée en faisant le produit matriciel de trois matrices d'onde représentant, respectivement, la discontinuité entre les portions vide et chargée de la cellule, la propagation le long de la portion de ligne contenant l'échantillon à tester (longueur d) et la discontinuité entre les portions chargée et vide (Fig. A3. 1). Pour cela, les champs électrique (E) et magnétique (H) selon l'axe z de propagation sont, en premier lieu, exprimés dans chaque région de la cellule, en supposant qu'ils ont une dépendance en $\exp(-j\gamma_0 z)$ dans les régions vides et en $\exp(-j\gamma^\pm z)$ et $\exp(+j\gamma^\pm z)$ dans la région chargée de la cellule. γ_0 désigne la constante de propagation dans le vide. Une dépendance temporelle en $\exp(+j\omega t)$ des champs électromagnétiques est également prise en compte.

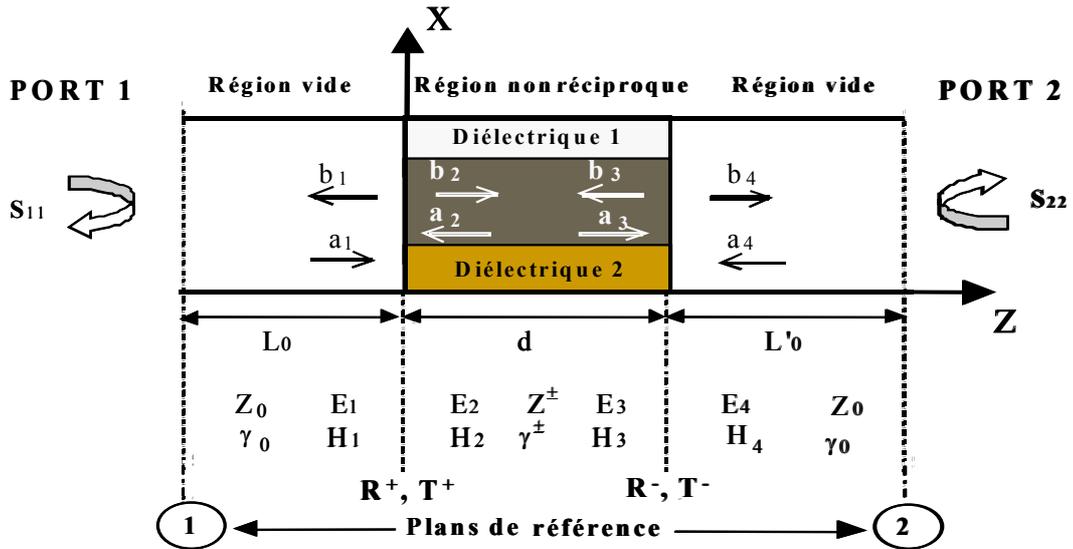


Fig. A3. 1 : Discontinuités de la cellule de mesure en charge selon l'axe z de propagation.

Les champs électrique et magnétique dans la première région vide la cellule sont de la forme:

$$\begin{cases} E_1 = a_1 e^{-j\gamma_0 z} + b_1 e^{+j\gamma_0 z} \\ H_1 = \frac{1}{Z_0} (a_1 e^{-j\gamma_0 z} - b_1 e^{+j\gamma_0 z}) \end{cases} \quad (\text{Eq. A3. 1})$$

où Z_0 est l'impédance caractéristique de la ligne vide ($Z_0 = 50 \Omega$).

Pour la région chargée de la cellule, nous avons :

$$\begin{cases} E_2 = b_2 e^{-j\gamma^+ z} + a_2 e^{+j\gamma^- z} \\ H_2 = \frac{b_2}{Z^+} e^{-j\gamma^+ z} - \frac{a_2}{Z^-} e^{+j\gamma^- z} \end{cases} \text{ et } \begin{cases} E_3 = a_3 e^{-j\gamma^+(z-d)} + b_3 e^{+j\gamma^-(z-d)} \\ H_3 = \frac{a_3}{Z^+} e^{-j\gamma^+(z-d)} - \frac{b_3}{Z^-} e^{+j\gamma^-(z-d)} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 2)$$

Z^+ et Z^- étant les impédances caractéristiques déterminées en annexe 2 (Eq. A₂. 11). La dimension d représente la longueur des échantillons diélectriques et magnétique.

Pour la seconde région vide de la cellule, les champs (E) et (H) s'expriment par :

$$\begin{cases} E_4 = b_4 e^{-j\gamma_0(z-d)} + a_4 e^{+j\gamma_0(z-d)} \\ H_4 = \frac{1}{Z_0} (b_4 e^{-j\gamma_0(z-d)} - a_4 e^{+j\gamma_0(z-d)}) \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 3)$$

Afin de déterminer les différents termes a_i et b_i ($i = 1$ à 4) apparaissant dans les relations précédentes, les conditions de continuité des champs (E) et (H) à l'interface de chaque région (en $z = 0$ et $z = d$, Fig. A₃. 1) sont mises à profit.

En $z = 0$, une telle condition de continuité s'exprime par :

$$\begin{cases} E_1 = E_2 \\ H_1 = H_2 \end{cases} \text{ soit } \begin{cases} a_1 + b_1 = a_2 + b_2 \\ \frac{1}{Z_0} (a_1 - b_1) = \frac{b_2}{Z^+} - \frac{a_2}{Z^-} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 4)$$

A partir de ces systèmes d'équations, les termes a_1 et b_1 s'expriment en fonction de a_2 et b_2 :

$$\begin{bmatrix} a_1 \\ b_1 \end{bmatrix} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 1 + \frac{Z_0}{Z^+} & 1 - \frac{Z_0}{Z^-} \\ 1 - \frac{Z_0}{Z^+} & 1 + \frac{Z_0}{Z^-} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} b_2 \\ a_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{1 + R^+} & \frac{R^-}{1 + R^-} \\ \frac{R^+}{1 + R^+} & \frac{1}{1 + R^-} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} b_2 \\ a_2 \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. A}_3. 5)$$

en ayant posé :

$$R^+ = \frac{Z^+ - Z_0}{Z^+ + Z_0} \text{ et } R^- = \frac{Z^- - Z_0}{Z^- + Z_0} \quad (\text{Eq. A}_3. 6)$$

Ces coefficients traduisent la réflexion de l'onde électromagnétique progressive (R^+) et rétrograde (R^-) au niveau des discontinuités régions vides-région chargée de la cellule de test (Fig. A₃. 1).

De la même manière, en exploitant la condition de continuité des champs E_3 , E_4 et H_3 , H_4 en $z = d$, nous obtenons :

$$\begin{bmatrix} a_3 \\ b_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{2}{1-R^-} \frac{1}{1+\frac{Z^-}{Z^+}} & -\frac{2R^-}{1-R^-} \frac{1}{1+\frac{Z^-}{Z^+}} \\ -\frac{2R^+}{1-R^+} \frac{1}{1+\frac{Z^+}{Z^-}} & \frac{2}{1-R^+} \frac{1}{1+\frac{Z^+}{Z^-}} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} b_4 \\ a_4 \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. A}_3. 7)$$

En tenant compte de la propagation dans la région chargée et en appliquant une nouvelle fois la condition de continuité des champs (E) et (H) à l'intérieur de celle-ci ($E_2 = E_3$ et $H_2 = H_3$), la matrice d'onde du milieu matériel est accessible :

$$\begin{bmatrix} b_2 \\ a_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} e^{j\gamma^+ d} & 0 \\ 0 & e^{-j\gamma^- d} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} a_3 \\ b_3 \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. A}_3. 8)$$

Finalement, la matrice d'onde globale [C] de la région chargée de la structure de propagation est obtenue par le produit des trois matrices présentes dans les relations (Eqs. A₃. 5, A₃. 7 et A₃. 8) :

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} \\ C_{21} & C_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{1+R^+} & \frac{R^-}{1+R^-} \\ \frac{R^+}{1+R^+} & \frac{1}{1+R^-} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} e^{+j\gamma^+ d} & 0 \\ 0 & e^{-j\gamma^- d} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \frac{2}{1-R^-} \frac{1}{1+\frac{Z^-}{Z^+}} & -\frac{2R^-}{1-R^-} \frac{1}{1+\frac{Z^-}{Z^+}} \\ \frac{2R^+}{1-R^+} \frac{1}{1+\frac{Z^+}{Z^-}} & \frac{2}{1-R^+} \frac{1}{1+\frac{Z^+}{Z^-}} \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. A}_3. 9)$$

La matrice de répartition [S] correspondante est obtenue en utilisant les relations suivantes, qui lient ses éléments à ceux d'une matrice chaîne :

$$[S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \text{ avec } \begin{cases} S_{11} = \frac{C_{21}}{C_{11}} & S_{12} = C_{22} - \frac{C_{12}C_{21}}{C_{11}} \\ S_{21} = \frac{1}{C_{11}} & S_{22} = -\frac{C_{12}}{C_{11}} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 10)$$

En considérant les éléments de la matrice d'onde globale [C] (Eq. A₃. 9) et les expressions ci-dessus, nous aboutissons aux différentes composantes de la matrice [S].

$$\begin{cases} S_{11} = \frac{R^+(1-T^+T^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} & S_{12} = \frac{T^-(1-R^+R^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} \\ S_{21} = \frac{T^+(1-R^+R^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} & S_{22} = \frac{R^-(1-T^+T^-)}{1-R^+R^-T^+T^-} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 11)$$

Les termes T^+ et T^- représentent la transmission des ondes progressive et rétrograde aux discontinuités régions vides-région chargée de la cellule (Fig. A₃. 1) :

$$T^+ = \exp(-j\gamma^+ \cdot d) \text{ et } T^- = \exp(-j\gamma^- \cdot d) \quad (\text{Eq. A}_3. 12)$$

III. INVERSION DU PROBLEME

1 DETERMINATION DES CONSTANTES DE PROPAGATION (γ^+ , γ^-) EN FONCTION DES PARAMETRES S

Dans un premier temps, les constantes de propagation (γ^+ , γ^-) de la région chargée de la structure de propagation sont calculées en fonction de ses paramètres S. Pour cela, nous exprimons d'abord les coefficients de transmission T^+ et T^- à partir des relations (Eq. A₃. 11) :

$$\begin{cases} T^+ = \frac{S_{21}}{1 - R^+ S_{22}} \\ T^- = \frac{S_{12}}{1 - R^+ S_{22}} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 13)$$

où le coefficient de réflexion (R^+) est obtenu à partir des paramètres S de la région contenant les milieux matériels (Eq. A₃. 11) par la résolution de l'équation du second degré suivante :

$$S_{22} (R^+)^2 - (S_{11} S_{22} - S_{12} S_{21} + 1) R^+ + S_{11} = 0 \quad (\text{Eq. A}_3. 14)$$

Cette équation conduit à l'expression de (R^+) telle que :

$$R^+ = K_1 \pm \sqrt{K_1^2 - \frac{S_{11}}{S_{22}}} \quad \text{avec} \quad K_1 = \frac{S_{11} S_{22} - S_{12} S_{21} + 1}{2 S_{22}} \quad (\text{Eq. A}_3. 15)$$

Le signe \pm est choisi de telle sorte que le module de (R^+) soit inférieur ou égal à 1.

D'après les relations (Eqs. A₃. 12, A₃. 13 et A₃. 15), les constantes de propagation (γ^+ , γ^-) sont déduites des paramètres S de la portion avec matériaux de la cellule :

$$\begin{cases} \gamma^+ = \frac{j}{d} \cdot \ln \left(\frac{S_{21}}{1 - R^+ S_{22}} \right) \\ \gamma^- = \frac{j}{d} \cdot \ln \left(\frac{S_{12}}{1 - R^+ S_{22}} \right) \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_3. 16)$$

2 CALCUL DES ELEMENTS (μ , κ , ε) DU MATERIAU SOUS TEST

En insérant la relation (Eq. A₂. 11, annexe 2) donnant l'impédance caractéristique (Z^+) de la section chargée de la cellule dans la relation (Eq. A₃. 6), il vient :

$$R^+ = \frac{\omega L - Z_o (\gamma^+ - \omega M_c L)}{\omega L + Z_o (\gamma^+ - \omega M_c L)} \quad (\text{Eq. A}_3. 17)$$

avec, d'après les expressions des constantes de propagation (γ^+ , γ^-) (annexe 2, Eq. A₂. 9) :

$$\omega \cdot M_c L = \frac{\gamma^+ - \gamma^-}{2} \quad (\text{Eq. A}_3. 18)$$

A partir de l'expression de l'inductance linéique (L) (annexe 2, Eq. A₂. 7) et des relations ci-avant (Eqs. A₃. 17 et A₃. 18), le terme diagonal (μ) du tenseur de perméabilité de l'échantillon de matériau à tester est tel que :

$$\mu(\omega) = \frac{a \cdot Z_0 \cdot (\gamma^+ + \gamma^-) (1 + R^+)}{h \mu_0 \omega (1 - R^+) - (b - a) \cdot Z_0 \cdot (\gamma^+ + \gamma^-) (1 + R^+)} \quad (\text{Eq. A}_3. 19)$$

Ainsi, en insérant dans cette expression celles de R^+ (Eq. A₃. 15) et γ^\pm (Eq. A₃. 16), l'élément (μ) est directement déterminé à partir des paramètres S mesurés de la section en charge de la cellule de mesure.

Étant donnée la relation (Eq. A₃. 18) et celles de l'inductance (L) et de la memductance caractéristique (Mc) linéiques (annexe 2, Eqs. A₂. 7 et A₂. 8), le terme extra-diagonal (κ) du tenseur de perméabilité du milieu sous test est donné par :

$$\kappa(\omega) = \frac{[(b - a) \cdot \mu(\omega) + a] \cdot (\gamma^+ - \gamma^-)}{\mu_0 \varepsilon_0 \omega^2 (\varepsilon_1 - \varepsilon_2) \cdot a (b - a)} \quad (\text{Eq. A}_3. 20)$$

Celui-ci peut alors être aisément exprimé en fonction de la fréquence, après avoir déterminé les valeurs mesurées de (μ).

Enfin, pour aboutir à la relation donnant la permittivité (ε) du matériau à caractériser, nous utilisons tout d'abord la relation suivante déduite des expressions des constantes de propagation γ^+ et γ^- (annexe 2, Eq. A₂. 9) :

$$L.C = \frac{\gamma^+ \cdot \gamma^-}{\omega^2} \quad (\text{Eq. A}_3. 21)$$

En introduisant dans cette relation les expressions de la capacité (C) et de l'inductance (L) linéiques (annexe 2, Eqs. A₂. 6 et A₂. 7), il vient :

$$\varepsilon(\omega) = \frac{[a + (b - a) \cdot \mu(\omega)] \gamma^+ \cdot \gamma^-}{a \mu_0 \varepsilon_0 \mu(\omega) \omega^2} - \frac{(b - a) \cdot (\varepsilon_1 + \varepsilon_2)}{2a} \quad (\text{Eq. A}_3. 22)$$

ANNEXE 4 :

CALCUL DE LA RELATION DE DISPERSION DYNAMIQUE DE LA CELLULE DE MESURE EN LIGNE DE TRANSMISSION

ANNEXE 4 : CALCUL DE LA RELATION DE DISPERSION DYNAMIQUE DE LA CELLULE DE MESURE EN LIGNE DE TRANSMISSION

La section transverse de la cellule de test considérée est représentée schématiquement à la figure A4. 1.

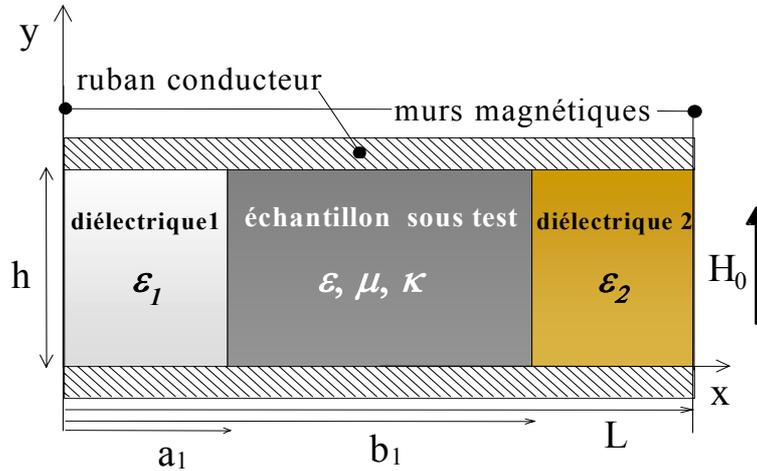


Fig. A4. 1 : Section transverse de la cellule de test chargée par les milieux diélectriques et magnétique.

Comme illustré, la dimensions a_1 désigne la largeur de l'échantillon diélectrique de faible permittivité relative (ϵ_1). La dimension b_1 désigne cette largeur additionnée à celle de l'échantillon de matériau magnétique sous test (permittivité relative (ϵ) et éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité). Enfin, la dimension L correspond à la largeur du ruban conducteur de la cellule. L'hypothèse de murs magnétiques aux extrémités du ruban conducteur est effectuée. En outre, nous supposons, comme mentionné au chapitre II (Fig. II. 9), qu'un mode fondamental TE se propage ; aucun mode Transverse Magnétique n'étant propagé. Ceci est valable tant que la distance (h) séparant le ruban conducteur du plan de masse inférieur de la cellule est faible devant la demi-longueur d'onde guidée [27].

I. CHAMPS ELECTROMAGNETIQUES DANS CHAQUE REGION DE LA CELLULE

1 POUR LE MILIEU MAGNETIQUE ($A_1 \leq X \leq B_1$)

L'équation de Helmholtz pour le champ magnétique hyperfréquence (H) dans le milieu magnétique s'écrit comme suit :

$$\Delta \vec{H} - \text{grad} (\text{div} \vec{H}) + \omega^2 \epsilon_0 \epsilon \mu_0 \vec{\mu} \vec{H} = \vec{0} \quad (\text{Eq. A4. 1})$$

↔
 $\vec{\mu}$ désignant le tenseur de perméabilité pour un champ magnétique extérieur (H_0) appliqué selon la direction y du repère cartésien :

$$\vec{\mu} = \mu_0 \begin{pmatrix} \mu & 0 & j\kappa \\ 0 & \mu_y & 0 \\ -j\kappa & 0 & \mu \end{pmatrix} \text{ avec } \begin{cases} \mu = \mu' - j\mu'' \\ \kappa = \kappa' - j\kappa'' \\ \mu_y = \mu'_y - j\mu''_y \end{cases} \quad (\text{Eq. A4. 2})$$

En considérant une évolution temporelle en $\exp(+j\omega t)$ des champs hyperfréquences dans la structure de propagation, l'expression générale de la solution de l'équation (Eq. A4. 1) est telle que :

$$\begin{pmatrix} H_x \\ H_y \\ H_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} H_{m_x} \\ H_{m_y} \\ H_{m_z} \end{pmatrix} \exp(-j(k_x x + k_y y + \gamma z)) \quad (\text{Eq. A4. 3})$$

où k_x , k_y et γ sont les constantes de propagation, respectivement, selon les directions x , y et z du repère cartésien.

Le plan (xoz) est un plan de court circuit électrique dans toute la structure de propagation ; cette dernière étant excitée par un mode TE. Seul ce mode se propage alors dans le milieu magnétique. En appliquant les conditions de continuité des champs électrique (E) et magnétique (H) en ($y = 0$) et ($y = h$), il vient :

$$\begin{pmatrix} E_x \\ E_z \\ H_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} E_{m_x} \\ E_{m_z} \\ H_{m_y} \end{pmatrix} \sin(k_y y) \exp(-j(k_x x + \gamma z)) \quad \text{et} \quad \begin{pmatrix} H_x \\ H_z \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} H_{m_x} \\ H_{m_z} \\ E_{m_y} \end{pmatrix} \cos(k_y y) \exp(-j(k_x x + \gamma z)) \quad (\text{Eq. A4. 4})$$

Le mode TE étant indépendant de la variable y ($k_y = 0$), ces expressions deviennent :

$$\begin{pmatrix} E_x \\ E_z \\ H_y \end{pmatrix} = 0 \quad \text{et} \quad \begin{pmatrix} H_x \\ H_z \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} H_{m_x} \\ H_{m_z} \\ E_{m_y} \end{pmatrix} \exp(-j(k_x x + \gamma z)) \quad (\text{Eq. A4. 5})$$

En injectant ces relations dans l'équation (Eq. A4. 1), nous aboutissons à la relation de dispersion dans le milieu magnétique :

$$k_x^2 = k_m^2 \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} - \gamma^2 \quad \text{avec} \quad k_m^2 = \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon \quad (\text{Eq. A4. 6})$$

La résolution de cette équation du second degré conduit donc à deux nombres d'onde ($+k_x$) et ($-k_x$) selon la direction x du repère cartésien. Les expressions des champs électrique (E) et magnétique (H) hyperfréquences dans le milieu magnétique sont alors exprimées par :

$$\begin{cases} H_x = [C H_{m_x}^+ \exp(-jk_x x) + D H_{m_x}^- \exp(+jk_x x)] \exp(-j\gamma z) \\ H_z = [C H_{m_z}^+ \exp(-jk_x x) + D H_{m_z}^- \exp(+jk_x x)] \exp(-j\gamma z) \\ E_y = [C E_{m_y}^+ \exp(-jk_x x) + D E_{m_y}^- \exp(+jk_x x)] \exp(-j\gamma z) \end{cases} \quad (\text{Eq. A4. 7})$$

avec, pour le nombre d'onde ($+k_x$),

pour le nombre d'onde ($-k_x$) :

$$\begin{cases} H_{m_x}^+ = j\kappa k_m^2 - \gamma k_x \\ H_{m_z}^+ = \mu k_m^2 - \gamma^2 \\ E_{m_y}^+ = \omega \mu_o (k_x \mu - j\kappa \gamma) \end{cases} \quad \begin{cases} H_{m_x}^- = j\kappa k_m^2 + \gamma k_x \\ H_{m_z}^- = \mu k_m^2 - \gamma^2 = H_{m_z}^+ \\ E_{m_y}^- = -\omega \mu_o (k_x \mu + j\kappa \gamma) \end{cases} \quad (\text{Eq. A4. 8})$$

Les termes C et D intervenant dans les expressions (Eq. A4. 7) désignent des constantes d'intégration.

2 POUR LES MILIEUX DIELECTRIQUES 1 ($0 \leq x \leq a_1$) ET 2 ($b_1 \leq x \leq L$)

Une étude similaire conduit aux expressions suivantes des champs électromagnétiques dans les milieux diélectriques 1 et 2, de permittivités relatives respectives (ϵ_1) et (ϵ_2). Pour cela, nous mettons tout d'abord à profit l'hypothèse de murs magnétiques aux bords du ruban conducteur de la structure (en $x = 0$ et $x = L$, Fig. A4. 1). Celle-ci se traduit par une composante nulle du champ magnétique hyperfréquence selon la direction z du repère cartésien ($H_{1z} = 0$ en $x = 0$ et $H_{2z} = 0$ en $x = L$) [27],[160]. En utilisant cette hypothèse, ainsi que la condition de continuité des composantes transversales des champs sur chaque interface de la structure de propagation (en $x = a_1$ et $x = b_1$), les expressions des champs hyperfréquences dans les échantillons diélectriques 1 et 2 sont :

$$\begin{cases} H_{1x} = 2A_1 \frac{\gamma}{\gamma_1} \cos(\gamma_1 x) \exp(-j\gamma z) \\ H_{1z} = 2jA_1 \sin(\gamma_1 x) \exp(-j\gamma z) \\ E_{1y} = -2A_1 \frac{\omega\mu_0}{\gamma_1} \cos(\gamma_1 x) \exp(-j\gamma z) \end{cases} \text{ et } \begin{pmatrix} E_{1x} \\ E_{1z} \\ H_{1y} \end{pmatrix} = 0 \text{ pour le diélectrique 1} \quad (\text{Eq. A4. 9})$$

$$\begin{cases} H_{2x} = 2A_2 \frac{\gamma}{\gamma_2} \cos(\gamma_2 (x-L)) \exp(-j\gamma z) \\ H_{2z} = 2jA_2 \sin(\gamma_2 (x-L)) \exp(-j\gamma z) \\ E_{2y} = -2A_2 \frac{\omega\mu_0}{\gamma_2} \cos(\gamma_2 (x-L)) \exp(-j\gamma z) \end{cases} \text{ et } \begin{pmatrix} E_{2x} \\ E_{2z} \\ H_{2y} \end{pmatrix} = 0 \text{ pour le diélectrique 2} \quad (\text{Eq. A4. 10})$$

avec $\gamma_1^2 = k_1^2 - \gamma^2$, $k_1^2 = \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon_1$, $\gamma_2^2 = k_2^2 - \gamma^2$, $k_2^2 = \omega^2 \epsilon_0 \mu_0 \epsilon_2$. Les termes A_1 et A_2 sont également des constantes d'intégration.

II. OBTENTION DE LA RELATION DE DISPERSION

Les expressions des champs électromagnétiques dans les différentes régions de la structure de propagation étant connues, l'utilisation des conditions de continuité des composantes transversales de ceux-ci aux interfaces diélectrique 1-échantillon sous test et échantillon sous test-diélectrique 2 (Fig. A4. 1) va nous permettre d'aboutir à un système de quatre équations à quatre inconnues à partir duquel la constante de propagation du mode de propagation fondamental sera déterminée.

D'après les systèmes d'équations (Eq. A4. 7), (Eq. A4. 9) et (Eq. A4. 10) ci dessus, un système de quatre équations à quatre inconnues (A_1 , A_2 , C et D) est bien obtenu. Celui-ci peut s'exprimer sous une forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} 2 \frac{\omega\mu_0}{\gamma_1} \cos(\gamma_1 a_1) & 0 & Em_y^+ \exp(-jk_x a_1) & Em_y^- \exp(jk_x a_1) \\ -2j \sin(\gamma_1 a_1) & 0 & Hm_z^+ \exp(-jk_x a_1) & Hm_z^- \exp(jk_x a_1) \\ 0 & 2 \frac{\omega\mu_0}{\gamma_2} \cos(\gamma_2 e) & Em_y^+ \exp(-jk_x b_1) & Em_y^- \exp(jk_x b_1) \\ 0 & -2j \sin(\gamma_2 e) & Hm_z^+ \exp(-jk_x b_1) & Hm_z^- \exp(jk_x b_1) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \\ C \\ D \end{bmatrix} = 0 \quad (\text{Eq. A4. 11})$$

en ayant posé $e = b_1 - L$.

La relation de dispersion recherchée, liant la constante de propagation (γ) du mode fondamental à la pulsation angulaire (ω) et aux différents paramètres géométriques et électromagnétiques de la structure de propagation, est finalement déterminée par l'annulation du déterminant de la matrice d'ordre 4 ci avant :

$$T \left[(\mu^2 - \kappa^2) T_1 T_2 - \kappa \gamma (T_1 + T_2) + H m_z \right] - k_x \mu (T_1 - T_2) = 0 \quad (\text{Eq. A4. 12})$$

avec :

$$T = \tan(k_x g)$$

$$T_1 = -\gamma_1 \tan(\gamma_1 a_1)$$

$$T_2 = -\gamma_2 \tan(\gamma_2 e)$$

$$g = b_1 - a_1 = 2a$$

$$a_1 = b - a$$

$e = b_1 - L = a - b$; a et b désignant, respectivement, la demi-largeur de l'échantillon de matériau sous test et la demi-largeur du ruban conducteur de la cellule de test (annexe 2, Fig. A2. 1),

$$k_x^2 = k_m^2 \frac{\mu^2 - \kappa^2}{\mu} - \gamma^2$$

$$k_m^2 = \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon$$

$$H m_z = \mu k_m^2 - \gamma^2$$

$$\gamma_1^2 = k_1^2 - \gamma^2 \quad \text{et} \quad k_1^2 = \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon_1$$

$$\gamma_2^2 = k_2^2 - \gamma^2 \quad \text{et} \quad k_2^2 = \omega^2 \varepsilon_0 \mu_0 \varepsilon_2$$

La relation de dispersion ainsi obtenue (Eq. A4. 12) a pour inconvénient de présenter des pôles du fait des fonctions T , T_1 et T_2 . Afin de s'affranchir de divisions par zéro lors de l'exécution du programme informatique élaboré, cette relation peut être réécrite de la manière suivante :

$$\left[-N_x D_1 D_2 \gamma^2 + N_x (N_1 D_2 + N_2 D_1) \kappa \gamma + N_x \left[N_1 N_2 (\mu^2 - \kappa^2) + D_1 D_2 \mu k_m^2 \right] + D_x (N_1 D_2 - N_2 D_1) \mu k_x \right] = 0 \quad (\text{Eq. A4. 13})$$

avec $D_x = \cos(2ak_x)$, $N_x = \sin(2ak_x)$, $D_1 = \gamma_1 \cos((b-a)\gamma_1)$, $N_1 = \gamma_1 \sin((b-a)\gamma_1)$, $D_2 = \gamma_2 \cos((a-b)\gamma_2)$, $N_2 = \gamma_2 \sin((a-b)\gamma_2)$.

ANNEXE 5 :
CALCUL DES ERREURS DE MESURE

ANNEXE 5 : CALCUL DES ERREURS DE MESURE

La manière d'obtenir les erreurs de mesure des propriétés électromagnétiques (μ , κ , ε) de l'échantillon de matériau magnétique caractérisé est ici présentée. Ces erreurs sont déterminées connaissant celles sur la mesure du module et de la phase du paramètre S_{21} ($= |S_{21}| \exp(j\theta_{21})$) de la portion de la cellule de mesure avec échantillons de matériaux et l'incertitude sur la mesure de la longueur de ces derniers.

I. DETERMINATION DES ERREURS ABSOLUES DE MESURE DE (μ)

Les expressions générales ci-dessous sont, en premier lieu, employées :

$$\begin{cases} \Delta\mu' = \sqrt{\left(\frac{\partial\mu'}{\partial|S_{21}|} \Delta|S_{21}|\right)^2 + \left(\frac{\partial\mu'}{\partial\theta_{21}} \Delta\theta_{21}\right)^2 + \left(\frac{\partial\mu'}{\partial d} \Delta d\right)^2} \\ \Delta\mu'' = \sqrt{\left(\frac{\partial\mu''}{\partial|S_{21}|} \Delta|S_{21}|\right)^2 + \left(\frac{\partial\mu''}{\partial\theta_{21}} \Delta\theta_{21}\right)^2 + \left(\frac{\partial\mu''}{\partial d} \Delta d\right)^2} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_5. 1)$$

avec $\Delta|S_{21}|$, $\Delta\theta_{21}$ et d représentant, respectivement, les erreurs absolues de mesure du module de S_{21} , de sa phase et de la longueur (d) d'échantillon suivant l'axe de propagation (voir annexe 3, Fig. A₃. 1).

Les différentes dérivées partielles intervenant dans (Eq. A₅. 1) sont données par [100]-[101] :

$$\begin{cases} \frac{\partial\mu}{\partial|S_{21}|} = \left(\frac{\partial\mu}{\partial R^+} \frac{\partial R^+}{\partial S_{21}} + \frac{\partial\mu}{\partial T^+} \frac{\partial T^+}{\partial S_{21}} \right) \cdot \exp(j\theta_{21}) \\ \frac{\partial\mu}{\partial\theta_{21}} = j|S_{21}| \frac{\partial\mu}{\partial|S_{21}|} \\ \frac{\partial\mu}{\partial d} = \frac{\partial\mu}{\partial T^+} \frac{\partial T^+}{\partial d} \end{cases} \quad (\text{Eq. A}_5. 2)$$

R^+ et T^+ désignant, également, la réflexion et la transmission de l'onde hyperfréquence au niveau de la première discontinuité région vide-région chargée de la cellule (annexe 3, Fig. A₃. 1).

Afin de calculer les dérivées du système (Eq. A₅. 2), deux cas sont à distinguer suivant que l'échantillon de matériau magnétique soit dans un état désaimanté ou aimanté.

I MILIEU MAGNETIQUE DESAIMANTE

Lorsque le milieu magnétique testé est désaimanté ($\kappa = 0$, $M_c = 0$), les constantes de propagation sont identiques, que l'onde hyperfréquence s'y propage de façon progressive ou rétrograde ($\gamma^+ = \gamma^-$). Il en est de même pour les coefficients R^+ , R^- ($R^+ = R^- = R$) et T^+ , T^- ($T^+ = T^- = T$) (Fig. A₃. 1), d'après (Eqs. A₃. 6 et A₃. 12). En considérant alors l'expression de la perméabilité scalaire (μ) du matériau (annexe 3, Eq. A₃. 19), les dérivées partielles intervenant dans le système d'équations (Eq. A₃. 2) sont telles que :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \mu}{\partial R} = \frac{\partial \mu}{\partial \gamma} \cdot \frac{\partial \gamma}{\partial R} = \frac{j}{d} \frac{S_{11}}{1-R \cdot S_{11}} \frac{2ah\mu_0 Z_0 \omega (1-R) \cdot (1+R)}{A} \\ \frac{\partial R}{\partial S_{21}} = -\frac{S_{21}}{S_{11}} \left(1 \pm \frac{K_1}{\sqrt{K_1^2 - 1}} \right) \\ \frac{\partial \mu}{\partial T} = \frac{\partial \mu}{\partial \gamma} \cdot \frac{\partial \gamma}{\partial T} = \frac{j}{dT} \frac{2ah\mu_0 Z_0 \omega (1-R) \cdot (1+R)}{A} \\ \frac{\partial T}{\partial S_{21}} = \frac{S_{11} S_{21}}{(1-R S_{11})^2} \frac{\partial R}{\partial S_{21}} \\ \frac{\partial T}{\partial d} = -\frac{T}{d} \ln(T) \end{array} \right. \quad (\text{Eq. A}_5. 3)$$

avec T et R étant reliés aux paramètres S de la région chargée de la cellule par les relations (Eqs. A₃. 13 et A₃. 15, S₁₁ = S₂₂ et S₁₂ = S₂₁). Les termes A et K₁ ont pour expressions :

$$\left\{ \begin{array}{l} A = \left(h\mu_0 \omega (1-R) - 2Z_0 (b-a) \frac{j}{d} \ln(T) \cdot (1+R) \right)^2 \\ K_1 = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2 \cdot S_{11}} \end{array} \right. \quad (\text{Eq. A}_5. 4)$$

a, b et h sont, toujours, la demi-largeur de l'échantillon testé, son épaisseur et la demi-largeur du ruban conducteur de la cellule (annexe 2, Fig. A₂. 1). Z₀ vaut également 50 Ω.

Compte tenu des équations (Eqs. A₅. 2 et A₅. 3) précédentes, la décomposition en parties réelles et imaginaires des expressions du système (Eq. A₅. 2) conduit ainsi aux erreurs absolues de mesure (Δμ') et (Δμ'') des parties réelle et imaginaire de (μ = μ' - jμ'').

2 MILIEU MAGNETIQUE AIMANTE

De façon similaire, les erreurs de mesure (Δμ') et (Δμ'') pour un échantillon de matériau magnétique, à l'état aimanté, sont obtenues en insérant dans (Eq. A₅. 2) les expressions (Eq. A₅. 5). Le terme K₁ intervenant dans ces dernières est celui de l'équation (Eq. A₃. 15, annexe 3). Du fait de la non réciprocity de la cellule (S₁₂ ≠ S₂₁), les résultats de calcul des dérivées partielles apparaissant dans (Eq. A₅. 2) diffèrent de ceux précédents (Eq. A₅. 3).

$$\left\{ \begin{array}{l}
 \frac{\partial \mu}{\partial R^+} = \frac{j}{d} \frac{S_{22}}{1-R^+ S_{22}} \frac{ah\mu_0 Z_0 \omega (1-R^+) \cdot (1+R^+)}{A} \\
 \frac{\partial R^+}{\partial S_{21}} = -\frac{S_{12}}{2S_{22}} \left(1 \pm \frac{K_1}{\sqrt{K_1^2 - \frac{S_{11}}{S_{22}}}} \right) \\
 \frac{\partial \mu}{\partial T^+} = \frac{j}{dT^+} \frac{ah\mu_0 Z_0 \omega (1-R^+) \cdot (1+R^+)}{A} \\
 \frac{\partial T^+}{\partial S_{21}} = \frac{S_{21} S_{22}}{(1-R^+ S_{22})^2} \frac{\partial R^+}{\partial S_{21}} \\
 \frac{\partial T^+}{\partial d} = -\frac{T^+}{d} \ln(T^+)
 \end{array} \right. \quad (\text{Eq. A}_5. 5)$$

avec :

$$A = \left(h\mu_0 \omega \cdot (1-R^+) - Z_0 (b-a) \cdot (\gamma^+ + \gamma^-) \cdot (1+R^+) \right)^2 \quad (\text{Eq. A}_5. 6)$$

γ^+ et γ^- étant issues des relations (Eq. A₃. 16).

II. DETERMINATION DES ERREURS ABSOLUES DE MESURE DE (ε , κ)

Les erreurs absolues de mesure ($\Delta\varepsilon'$) et ($\Delta\varepsilon''$) de la permittivité relative ($\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$) de l'échantillon magnétique, à l'état désaimanté, sont aisément obtenues en dérivant la relation donnant (ε) (Eq. A₃. 22, annexe 3) par rapport à (μ) et en identifiant les parties réelles et imaginaires des deux membres de l'équation obtenue alors. La constante de propagation γ est telle que : $\gamma = \beta + j\alpha$. Elle est déterminée par l'expression (Eq. A₃. 16).

$$\left\{ \begin{array}{l}
 \Delta\varepsilon' = \frac{1}{\mu_0 \varepsilon_0 \omega^2 (\mu'^2 + \mu''^2)^2} \left[\frac{((\beta^2 - \alpha^2)(\mu'^2 - \mu''^2) - 4\alpha\beta \cdot \mu' \mu'') \cdot \Delta\mu'}{+2((\beta^2 - \alpha^2)\mu' \mu'' + \alpha\beta(\mu'^2 - \mu''^2)) \cdot \Delta\mu''} \right] \\
 \Delta\varepsilon'' = \frac{1}{\mu_0 \varepsilon_0 \omega^2 (\mu'^2 + \mu''^2)^2} \left[\frac{(-(\beta^2 - \alpha^2)(\mu'^2 - \mu''^2) + 4\alpha\beta \cdot \mu' \mu'') \cdot \Delta\mu''}{+2((\beta^2 - \alpha^2)\mu' \mu'' + \alpha\beta(\mu'^2 - \mu''^2)) \cdot \Delta\mu'} \right]
 \end{array} \right. \quad (\text{Eq. A}_5. 7)$$

Les erreurs ($\Delta\kappa'$) et ($\Delta\kappa''$) de la composante non diagonale ($\kappa = \kappa' - j\kappa''$) du tenseur de perméabilité de l'échantillon testé, à l'état aimanté, sont quant à elles déduites de (Eq. A₃. 20), reliant (κ) à (μ) :

$$\left\{ \begin{array}{l}
 \Delta\kappa' = \frac{1}{a\mu_0 \varepsilon_0 \omega^2 (\varepsilon_1 - \varepsilon_2)} \left[(\beta^+ - \beta^-) \cdot \Delta\mu' + (\alpha^+ - \alpha^-) \cdot \Delta\mu'' \right] \\
 \Delta\kappa'' = \frac{1}{a\mu_0 \varepsilon_0 \omega^2 (\varepsilon_1 - \varepsilon_2)} \left[(\beta^+ - \beta^-) \cdot \Delta\mu'' - (\alpha^+ - \alpha^-) \cdot \Delta\mu' \right]
 \end{array} \right. \quad (\text{Eq. A}_5. 8)$$

RESUME

Aux fréquences micro-ondes, les ferrites sont caractérisés par une perméabilité tensorielle, représentative de leur anisotropie induite sous champ magnétique. Cette propriété spécifique est à l'origine du comportement non réciproque de dispositifs comme les circulateurs et les isolateurs. Les limitations des milieux ferrites (aimantation à saturation réduite, fortes températures de frittage lors de leur élaboration) conduisent cependant les laboratoires à étudier des matériaux s'y substituant. Pour pouvoir réaliser des fonctions hyperfréquences non réciproques optimisées à partir de tels matériaux, la mesure préalable de leur tenseur de perméabilité est requise sur une large bande de fréquences.

L'originalité du travail présenté dans ce mémoire est double :

- dans un premier temps, une technique de mesure non itérative des éléments (μ , κ) du tenseur de perméabilité des milieux magnétiques, dans un état quelconque d'aimantation, a été développée. Elle est utilisable du continu jusqu'environ 6 à 7 GHz, selon le type de matériau testé. Outre la détermination analytique de (μ , κ) en fonction des paramètres S de la cellule de mesure en ligne de transmission élaborée, son principal intérêt est de permettre d'étudier le matériau dans des conditions voisines de celles fixées par l'application en technologie planaire ultérieure (mesure « in-situ »),

- à partir de cette technique de caractérisation expérimentale, les propriétés d'anisotropie induite de matériaux composites nanostructurés aimantés ont ensuite été démontrées puis ajustées pour mettre en œuvre un isolateur hyperfréquence à résonance. Les performances de ce dernier sont au moins comparables à celles des isolateurs à ferrites, pour une quantité de matière magnétique moindre.

***Mots clés* : Anisotropie magnétique induite, caractérisation hyperfréquence, composite magnétique, isolateur, nanoparticules, non réciprocity, paramètres S, tenseur de perméabilité.**

Anisotropic properties of magnetized ferrites are commonly at the basis of nonreciprocity in microwave devices, e.g., circulators and isolators. However, ferrites are not the best suited materials for such applications, due to their moderate saturation magnetization and high-sintering temperature needed during their manufacturing process. Consequently, research laboratories tend to propose substitute materials. To achieve an optimized performances-nonreciprocal device based on such a magnetized material, the exact knowledge of its tensorial permeability is required over a broad-frequency range.

The originality of this work is twofold. At first, a measurement technique enabling the noniterative and broad-band (up to 6-7 GHz) determination of the permeability tensor components (μ , κ) of magnetized or demagnetized magnetic materials has been developed. The measurement cell used is composed of a nonreciprocal strip transmission line. The major advantage of this new technique is to permit to study the material behavior in the same environment as microwave devices (« in-situ » characterization method). Then, the measurement capability has been employed to demonstrate the field-induced anisotropy of nanocomposite samples. Based on a comparison with a standard ferrite, this original magnetic anisotropy of magnetized nanophases has been exploited to investigate the design of an optimum an low-cost resonance microwave isolator.

***Keywords* : Field-induced anisotropy, isolator, magnetic composite, microwave characterization, nanoparticles, nonreciprocity, permeability tensor, scattering parameters.**